

一种高透过率光纤探针的制作^{*}

张工力 白永林^① J·D·White^② 侯 洵

(中国科学院西安光学精密机械研究所, 西安 710068)

(^①西北大学光子学与光子技术研究所, 西安 710069)

(^②国家瞬态光学技术重点实验室, 西安 710068)

摘 要 本文介绍了一种用于近场扫描光学显微镜(NSOM)中的高透过率光纤探针的制作方法. 采用缓冲氢氟酸腐蚀低掺杂的普通单模石英光纤, 选取适当比例的腐蚀液, 可以得到直径、圆锥角均十分理想的针尖. 这种方法不需要高掺杂的特殊光纤或是采用先熔拉后腐蚀的复合工艺. 针尖经过镀膜后经测量为针尖直径 100nm、透过率 5.5×10^{-4} .

关键词 近场扫描光学显微术; 光纤探针; 化学腐蚀; 蒸发镀膜

0 引言

近场扫描光学显微镜(Near-field Scanning Optical Microscopy-NSOM)¹ 利用一个孔径小于光波长的探针作为光源或探测器, 在距样品表面几个纳米的距离内以光栅扫描的方式进行成像, 其分辨率仅取决于探针的光阑及其与样品表面的间距, 而不受衍射极限的限制. 近年来 NSOM 发展很快, 应用领域也越来越广泛, 最主要的原因是采用了光纤探针和探针-样品的切变力间距调控两项技术².

光纤探针决定着 NSOM 成象的分辨率和信噪比, 要求它具有很小的光阑和较高的透过率, 但这两者却是相互矛盾的. 目前, 光纤探针的光阑直径一般为 50~150nm, 透过率为 $10^{-7} \sim 10^{-4}$. 由于受光电探测极限的限制, 探针这种过低的透过率已成为 NSOM 许多应用领域中的一个主要障碍. 理论和实验表明^{3,4}, 探针的透过率与它的圆锥角有很大的关系, 圆锥角越大, 透过率越高, 原因是这种光波导截止波长的位置与针尖端点之间的距离随圆锥角的增大而减小, 光的损失也就减小. 然而, 圆锥角的增大在制作工艺上又为针尖直径的减小带来困难, 为此人们提出了几种提高探针透过率的制作方法. 例如一种是用缓冲氢

氟酸腐蚀纤芯为高掺杂的石英光纤(相对折射率差为 2.5%)⁵, 采用两步腐蚀, 根据不同比例的腐蚀液分别对光纤纤芯、包层进行选择性的腐蚀, 得到光阑直径 200nm、圆锥角 50°、透过率 1×10^{-3} 的光纤探针. 另一种是采用先熔拉后腐蚀的复合方法⁶, 先用熔拉法将光纤制成针尖, 再用腐蚀法来增大针尖的圆锥角, 最后得到光阑直径 80nm、圆锥角 80°、透过率 6×10^{-6} 的光纤探针. 本文发展了一种针对低掺杂的普通石英光纤, 采用单步化学腐蚀, 通过改变腐蚀液的比例, 同样可以得到针尖直径和透过率都十分理想的光纤探针制作方法.

1 光纤探针的制作

我们所使用的光纤是光纤通信中普通的单模石英光纤, 纤芯为掺有 GeO₂ 的 SiO₂, 包层则为纯 SiO₂, 纤芯、包层之间的相对折射率差为 ~0.2%, 直径分别为 8μm 和 125μm. 光纤的护套为聚酰胺, 外径为 250μm.

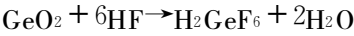
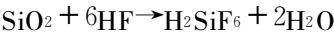
1.1 腐蚀

腐蚀前先将光纤的一端的护套剥去, 并用丙酮等清洗干净, 然后垂直插入到腐蚀液中. 腐蚀液由氨水(NH₃·H₂O)和氢氟酸(HF)组成的缓

* “九·五”攀登计划预选项目资助课题的阶段成果

收稿日期: 1999-01-06

冲溶液,这里我们将氨水与氢氟酸的比例表示为 $X:1$,腐蚀液与纤芯($\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$)、包层(SiO_2)的化学反应式为



由于这种普通石英光纤纤芯中 GeO_2 的掺杂很低,基本上可以认为腐蚀液对纤芯和包层的腐蚀速率是相同的,不存在任何选择性腐蚀.实验表明,对于低掺杂的石英光纤, X 值的大小仍可

以改变针尖的直径和圆锥角,针尖的圆锥角随 X 值的增加而增大,与此同时针尖的直径也不断增大,表面渐渐也变得粗糙起来.当 $X=0$ 时,针尖的圆锥角为 16° ;而当 $X>5$ 时,针尖的形貌已相当差,表面十分粗糙.因此为了满足针尖的直径、圆锥角和表面形貌三者的要求,关键是选取合适比例的腐蚀液.图1为 $X=3.5$ 时的腐蚀结果,腐蚀温度为 25°C ,腐蚀时间为170分钟.

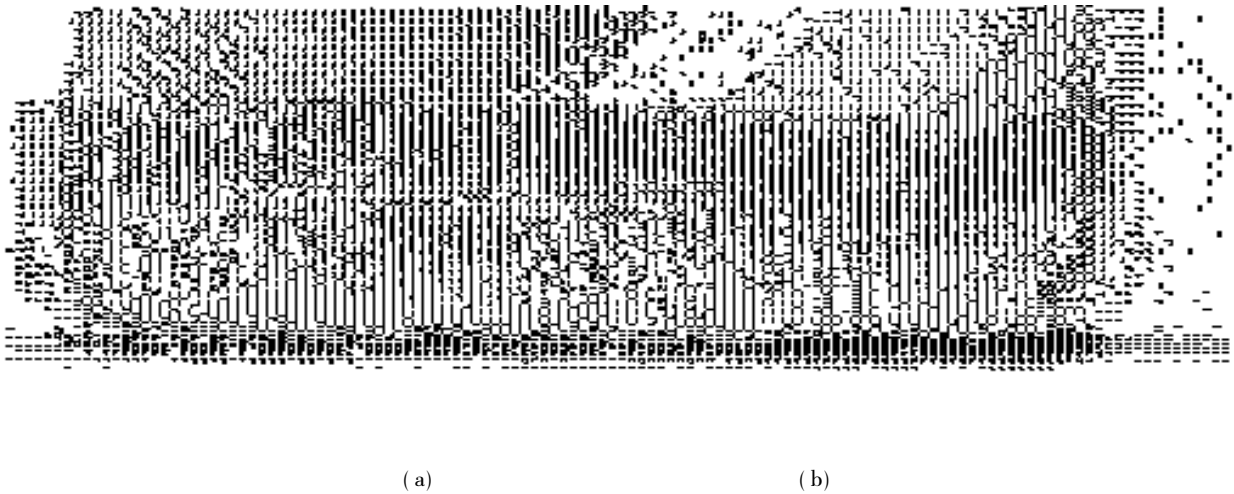


图1 针尖的SEM照片 $X=3.5, T=25^\circ\text{C}, t=170\text{min}$ (a) 450倍, (b) 20,000倍

Fig. 1 SEM pictures of tip etched in $X=3.5$ etching solution at 25°C , for 170min (a) $450\times$, (b) $20,000\times$ magnifications

1.2 镀铝

针尖的镀膜对于光纤探针至关重要,因为即使针尖的直径很小,如果在针尖的侧面没有能够有效阻止光泄漏的金属层,仍旧无法获得一个很小的光阑,这将严重地影响近场成像的分辨率和对比度.目前针尖的镀膜一般是采用真空蒸发镀膜的方法,如图2所示.尽管针尖的直径很小,但

内具有最小的透射深度,一般都采用镀铝.

针尖腐蚀后应尽快进行镀膜,这样可以减小尘埃的吸附,避免将来铝膜上产生许多针孔.针尖的镀膜过程如下:将针尖固定在镀膜机内一个专用的支架上,蒸发源与光纤的距离约为 80mm ,蒸发角度为 $\sim 80^\circ$,采用钨丝加热,真空度为 $\sim 5\times 10^{-4}\text{Pa}$.蒸发时,光纤以 45r/min 绕轴自转,铝膜的厚度一般为 $100\sim 200\text{nm}$.图3是我们制作的镀有铝膜的光纤探针.

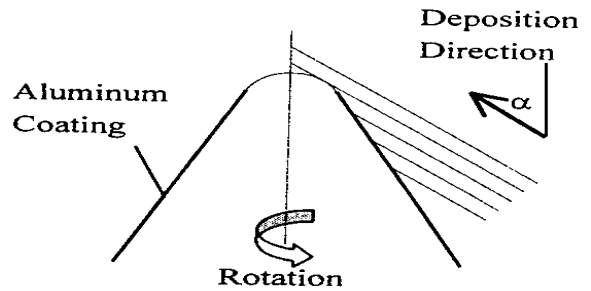


图2 针尖镀膜的示意图

Fig. 2 Sketch of coating a fiber tip

它的端面仍是一个平面或球面.当蒸发源以一个倾斜角(α)对旋转的针尖进行蒸镀时,由于针尖的端面被其本身遮挡,不会被镀上金属,于是形成了光纤探针的有效光阑.因为铝在可见光波长范围



图3 镀膜后的针尖SEM照片

Fig. 3 SEM picture of a coated tip

针尖上理想的铝膜应是致密光滑的,影响镀膜质量的因素主要有两个:首先是真空度对铝膜的致密性有重大影响,真空度过低会使膜层疏松.其次是铝的蒸发速率对铝膜的质量影响很大,较高的蒸发速率有利于提高膜的致密性,但对于极其细小的针尖,这又会造成针尖温度过高,导致成膜困难.而低的蒸发速率又会降低膜的结合力和致密性.因此在必要的真空镀膜条件下,铝的蒸发速率是针尖镀铝中成败的关键.

2 测试结果

针尖的直径和透过率是光纤探针的两个重要的指标.

我们用扫描电子显微镜(SEM)测量了探针的直径,测量的结果是未镀铝的针尖直径为100nm,圆锥角为30°;如图1(b)所示,可以看到针尖的直径和圆锥角都十分理想.光纤探针的透过率定义为针尖的输出功率与输入功率的比值.测量方法是首先将1mW的He-Ne激光(632.8nm)耦合到光纤探针中,耦合效率一般为70~80%,用光功率计(测量范围:1nW~1mW)直接测量探针的输出功率.然后在原位将针尖切

下,这样在相同耦合条件下测量光纤的输出功率作为探针的输入功率.我们测量的结果是当针尖直径为100nm时,透过率为 5.5×10^{-4} .

3 结论

我们采用单步化学腐蚀法制作的直径100nm、圆锥角30°的针尖,经镀铝后其透过率达到了 5.5×10^{-4} ,据我们所知,这一结果已达到目前国际先进水平⁸.这种方法与两步选择性腐蚀法相比⁵,不受光纤材料的限制,可以使用普通的石英光纤,成本很低.另外,虽然选择性腐蚀法可以使针尖的圆锥角达到50°,但针尖的直径仍偏大(200nm).与熔拉-腐蚀复合法相比⁶,除了熔拉法本身设备和工艺的复杂性外,由于熔拉法制作的针尖的透过率要比腐蚀法的低的多⁹,尽管经过腐蚀后针的圆锥角达到了80°,但其透过率的提高仍然十分有限.相比之下,对于制作针尖直径为100nm的光纤探针,我们这种方法不失为一种有效、简便的好方法.

对国家瞬态光学技术重点实验室的刘东峰、赵卫副研究员在测试中提供的帮助表示感谢.

参考文献

- 1 Betzig E, Trautman J K. Science, 1992, 257(5067): 189~195
- 2 Betzig E, Tautman J K, et al. Science, 1991, 251(5000): 1468~1470
- 3 Novotny L, Pohl D W, Hecht B. Opt Lett, 1995, 20(9): 970~972
- 4 Valaskovic G A, Holton M, Morrison G H. Appl Opt, 1995, 34(7): 1215~1228
- 5 Saiki T, Mononobe S, Ohtsu. Appl Phys Lett, 1996, 68(19): 2612~2614
- 6 Essaidi N, Chen Y, et al. Appl Opt, 1998, 37(4): 609~615
- 7 Pangaribuan T, Yamada K, et al. Jpn J Appl Phys, 1992, 31(9A): 1302~1304
- 8 Veerman J A, Otter A M, et al. Appl Phys Lett, 1998, 72(24): 3115~3117
- 9 Zeisel D, Dutoit B, et al. Anal Chem, 1997, 69(4): 749~754

FABRICATION OF A HIGH-TRANSMISSION FIBER PROBE FOR NEAR-FIELD SCANNING OPTICAL MICROSCOPE

Zhang Gongli, Bai Yonglin^{*}, White J D^{**}, Hou Xun

Xi'an Institute of Optics and Precision Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Xi'an 710068

^{}Institute of Photonics and Photon Technology, Northwest University, Xi'an 710069*

*^{**}State Key Laboratory of Transient Optics Technology, Xi'an 710068*

Received date: 1999-01-06

Abstract It is presented a one-step technique of fabricating a high-transmission fiber probe for near-field scanning optical microscope (NSOM). A commercial single-mode silica fiber with a low GeO₂-doped core is etched in buffered hydrofluoric acid (HF). At a proper ratio of the etching solution, the tradeoff between tip cone angle and diameter is satisfied very well. Therefore, a selective chemical etching for special high doped fiber or a hybrid pull-etch process is not necessary. After coating tip with aluminum, we obtained fiber probes with typical parameters as follows: tip diameter of 100nm and transmission efficiency of 5.5×10^{-4} .

Keywords Near - field scanning optical microscopy ; Fiber probe ; Chemical etching ; Aluminum evaporation



Zhang Gongli was born in Xi'an, China, in 1964. He received the B.S. degree from the South - China University of Technology, Guangzhou, China, in 1986. Since then, he has been with Xi'an Institute of Optics and Precision Mechanics, the Chinese Academy of Sciences, Xi'an, China, as a researcher. His current research interests are the near - field scanning optical microscopy (NSOM) and its applications to ultrafast phenomena.