

文章编号: 0258-7025(2008)10-1528-04

# 一种新型掺半导体纳米微粒光纤

陈 曦 张 茹 王 瑾

(北京邮电大学理学院, 北京 100876)

**摘要** 将纳米技术应用于光纤技术,通过改进的化学气相沉积法(MCVD),制成了一种新型的掺半导体纳米 InP 微粒的新结构光纤。经测试,该光纤中掺杂 InP 质量分数约为 0.1%,且具有良好的波导通光性能。根据扫描电镜(SEM)下观察到的光纤截面微结构形貌,通过有限元法(FEM)进行数值分析,得到该光纤的有效截面面积约为  $10.01 \mu\text{m}^2$ ,从而进一步得到该光纤的非线性系数约为  $10.53 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ 。证实了此种光纤较普通光纤具有较高的非线性。

**关键词** 光纤;化学气相沉积法;纳米微粒;非线性

**中图分类号** TN 253 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL20083510.1528

## A Novel Optical Fiber Doped with Semiconductor Nano-Particles

Chen Xi Zhang Ru Wang Jin

(School of Science, Beijing University of Posts and Telecommunications, Beijing 100876, China)

**Abstract** By combining the nano-technology with the fiber technology, a novel optical fiber doped with InP semiconductor nano-particles was fabricated by using the modified chemical vapor deposition (MCVD) method. Through experiment, the mass fraction of InP in fiber is approximately 0.1%, and the fiber has an excellent waveguide characteristic. By using the scanning electron microscope (SEM), a stereo-scan photograph of the fiber was got, and based on the graph, the effective core area  $A_{\text{eff}} \approx 10.01 \mu\text{m}^2$  was calculated by using the finite element method (FEM). So the nonlinear coefficient of the fiber  $\gamma = 10.53 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$  was got. The results show that this novel optical fiber has a higher nonlinear coefficient than the normal fibers.

**Key words** optical fiber; chemical vapor deposition; nano-particle; nonlinear

## 1 引 言

功能光纤的研究是光通信领域中的研究热点之一。随着光纤通信的不断发展,光开关、波长变换、光放大、光纤激光器、超短脉冲光源等代表未来光纤通信的新光学器件也已大量应用于系统中。因此,作为这些光学器件的核心,高非线性光纤也逐渐受到人们的重视。

在普通光纤中进行掺杂以改变光纤的特性是获得特殊光纤的常用手段之一。在普通光纤中掺杂,改变光纤的材料特性,来获得有较高非线性的光纤。目前,为了得到高非线性系数光纤,其掺杂元素主要为稀土元素、半导体元素,另外还有磷、硫等,获得了

较普通光纤非线性系数高的光纤。

随着光子晶体光纤(PCF)的兴起,其特殊的纤芯结构,使得利用光子晶体光纤成为另一种获得高非线性光纤的途径。2003年,英国 Southampton 大学的 P. Petropoulos 等<sup>[1]</sup>报道了一种小芯径铅-硅酸盐多孔 PCF,其在 1550 nm 的通信波长处非线性系数高达  $640 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ ;同样地,由于非线性折射率系数与光纤的非线性系数成正比,因此,增加材料的非线性折射率也能增大光纤的非线性系数;在 2004 年, H. Ebendorff-Heidepriem 等<sup>[2]</sup>报道了一种非线性折射率高达  $2.02 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{W}$  的氧化铍玻璃 PCF,其在 1550 nm 波长处的非线性系数高达

收稿日期:2007-12-14;收到修改稿日期:2008-03-14

基金项目:国家自然科学基金(60544002,60477032)和上海市重点学科项目(T0102)资助课题。

作者简介:陈 曦(1983—),男,四川人,硕士研究生,主要从事光电子器件方面的研究。E-mail:nutriachen@gmail.com

导师简介:张 茹(1966—),女,湖南人,教授,博士生导师,主要从事纳米材料在光电子器件中的应用、光纤通信等方面的研究。Email:rruzhang@yahoo.com

$1100 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ , 且传输损耗小于  $3 \text{ dB/m}$ , 成为迄今为止非线性系数最高的光子晶体光纤, 是普通光纤非线性系数的上百倍。

与此同时, 纳米技术的逐渐成熟引导着研究者们将光纤的制备和纳米材料的研究相结合, 以获得新型的光纤, 如美国哈佛大学 Tong Liming 和中国浙江大学 Lou Jingyi 等<sup>[3]</sup>合作发明的无包层纳米尺寸光纤, 直径小至  $50 \text{ nm}$ 。此外还有锥形纳米尺寸光纤, 尽管这些只是光纤的几何尺寸达到纳米量级, 并非利用纳米材料实现具有特殊功能的光纤, 但是, 这些利用纳米技术制成光纤的实例, 使得研究者们看到了利用纳米材料与光纤技术相结合获得高非线性光纤的希望。本课题组<sup>[4]</sup>已经利用纳米材料, 结合光纤制备技术, 制成了具有放大性的掺纳米 InP 薄膜内包层光纤。

## 2 半导体纳米微粒的特性

纳米粒子是指颗粒尺寸为纳米量级的超细微粒, 尺寸在  $1 \sim 100 \text{ nm}$  之间, 大于原子, 小于通常的微粒, 处在原子簇和宏观物体交界的过渡区域, 介于微观和宏观之间, 是一种典型的介观系统。它具有大的比表面积, 表面原子数、表面能和表面张力随粒径的下降急剧增加, 小尺寸效应、表面效应、量子尺寸效应及宏观量子隧道效应导致纳米微粒的热、磁、光、敏感特性和表面稳定性等不同于常规粒子。这也为利用纳米技术制作具有特殊功能的光纤提供了有利条件。

为了将纳米技术和光纤技术相结合以获得高非线性光纤, 同时考虑到光器件中光的传输一般都在光纤的纤芯中进行, 本课题组构想在纤芯中掺入纳米材料, 通过掺入材料改变光纤纤芯的部分结构, 约束光传播时的模式面积, 减小有效面积; 同时由掺入半导体纳米微粒来提高光纤的非线性折射率系数, 以此获得一种具有高非线性系数的新结构光纤。

磷化铟(InP)是重要的 III-V 族化合物半导体材料之一, 是继 Si, GaAs 之后的新一代电子功能材料。其晶体呈深灰色, 具有闪锌矿型晶体结构, 晶格常数  $0.3569 \text{ nm}$ , 常温下禁带宽度  $1.35 \text{ eV}$ , 直接跃迁型能带结构, 发射波长  $0.92 \mu\text{m}$ 。主要用来制造微波振荡器、发光和激光器件。另外, InP 材料还具有电子迁移率高、禁带宽度大、能带结构为直接跃迁和呈现负阻效应等硅、锗材料不具备的特性。

在综合考虑工作波长、半导体的能带宽度、折射率、熔点和粘滞度等相关因素后, 选择 InP 作为掺杂

材料<sup>[5]</sup>。

## 3 光纤制备

普通石英光纤的制造分两个阶段: 第一阶段, 利用气相沉积法来制造具有所需折射率分布和相对纤芯—包层尺寸的圆柱体预制棒, 直径约  $2 \text{ cm}$ , 长  $1 \text{ m}$ 。第二阶段, 以适当的速度把预制棒进给到高温炉拉成纤维。整个过程中, 使用精密仪器以及精准的技术, 以保证纤芯—包层相对尺寸不变, 芯径尺寸和折射率分布均匀。

### 3.1 预制棒的制作

预制棒的制造有几种方法, 最常用的三种方法是改进型化学气相沉积法(MCVD)、外气相沉积法(OVD)和气相轴向沉积法(VAD)。在此采用改进型化学气相沉积法。考虑到纳米 InP 材料的特殊性, 为了防止制备过程中 InP 与氧的反应, 在改进型气相沉积法的基础上再做一些改进, 使其适合于制造该种特殊的掺半导体纳米 InP 微粒的新结构光纤。

MCVD 过程示意图如图 1 所示, 将  $\text{SiCl}_4$  与  $\text{O}_2$  等气体混合在一起, 在高温下进行化学气相反应, 并在管内形成烟炱, 这种烟炱生成  $\text{SiO}_2$  等粉末状氧化物沉积在石英管的内壁。为了保证其均匀性, 在此过程中走灯要在石英管范围内来回移动。包层的折射率通过向管中通入  $\text{C}_2\text{F}_2$  气体来控制。当沉积了充分厚度的包层之后, 开始通入混合了半导体纳米 InP 微粒的气体以形成纤芯。为了防止在高温下 InP 与氧反应, 先通惰性气体  $\text{N}_2$  一段时间作为保护气体, 然后将足量的 InP 带进沉积区, InP 粒子尺寸在纳米级 ( $15 \sim 20 \text{ nm}$ )。在此过程中, 通过控制管内气体的压强、温度和流速, 使 InP 微粒能较为均匀地沉积于纤芯中。然后, 提高火焰温度将石英管加热到  $2000 \text{ }^\circ\text{C}$  左右, 使掺杂半导体纳米 InP 微粒的石英管塌缩成实芯的预制棒。

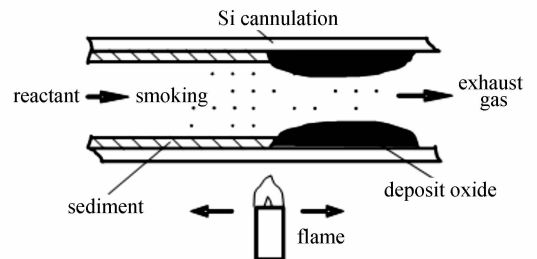


图 1 改进的 MCVD 过程示意图

Fig. 1 Schematic of the modified MCVD process

### 3.2 光纤的拉丝过程

将预制棒夹在拉丝机上进行拉丝及热处理。为了得到高性能的掺杂纳米级 InP 材料光纤, 尽量防止 InP 在纤芯中挥发, 拉丝机要采用低温(炉温控制在  $1600 \sim 1700 \text{ }^{\circ}\text{C}$ )、慢速拉丝技术(拉丝速度小于  $5 \text{ m/min}$ )。将现有的光纤拉丝机进行改造, 得到了这种掺纳米级 InP 材料新结构光纤拉丝机装置, 其结构如图 2 所示。

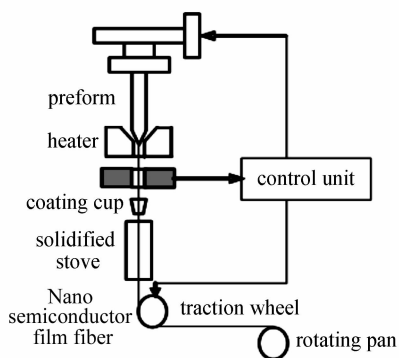


图 2 光纤拉丝机结构示意图

Fig. 2 Structure of optical fiber drawing machine

## 4 实验测定

经过预制棒的制作和光纤拉丝两个主要制备过程, 便制成了掺半导体纳米 InP 微粒的新结构光纤。通过实验, 测定了光纤中掺杂元素的浓度, 观察了纤芯的微结构形貌并测试了光纤的通光波导特性。

### 4.1 等离子发射光谱仪测定掺入浓度

原子发射光谱法, 是利用物质在热激发或电激发下, 根据每种元素的原子或离子发射特征光谱来判断物质的组成, 而进行元素的定性与定量分析的方法。在近代各种材料的定性、定量分析中, 原子发射光谱法发挥了重要作用。特别是新型光源的研制与电子技术不断更新和应用, 使原子发射光谱分析获得了新的发展, 成为仪器分析中最重要的方法之一。

在测定过程中, 首先称取质量为  $0.1181 \text{ g}$  的光纤样品(含纤芯和包层), 用王水和氢氟酸将其溶解成液体, 再定容到  $10 \text{ mL}$ , 通过仪器测定, 最后测算得样品中 P 的质量比为  $1018 \text{ } \mu\text{g/g}$ ; 为了减小测定中的误差, 在实验中用空瓶作为对比, 测得在没有光纤样品的情况下, 对比瓶的 P 的质量比为  $4.62 \text{ } \mu\text{g/g}$ , 远远低于前一个样品值, 并且样品值高出该系统的检出限, 因此该实验测定结果具有很高的可信度。换算得光纤中 P 的质量分数约为  $0.1\%$ 。

### 4.2 扫描电镜观察光纤截面

用型号为 HITACHI S-4800 FE-SEM 的扫描

电镜观察光纤纤芯的截面形貌。图 3 所示为扫描电镜下光纤纤芯的部分截面照片。照片的放大倍数为 10 万倍, 图中 10 个格子代表  $500 \text{ nm}$ , 即每一个格子是  $50 \text{ nm}$ , 而图中白点的直径大约是三分之一小格的大小, 约合  $20 \text{ nm}$ , 这一尺寸正好与制备过程中掺入的纳米 InP 微粒的大小吻合。从照片可以看出, InP 微粒的大小以及微粒的间距表现出一定的规则性, 形成了一种新的微结构。

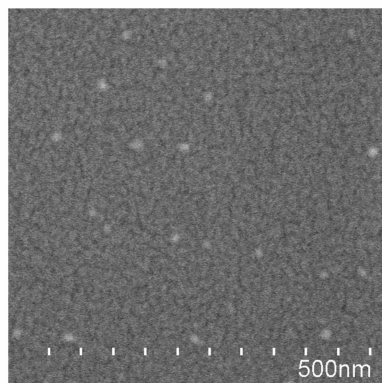


图 3 扫描电镜下的光纤纤芯截面

Fig. 3 SEM photograph of the core section of fiber

### 4.3 光纤的波导特性

光纤的波导特性是其最基本的特性。为了证明此种新型光纤具有良好的波导特性, 将截断光纤的一端用普通的灯光光源照射, 在另一端利用光学显微镜观察并拍摄其通光效果, 如图 4 所示。照片中缺口部分为切割光纤时造成的断口损伤, 且由于光屏以及拍摄时角度的原因, 照片中光纤呈现出略微的椭圆状。但这些并不能妨碍此照片证实新型光纤具有良好的通光波导效应。

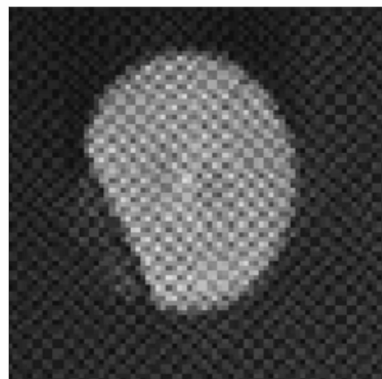


图 4 光纤通光照片

Fig. 4 Beam section through the fiber

## 5 非线性研究

光纤的非线性系数定义为:

$$\gamma = \frac{n_2 \omega_0}{c A_{\text{eff}}},$$

式中  $n_2$  为光纤的非线性折射率系数,  $\omega_0$  为光场的中心频率,  $c$  为真空中的光速,  $A_{\text{eff}}$  为有效纤芯截面, 即光纤的有效面积。由公式可以看出, 有效面积和光纤的非线性系数成反比, 因此可以在设计上通过减小光子晶体光纤的模式面积, 极大地增强光纤中的非线性效应。由公式可知, 要想计算光纤的非线性系数, 就要得到公式中的两个未知量, 即光纤的有效面积以及非线性折射率系数。

在光纤中, 有效面积即为纤芯中有效的模场面积, 即光场被约束的范围。因此, 考虑通过基于 FEMLAB 的有限元分析方法, 数值分析并计算其有效面积<sup>[6]</sup>。通过参考扫描电镜下光纤的截面微结构图, 建立一个合理可靠的光纤截面模型, 用于数值计算。从计算的结果得到光纤的有效面积约为  $10.01 \mu\text{m}^2$ , 小于普通光纤的有效面积范围值 ( $20 \sim 100 \mu\text{m}^2$ )。在此基础上, 综合考虑到掺入 InP 微粒对于光纤材料特性的影响, 采用  $n_2 \approx 2.6 \times 10^{-20} \text{ m}^2/\text{W}$  作为光纤的有效折射率系数。于是利用公式算得该光纤的非线性系数为  $\gamma = 10.53 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ , 证明该光纤具有较普通光纤更高的非线性系数 (普通光纤的非线性系数范围为  $1 \sim 10$ )。由此可见, 在光纤中掺入 InP 微粒而形成的一种新型微结构, 能够有效地减小光纤中的有效面积, 从而达到增强光纤非线性的效果。

## 6 结 论

将纳米材料应用于光纤技术, 通过 MCVD 研制成掺杂质量分数为 0.1% 的掺半导体纳米 InP 微粒的新结构光纤。通过等离子发射光谱仪 (ICP) 测定和扫描电镜观测, 证实了掺杂 InP 光纤的微结构特性, 并且在电子显微镜下观察了光纤的通光特性。通过有限元法, 数值计算了光纤的有效截面面积, 并以此获得了光纤的非线性系数, 证实了新结构光纤具有较普通光纤更高的非线性特性。

## 参 考 文 献

- 1 P. Petropoulos, H. Ebendorff-Heidepriem, V. Finazzi *et al.*. Highly nonlinear and anomalously dispersive lead silicate glass holey fibers [J]. *Opt. Express*, 2003, **11**(26): 3568~3573
- 2 H. Ebendorff-Heidepriem, P. Petropoulos, S. Asimakis *et al.*. Bismuth glass holey fibers with high nonlinearity [J]. *Opt. Express*, 2004, **12**(21): 5082~5087
- 3 Zhang Ru, Guan Liming. The manufacture of the fiber doped with nano materials [J]. *Journal of Atomic and Molecular Physics*, 2007, **24**(2): 313~315  
张 茹, 关黎明. 掺杂纳米材料光纤的研制 [J]. *原子与分子物理学报*, 2007, **24**(2): 313~315
- 4 Zhang Ru, Guan Liming, Ly Guat Lee *et al.*. Amplification characteristic of optical fibres doped with nano materials of InP [J]. *Chin. Phys. Lett.*, 2007, **24**(4): 998~999
- 5 Wei Yanfen, Zhang Xia, Xu Yongzhao *et al.*. All-optical regeneration based on highly nonlinear microstructured fiber [J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(3): 414~418  
卫艳芬, 张 霞, 徐永钊 等. 基于高非线性微结构光纤的全光再生研究 [J]. *光学学报*, 2007, **27**(3): 414~418
- 6 Wang Jian, Yu Chongxiu. Effect of hetero-diameters of cladding air holes on nonlinearity coefficient of microstructured optical fibers [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, **33**(6): 775~778  
王 健, 余重秀. 包层空气孔孔径的不均匀性对微结构光纤非线性系数的影响 [J]. *中国激光*, 2006, **33**(6): 775~778