

掺稀土元素 Tm^{3+} 石英光纤的研制*

阮 灵 王文涛 宁 鼎 孙建军 申云华 张志杰

(电子工业部第四十六研究所 天津 300220)

刘东峰 陈国夫

(中国科学院西安光机所瞬态光学技术国家重点实验室 西安 710068)

提要 描述用液相掺杂技术研制掺 Tm^{3+} 石英光纤并实现其相关参数的控制, 并对掺 Tm^{3+} 浓度及其测量方法进行了讨论。

关键词 掺 Tm^{3+} 石英光纤, 液相掺杂技术, 相关参数控制

1 引 言

随着光纤通信技术的发展, 掺稀土元素的光纤激光器和放大器应运而生。光纤激光器和光纤放大器的应用引起了国内外学者的极大兴趣。实现激光输出和光信号放大, 其途径之一是利用掺稀土元素的光纤。由于掺 Er^{3+} 石英光纤在 $1.55 \mu m$ 波长可实现振荡和增益放大, 倍受人们关注, 目前相关的研究及应用已逐步走向成熟。而掺 Tm^{3+} 石英光纤在中红外波段具有独特的吸收谱和荧光谱, $2 \mu m$ 辐射在医学、生物学、近距离遥感等方面具有潜在的应用价值, 也逐步受到人们的重视^[1,2]。电子部第四十六所在成功地研制出掺 Nd^{3+} , Er^{3+} 等石英光纤的基础上, 与中国科学院西安光机所共同承担了国家“863”青年基金课题, 率先在此方面开展了探索性研究, 成功地研制出了掺 Tm^{3+} 石英光纤, 并对其进行了频率上转换产生可见光和 $2 \mu m$ 激光的实验^[3,4]。本文介绍了有关掺稀土元素 Tm^{3+} 石英单模光纤的研制及相关光纤参数的控制。

2 光纤的研制过程

掺稀土元素石英光纤的制作, 有液相掺杂和气相掺杂两种方法。液相掺杂法包括 MCVD 工艺加液相掺杂工艺, 目前, 我们采用的是该方法, 图 1 为 MCVD 工艺示意图。其工艺过程简述如下:

(1) 由高纯氧的携带, 将反应原料 $SiCl_4$, $GeCl_4$, $PoCl_3$ 置入反应管, 在氢氧焰提供的高温区的均匀移动过程中, 原料沉积在石英管内壁, 形成内包层;

(2) 降低火焰温度, 反应管内壁沉积一层疏松多孔的硅芯层, 取下并浸入含有一定浓度

* 国家 863 高技术青年基金(863-410-95-19)资助项目。

收稿日期: 1998-07-07; 收到修改稿日期: 1998-10-12

$TmCl_3$ 的溶液中浸泡 1~ 2 h;

- (3) 重新置于 MCVD 车床上, 由氢氧焰脱水干燥, 高温烧结成石英棒, 拉丝, 测试;
- (4) 光纤预制棒的拉丝, 性能测试。

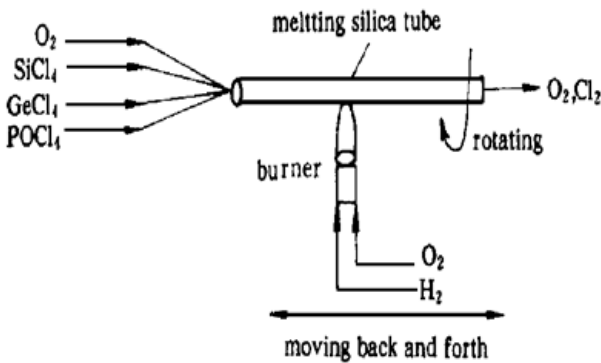


图 1 MCVD 工艺示意图

Fig. 1 Sketch drawing of the MCVD process

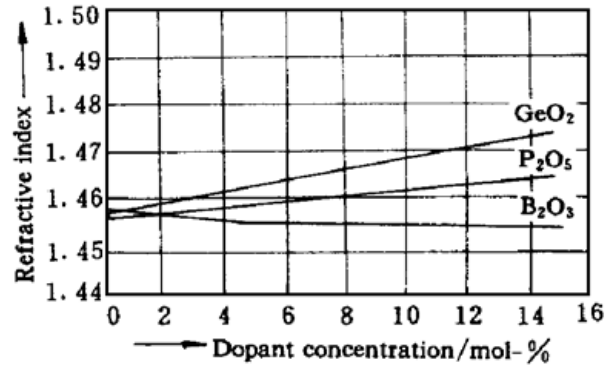


图 2 掺杂物折射率

Fig. 2 Refractive of doping materials

3 光纤参数的控制

由于掺铽石英光纤的传输光谱在红外区域, 其芯部为单模传输, 光纤的截止波长与数值孔径和芯径满足如下关系

$$\lambda_c = 2\pi \cdot a \cdot NA / V \quad (1)$$

其中, λ_c 为截止波长, NA 为光纤的数值孔径, a 为光纤的芯径。根据我们实验的需求, 设计 λ_c 控制在 $< 1.5 \mu m$ 范围, 且由于数值孔径 NA 是反映光纤接受光线能力大小的参数, 为了便于光纤与光源的耦合, 希望 NA 越大越好。

首先是控制光纤的数值孔径。其定义为

$$NA = \sin\theta_{NA} = \sqrt{n_1^2 - n_2^2} \quad (2)$$

其中 n_1, n_2 分别为光纤芯层和内包层的折射率。增大 n_1 和降低 n_2 均可提高 NA , 图 2 是在 SiO_2 中掺入不同浓度的 GeO_2, P_2O_5 和 F 时其折射率的变化情况。

由图 2 可见, 在芯部增加 GeO_2, P_2O_5 的掺入量, 可以达到增加折射率 n_1 的目的, 另外在内包层中加入 F , 可降低 n_2 , 两者均可实现提高数值孔径, 已控制 $NA > 0.25$ 。关于芯径的控制, 实现单模传输要满足 $V < 2.405$, 根据公式(1) 要实现上述要求, 在 V 值确定后要达到所设定的 λ_c , 增加 NA , 则必须减小芯径 $2a$, 根据实验确定 $2a$ 大约在 $3 \sim 5 \mu m$ 。而普通单模光纤芯径为 $10 \mu m$ 左右。要控制较小的芯径, 减小芯径的方法之一就是控制芯层 SiO_2 的沉积量, 每次即要形成的芯层厚度很薄, 因而对设备的精度要求很高, 而我们的设备条件在达到上述芯径要求时存在一定困难。目前 $2a$ 达到 $6 \sim 7 \mu m$ 。另外, 稀土元素的掺杂量与疏松芯层的致密度及厚度有关。因此, 在综合考虑多种制约因素的同时, 初步实现了 Tm^{3+} 离子的掺入及相关参数的控制。

4 掺杂浓度的控制

在研制该掺杂光纤的过程中, 最为关键的是掺杂浓度的控制, 它取决于掺杂液浓度的控制、浸泡时间、疏松层的致密度和脱水过程。

用于激光特性的研究时, 均应采用高掺杂浓度, 而在现有的工艺及条件下, 必须对上述每一个环节进行精确的控制, 否则, 要达到较高的掺杂浓度是非常困难的。既要达到较高的掺杂浓度, 又要防止析晶的出现, 即为我们研究的关键。由于掺杂浓度与溶液浓度及浸泡时间成正比, 与芯部疏松层的致密度成反比, 因此我们从溶液的配制、浸泡时间方面严格控制, 即选择最佳溶液浓度和浸泡时间。目前配制的 $TmCl_3$ 溶液浓度在 $0.02 \sim 0.05 \text{ mol/L}$, 浸泡 $1 \sim 2 \text{ h}$, 在芯层工艺中亦采用了高掺磷工艺, 取得了较好的结果。在 $SiO_2-GeO_2-P_2O_5$ 组分中, 各组分的最佳配比, 直接影响到玻璃结构的形成及稀土离子在其中的相容性。另外, 疏松芯层的致密度与稀土元素的内向扩散、吸附程度成反比关系, 即疏松的结构有利于稀土离子向内扩散, 从而得到较高掺杂浓度。

对于液相掺杂技术, 脱水过程亦是影响其浓度的重要因素。在氢氧焰加热脱 OH^- 的过程中, 势必要造成稀土离子 Tm^{3+} 的挥发, 故必须严格控制温度。一般脱水温度不超过 600°C , 时间为 30 min 为宜。我们认为用氯气作脱水气体的脱水效果最好, 但气体的通入量需严格控制, 防止将稀土离子携带而损失。

经过多次反复实验, 多种稀土元素均可有效地掺入石英基质中。图 3 为掺 Tm^{3+} 石英光纤的吸收谱, $1.20 \mu\text{m}$ 处的吸收峰证明了 Tm^{3+} 的存在^[5]。

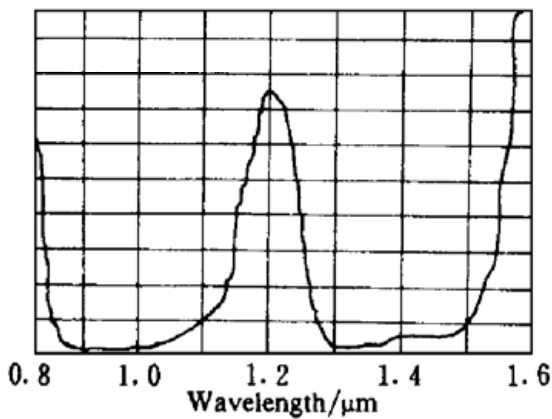


图 3 掺 Tm^{3+} 石英光纤吸收谱

Fig. 3 Absorption spectrum of the Tm^{3+} -doped silica fiber

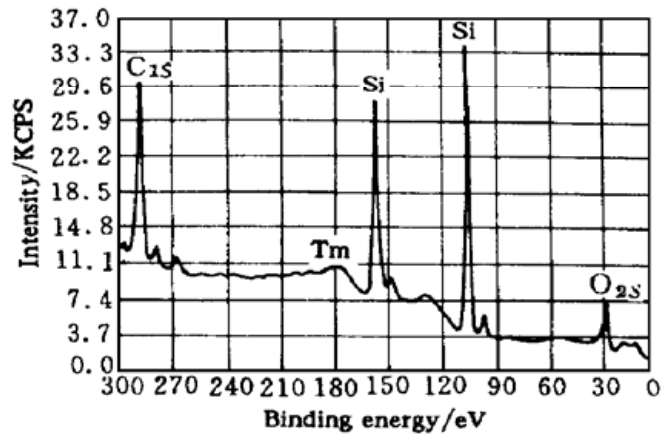


图 4 XRS 方法测量掺杂光纤中稀土离子掺杂浓度 (光电子能谱图)

Fig. 4 Measured dopant concentration of Tm^{3+} by XPS (the photoelectronic energy spectrum)

5 掺杂浓度的测量

光纤的掺杂浓度的测量是一个很重要的问题, 其掺杂量的大小直接影响到光纤激光器的抽运效率。由于光纤中稀土元素的含量大约在几万分之一~ 几千分之一, 且只在光纤芯部掺杂, 仅通过简单的物理化学方法分析是较为困难的。为此, 我们在天津大学化工学院国家重点实验室, 采用了 X 射线光电子能谱 (XPS) 进行了初步分析, 其原理是采用单色光源或有一定能量的电子束去照射样品, 使原子或分子的电子受激而发射出来。这些被光子激发出来的电子称为光电子, 测量光电子的能量作为光电子能谱图, 如图 4, 根据谱图, 计算出各组分的百分含量, 其中, 该样品的 Tm^{3+} 含量大约为 3×10^{-4} 。

致谢 感谢天津大学化工学院-碳化工国家重点实验室对本工作的帮助。

参 考 文 献

- 1 D. C. Hanna, I. R. Perry, J. R. Lincoln. A 1-watt: thulium-doped CW fibre laser operating at 2 μm . *Opt. Commun.*, 1990, **80**(1): 52~ 56
- 2 Anne Tropper, Richard Smart. Thulium-doped silica fiber laser. *Fiber Laser Source and Amplifiers*, SAE, 1990, **1373**: 152~ 156
- 3 Liu Dongfeng, Du Geguo, Wang Xianhua. The generation of 1.871 μm laser oscillation from monomode Tm^{3+} -doped silicate fiber. *Chinese J. Lasers* (中国激光), 1998, **A25**(11): 973~ 975 (in Chinese)
- 4 Du Geguo, Liu Dongfeng, Wang Xianhua *et al.*. Frequency upconversion in Tm-doped silica fibers in the visible region. *Journal of Photons*, 1996, **26**: 910~ 914
- 5 B. James Ainslie, Susan P. Craig, Steven T. Davey. The absorption and Fluorescence spectra of rare earth ions in silica-based monomode fiber. *J. Lightwave Technol.*, 1988, **6**(2): 287~ 296

Fabrication of Thulium-doped Silica Optical Fibers

Ruan Ling Wang Wentao Ning Ding Sun Jianjun Shen Yunhua Zhang Zhijie
(46th Research Institute, Ministry of Electronic Industry, Tianjin 300220)

Liu Dongfeng Chen Guofu

(State Key Laboratory of Transient Optics, Xi'an Institute of Optics &
Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Xi'an 710068)

Abstract The preparation of silica optical fibers doped with rare earth ion Tm^{3+} utilizing a solution-doped technique and the control of relevant parameters of the fibers are described. The control and the measurement method of the doping concentration of Tm^{3+} have also been discussed.

Key words Tm^{3+} -doped silica optical fiber, solution-doped technique, control of relevant parameters