

# 976 nm 光抽运掺 Er<sup>3+</sup> 二氧化硅微球产生激光的研究

郭长磊 黄 玉 张培进 黄衍堂

(福州大学物理与信息工程学院, 福建 福州 350108)

**摘要** 采用电极放电高温熔融沾有一定浓度硝酸铒溶液的石英单锥细纤, 熔融状态二氧化硅在自身表面张力作用下形成表面光滑的微球, 进而实现了掺 Er<sup>3+</sup> 微球的制备。利用掺 Er<sup>3+</sup> 二氧化硅微球谐振器与双锥光纤的倏逝波近场耦合, 把 976 nm 单模激光耦合入微球的高功率密度回音壁模式(WGM)进而抽运激发掺入微球表面的 Er<sup>3+</sup>, 能级跃迁产生位于光纤通信中 C+L 波段的下转换发光光谱, 并在 1555 nm 和 1600 nm 附近测得了单纵模和多纵模激光。实验测试微球直径为 70~150 μm 不等, 所用硝酸铒溶液浓度为 10<sup>-5</sup>~10<sup>-4</sup> mol/mL。这种微球制备及稀土掺杂方法简单易行, 重复性好, 也便于稀土掺杂材料发光的研究。

**关键词** 激光器; 下转换发光; 掺 Er<sup>3+</sup> 二氧化硅微球; 光纤通信; 回音壁模式

**中图分类号** TN248.4 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201340.0302004

## Study of Laser Emission from Er<sup>3+</sup>-Doped Silica Microsphere Pumped by 976 nm Light

Guo Changlei Huang Yu Zhang Peijin Huang Yantang

(College of Physics and Information Engineering, Fuzhou University, Fuzhou, Fujian 350108, China)

**Abstract** Er<sup>3+</sup>-doped silica microspheres with smooth surface are fabricated through surface tension induced by heating and fusing a single tapered silica fiber between two discharge electrodes. The tapered fiber is dipped with quantitative erbium nitrate solution. Single mode laser of 976 nm is coupled into microsphere through near-field coupling by evanescent wave from biconical tapered fiber, exciting high power density whispering gallery modes (WGM) in the microsphere. And downconversion emission spectrum of C+L band of optical communication is obtained, which is emitted from stimulated Er<sup>3+</sup> distributing all over the surface of microsphere. Single-longitudinal-mode and multi-longitudinal-mode lasers are also measured at around 1555 nm and 1600 nm. The diameters of the microspheres tested in our experiment are between 70~150 μm, and the concentration of the erbium nitrate solution is about 10<sup>-5</sup>~10<sup>-4</sup> mol/mL. The methods of microsphere fabrication and rare earth doping are simple and practicable for fast measurement of the luminescence of rare earth doped materials.

**Key words** lasers; downconversion light emission; Er<sup>3+</sup>-doped silica microsphere; optical fiber communication; whispering gallery mode

**OCIS codes** 140.3948; 140.3500; 140.3480; 140.3510

## 1 引 言

稀土掺杂材料已经广泛应用于固体激光器<sup>[1]</sup>、光纤放大器<sup>[2,3]</sup>、激光显示<sup>[4]</sup>、光学防伪<sup>[5]</sup>、反斯托克斯荧光制冷<sup>[6]</sup>等光子学领域。Er<sup>3+</sup>有丰富的能级结构,且在光纤通信的 C+L(1530~1625 nm)波段有

能级跃迁,因而受到广泛的研究<sup>[2,3,7,8]</sup>。介质微球具有高品质因子(10<sup>9</sup>~10<sup>10</sup>),当光波在其中传播时形成一种具有小模式体积(300λ<sup>3</sup>)、高能量密度(GW/m<sup>3</sup>量级)的回音壁模式(WGM),这种有 WGM 的微球已经用于量子光学、微激光器、微传感

收稿日期: 2012-10-24; 收到修改稿日期: 2012-11-23

作者简介: 郭长磊(1989—),男,硕士研究生,主要从事信息光学方面的研究。E-mail: guochanglei@foxmail.com

导师简介: 黄衍堂(1965—),男,博士,副教授,主要从事信息光学与光纤传感等方面的研究。

E-mail: huangyantang@fzu.edu.cn(通信联系人)

器等领域的研究<sup>[9~12]</sup>。在已知的文献中,微球激光器单模激光输出达到百微瓦量级<sup>[13]</sup>,阈值达到几十微瓦量级<sup>[7,14]</sup>,甚至更小。目前已用于制备掺 Er<sup>3+</sup> 微球谐振器的材料有 ZBLAN 玻璃<sup>[8]</sup>、ZBLALiP 玻璃<sup>[15]</sup>、磷酸盐玻璃<sup>[16]</sup>、石英玻璃<sup>[14]</sup>等;采用的掺杂方法有稀土掺杂玻璃制备法<sup>[8,15,16]</sup>、离子注入法<sup>[14]</sup>、溶胶-凝胶法<sup>[7]</sup>等。然而这些工艺或者需要昂贵的实验设备(如离子注入法),或者需要繁琐的实验步骤(如溶胶-凝胶法等)。本文使用了一种简单易行的制备掺杂稀土二氧化硅微球的方法,虽然还不能确定材料中掺杂离子浓度,但其具备很好的重复性,并且获得了掺杂稀土离子的特征光谱。这种方法可以拓展到其他基质材料掺杂稀土离子的发光研究中,如镱(Yb)、镨(Pr)、铥(Ho)、铽(Tm)、钕(Nd)等掺杂入氟化物玻璃、氟氧玻璃的发光光谱研究。

## 2 微球谐振器与锥光纤耦合理论

WGM 是由光在微球中进行多次全反射被约束在其中形成的,它可以由  $n, l, m$  表征,  $n$  为径向量子数 ( $n = 1, 2, 3, \dots$ ),  $l$  为轨道量子数 ( $l = 0, 1, 2, \dots$ ),  $m$  为方位角量子数 ( $m = -l, -l+1, \dots, 0, \dots, l-1, l$ )。当  $n$  很小 ( $n = 1, 2$ ),  $m \approx l$  时,微球中光场分布在球表面附近,接近于微球赤道,光场被压缩到最小的空间范围内。为使光有效地耦合进微球中,需要锥光纤中的倏逝波光场模式与微球中的 WGM 达到匹配。文献指出<sup>[17,18]</sup>,微球内的 WGM 的传输常量  $\beta_s = kl/x_{n,l}$ ,  $k = 2\pi/\lambda$  为光在自由空间中的传输常量,  $l$  为前面所述的轨道量子数(当  $n = 1, 2$  时,近似取  $l = 2\pi r N_s/\lambda$ ,  $N_s$  为微球介质折射率,  $r$  为微球半

径)。  $x_{n,l}$  是与径向量子数  $n$  和轨道量子数  $l$  有关的介质微球的尺寸参数,满足

$$N_s x_{n,l} = l + 1/2 + l_q \left( \frac{l+1/2}{2} \right)^{1/3} - \frac{Np}{\sqrt{N^2-1}} + \frac{3l_q^2}{2^{2/3} 10 (l+1/2)^{1/3}} + \frac{N^3 p (2p^2/3 - 1) l_q}{2^{1/3} (N^2-1)^{3/2} (l+1/2)^{2/3}},$$

对于 TM 和 TE 模式,  $[x_{n,l}, p] = [a_{n,l}, 1/N^2]$  和  $[b_{n,l}, l]$ , 其中  $N = N_s/N_a$  是微球折射率与周围环境折射率 ( $N_a$ ) 的比,  $l_q$  指艾里方程的第  $q$  个根:  $A_i(l_q) = 0$ 。对于  $q = 1 \rightarrow 5$  可以得到艾里方程的根分别为:  $l_{1 \rightarrow 5} = 2.338, 4.088, 5.521, 6.787, 7.944$ , 据此可以计算出微球半径与其传输常量的对应关系。在锥光纤中,锥腰与外围的空气介质形成新的波导,其传输常量  $\beta_t^2 = k^2 N_t^2 - 2.405^2/\rho^2$ ,  $k$  为光在自由空间中的传输常量,  $N_t$  为光纤锥的折射率,  $\rho$  为光纤锥的细腰半径<sup>[19]</sup>。图 1(a)和(b)分别为 976 nm 和 1550 nm 传输光在无稀土掺杂二氧化硅介质微球中的 TE 模式传输常量匹配图 ( $n=1$ ), 虚线两端分别标记微球半径为 50  $\mu\text{m}$  时对应空气中光纤半径大小(彩图请见网络电子版,下同)。从图 1 可以看出,对于 976 nm 传输光, 1.068  $\mu\text{m}$  细腰半径的双锥光纤与半径约 50  $\mu\text{m}$  的微球谐振器容易达到模式匹配;对于 1550 nm 传输光, 1.468  $\mu\text{m}$  细腰半径的双锥光纤与半径约 50  $\mu\text{m}$  的微球谐振器容易达到模式匹配。严格来讲,此模式匹配图只适于无源二氧化硅介质微球与锥光纤的模式匹配,但文献[20]指出掺 Nd<sup>3+</sup> 二氧化硅微球介质折射率与普通二氧化硅相同 ( $N_s = 1.45$ ),因此在掺杂前后介质折射率变化不大的情况下,该模式匹配图仍有较强的指导意义。

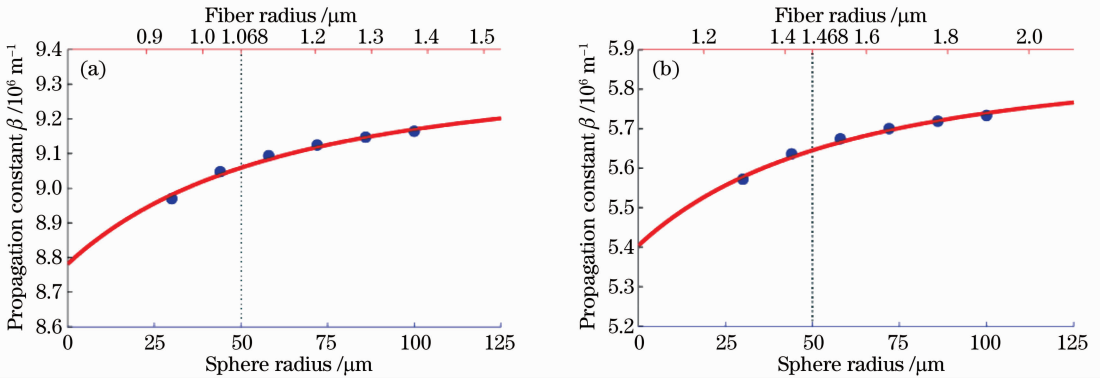


图 1 (a) 976 nm 和 (b) 1550 nm 传输光的微球(实心圆点)与锥光纤(实线)传输常量匹配图 ( $n=1$ )

Fig. 1 Matched propagation constants of microspheres (solid dots) and tapered fibers (solid curves) ( $n=1$ ) for (a) 976 nm and (b) 1550 nm propagation light, respectively

### 3 实验与结果分析

#### 3.1 掺 Er<sup>3+</sup> 微球与锥光纤制备

用石英单锥细纤沾取一定浓度的硝酸铒溶液,放入电极间加热熔融(如图 2 所示),熔融状态二氧化硅在自身表面张力作用下形成表面均匀且光滑的微球。一次熔融,微球直径增加几到十几微米不等,制备一定直径的掺 Er<sup>3+</sup> 微球需要多次熔融。用这种方法可以制备出直径从几十到几百微米的掺 Er<sup>3+</sup> 微球。制备锥光纤<sup>[21]</sup>时,将光纤两端分别接入 1310 nm 激光光源和光功率计,初始损耗设为 0 dB,步进电机拉伸速度为 50 μm/s,氢气火焰流速为 100 mL/min 左右,拉伸总长度控制在 4~5 cm。制备出双锥锥光纤,细腰半径为 0.5~1 μm,插损小于 0.2 dB(忽略光纤自身及光纤接头损耗)。

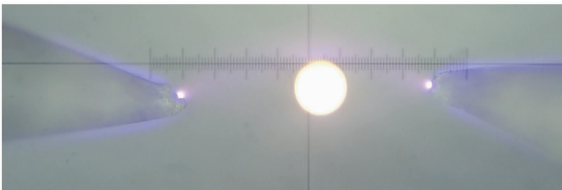


图 2 电极放电制备掺 Er<sup>3+</sup> 微球

Fig. 2 Fabrication of Er<sup>3+</sup>-doped microspheres by discharge electrodes

#### 3.2 测试结果与分析

用 976 nm 半导体抽运激光器(SDL Optics, Inc. 生产,中心波长为 976 nm,最大单模出纤功率大于 12 mW)抽运掺 Er<sup>3+</sup> 微球,用 AQ6370 光谱分析仪(Yokogawa Electric Corporation 生产,光谱扫描范围为 600~1700 nm,最高分辨率为 0.02 nm)测试光纤中的输出光谱。将微球固定在三维调整架上,控制微球与双锥光纤的细腰最小处进行相切耦合,耦合位置位于微球赤道附近。

图 3 为 976 nm 单模激光抽运单个掺 Er<sup>3+</sup> 微球(直径为 73 μm,硝酸铒溶液浓度为 1.72 × 10<sup>-4</sup> mol/mL)的光谱测试图。在 0.72 mW(指抽运激光器的出纤功率,下同)时,锥光纤与微球谐振器处于未耦合状态,在 1.65 mW 和 2.78 mW 处于耦合状态。图 3 中的插图(右上角)是 1609.8 nm 细峰处的光功率与抽运光功率关系图。可以看到,从第二个抽运功率点(1.32 mW/1.21 dBm)开始,激发光功率与抽运光功率基本呈线性关系。此种掺杂方法制备掺 Er<sup>3+</sup> 微球的特征光谱形貌具备很好的重复性。图 4 是另一掺 Er<sup>3+</sup> 微球的光谱测试图(直径为 139 μm,使用硝酸铒溶液浓度为 2.87 × 10<sup>-5</sup> mol/mL)。主图给出了抽运功率从 4.81 mW

到 11.6 mW 时的光谱形貌图。图 4 中插图(a)和(b)分别为 4.81 mW 抽运功率下稍微改变耦合位置获得的单纵模(中心波长为 1604.1 nm,峰值为 -37.53 dBm/234.5 nW)和多纵模(最高峰位于 1598.1 nm,峰值功率为 -41.2 dBm/162.4 nW)光谱细节图。插图(b)中标出几个细峰间的横向间距分别为 4.22 nm 和 4.17 nm。利用自由光谱范围公式  $R_{FS} = \lambda^2 / \pi N_s D$  ( $\lambda$  为真空中传输光波长,  $N_s$  为微球介质折射率,  $D$  为微球直径),取  $\lambda = 1.6 \mu\text{m}$ ,  $N_s = 1.45$ (近似认为掺 Er<sup>3+</sup> 微球介质为二氧化硅),  $D = 139 \mu\text{m}$  算得微球赤道附近的自由频谱范围  $R_{FS} = 4.05 \text{ nm}$ ,与前面两个间距值的误差都在 5% 之内,说明激发光受到微球的调制作用,其在微球中形成

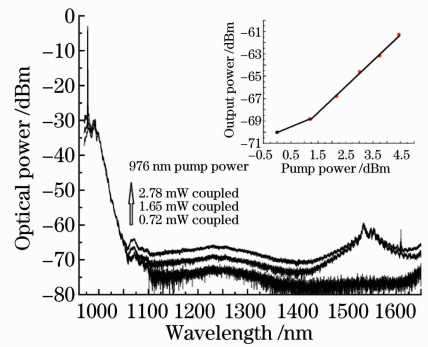


图 3 直径为 73 μm 掺 Er<sup>3+</sup> 微球的特征光谱图。插图为 1609.8 nm 处激发光与抽运光功率关系

Fig. 3 Characteristic spectrum of Er<sup>3+</sup>-doped microsphere with 73 μm diameter. Inset is diagram of output power of 1609.8 nm relative to pump power

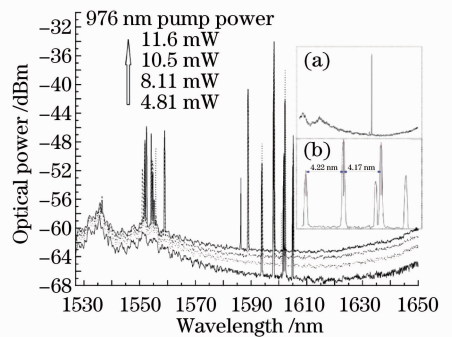


图 4 直径为 139 μm 掺 Er<sup>3+</sup> 微球特征光谱图。插图(a)和(b)分别为同一抽运功率下不同耦合情况获得的单纵模和多纵模激光

Fig. 4 Characteristic spectrum diagram of Er<sup>3+</sup>-doped microsphere with 139 μm diameter. Insets (a) and (b) are single-longitudinal-mode and multi-longitudinal-mode lasers at the same pump power and different coupling conditions, respectively

WGM<sup>[20,22,23]</sup>。

此外,还测试了直径分布在 70~150  $\mu\text{m}$ ,硝酸铒溶液浓度分布在  $10^{-5}\sim 10^{-4}$  mol/mL 的其他掺  $\text{Er}^{3+}$  微球,都得到了类似的特征光谱,说明该掺杂方法有较好的重复性。1520~1620 nm 波段的光放大对应的是  $\text{Er}^{3+}$  的  $^4\text{I}_{13/2}\rightarrow^4\text{I}_{15/2}$  能级跃迁<sup>[7,8,24,25]</sup>,1600 nm 附近的光由  $\text{Er}^{3+}$  的  $^4\text{I}_{13/2}$  主能级的斯塔克分裂的低能级到  $^4\text{I}_{15/2}$  主能级的斯塔克分裂的高能级跃迁产生,而 1555 nm 附近的光由以上各主能级的斯塔克分裂的其他能级间的跃迁产生<sup>[24,25]</sup>。相对 976 nm 抽运光功率,C+L 波段的激发光功率很小,分析几种原因如下:1) 双锥光纤与微球谐振器没有达到良好的模式匹配,抽运光耦合进入微球较少,耦合效率较低,导致需要较大的抽运光才能激励微球发光。实验中两个测试微球半径分布在 35~75  $\mu\text{m}$  之间,由图 1 可知,对于 976 nm 抽运光,要达到模式匹配,锥光纤细腰半径为 1.0~1.2  $\mu\text{m}$ ,而实验中使用锥光纤半径约为 0.8  $\mu\text{m}$ 。因此,锥光纤与微球谐振器没有达到良好的模式匹配。2) 要使锥光纤与微球谐振器达到临界耦合<sup>[26]</sup>,需要使用可调谐激光器精确选择抽运波长,使其在微球谐振器中实现谐振以提高抽运效率,而实验中使用的并非可调谐激光器。3) 抽运光和激发光在微球和锥光纤中损耗较大。微球和锥光纤暴露在空气中,由于水蒸气的光吸收损耗和粉尘的散射损耗等可使微球腔的品质因子  $Q$  值下降 1~2 个数量级<sup>[27]</sup>,锥光纤的插损变大,甚至达到 2 dB 以上,使抽运光和激发光在微球和锥光纤中损耗较大。

同一抽运条件下,重复扫描光谱,前后会稍有差异,但谱线位置基本重合。由于实验在普通大气环境中进行,环境温度、气流等也会对测试产生影响,这里不做详细分析。

## 4 结 论

用电极放电高温熔融沾有硝酸铒溶液的单锥细纤维制备出掺  $\text{Er}^{3+}$  二氧化硅微球,通过微球谐振器与双锥光纤耦合,在 976 nm 单模激光抽运作用下,测得了掺  $\text{Er}^{3+}$  微球在光通信 C+L 波段的下转换发光光谱,其中在 1555 nm 和 1600 nm 附近获得了微球谐振器的单纵模与多纵模激光。使用不同直径微球和不同浓度硝酸铒溶液测得掺  $\text{Er}^{3+}$  微球的特征光谱形貌基本一致,验证了此掺杂方法有较好的重复性。采用这种稀土掺杂方法还可以进行掺镱、镨、钕、钐等稀土的微球发光特性的研究。

## 参 考 文 献

- 1 A. Ikesue. Polycrystalline Nd:YAG ceramics lasers[J]. *Opt. Mater.*, 2002, **19**(1): 183~187
- 2 Liu Bin, Sun Junqiang. Gain enhancement of two-stage L-band EDFA pumped by C-band and 980 nm[J]. *Chinese J. Lasers*, 2003, **30**(10): 917~920  
刘彬,孙军强. C 波段和 980 nm 抽运的两段级联 L 波段掺铒光纤放大器[J]. *中国激光*, 2003, **30**(10): 917~920
- 3 S. W. Harun, N. Tamchek, P. Poopalan *et al.*. Effect of injection of C-band amplified spontaneous emission on two-stage L-band erbium-doped fiber amplifier[J]. *Acta Physica Slovaca*, 2003, **53**(2): 173~176
- 4 Liu Mingyang, Zhang Ruiping. Up-conversion three-dimensional volumetric display of fluoride glass under two beams of lasers[J]. *Chinese J. Lasers*, 2011, **38**(10): 1006003  
刘名扬,张瑞萍. 氟化物玻璃在两束激光作用下的上转换三维立体显示[J]. *中国激光*, 2011, **38**(10): 1006003
- 5 Jia Honghui, Zhang Xueao, Zhang Hailiang *et al.*. A laser anti-counterfeiting recognition based on infrared-visible up-conversion material[J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(s2): 393~395  
贾红辉,张学骛,张海良等. 基于红外-可见光上转换材料的激光防伪识别器[J]. *中国激光*, 2009, **36**(s2): 393~395
- 6 C. E. Mungan, M. I. Buchwald, B. C. Edwards *et al.*. Laser cooling of a solid by 16 K starting from room temperature[J]. *Phys. Rev. Lett.*, 1997, **78**(6): 1030~1033
- 7 L. Yang, K. J. Vahala. Gain functionalization of silica microresonators[J]. *Opt. Lett.*, 2003, **28**(8): 592~594
- 8 F. Lissillour, D. Messenger, G. Stéphan *et al.*. Whispering-gallery-mode laser at 1.56  $\mu\text{m}$  excited by a fiber taper[J]. *Opt. Lett.*, 2001, **26**(14): 1051~1053
- 9 P. B. Li, S. Y. Gao, F. L. Li. Quantum-information transfer with nitrogen-vacancy centers coupled to a whispering-gallery microresonator[J]. *Phys. Rev. A*, 2011, **83**(5): 054306
- 10 S. M. Spillane, T. J. Kippenberg, K. J. Vahala. Ultralow-threshold Raman laser using a spherical dielectric microcavity[J]. *Nature*, 2002, **415**(6872): 621~623
- 11 Z. P. Cai, H. Y. Xu. Point temperature sensor based on green upconversion emission in an Er:ZBLALiP microsphere [J]. *Sensors and Actuators A*, 2003, **108**(1-3): 187~192
- 12 J. P. Laine, C. Tapalian, B. Little *et al.*. Acceleration sensor based on high-Q optical microsphere resonator and pedestal antiresonant reflecting waveguide coupler [J]. *Sensors and Actuators A*, 2001, **93**(1): 1~7
- 13 M. Cai, K. Vahala. Highly efficient hybrid fiber taper coupled microsphere laser[J]. *Opt. Lett.*, 2001, **26**(12): 884~886
- 14 J. Kalkman, A. Polman, T. J. Kippenberg *et al.*. Erbium-implanted silica microsphere laser[J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 2006, **242**(1-2): 182~185
- 15 Z. P. Cai, H. Y. Xu, G. M. Stephan *et al.*. Red-shift in Er:ZBLALiP whispering gallery mode laser [J]. *Opt. Commun.*, 2004, **229**(1-6): 311~315
- 16 M. Cai, O. Painter, K. J. Vahala. Fiber-coupled microsphere laser[J]. *Opt. Lett.*, 2000, **25**(19): 1430~1432
- 17 S. Schiller, R. L. Byer. High-resolution spectroscopy of whispering gallery modes in large dielectric spheres [J]. *Opt. Lett.*, 1991, **16**(15): 1138~1140
- 18 S. Schiller. Asymptotic expansion of morphological resonance frequencies in Mie scattering[J]. *Appl. Opt.*, 1993, **32**(12): 2181~2185
- 19 J. C. Knight, G. Cheung, F. Jacques *et al.*. Phase-matched excitation of whispering-gallery-mode resonances by a fiber taper [J]. *Opt. Lett.*, 1997, **22**(15): 1129~1131
- 20 L. S. Valérie. Whispering-gallery mode lasers with doped silica microspheres[J]. *Opt. Mater.*, 1999, **11**(2-3): 153~165

- 21 G. Brambilla. Optical fibre nanowires and microwires; a review [J]. *J. Optics*, 2010, **12**(4): 043001
- 22 V. Sandoghdar, F. Treussart, J. Hare *et al.*. Very low threshold whispering-gallery-mode microsphere laser[J]. *Phys. Rev. A*, 1996, **54**(3): R1777~R1780
- 23 P. Féron. Whispering gallery mode lasers in erbium doped fluoride glasses[J]. *Annales de la Fondation Louis de Broglie*, 2004, **29**(1-2): 317~329
- 24 Wang Xiulin, Ming Hai, Wang Anting *et al.*. C+L band erbium doped fiber broadband light source using one stage configuration [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, **33**(2): 166~170  
王秀琳, 明海, 王安廷等. 单级结构 C+L 波段掺铒光纤宽带光源[J]. *中国激光*, 2006, **33**(2): 166~170
- 25 E. Desurvire, J. R. Simpson. Evaluation of <sup>4</sup>I<sub>15/2</sub> and <sup>4</sup>I<sub>13/2</sub> Stark-level energies in erbium-doped aluminosilicate glass fibers [J]. *Opt. Lett.*, 1990, **15**(10): 547~549
- 26 X. Peng, F. Song, S. Jiang. Fiber-taper-coupled L-band Er<sup>3+</sup>-doped tellurite glass microsphere laser[J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2003, **82**(10): 1497~1499
- 27 Zhang Yuguang, Li Peng, Wang Li *et al.*. Effect of the environment on microsphere Q-factor[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(5): 803~806  
张宇光, 李鹏, 王丽等. 外界环境对微球腔品质因数的影响[J]. *光子学报*, 2011, **40**(5): 803~806

栏目编辑: 宋梅梅