بررسی ساختاری و خواص نوری بلور نیوبات لیتیم نفوذدهی شده با روی

غلامرضا نبیونی، لیلا عقلی مقدم و اکبر زندهنام

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه اراک

علىاكبر فراشياني

گروه مخابرات نوری، مرکز تحقیقات مخابرات ایران ، تهران

(دریافت مقاله : ۸۹/۲/۵ – پذیرش مقاله : ۸۹/۸/۱۸)

چکیدہ

تغییر ضریب شکست نور در نوار باریکی از سطح مواد نوری مناسب، موجبرهای نوری را نتیجه میدهد. یکی از مشهورترین روشهای ساخت این موجبرها، نفوذدهی عناصر فلزی مناسب نظیر روی در نوار باریکی از سطح بلور نیوبات لیتم است؛ پایداری خواص ویژه نیوبات لیتم در اثنای دست یابی به بهینه شرایط نفوذ، از اهمیت بسیار برخوردار است. اهداف این تحقیق عبارتند از عملی نمودن نفوذ حرارتی روی در زیرلایه نیوبات لیتیم در بهترین شرایط دما و زمان (نسبت به تحقیقات گزارش شده قبلی) و بررسی مکانیزم نفوذ و مطالعه تاثیرات نفوذ بر خواص بلوری، نوری و مورفولوژی سطح بلور پایه نیوبات لیتیم، لذا ابتدا لایه ای از روی به ضخامت ۱۵۰۹ به روش کندو پاش مگنترون DC با دمای زیرلایه ⁽¹⁰) بر سطح بلور نیوبات لیتیم بلور پایه نیوبات لیتیم، لذا ابتدا لایه ای از روی به ضخامت ۱۵۰۹ به روش کندو پاش مگنترون DC با دمای زیرلایه ⁽¹⁰) بر سطح بلور نیوبات لیتیم در ارتی شد. سپس به مدت ۱۰۰۰۰۱۰ در دمای ⁽¹⁰) در هوای آزاد اکسایش یافت و در نهایت، در بازه ای از دما و زمانهای مختلف به روش حرارتی به درون بلور نیوبات لیتیم نفوذ داده شد. نتایج آنالیزها حاکی از آن بود که با بکارگیری روش کندو پاش مگنترون DC در لایه نشانی و انخاذ مدارتی به درون بلور نیوبات لیتیم نفوذ داده شد. نتایج آنالیزها حاکی از آن بود که با بکارگیری روش کندو پاش مگنترون DC در لایه نشانی و انخاذ مدارتی به درون بلور نیوبات لیتیم نفوذ داده شد. نتایج آنالیزها حاکی از آن بود که با بکارگیری روش کندو پاش مقدار روی، بعد از حرارت دهی به مدت مدارتی به درون بلور نیوبات لیتیم نفوذ داده شد. نتایج آنالیزها حاکی از آن بود که با بار گیری روش کندو پاش مقدار روی، بعد از حرارت دهی به مدت مدایری نظیر افزایش دمای زیرلایه پیش از انباشت و نیز اکسایش لایه انباشتی پیش از نفوذ؛ سرانجام تمام مقدار روی، بعد از حرارت دهی به مدت امرایتی میلیر افزایش دمای زیرلار نیوبات لیتیم نفوذ کرده که نسبت به دما و زمان های گزارش شده در تحقیقات مشابه به مرات به مدت عملی تر است. از سوی دیگر، بلور نیوبات لیتیم در محدوده دما و زمان های بکار رفته از پایداری خوبی در ماهیت بلوری و خواص نوری برخوردار بوده است.

واژههای کلیدی: نفوذ حرارتی، نیوباتالیتیم، روی، پس پراکندگی راترفورد، اسپکتروفوتومتری

Optical and Structural Characterization of Zn Diffused Lithium Niobate Crystals

G. Nabiyouni, L. Aghlimoghadam and A. Zendehnam

Department of Physics, Faculty of Science, Arak University, Arak A. Farashiani

Optical Group, Iran Telecommunication Research Center (ITRC), Tehran

Abstract

One of the most popular and well-established techniques to fabricate low-loss optical waveguides is diffusing of metal ions into Lithium Niobate (LN) crystals. In this work we reported a 3-steps waveguide fabrication process, based on Zn diffusion into LN. First, a layer of Zn with the thickness of 150 nm was sputtered on a hot (127°C) LN substrate. Then the Zn atoms were oxidized by annealing the sample at 450°C for 10 min. Finally, thermal diffusion of Zn atoms into LN substrate took place in the different annealing temperatures and times. The aim of this work was to find an optimum diffusing temperature and time of Zn into the LN crystal. Structural and optical characterization of the prepared samples were carried out using XRD, RBS combined with channeling, SEM and double beam spectrophotometer.

Our experimental results indicated that almost all of the Zn ions had been diffused into the LN crystal after annealing the sample at 750°C for 180min. The comparative analyses using XRD, RBS combined with channeling and spectrophotometry, revealed a good stability in optical and crystal structure of LN. Optical transmission and band gap energy of the samples were found to vary with the amount of the Zn content, while in the purchased LN crystal, the band gap was about 4eV, it was dropped to around 2.9eV after annealing the sample at 800°C because of diffusing the Zn atoms into the LN crystal. This result promises an improvement on the LN conductivity, therefore an enhancement in its waveguide characteristic.

Keywords: Thermal Diffusion, Lithium Niobate, Zinc, Waveguides, Spectrophotometry.

E-mail of corresponding author: g-nabiyouni@araku.ac.ir

در کلیه روشهای گزارش شده در بالا، علاوه بر سهولت روش ساخت، پایداری خواص ویژه نیوبات لیتیم حین دستیابی به بهینه دما و زمان نفوذ حرارتی روی از اهمیت بسیار زیادی برخوردار است. بدین منظور، در این تحقیق از راهکارهای جدیدی در فرآیند لایهنشانی و نفوذ حرارتی استفاده نموده ایم و همچنین کلیه تغییرات احتمالی ایجاد شده در ساختار بلوری و نوری نمونه ها نیز توسط آنالیزهای SEM، RBS، XRD و اسپکتروفو تومتری (Spectrophotometery) مورد مطالعه قرار می گیرد.

روش تحقيق

در این تحقیق از بلور نیوبات لیتیم (x-cut) با خلوص .//۹۹/۹۹ (محصول شرکت چینی Foctek)، ضخامت mm ۵/۰و ابعاد ۲۰mm × ۲۰mm استفاده شد که پس از تهیه، با لیزر Nd-YAG به طول موج ۱۰۶۴Å برش زده و مساحت آنها به ۲ ۱۰×۱۰mm کاهش یافت. زیرلایهها ابتدا با استن و سیس به مدت ۲min در حمام فراصوتی با آب جوش و در نهایت با استن و الکل ایزوپروپانل شستشو و با تیغههای فلزی ماسک شدند تا مساحت `۱۰mm×۱در آنها ایجاد شود. سیس فلز روی به ضخامت ۱۵۰nm به روش کندوپاش مگنترون DC با دمای زیرلایه C°۱۲۷ لایهنشانی شد^۲. در مرحله بعد به منظور اکسایش روی، نمونهها در دمای ۴۵۰°C به مدت ۱۰min در اتمسفر معمولي حرارتدهي شده و در پايان، نفوذ حرارتي در دماها و زمانهای متفاوت مطابق جدول ۱، انجام شد. شایان ذکر است که به منظور بررسی نقش عامل های دما و زمان در ساخت نمونهها، از روش یک متغیّر در هر بار استفاده شده است.

به منظور بررسی نفوذ روی و همچنین کیفیت بلوری نیوبات لیتیم، آزمایش های RBS و کانالزنی [۸] توسط باریکه یون های ⁺He با انرژی ۱/۵ و ۲MeV حاصل از شتاب دهنده مقدمه

٤٦

نفوذ فلز روی در نیوباتلیتیم روش نسبتاً جدیدی در ساخت موجبرهای نوری با توانایی هدایت هر دو مد قطبش (الکتریکی و مغناطیسی) است. تاخیر دریکی از این دو مد باعث PMD (پراکندگی مد قطبشی PMD) Polarization Dispersion; مي شود. با توجه به دارا بودن ضريب نفوذ بالاي روی، نفوذ آن در دماهای نسبتاً پایین (در مقایسه با نفوذ تیتانیم در دمای C°۱۰۰۰، بعنوان اولین ماده نفوذی در نیوبات لیتیم به منظور ساخت موجبرهای نوری) در حدود ۹۰۰°C انجام می شود [۲٬۱]. در این بازه دمایی، نيوبات ليتيم خواص بلوري و نوري اوليه خود را حفظ مي كند و از سوی دیگر، مقاومت موجبر حاصل در برابر تخریب نورشکستی بالا است[۳]. استفاده از یونهای روی، میتواند توسط نفوذ از منبع روی/اکسید روی، فاز بخار و یا فاز مایع آن رخ دهد. سوارز و همکارانش در سال ۲۰۰۵ نفوذ روی از فاز بخار آن را طی فرآیند دو مرحلهای در نیوباتلیتیم گزارش كردند؛ بدين ترتيب كه ابتدا زيرلايه نيوبات ليتيم را به مدت ٢ ساعت در دمای ۵۵۰°C در محفظه بخار روی قرار داده و سپس نمونههای لایهنشانی شده را به مدت ۱ ساعت در دمای ۹۰۰°C در اتمسفر هوای آزاد حرارت دادند[۴]. نوادو و همکارانش در سال ۲۰۰۱ فرآیند نفوذ دو مرحلهای را گزارش کردند که در مرحله اول شامل حرارتدهی زیرلایه نیوبات لیتیم در محفظه بخار روی در دمای C°۵۵ به مدت ۲ ساعت و سپس حرارتدهی نمونههای انباشت شده در اتمسفر هوای آزاد به مدت ۸−۴ ساعت در دمای C°۸۰۰ بود [۵،۱]. مهم ترین جایگزین نفوذ روی از منبع بخار، نفوذ از لایه فلزی روی انباشت شده بر سطح بلور است. این روش توسط لومینگ و همکارانش پس از ۲ ساعت حرارتدهی در دمای C°۸۹۰ با موفقیت بکار برده شد[۶]. در این راستا، فوجيمورا و همكارانش نيز موجبرهاي نيوباتليتيم روى نفوذی را پس از ۵/۰ ساعت حرارتدهی در دمای ۲°۸۹۰ از منبع اکسید روی انباشت شده به روش کندوپاش RF ساختند[٧].

¹Ultrasonic bath

^۲ ضخامت لایه انباشت شده بر سطح زیرلایه بایستی به اندازهای باشد که در مدت زمان و دمای حرارتدهی، کل آن به داخل ساختار بلوری نفوذ کند تا سطح زیرلایه از هرگونه تخریب یا نقص مصون بماند[۷]



شکل۱. تصویر حاصل از میکروپیکسی، نشاندهنده تجمع روی در کانال حاوی روی در سطح زیرلایه، لایهنشانی و اکسید شده به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ℃ ۴۵۰ (پهنای کانال حاوی روی، mm ۱ و ابعاد کل نمو نه ۲۳۳۳×۲ است)

زمانهای متفاوت نفوذدهی شدهاند، لذا در روال انجام آنالیزها، میتوان به بررسی نقش دو عامل دما و زمان پرداخت.

در ابتدا به منظور بررسی نقش دمای نفوذ بر ساختار بلوری، طیف XRD حاصل از نمونههای نفوذدهی شده در دماهای مختلف و زمان یکسان در شکل ۲ آورده شده است. همان طور که ملاحظه میشود، فاز جدید نیوباتروی ,ZnNb_vO در توافق با گزارش سایر مراجع [۱۱،۱۰۹] تقریباً در کلیه نمونهها در حدود زاویه ۳۸[°] مشاهده میشود. قلههای مربوط به نیوبات لیتیم و اکسید روی نیز همواره حضور دارند. جابجایی اندک ایجاد شده در محل وقوع قلهها در دماهای مختلف را میتوان ناشی از نفوذ روی به ساختار بلور نیوبات لیتیم و ایجاد اعوجاج اندکی در شبکه بلوری دانست.



شکل۲. طیف XRD، تغییرات زاویهای لگاریتم شدت، مقایسه نمونههای نفوذدهی شده در دماهای مختلف و زمان یکسان

جدول ۱. مشخصات دما و زمان نفوذ حرارتی در نمونه های ساخته شده.

دما(°C)	زمان(min)			
	۶.	17.	١٨٠	
۶.,			١	
٧			١	
V۵·		١	١	
<u>۸</u>	١	١	١	

واندوگراف ۳MeV استفاده شد. مطالعه ساختاری نمونههای نفوذدهی شده به روش پراش اشعه-X توسط دستگاه ۳۳۷۳ Philips X'pert; PW با تابش K_a به طول موج ۱/۵۴Å انجام شد. اندازهگیری نوری نمونهها توسط تکفامگر دو باریکه در محدوده طول موج ۱۱۰۰۰m–۲۰۰ انجام شد. به منظور مطالعه مورفولوژی سطح نمونهها از میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل ۲۶۰ S مربوط به ۱۹۹۰ Cambridge استفاده شد.

نتايج و بحث

پس از تمیزسازی اولیه زیرلایهها، لایهنشانی به روش کندوپاش مگنترون DC در باریکه به پهنای ۱mm صورت گرفت که به منظور بررسی کیفیت انباشت روی، تجمع روی در کانال و نیز ماسک بکار رفته، تصویر حاصل از آنالیز میکروپیکسی مربوط به نمونه لایهنشانی و اکسید شده در شکل ۱ آورده شده است. همانگونه که ملاحظه میشود، عمل لایهنشانی در کانال مدنظر با دقت و ظرافت خوبی انجام شده و عملاً توزیع منظم و همگنی از روی در محل کانال مشاهده میشود. لازم به ذکر است که با توجه به قطر باریکه ⁺He در این آنالیز که معادل است و بنابراین نقاط سفید رنگ، اجتماعی از اتمهای روی هستند.

پس از لایهنشانی و اکسایش، نفوذ حرارتی و ساخت نمونهها طبق جدول ۱ صورت گرفت. همان طور که از جدول مشاهده میشود، نمونههای موجود در ستون آخر جدول در دماهای مختلف و زمان یکسان، حرارت و نفوذدهی شدهاند، همچنین نمونههای موجود در سطر آخر جدول در دمای یکسان و

به منظور مطالعه مکانیزم نفوذ و بررسی تاثیر دما بر آن، طیف حاصل از آنالیز پسپراکندگی راترفورد حاصل از نمونهها در دماهای مختلف و زمان یکسان، در شکل ۳ آورده شده است. همانگونه که ملاحظه میشود طبق انتظار با افزایش دمای نفوذ، از میزان روی در لایه کاسته شده و در نتیجه مقدار بیشتری از آن به داخل ساختار نفوذ کرده است (قله موجود در سطح، نشاندهنده مقدار زیاد روی است که با افزایش دما ناپدید میشود یعنی پخش روی در زیرلایه صورت گرفته است). همچنین با افزایش دما، شیب منحنی افزایش یافته که گویای افزایش گرادیان غلظت روی در زیرلایه است، بهگونهای که در دماهای پایینتر فلز روی فقط در سطح زیرلایه نفوذ کرده اما از دمای ℃ ۵۰۷، به اعماق بیشتری از زیرلایه رسیده و در آن پخش بهتری دارد.

٤٨



شکل۳. طیف پسپراکندگی راترفورد نمونههای نفوذدهی شده در دماهای مختلف و زمان یکسان. آنالیز توسط ذرات ⁺He و انرژی ۲MeV در زاویه پراکندگی ۱۶۵^۵

برای مطالعه نقش دمای نفوذ بر تغییرات مورفولوژی سطح، تصاویر تهیه شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی حاصل از کانال روی، به ترتیب در شکلهای ۴ تا ۶ تا گزارش شده و مورد بررسی قرار می گیرند. کلیه تصاویر با بزرگنمایی ۱۰،۰۰۰ گرفته شدهاند.

آنچه در روال افزایش دما مشاهده می شود، ایجاد بهبود در ساختار لایه است؛ در ابتدا جزیرههایی بر سطح تشکیل شده که با افزایش دما به هم پیوسته تر می شوند.

اجتماع جزیرهها به نوعی نشاندهندهی ریزتر شدن ذرات روی و اکسید روی و در نتیجه وقوع سریعتر نفوذ به درون ساختار



شکل ۴. تصویر SEM، سطح نمونهی نفوذدهی شده، دما ۲۰۰°، زمان ۱۸۰min



شکل۵. تصویر SEM، سطح نمونه نفوذدهی شده، دما ℃ ۷۵۰. زمان ۱۸۰min



شکل۶. تصویر SEM، سطح نمونه نفوذدهی شده، دما ℃ ۸۰۰. زمان ۱۸۰min

زیرلایه است. در واقع این نتیجه با نتایج برآمده از طیفهای RBS مبنی بر تسهیل و یا تسریع نفوذ با افزایش دما در توافق است.

در مرحله دوم برای بررسی نقش زمان نفوذ در ساختار بلوری، طیفهای حاصل از پراش اشعه-X نمونههای نفوذدهی شده در دمای یکسان و زمانهای مختلف، در شکل ۷، آورده شدهاند.

همانگونه که ملاحظه می شود، محل وقوع قلهها در نمونههای نفوذدهی شده در زمانهای ۶۰min و ۱۲۰min از شباهت زیادی با یکدیگر برخوردارند. به نظر میرسد تا این زمان، فاز جدید نیوبات روی همچنان بر سطح زیرلایه حضور دارد و اکسید روی نیز در هر دو زمان در راستاهای مشابهی، بر سطح زیرلایه رشد کرده است. اما در نمونه نفوذدهی شده در زمان ۱۸۰min فاز نیوبات روی ناپدید شده و در ضمن برخی راستاهای رشد اکسید روی نیز مشاهده نمی شود. این تفاوت می تواند ناشی از آن باشد که در زمان ۱۸۰min، نفوذ کامل روی به درون ساختار زیرلایه رخ داده و عملاً مقدار بسیار ناچیزی از فازهای جدید بر سطح باقی مانده است. به منظور مطالعه مکانیزم نفوذ و بررسی تاثیر زمان در آن. طیف حاصل از آنالیز پسپراکندگی راترفورد با باریکهای از یونهای ⁺He با انرژی ۲MeV مربوط به نمونههای نفوذدهی شده در دمای یکسان و زمانهای متفاوت، در شکل ۸ آورده شده است.



شکل ۸ طیف پس پراکندگی راترفورد، نمونههای نفوذدهی شده در دمای یکسان °C ۲۰۰۰ و زمانهای متفاوت ۱۸۰min و ۶۰،۱۲۰. آنالیز RBS توسط ذرات فرودی ⁺He و انرژی MeV انجام شده است.

در دماهای پایین تر از 2°۸۰۰ است. همچنین ملاحظه می شود که با افزایش زمان نفوذ، کاهش منظمی در مقدار نئوبیم موجود ایجاد شده است. گرادیان غلظت عنصر روی موجود در سطح زیرلایه نیز با افزایش زمان، افزایش یافته که نشاندهنده پخش بیشتر و بهتر آن در ساختار زیرلایه است. برای بررسی نقش زمان نفوذ بر تغییرات مورفولوژی سطح، تصاویر تهیه شده از میکروسکوپ الکترونی روبشی حاصل از کانال روی، به ترتیب در شکلهای ۹ تا ۱۱ گزارش شده و مورد مطالعه قرار می گیرد.

> همانطور که مشاهده می شود در کلیه این نمونهها اثری از قله روی در سطح، مشاهده نمی شود و این در توافق با آنالیز روی



شکل ۷. منحنی تغییرات زاویهای لگاریتم شدت حاصل از مقایسه نمونههای نفوذدهی شده در دمای ثابت و زمانهای مختلف

ابتدا در شکل ۹ به نظر میرسد که ساختار، مرحله گذاری را طی کرده، رو به پیوستگی بیشتر میرود. حالت جزیرهای ساختار به وضوح پیوستهتر شده و نواحی بزرگتری در حال تشکیل است. با دقت در شکل ۱۰ ملاحظه میشود که با افزایش زمان نفوذ به ۱۲۰min، روال پیوستگی و ریزدانه شدن ساختار تداوم یافته تا اینکه در زمان ۱۸۰min طبق شکل ۱۱ از پیوستگی و یکنواختی ساختار، (نسبت به شکل ۱۰) کاسته شده و دوباره رو به جزیرهای شدن پیش میرود که شاید تاثیر زمان طولانی مکث در دمای ۲۰۰۸ باشد.

برای مطالعه مکانیزم نفوذ روی در بلور نیوبات لیتیم، به کمک آنالیز پس پراکندگی راترفورد برای دو نمونه اکسید شده در دمای ۲۵۰۴۵ در مدت ۱۰min و دیگری نمونه نفوذدهی شده در دمای ۲۵۰۰۸ به مدت ۱۲۰min، نیمرخ غلظت عناصر موجود در ساختار، بهدست آمد که به ترتیب در شکل های ۱۲ و ۱۳ گزارش می شوند.



شکل ۹. تصویر SEM، سطح نمونهی نفوذدهی شده، دما ℃۸۰۰. زمان ۶۰min



شکل ۱۰. تصویر SEM، سطح نمونهی نفوذدهی شده، دما ℃ ۸۰۰. زمان ۱۲۰min



شکل ۱۱. تصویر SEM، سطح نمونهی نفوذدهی شده، دما ℃۸۰۰ زمان ۱۸۰min

در این نمونه با توجه به پایین بودن دمای اعمال شده به نمونه، انتظار میرود که عملاً نفوذ روی به اعماق ساختار شبکه نیوبات لیتیم رخ نداده و مقدار زیادی از آن، نفوذ نکرده باقی مانده باشد. همان گونه که از منحنی نیز ملاحظه می شود با پیشروی به عمق ساختار و فاصله گرفتن از سطح، به مرور از میزان روی کاسته و به نئوبیم و لیتیم موجود (با فرض شباهت رفتاری این دو عنصر [۱۱،۱۲]) افزوده شده است. تابع رفتاری عنصر روی به صورت شماتیکی نیمه گوسی بهدست آمده که در توافق خوبی با نتیجه تحقیق انجام شده توسط لیفانته و همکارانش می باشد[۱۵،۱۴،۱۳].

برای نمونه نفوذدهی شده به مدت ۱۲۰min در دمای C°۸۰۰ نیز طبق منحنی ۱۳ مشاهده میشود که در سطح نمونه هر سه عنصر روی، نئوبیم و لیتیم (با فرض شباهت رفتاری لیتیم و



زمان ۱۰min.

نئوبیم) وجود دارند اگر چه مقدار روی به مراتب کمتر است. با پیشروی در عمق نمونه، در ناحیهای مقدار روی به بیشینهای میرسد و سپس دوباره از مقدار آن کاسته می شود. به عبارتی نیمرخ غلظت روی، دارای رفتار شبه گوسی است و این نحوه رفتار با گزارش نوادو و همکارانش در تحقیقی مشابه سازگار است[۵].



شکل ۱۳. نیمرخ غلظت، نمونه نفوذدهی شده، دما ℃۸۰۰، زمان ۱۲۰min

به منظور بررسی و مقایسه عبوردهی نوری، طیف های حاصل از چهار نمونه: نیوباتلیتیم اولیه، نمونه لایهنشانی و اکسید شده در دمای C° ۴۵۰ و زمان ۱۰min، نمونههای نفوذدهی در دماهای ۷۵۰ و C°۸۰۰ و زمانهای ۱۲۰ و ۱۸۰ min در شکل ۱۴ آورده شدهاند. ملاحظه می شود که میزان عبوردهی برای تمام نمونههای نفوذدهی شده نسبت به نیوبات لیتیم خام اولیه، كاهش یافته است كه این كاهش می تواند به علت وجود روى بر سطح و یا داخل ساختار بلور در نمونههای غیر خام باشد. همچنین جذب در ناحیه فرابنفش نور (محدوده طول موج ۳۸۰-۳۸۰m»)، تنها در نمونه اکسایش یافته در دمای ۴۵۰°C (حاوی اکسید روی) ملاحظه می شود و در سایر نمونه ها، جذب در این ناحیه غیر صفر است. همین امر یعنی جذب در ناحیه مضر نور مرئی، یکی از عمدهترین دلایل کاربرد فراوان اکسید روی بر شیشههای هواپیما، عینکهای آفتابی و نیز کرمهای ضد آفتاب است. به کمک دادههای حاصل از منحنی های میزان عبوردهی و روابط ۱ و ۲، می توان اندازه گاف نواری را در هر یک از نمونهها محاسبه نمود.





با توجه به ساختار نیوبات لیتیم و نوع گذار مستقیم در آن، ضریب جذب توسط رابطه(۱) بیان می شود[۱۶]. $\alpha h \upsilon = A(h \upsilon - E_g)^{\frac{1}{\gamma}}$ (۱)

که در آن A مقدار ثابت، hv انرژی فوتون و E_g گاف انرژی است. مقدار α نیز تابعی از درصد عبوردهی لایه بوده و از رابطه(۲) به دست می آید.

(7)

 $\alpha = \frac{1}{t} \ln \left(\frac{T}{T_{\circ}} \right)$

T میزان عبوردهی زیرلایه، T میزان عبوردهی لایه انباشتی و زیرلایه، T_{\circ} میزان عبوردهی زیرلایه بدون انباشت و t ضخامت لایه است میزان عبوردهی زیرلایه بدون انباشت و t ضخامت لایه است که معمولاً بر حسب cm بیان می شود. طبق رابطه (۱) اگر منحنی ترسیم شود، محل تلاقی خط مماس بر منحنی با محور افقی، اندازه گاف نواری را خواهد داد. بر همین اساس، اندازه گاف نواری برای چهار نمونه: نیوبات لیتیم خام اولیه، نمونه گاف نواری برای چهار نمونه: نیوبات لیتیم خام اولیه، نمونه نایه نشانی و اکسید شده در دمای $2^{\circ} \cdot 4^{\circ}$ و زمان ۱۰min نمونه های نفوذدهی در دماهای $\cdot 4^{\circ}$ و $2^{\circ} \cdot 4^{\circ}$ و مدت زمان های $\cdot 1^{\circ}$ و min به دست آمد که به ترتیب در شکل های ۱۵ تا ۱۸ گزارش می شوند.

اندازه گاف نواری در نیوبات لیتیم خام اولیه حاصل از شکل ۱۵ حدوداً معادل ۳/۹۵e۷ بهدست می آید که در توافق بسیار خوبی با نتایج گزارش شده برای اندازه گاف نواری نیوبات لیتیم در کتب و مراجع است [۱۷].







شکل ۱۷. نمودار ^۲ (αhυ) بر حسب (hu)، نمونه نفوذدهی شده ، دما ۵۲ ۷۵۰ زمان ۱۲۰min

سرانجام در نمونه نفوذدهی شده در دمای C^o ۸۰۰ و مدت زمان ۱۸۰۱۳۱ که نسبت به تمام نمونهها، حاوی بیشترین مقدار روی و در نتیجه دارای ساختار رساناتری میباشد، به کمترین مقدار تقریبی خود یعنی ۳eV تقلیل خواهد یافت (طبق شکل ۱۸). جدول ۲ مقادیر حدودی به دست آمده برای اندازه گاف نواری نمونهها را نشان میدهد.



جدول ۲. گزارش اندازه گاف نواری در نمونههای حاوی مقادیر متفاوت روی.

نفوذ در ۸۰۰°C	نفوذ در ۷۵۰°C، ۱۲۰ min	نمونه انباشت و	نيوباتليتيم خام	شرايط نمونه
۳	۳/۲۰	۳/۲۷	٣/٩۶	اندازه گاف نواری (eV)

در پایان با توجه به اهمیت پایداری خواص ویژه بلوری، نوری و مورفولوژی سطح نیوباتلیتیم در اثنای نفوذ حرارتی و در بازه دماها و زمانهای اعمال شده، آنالیزهای پراش اشعه-X، کانالزنی، اسپکتروفوتومتری و تصویربرداری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بر یک نمونه خام اولیه و نمونه نیوباتلیتیم نفوذدهی شده در دمای ۲۰۰۰ انجام شد که به ترتیب گزارش می شوند.

طیفهای حاصل از پراش اشعه-X مربوط به نیوبات لیتیم در دو دمای اتاق (0 (0) و نهایی (0 (0) در شکل ۱ آورده شده است. در هر دو منحنی، شدت قلههای مربوط به راستاهای رشد (11) و (71) بلور نیوبات لیتیم در زوایای 0 / 0 (0 / 0) و (7) بلور نیوبات لیتیم در زوایای شدت (0) و (11) و (71) بلور نیوبات لیتیم در زوایای شدت (0) و (11) پس از حرارت دهی از بین رفته اند. علل احتمالی این امر علاوه بر تفاوت در نحوه قرار گرفتن نمونه در برابر پرتو-X (با توجه به غیر پودری بودن نمونه)، می تواند به ضعیف بودن بیش از حد این قلهها نسبت به دو راستای مرجّح (11) و (17) باشد. در هر صورت راستای برشد جدیدی مبنی بر تشکیل فاز اضافی در سطح مشاهده نمی شود. این امر نشانه ای از پایداری ساختار بلوری در اثر نمی شود. این امر نشانه ای از پایداری ساختار بلوری در اثر مبنی بر پایداری و دمای بحرانی بالای بلور نیوبات لیتیم در توافق می باشد.

طیف حاصل از کانالزنی بلور خام نیوبات لیتیم بدون بازپخت و حرارت داده شده در دمای ۲° ۸۰۰ در شکل ۲۰ آورده شده است. نتایج حاصل نشان می دهد که ساختار نیوبات لیتیم خام در دمای معمولی دارای ماهیت بلوری بسیار خوب می باشد و گستردگی بازه انرژی (ناشی از عدم اتلاف)، نشان دهنده پیشروی باریکه تا اعماق زیاد در کانالها و عاری بودن آنها از هر گونه نواقص و ناخالصی است. همچنین مقایسه ذرات برگشتی شمارش شده در طیف کاتوره ای با طیف کانالی نشان می دهد که کاهش ذرات شمارش شده بیش از ده مرتبه است بنحوی که این درصد کاهش ذرات در راستای بلوری، نشانه ای از کیفیت بسیار خوب بلور است. به منظور مقایسه نشانه ای از کیفیت بسیار حرارت داده نشده نیز نشان داده

شده است. طبق شکل ۲۰ پایداری در ماهیت بلوری و عدم انسداد کانالهای نیوباتلیتیم، پس از حرارتدهی در دمای C° ۸۰۰ و مدت زمان ۱۸۰ min نیز تداوم دارد. افزایش بهره به دلیل اثر حرارت بر سطح بلور است.

در شکل ۲۱ طیف حاصل از آنالیز اسپکتروفوتومتری انجام شده بر نمونههای نیوبات لیتیم در دمای اتاق (C° ۲۳) و دمای (C° ۸۰۰) آورده شده است.



شکل ۲۰. طیف حاصل از کانال;نی، نیوبات لیتیم حرارت دهی شده، دما ℃ ۸۰۰ زمان ۱۸۰ min. آنالیز توسط ذرات ⁺He و انرژی ۱/۵MeV در زاویه یراکندگی ^۱۶۵⁰



شکل ۲۱. طیف حاصل از کانالزنی، نیوبات لیتیم حرارت دهی شده، دما ۵۲ ۲۰۰ زمان ۱۸۰ min ۱۸۰. آنالیز توسط ذرات ⁺He و انرژی ۱/۵MeV در زاویه پراکندگی ۱۶۵^۵

همانطور که ملاحظه میشود تغییر محسوسی در میزان عبوردهی نیوباتلیتیم ایجاد نشده و عملاً دو طیف بر هم منطبق هستند. با توجه به ارتباط موجود بین میزان عبوردهی و اندازه گاف نواری ساختار طبق روابط ذکر شده در بالا



شکل ۱۹. طیف XRD، تغییرات زاویهای لگاریتم شدت، نیوباتلیتیم در دمای معمولی و حرارتدهی شده، دما ℃۸۰۰، زمان ۱۸۰min

روابط (۱) و (۲) – می توان به ثبات اندازه گاف نواری ساختار بلور نیوبات لیتیم در اثر حرارت دهی در بازه دمایی به کار رفته در این تحقیق پی برد. این امر در توافق با گزارش مراجع [۲1] نشان دهنده پایداری نوری بلور نیوبات لیتیم و مبنی بر بالا بودن دمای بحرانی نیوبات لیتیم (بین ۱۱۰۰ تا ۲۰٬۰۸۰) است. در شکل ۲۲، تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی با بزرگنمایی ۱۰٬۰۰۰ از بلور نیوبات لیتیم خام در دمای معمولی و حرارت دهی شده در دمای ۲۰٬۰۰ آورده شده است. همان طور که مشاهده می شود، سطح بلور پس از نقاط سفید رنگی که در تصاویر ملاحظه می شود، مربوط به آلودگی ها و مواد به جامانده از مراحل آماده سازی نمونه شامل سونش ^۱ و براق سازی^۲ است.

نتيجه گيري

٥٤

در این تحقیق برای بهدست آوردن بهینه دما و زمان نفوذ کامل روی در زیرلایه نیوباتلیتیم و همچنین مطالعه مکانیزم نفوذ و اثرات آن بر خواص بلوری، نوری و مورفولوژی بلور پایه، به بررسی عملی نفوذ حرارتی روی در زیرلایه نیوبات لیتیم

^{1.}Etch

².Polish



شکل ۲۱. تصویر SEM، سطح نیوبات لیتیم (چپ) در دمای معمولی؛ (راست) حرارتدهی شده به مدت ۱۸۰min در دمای ۵۰۰°

پرداخته شد. آنالیزهای پراش اشعه-X، کانالزنی، اسپکتروفوتومتری و همچنین تصویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی که بر بلور پایه نیوبات لیتیم انجام شد، نشان دهنده پایداری خواص بلوری، نوری و مورفولوژی آن در محدوده دماهای به کار رفته برای نفوذ بود. نتایج حاصل از آنالیز پراش اشعه-X به منظور بررسی نقش دما و زمان بر

منابع

- R. Nevado, C. Seda, F. Segato, F. Caccavale, A. Kling, J.C. Soares, E. Cantelar, F. Cusso and G. Lifant, *Compositional characterization* of *Zn-diffused lithium niobate waveguides*, Applied Physics B, 73(2001)555-558.
- L. Arizmendi, *Photonic applications of lithium niobate crystals*, Physica Status Solidi A, 201, No. 2, (2004) 253-283.
- T. Volk, B. Maximov, S. Sulyanov, N. Rubinina and M. Wohlecke, *Optical Materials* 23(2003)229. Jia-Ming Liu, *Photonic Devices*, Cambridge University Press, (2005).
- 4. H. Yamamoto, N. Saiga, K. Nishimori, *ZnO thin films deposited on various LiNbO3 ubstrates by RF-sputtering*, Applied Surface Science ,169-170(2001)517-520.
- I. Suarez, R. Matesanz, I. Aguirre de Carcer, P.L. Pernas, F. Jaque, R. Blasco and G. Lifante, *Antibody binding on LiNbO3:Zn waveguides for biosensor applications*, Sens. Actuators B, 107(2005)88-92.
- 6. R. Nevado and G. Lifante, *Low-Loss, Damage-Resistant Optical Waveguides in Zn-Diffused LiNbO3 by a Two-Step Procedure*, Applied Physics A, 72 (2001) 725-728.
- L. Ming, C.B.E. Gawith, K. Gallo, M.V. O'Connor, G.D. Emmer- son and P.G.R. Smith, High conversion efficiency single-pass second harmonic generation in a zinc-diffused periodically poled lithium niobate waveguide, Opt. Express, 13(2005)4862-4868.
- 8. T. Suhara, M. Fujimura and M. Uemukai, Waveguide Nonlinear-Optic Wavelength Conversion evinces and Their Applications, Photonics Based on Wavelength Integration and Manipulation. IPAP Books, 2(2005)137-150.
- 9. C. Cohen and D. Dauvergne, *High energy ion channeling. Principles and typical applications,* Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 225(2004)40-71.
- V.A. Fedorov, Yu.N. Korkishko, G. Lifante and F. Cusso, Optical and structural haracterization of Zinc vapour diffused waveguides in LiNbO3 crystals, Journal of the European Ceramic Society 19(1999)1563-1567.
- 11. I. Sayago, M. *Aleixandre*, L. Ares, M.J. Fernandez, J.P. Santos, J. Gutierrez and M.C. Horrillo, *The effect of the oxygen concentration and the rf power on the zinc oxide films*

نفوذ، گویای تشکیل فازهای جدید و نایایدار سطحی بر بلور نيوباتليتيم بوده، همچنين تغييرات اندكي در مكان قلهها ایجاد شد که می توان آن را به جاگیر شدن روی در شبکه بلوری و اعوجاج اندک آن (طبق رابطه شرر-دبای) منتسب نمود. آنالیز پس پراکندگی راترفورد نیز نشان داد که در دمای ۷۵۰°C و مدت زمان ۱۸۰min نفوذ کامل روی در نیوباتلیتیم رخ میدهد که نسبت به دماهای گزارش شده تاکنون، به مراتب پایین تر و مطلوب تر است. همچنین با افزایش دما و زمان نفوذ از میزان نئوبیم و لیتیم موجود در ساختار بلور کاسته شده و بر گرادیان غلظت روی افزوده می شود. تخمین عمق نفوذ در دو نمونه حرارتدهی شده در دماهای C°۴۵۰ و ۸۰۰۰°C نشاندهنده نیمرخ شبه گاوسی و در توافق با گزارشات مشابه است. تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز گویای آن است که با افزایش دما و زمان حرارتدهی، ابتدا ساختار ناحیه حاوی روی رو به بهبود، یکنواختی و ریز دانه شدن میگذارد اما این روال تا پایان تداوم نداشته و یس از رسیدن به دما و زمان خاصی متوقف میشود. بررسیهای نوری انجام شده بر نمونهها و محاسبه اندازه گاف نواری نیز کاهش اندازه گاف نواری ساختار را با افزایش میزان روی موجود نشان می دهد.

تشکر و قدردانی

این تحقیق به کمک حمایتهای مادی و معنوی مرکز تحقیقات مخابرات ایران (ITRC) انجام شده است. از زحمات دست اندرکاران در پژوهشگاه علوم و فنون هستهای، پژوهشکده علوم هستهای نیز تشکر و قدردانی به عمل میآید.

properties deposited by magnetron sputtering, Applied Surface Science, 245(2005)273-280.

- 12. Y. Wang, H. Wang, S. Li, S. Zhou, Y. Hang, J. Xu, J. Ye, S. Gu and R. Zhang, *Annealing effect on properties of Zno thin films grown on LiNbO3 substrates by MOCVD*, Journal of Crystal Growth, 284(2005)319-323.
- R. Nevado, C. Sada, F. Segato, F. Caccavale, A. Kling, J.C. Soares, E. Cantelar, F. Cusso, G. Lifante, *Compositional characterization of Zndiffused lithium niobate waveguides*, Applied Physics B, 73(2001)555-558.

- M. Quintanill, E. M. Rodrçguez, E. Cantelar, F. Cussíl, C. Domingo, *Micro-Raman characterization of Zn-diffused channel waveguides in Tm*³⁺:*LiNbO3*, Optics Express, 18(2010)5449-5458.
- R. Nevado, C. Sada, F. Segato, F. Caccavale, A. Kling, J.C. Soares, E. Cantelar, F. Cusso, G. Lifante, *Compositional characterization of Zndiffused lithium niobate waveguides*, Applied Physics B, 73(2001)555-558.
- L. Zhao, X. Wang, B. Wang, W. Wen and T.Y. Zhang, ZnO-doped LiNbO3 single crystals studied by X-ray and density measurements, Applied Physics B, 78(2004)769-774.
- 17. Y. Caglar, S. Ilcan, M. Caglar and F. Yakuphanoglu, *Effects of In, Al and Sn dopants on the structural and optical properties of ZnO thin films*, Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, Volume 67, Issues 3-4, (2007)1113-1119.

- O. Beyer, D. Maxein, K. Buse, B. Sturman, H. T. Hsieh and D. Psaltis, *Femtosecond timeresolved absorption processes in lithium niobate crystals*, Optics Letters, Vol. 30, Issue, 11 (2005)1366-1368.
- M.H. Aslan, A.Y. Oral, E. Mensur, A. Gul and E. Basaran, *Preparation of c-axis-oriented zinc-oxide thin films and the study of their microstructure and optical properties*, Solar Energy Materials & Solar Cells, 82(2004)543-552.
- 20. M. Pollnau and Y. E. Romanyuk, *Optical* waveguides in laser crystals, Comptes Rendus Physique, 8(2007)123-137.
- 21. E. L. Wooten, K. M. Kissa, A. Yi-Yan, J. Murphy, D. A. Lafaw, F. Hallemeier, D. Maack, D. V. Attanasio, D. J. Fritz, G. J. McBrien and D. E. Bossi, *A review of lithium niobate modulators for fiber-optic communications systems*, IEEE Journal. of Selected Topics in Quantum Electronics, 6(2000)69-82.