

# 掺镱大模场光子晶体光纤的研究进展

于春雷<sup>1</sup>, 王孟<sup>1</sup>, 冯素雅<sup>1</sup>, 王世凯<sup>1</sup>, 王璠<sup>1,2</sup>, 楼风光<sup>1</sup>, 张磊<sup>1</sup>, 陈丹平<sup>1</sup>, 胡丽丽<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>中国科学院上海光学精密机械研究所强激光材料重点实验室, 上海 201800;

<sup>2</sup>中国科学院大学, 北京 100049

**摘要** 近年来,掺镱大模场光子晶体光纤由于在高峰值功率皮秒超快激光放大器方面的重要应用而受到广泛关注。简要分析了掺镱大模场光子晶体光纤的研制难点,介绍了国内外掺镱大模场光子晶体光纤的研究进展,以及应用于掺镱大模场光子晶体光纤制备的掺镱石英玻璃芯棒制备方法及其光学、光谱性能,重点介绍了中国科学院上海光学精密机械研究所基于溶胶-凝胶工艺制备大直径、低数值孔径掺镱石英玻璃芯棒玻璃,以及大模场掺镱光子晶体光纤的制备及其用于皮秒脉冲激光放大的研究进展。最后对掺镱大模场光子晶体光纤的研发及应用进行了总结及展望。

**关键词** 光纤光学; 掺镱石英玻璃; 大模场面积光子晶体光纤; 皮秒脉冲激光放大

中图分类号 TN253

文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP56.170602

## Research Progress on Ytterbium-Doped Large Mode Area Photonic Crystal Fibers

Yu Chunlei<sup>1</sup>, Wang Meng<sup>1</sup>, Feng Suya<sup>1</sup>, Wang Shikai<sup>1</sup>, Wang Fan<sup>1,2</sup>,  
Lou Fengguang<sup>1</sup>, Zhang Lei<sup>1</sup>, Chen Danping<sup>1</sup>, Hu Lili<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Key Laboratory of High Power Laser Materials, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,  
Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;

<sup>2</sup>University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

**Abstract** In recent years, ytterbium (Yb)-doped large mode field photonic crystal fibers have attracted significant attention owing to their applications in high peak-power picosecond ultrafast laser amplifiers. Herein, the difficulties in the development of Yb-doped large mode field photonic crystal fibers are briefly analyzed, and the research progress of these novel fibers both at home and abroad is examined. The preparation methods and optical/spectral properties of Yb-doped silica glass mandrels used for Yb-doped large mode field photonic crystal fibers are summarized. The preparation of large diameter, low NA ytterbium-doped silica glass mandrels, large mode area Yb doped photonic crystal fibers and their applications in picosecond pulse laser amplification at the Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics are then discussed. Finally, the development and application of Yb-doped large mode field photonic crystal fibers are summarized, and their future prospects are detailed.

**Key words** fiber optics; Yb-doped silica glass; large mode area photonic crystal fiber; picosecond pulse laser amplification

**OCIS codes** 060.2270; 140.3280; 140.3510; 060.2320

## 1 引言

光纤激光器由于具有结构紧凑、转换效率及可靠性高、易操作、受环境因素影响小、免维护等其他

激光器无可比拟的技术优越性,正逐渐取代现有的激光系统,如二氧化碳(CO<sub>2</sub>)激光器、固体激光器和半导体激光器。我国作为世界上最大的工业制造国,对光纤激光器的需求十分巨大。近年来,掺镱大

收稿日期: 2019-05-14; 修回日期: 2019-07-05; 录用日期: 2019-07-15

基金项目: 国家高科技研究发展计划(2016YFB0402201)、国家自然科学基金(61775224,61875216)

\* E-mail: hulili@siom.ac.cn

模场石英光纤在高功率、大能量及高峰值功率脉冲激光及放大器方面具有重要应用,受到了研究人员的广泛关注<sup>[1-2]</sup>。2012年IPG公司采用芯径约25  $\mu\text{m}$ 的大模场双包层光纤获得10 kW单模光纤激光输出<sup>[3]</sup>,成为光纤激光器发展的里程碑。除了连续光纤激光器功率的提升外,掺镱( $\text{Yb}^{3+}$ )脉冲激光器也发展迅速<sup>[1]</sup>。脉冲激光器具有高能量、高峰值功率特点,并具有优越的时域特性,在精细加工、生物医疗等领域具有良好的应用前景。对于传统的双包层光纤,为实现单模激光输出,芯径一般较小(小于15  $\mu\text{m}$ )。抽运功率的提高,易使得光纤端面出现损伤。另外,随着激光功率的提高,能量密度逐渐增大,更易产生非线性效应。因此,光纤激光器激光功率的提升会受到端面损伤及非线性效应的限制,此限制对于追求高能量、高峰值功率的脉冲激光器<sup>[3]</sup>更为严重。

当前,光纤激光功率的提升主要受限于非线性效应(NLEs)<sup>[2, 4]</sup>、光致暗化效应(PD)<sup>[5-6]</sup>和模式不稳定效应(TMI)<sup>[7-8]</sup>。通常使用大模场光纤代替传统的小芯径双包层光纤来抑制非线性效应,提高激光功率。实现大模场的有效措施是增大芯径,但这又会使得光束质量受到影响。为了解决大模场和光束质量之间的矛盾,需要优化光纤的结构设计。通常采用多种成分与稀土离子共掺杂的方式来抑制掺镱光纤的光致暗化效应<sup>[9-10]</sup>,而提高模式不稳定阈值所采用的重要策略之一是制备较小纤芯数值孔径的大模场光纤。目前,已有多种光纤设计方式能够实现大模场光纤单模激光输出<sup>[11-13]</sup>。国际上相继研制出大模场光子晶体光纤(LMA-PCF)、棒状光子晶体光纤(rod-type PCF)、大跨度光子晶体光纤(LPF)、泄漏模光子晶体光纤(LCF)、手性耦合[CCC(P-3C)]光纤、增益导引光纤(GGF)、半导引高纵横比纤芯光纤(SHARC)、全固态光子带隙光纤、多坑道微结构光纤、全固态微结构光纤等。LMA-PCF已能够实现芯径大于100  $\mu\text{m}$ 的单模设计<sup>[14-15]</sup>,并且已经在激光脉冲放大中得到有效验证。

LMA-PCF预制棒制备需要大直径(大于3 mm)、高光学均匀性的芯棒,并且要求芯棒和包层的折射率几乎相等,以实现单模激光输出。受传统化学气相沉积(MCVD)工艺制备低数值孔径(NA)光纤技术的限制,很难利用MCVD液相掺杂工艺制备掺镱LMA-PCF所需的大直径芯棒。近年来,一些研究人员采用MCVD技术,利用 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}$ 和 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{F}^-$ 等多种共掺杂离子可以制备极低数值孔径的掺镱光纤。例如,采用 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/$

$\text{P}^{5+}$ 共掺杂的溶液液相掺杂工艺制备出数值孔径约为0.04的大模场面积(LMA)光纤<sup>[16-17]</sup>。另外,文献[18]中报道了一种采用螯合物前驱体掺杂工艺制备的低数值孔径 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}$ 共掺光纤,其纤芯的数值孔径为0.036。尽管 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{P}^{5+}$ 等物质的量比掺杂有助于降低纤芯的折射率,但上述低数值孔径光纤的制备条件是较低的稀土元素掺杂浓度,上述光纤中掺杂 $\text{Yb}^{3+}$ 的质量分数一般不超过0.5%。最近几年,相干公司利用气相掺杂工艺,在类似前述0.5%掺杂质量分数下实现了数值孔径仅为0.025的 $\text{Yb}/\text{Al}/\text{F}$ 共掺杂芯棒的制备,这是目前基于MCVD工艺制备的掺杂较高稀土离子浓度下的极低纤芯数值孔径光纤的最高水平,并在直径为52  $\mu\text{m}$ 的纤芯中基于LD抽运实现了高光束质量激光的振荡输出<sup>[9]</sup>。需要强调的是,其他非MCVD工艺诸如多次复合堆积的拉伸工艺<sup>[19]</sup>及溶胶-凝胶法<sup>[20]</sup>也被用于极低数值孔径大模场光纤的制备。尽管使用纤芯共掺杂氟的方式可以明显降低纤芯的数值孔径,但 $\text{P}^{5+}$ 掺杂有利于抑制 $\text{Yb}^{3+}$ 掺杂光纤的光致暗化效应<sup>[21]</sup>。因此, $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}/\text{F}^-$ 共掺杂技术是一种制备具有较低数值孔径纤芯的大模场光纤的较为理想的方式。

本课题组自2011年开始利用溶胶-凝胶(sol-gel)法结合粉末烧结熔融工艺开展了掺镱大模场光纤芯棒制备的研究,并在 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}$ 、 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{F}^-$ 、 $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}/\text{F}^-$ 共掺石英玻璃的基础研究中取得了一系列成果,对纤芯玻璃的光学、光谱性质随组分的变化规律开展了较为深入的研究<sup>[22-31]</sup>。本文在简要介绍光纤材料制备工艺的基础上,着重介绍中国科学院上海光学精密机械研究所掺镱LMA-PCF材料制备及应用技术水平方面的研究进展,旨在为掺镱大模场光纤的性能调控和提升提供一定的理论和工艺技术参考。

## 2 掺镱LMA-PCF芯棒制备技术

### 2.1 高亮度LMA-PCF芯棒玻璃的制备难点

堆垛法是制备LMA-PCF的常用方法,要制备芯径大于40  $\mu\text{m}$ 甚至100  $\mu\text{m}$ 的超LMA-PCF,制备预制棒时所需的掺镱石英玻璃芯棒需要同时满足几何尺寸要求和光学(折射率、均匀性)、光谱(掺杂浓度、吸收和发射)性能要求。图1所示为高亮度掺镱LMA-PCF对芯棒的要求。为了抑制高峰值功率下的非线性效应,实现高亮度(即高功率、高光束质量的激光输出),在制备高亮度LMA-PCF时,需要掺杂

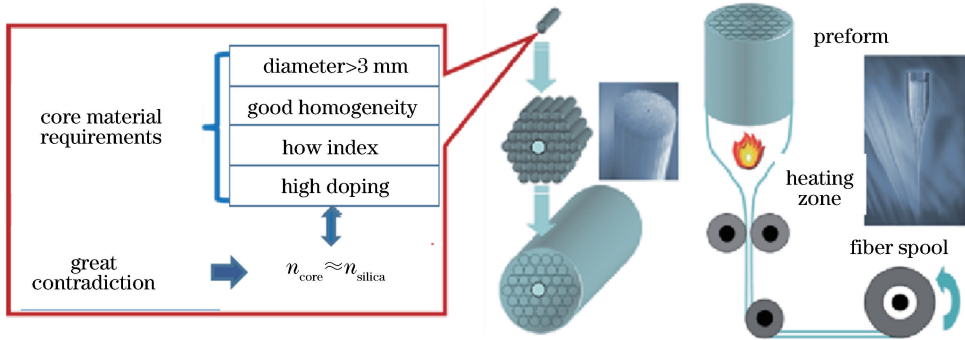


图 1 高亮度掺镱 LMA-PCF 对芯棒的要求

Fig. 1 Requirements for mandrels in high brightness Yb-doped LMA-PCF

浓度高、与纯石英玻璃具有相近折射率且直径大于 3 mm 的高光学均匀性掺镱石英玻璃芯棒。众所周知,二氧化硅玻璃具有较低的折射率,稀土氧化物以及其他共掺元素化合物的引入,通常会引起石英玻璃折射率增大,而且二氧化硅网络的强化学键结构使得外掺元素很难进入网络,即多元高二氧化硅基玻璃的形成范围较小,极易导致分相或析晶。高浓度稀土离子掺杂将导致石英玻璃的折射率增大、光学均匀性变差,而高亮度掺镱 LMA-PCF 的制备中所需要的芯棒折射率较小,且其变化幅度也较小(高均匀性),克服二者之间的这一重大矛盾是制备高亮度掺镱 LMA-PCF 的关键。

### 2.2 MCVD 工艺技术

MCVD 法由美国 Corning 公司于 20 世纪 70 年代初期首先提出并用于光通信光纤的制备中<sup>[32]</sup>。图 2 所示为 MCVD 的工艺流程,该工艺在石英管内壁沉积 SiO<sub>2</sub> 的同时,通过共掺可以改变折射率或玻璃黏度的其他离子,如 Ge<sup>4+</sup>、P<sup>5+</sup>、F<sup>-</sup> 等,形成折射率差异的纤芯和包层,从而实现了光在纤芯中的全反射传播。目前,该技术在制备光通信光纤方面已逐渐被轴向气相沉积制备(VAD)技术与外部气相

沉积(OVD)技术所取代,但其仍是目前激光光纤制备中普遍应用的技术。MCVD 技术被广泛用于有源光纤预制棒的制备,比较著名的用户有 IPG、Nufern、SPI 等公司。国内稀土掺杂光纤预制棒也基本采用 MCVD 技术。该技术涉及的最基本的反应过程为:SiCl<sub>4</sub> + O<sub>2</sub> ⇌ SiO<sub>2</sub> + 2Cl<sub>2</sub>。其中,SiCl<sub>4</sub> 的蒸气压比大多数有害杂质(FeCl<sub>3</sub> 等)高 12 个数量级,因此在反应过程中可有效避免有害杂质离子进入沉积层。稀土离子掺杂的方法主要有两种:一种是疏松液体相浸泡掺杂<sup>[33]</sup>;另一种是利用稀土螯合物等气相原料实现掺杂<sup>[34]</sup>。两种方法各有利弊,液相掺杂工艺受限于沉积次数和沉积厚度的限制,一般很难制备直径超过 3 mm 的纤芯玻璃,而气相掺杂工艺可以制备较大直径的纤芯,但是在气量参数的精确控制方面也存在较大的不确定性,而且受限于螯合物种类,纤芯成分的调控范围不如液相掺杂工艺大。

### 2.3 纳米颗粒直接沉积(DND)技术

纳米颗粒直接沉积法(DND)由 Liekki 公司(现已被美国 nLight 公司并购)的 Tammela 等<sup>[35]</sup> 在 2002 年提出。如图 3 的原理图所示,将带有掺杂离子的溶液及 SiCl<sub>4</sub> 物料一起输送到氢氧焰喷嘴,形成掺杂 SiO<sub>2</sub> 纳米颗粒,然后直接一次沉积在基棒上。沉积装置采用与 OVD 法相同的管外沉积,多层沉积后移除基棒,干燥并烧结成实心预制棒。由于气态和液态原料在氢氧焰中混合燃烧,会迅速反应生成纳米颗粒,因此稀土离子的团簇倾向较小,适合于具有不同蒸气压的原料同时沉积。较快的冷却速度和较短的停留时间能使纳米颗粒的粒径分布范围小,颗粒尺寸可以在 10~100 nm 调节。相比于 MCVD 结合液相掺杂法,纳米颗粒直接沉积法有助于减少离子团簇,提高掺杂均匀性。该方法受专利

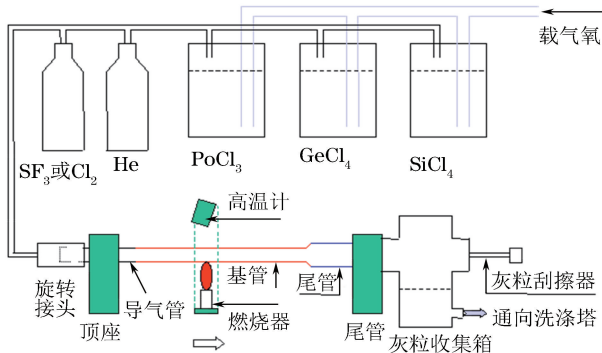


图 2 MCVD 工艺流程图<sup>[26]</sup>

Fig. 2 MCVD process flowchart<sup>[26]</sup>

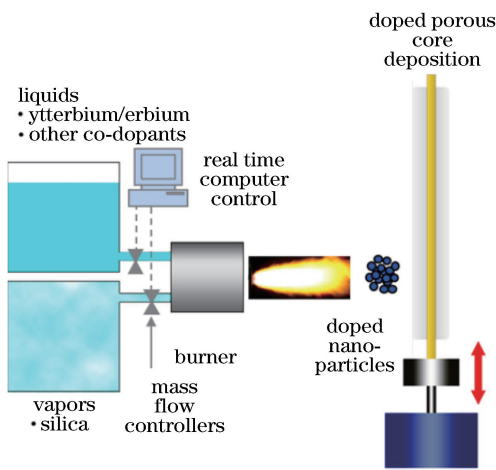


图 3 纳米颗粒直接沉积制备芯棒工艺<sup>[35]</sup>

Fig. 3 Preparation of preform by DND process<sup>[35]</sup>

技术限制,主要由 nLIGHT 公司使用。

### 2.4 粉末烧结技术

德国的 Heraeus 公司和 Jena 大学最早报道

了采用粉末烧结法制备石英玻璃的方法<sup>[36-38]</sup>,图 4 为大致工艺流程图。该方法在早期被用于制备高纯石英玻璃,并于 2008 年被用于大尺寸稀土掺杂石英玻璃芯棒的制备<sup>[38]</sup>。目前,利用该方法已能制得损耗为 20 dB/km、折射率波动为  $2 \times 10^{-4}$  的大尺寸 Yb<sup>3+</sup> 掺杂石英芯棒,并在单根光纤中实现了 5 kW 的多模激光输出<sup>[39]</sup>。粉末烧结法可以制备大尺寸的块体掺杂玻璃,Heraeus 公司制备的大直径掺镱石英玻璃棒具有较高的光学均匀性和较低的光学损耗,突破了 MCVD 法受沉积管尺寸限制的劣势,适用于大芯径光纤的制备。但是其成分为 Yb<sup>3+</sup>、Al<sup>3+</sup> 掺杂的二氧化硅玻璃,折射率较高,无法直接用于二氧化硅玻璃作为内包层的低数值孔径大模场光纤制备。此外,华南师范大学的周桂耀课题组采用激光快速粉末烧结技术制备稀土掺杂石英玻璃,并报道了 Yb/Er 共掺石英块体玻璃<sup>[40]</sup> 和掺镱 LMA-PCF<sup>[41]</sup>。

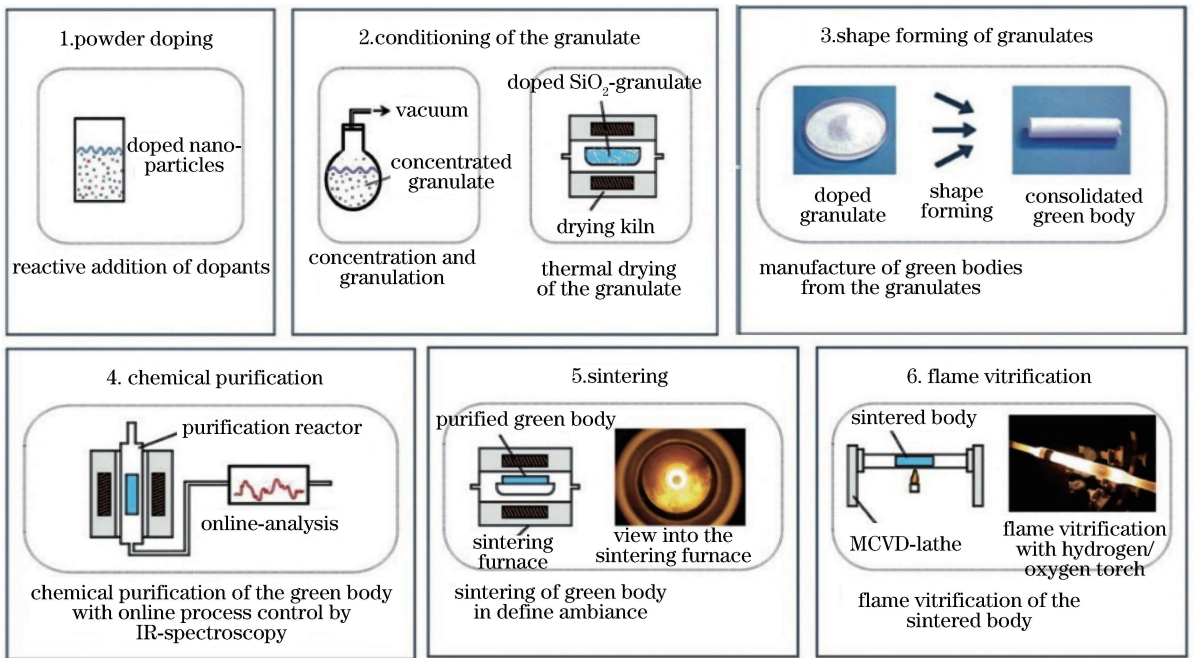


图 4 粉末烧结工艺图<sup>[37]</sup>

Fig. 4 Powder sintering process<sup>[37]</sup>

### 2.5 分相制备多孔玻璃掺杂工艺

中国科学院上海光学精密机械研究所的 Chen 等<sup>[42-43]</sup>利用碱硼硅玻璃的分相特性制备了稀土掺杂的纳米多孔玻璃,并在配方、分相处理温度、酸浸析等方面进行了研究。图 5 所示为分相制备多孔玻璃的工艺流程。首先,通过高温熔融法制备碱硼硅块体玻璃,再将母体玻璃放入马弗炉中退火,使玻璃完成分相过程;然后,将分相的玻璃砸碎,筛选出合适

粒径的玻璃粉进行酸浸析处理,以去除富碱硼相,反复清洗、干燥后得到具有纳米多孔结构的玻璃粉;最后,通过溶液浸泡的方式进行掺杂,干燥后通过高温烧结即可得到稀土掺杂的高硅氧玻璃。Liu 等<sup>[42]</sup>利用此方法制备的芯棒玻璃拉制了 38 μm 芯径的掺镱 PCF,其相对于吸收抽运光的斜率效率为 71%,实现了 34.8 W 的激光输出。

如图 6 所示,华中科技大学的 Chu 等<sup>[44-45]</sup>采用

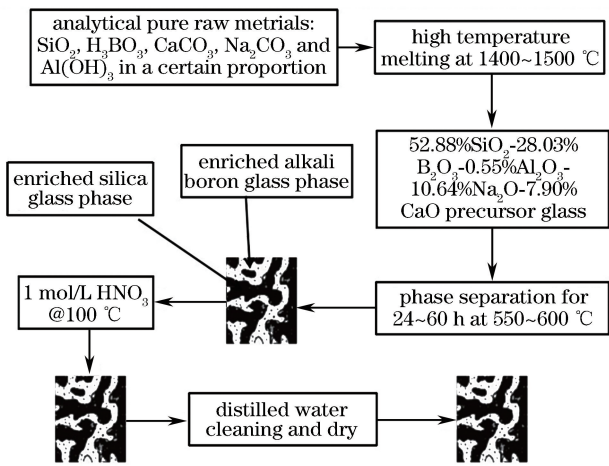


图 5 分相制备多孔工艺流程<sup>[43]</sup>

Fig. 5 Process of phase separation to prepare porous<sup>[43]</sup>

分相法制备稀土元素掺杂玻璃芯棒, 先将母体玻璃加工成圆柱细棒, 分相处理后进行腐蚀, 再将细棒浸泡在稀土离子溶液中进行掺杂, 最后干燥除杂, 高温塌缩制备成预制棒。与 Liu 等<sup>[42]</sup>工艺的区别在于: 直接用圆柱细棒进行掺杂, 而不是将块体玻璃研磨成粉, 避免了玻璃的二次烧结, 减少了杂质的二次引入。由于采用溶液浸泡法进行掺杂, 受到离子扩散

的影响, 通常芯棒尺寸较小(约 3 mm), 这样才能保证芯棒中稀土元素的掺杂浓度和均匀性。

### 2.6 溶胶-凝胶法

相比于传统的 MCVD 技术, 溶胶-凝胶工艺在制备大直径、低数值孔径掺镱石英玻璃芯棒方面的优势主要体现在三个方面: 1) 掺杂离子的分散性高, 有效降低了掺杂离子特别是稀土离子的团簇倾向, 从而在玻璃折射率分布均匀性控制、光致暗化效应以及浓度猝灭效应抑制等方面优于传统 MCVD 工艺技术; 2) 在溶胶配制过程中, 非常容易引入多种掺杂元素, 有利于对稀土掺杂石英玻璃芯棒的光学和光谱性质进行调控, 比如非常容易引入 F、P 等共掺杂元素, 从而可以制备出较低折射率的高掺杂石英玻璃芯棒, 在制备极低数值孔径的光纤方面有较大优势; 3) 可以突破 MCVD 工艺技术特别是溶液浸泡掺杂工艺技术制备芯径很难突破 3 mm 直径的瓶颈, 实现较大直径(尺寸)稀土掺杂石英玻璃芯棒的制备, 同时具备较小的折射率起伏。其不足之处在于损耗比 MCVD 工艺技术更高。因此, 溶胶-凝胶工艺通常用于堆垛法制备 LMA-PCF, 在较短光纤的制备上得到广泛应用。

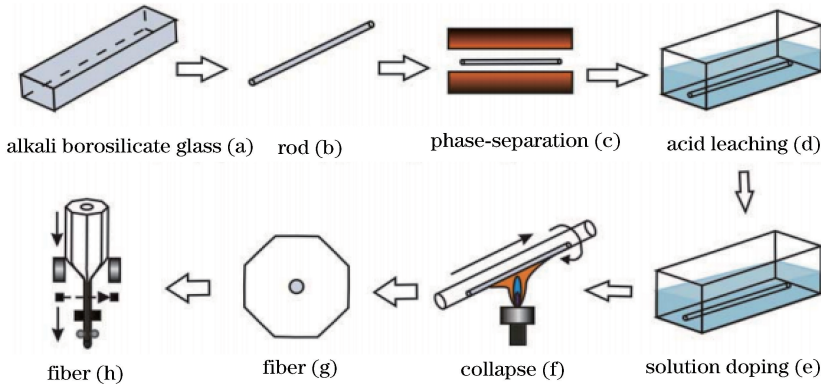


图 6 分相法制备稀土掺杂光纤工艺<sup>[45]</sup>

Fig. 6 Fabrication of rare earth doped optical fibers by phase separation method<sup>[45]</sup>

2007 年, 瑞士 Bern 大学的 Romano 课题组<sup>[46]</sup>报道了采用溶胶-凝胶法制备 Yb<sup>3+</sup>/Al<sup>3+</sup> 掺杂石英光纤的工艺。石英管内溶胶浸渍提拉法与管内气相沉积法具有同样的缺点, 掺杂层厚度很薄, 通常一层只有几微米, 难以获得大尺寸的芯棒。法国 Lille 大学的 El Hamzaoui 等<sup>[47-49]</sup>也开展了基于凝胶柱直接干燥致密化制备芯棒玻璃和光纤制备的研究, 目前该方法制备的芯棒中稀土离子掺杂浓度较低, 光纤激光功率也较低。2008 年, 复旦大学的 Li 等<sup>[50]</sup>报道了采用溶胶-凝胶法制备 Yb<sup>3+</sup> 掺杂芯棒的工艺, 该工艺与 Romano 课题组<sup>[46]</sup>2007 年报道的工艺

较为类似, 但没有后续报道。

本课题组的 Liu 等<sup>[22-23]</sup>在 2011 年开展溶胶-凝胶法制备掺镱石英玻璃及光纤相关的课题研究和工艺探索, 王世凯、楼风光、许文彬、王孟、王璠等先后对制备工艺和组分进行改进<sup>[24-26, 31, 51]</sup>, 玻璃基质的掺杂方式从 Yb/Al、Yb/Al/P、Yb/Al/F 共掺扩展到 Yb/Al/P/F 掺杂, 所制备的稀土掺杂石英玻璃芯棒性能不断提高, 进一步扩大了掺镱 LMA-PCF 的研究范围<sup>[52-54]</sup>。采用溶胶-凝胶法制备极低数值孔径掺镱石英玻璃芯棒的工艺流程如图 7 所示<sup>[20, 55-57]</sup>。

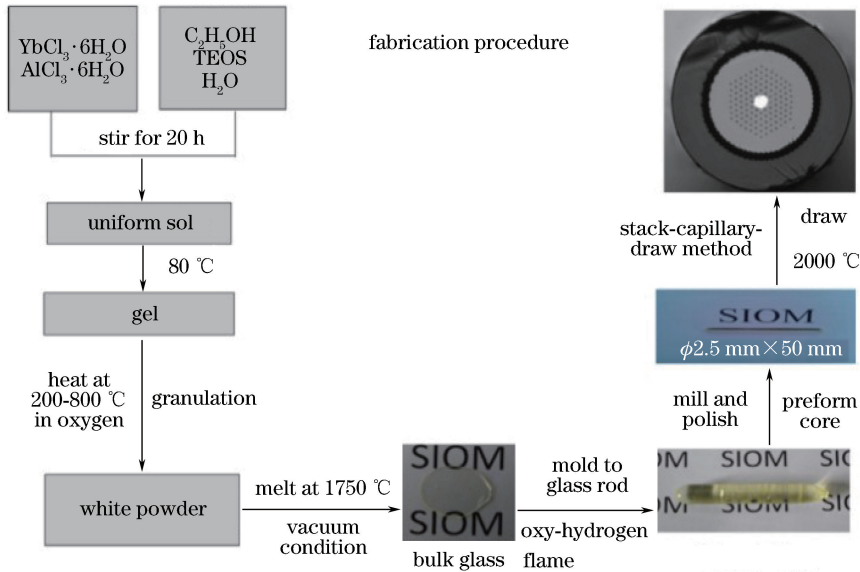


图 7 溶胶-凝胶工艺制备大模场掺镱光纤流程

Fig. 7 Fabrication of large mode ytterbium doped fiber process by sol-gel process

相关研究结果同时也支持了 MCVD 工艺制备低数值孔径掺镱大模场光纤技术的发展<sup>[58]</sup>。表 1 归纳了本课题组采用溶胶-凝胶法制备稀土掺杂石英光纤的研究结果。

表 1 基于溶胶-凝胶法制备掺镱石英光纤的研究进展

Table 1 Development of ytterbium doped silica fibers using sol-gel method

Time	Composition	Mole fraction of Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /%	Fiber type	Core diameter /μm	Laser system	Average power /W	Peak power /MW	M <sup>2</sup>	Reference
2013	Yb/Al	0.3	PCF	30	CW	6.8	—	—	[22]
2013	Yb/Al	0.1	PCF	90	CW	81	—	—	[23]
2013	Yb/Al/P	0.05	PCF	35	CW	35	—	—	[53]
2015	Yb/Al/P	0.035	DCF	35	CW	3.2	—	1.3	[57]
			PCF	50		46	—		
2016	Yb/Al	0.1	PCF	105	MOPA	255	1.2	>10	[54]
2016	Yb/Al/F	0.05	DCF	50	CW	8	—	1.1	[20]
2017	Yb/Al	0.1	PCF	100	MOPA	310	1.5	5	[59]
2017	Yb/Al/P/F	0.075	PCF	50	MOPA	97	0.093	1.4	[55]
2019	Yb/Al/P/F	0.09	PCF	50	MOPA	272	0.266	2.2	[51]
2019	Yb/Al/P/F	0.15	PCF	75	MOPA	102	1	2.1	[60]

### 3 低折射率高增益芯棒玻璃成分及性能研究

#### 3.1 掺镱石英玻璃的形成范围

大多数大模场光纤设计对预制棒纤芯的制备技术及纤芯折射率控制技术提出了更高的要求。例如，纤芯应该具有优异的发光性能、抗暗化性能和光学均匀性，并能实现折射率的有效控制。本课题组在掺镱石英芯棒方面详细研究了 Yb/Al、Yb/Al/P、Yb/Al/F 和 Yb/Al/PF 四个系列的共掺杂玻璃组分，对其成玻璃性能、微观结构、光谱及激光性能进行系统研究<sup>[24]</sup>。图 8(a)给出了 Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 掺杂物质的量分数固

定为 0.15% 的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub> 玻璃形成区。为了便于观察，给出了局部放大图，如图 8(b)所示。

为了优化调控 Yb<sup>3+</sup> 掺杂石英光纤的激光性能，需要同时调整纤芯玻璃中 Yb、Al、P、F 元素的含量，这就增加了较全面的玻璃形成区的绘制难度。采用溶胶-凝胶法结合高温烧结法，总结出四个系列掺杂组分的成玻璃规律。

1) 石英玻璃中，只掺杂 Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>，最高可掺杂的物质的量分数为 0.5%。

2) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 共掺杂情况下，当 Al 和 Yb 的物质的量之比不小于 5 时，玻璃透明，成玻璃性能好，但在此比例范围内，Yb 的掺杂浓度受限。

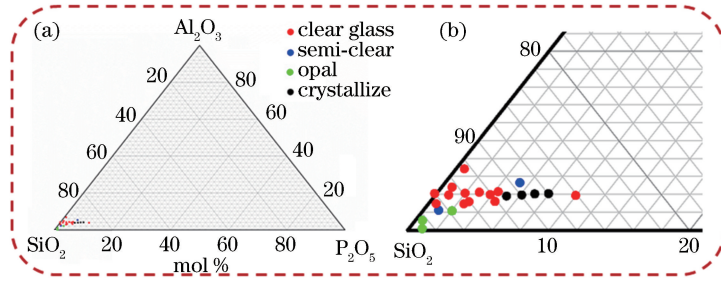


图 8 (a) Yb/Al/P 掺杂石英玻璃形成区; (b) 玻璃形成区高硅区域局部放大图<sup>[24]</sup>

Fig. 8 (a) Glass forming region of Yb/Al/P doped silica glass; (b) magnified view of glass forming region in area with high content of SiO<sub>2</sub><sup>[24]</sup>

3) P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 与 Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 共掺杂, 在没有 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 共掺杂的情况下, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 掺杂的物质的量分数不大于 1% 时, 很难成玻璃。

4) 在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 共掺杂且 P 和 Al 的物质的量之比不大于 1 的情况下, P 的加入不但没有起到增加 Yb 溶解度的作用, 反而削减了 Al<sup>3+</sup> 所起到的溶解 Yb 的作用。

5) 在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 共掺杂、P 和 Al 的物质的量之比等于 1 的情况下, Al 和 Yb 或者 P 和 Yb 的物质的量指标须在一定范围之内才可成玻璃。

### 3.2 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比对掺铈石英玻璃光谱性质的影响

图 9 所示为 Yb<sup>3+</sup> 在磷铝硅三元玻璃体系 (YAP 系列) 样品中的吸收及发射光谱。P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比不大于 1 以及 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比大于 1 的样品在跃迁谱形及光谱强度上存在明显的差异<sup>[29]</sup>。当 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比不大于 1 时, 吸收和发射强度随 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比的提高而略有降低; 进一步提高 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比大于 1, Yb<sup>3+</sup> 的吸收和发射

强度发生明显降低; 当 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比大于 1 时, 继续提高 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比, Yb<sup>3+</sup> 的吸收发射强度略微下降。

根据 Beer-Lambert 和 FL 公式, Xu 等<sup>[29]</sup> 计算了该系列样品在吸收主峰 (约 976 nm) 的吸收截面和 1030 nm 的发射截面, 吸收和发射截面主要受 Yb<sup>3+</sup> 局域环境的影响。当 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比从 0 提高到 1 时, 约 976 nm 的吸收截面从 2.82 pm<sup>2</sup> 降低到 2.74 pm<sup>2</sup>, 降低了 2.8%; 当进一步提高 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比至 1.5 时, 吸收截面降低至 1.50 pm<sup>2</sup>, 降低了 45.3%; 当 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比从 1.5 提高到 2.5 时, Yb<sup>3+</sup> 吸收截面从 1.50 pm<sup>2</sup> 降低至 1.47 pm<sup>2</sup>, 降低了 2.0%。发射截面的变化与吸收截面的变化规律一致, 在 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的物质的量之比不大于 1 和大于 1 间存在明显区别。对比 YAP 系列样品与纯石英玻璃的 Raman 光谱 (图 10), 结合固态核磁 (NMR) 测试玻璃结构变化发现, Al<sup>3+</sup>/P<sup>5+</sup> 共掺的样品中存在 [AlPO<sub>4</sub>]<sub>n</sub> 结构<sup>[61]</sup>。

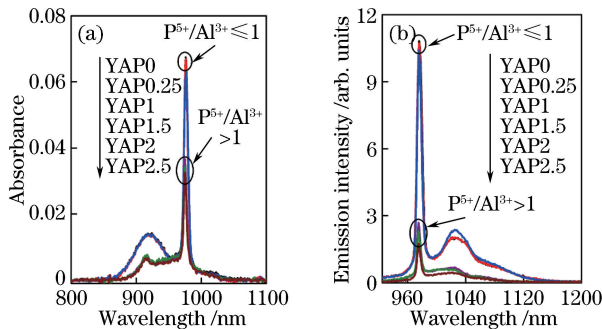


图 9 Yb<sup>3+</sup> 在 YAP 系列样品中的性能<sup>[29]</sup>。

(a) 吸收谱; (b) 发射谱

Fig. 9 Performances of Yb<sup>3+</sup> in YAP series samples<sup>[29]</sup>。

(a) Absorption spectrum; (b) emission spectrum

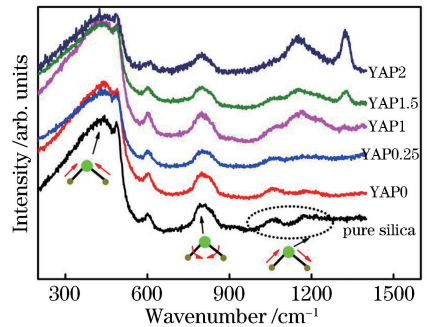


图 10 Yb<sup>3+</sup>/Al<sup>3+</sup>/P<sup>5+</sup> 掺杂石英玻璃的 Raman 光谱<sup>[26]</sup>

Fig. 10 Raman spectra of Yb<sup>3+</sup>/Al<sup>3+</sup>/P<sup>5+</sup> doped silica glass<sup>[26]</sup>

随着 P<sup>5+</sup>/Al<sup>3+</sup> 比例的提高, 分布于 Yb<sup>3+</sup> 周围的 P<sup>5+</sup> 离子量增加。当 P<sup>5+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 等物质的量掺杂时,

$P^{5+}$ 、 $Al^{3+}$  主要以  $[AlPO_4]$  的形式存在,  $P^{5+}$  与  $O^{2-}$  以 P—O 键合方式连接。由于  $[AlPO_4]$  结构和  $[SiO_4]$  结构相近, 此时  $Yb^{3+}$  主要配位于  $Al^{3+}$  和  $P^{5+}$  的四面体, 少量配位于  $Si^{4+}$  的四面体网络。当  $P^{5+}$  和  $Al^{3+}$  的物质的量之比大于 1 时, 部分  $P^{5+}$  形成  $P=O$  键合。只要  $P^{5+}$  和  $Al^{3+}$  的物质的量之比大于 1,  $P^{5+}$  就能对

$Yb^{3+}$  形成包裹。结合  $P^{5+}/Al^{3+}$  等于 1 的 2D-HYSCORE 谱, Xu 等<sup>[54]</sup> 认为  $P=O$  键合方式的出现才是  $P^{5+}$  对  $Yb^{3+}$  形成包裹的前提。根据以上的分析, 将  $Yb^{3+}/Al^{3+}/P^{5+}$  掺杂玻璃的结构(网络结构及  $Yb^{3+}$  局域环境)按  $P^{5+}$  和  $Al^{3+}$  的物质的量之比分成不大于 1 和大于 1 两类, 其结构如图 11 所示。

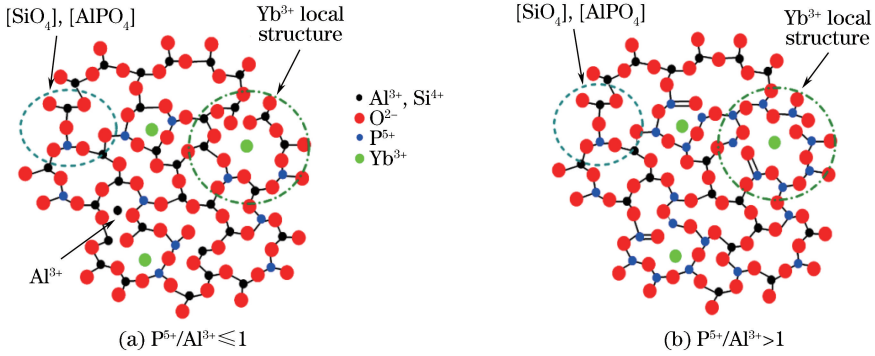


图 11  $Yb^{3+}/Al^{3+}/P^{5+}$  共掺石英玻璃结构<sup>[26]</sup>

Fig. 11 Structure of  $Yb^{3+}/Al^{3+}/P^{5+}$  co-doped quartz glass<sup>[26]</sup>

### 3.3 掺镜石英玻璃折射率调控

当制备工艺固定时, 纤芯玻璃折射率主要取决于玻璃的组分。对于石英玻璃纤芯, 其主要的掺杂离子为  $Re^{3+}$  (稀土离子)、 $Al^{3+}$ 、 $P^{5+}$ 、 $F^-$  等。在已有的研究中,  $Al^{3+}$ 、 $Yb^{3+}$  的掺杂会显著提高石英玻璃的折射率, 影响光纤激光光束质量。本课题组系统研究了 Yb、Al、P 掺杂对石英玻璃折射率(RI)的影响, 采用 0.5 mm 厚的玻璃样品进行测试, 测试激光的波长为 1064 nm, 测试结果如图 12 所示, 石英玻璃的折射率与  $Yb_2O_3$ 、 $Al_2O_3$  掺杂的物质的量分数

呈线性递增关系。在 Al/P 共掺时, 当 Al 的物质的量大于 P 时, 随着 P 的物质的量增加, 石英玻璃的折射率减小; 当 Al 含量小于 P 含量时, 随着 P 含量的增加, 石英玻璃的折射率增大; 石英玻璃折射率在 Al 含量等于 P 含量时达到最小值, 并随着  $AlPO_4$  含量的增加呈线性递减。

根据上述结果, 石英玻璃的折射率随  $Yb_2O_3$ 、 $Al_2O_3$ 、 $AlPO_4$  掺杂物质的量浓度变化关系可表示为

$$\Delta n = 65 \times 10^{-4} C_{Yb_2O_3}, \quad (1)$$

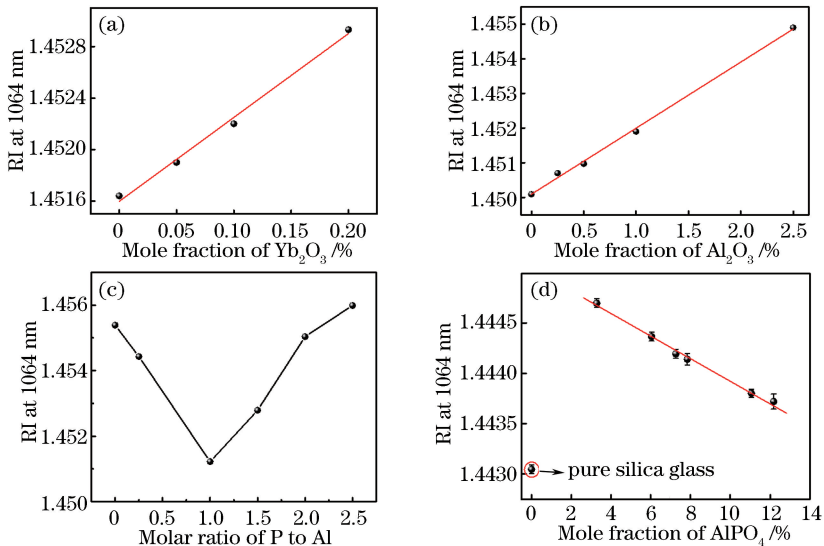


图 12  $Yb_2O_3$ 、 $Al_2O_3$ 、P/Al 的物质的量之比及  $AlPO_4$  对石英玻璃折射率的影响<sup>[26,29,31]</sup>

Fig. 12 Effects of  $Yb_2O_3$ 、 $Al_2O_3$ 、P/Al ratio, and  $AlPO_4$  on refractive index of silica glass<sup>[26,29,31]</sup>



$$\Delta n = 19 \times 10^{-4} C_{Al_2O_3}, \quad (2)$$

$$\Delta n = -1.1 \times 10^{-4} C_{AlPO_4}, \quad (3)$$

式中： $\Delta n$  为玻璃折射率变化量； $C_{Yb_2O_3}$  为  $Yb_2O_3$  的掺杂物质的量浓度； $C_{Al_2O_3}$  为  $Al_2O_3$  的掺杂物质的量浓度； $C_{AlPO_4}$  为  $AlPO_4$  的物质的量浓度。

由此可以看出, Al 和 P 的等物质的量掺杂能够有效降低掺杂石英玻璃的折射率, 降低光纤纤芯的数值孔径。根据得到的折射率与  $[AlPO_4]$  浓度的关系, 可以实现对光纤纤芯折射率的精确调控, 这对石

英光纤的设计和制备具有重要意义。

#### 4 溶胶-凝胶法结合高温烧结制备掺镱石英玻璃芯棒

采用溶胶-凝胶工艺制备掺镱芯棒的性能提升体现在两个方面: 一是掺杂组分的不断优化, 二是制备工艺的不断改进。从最初简单的 Yb/Al 共掺到最后 Yb/Al/P/F 四掺, 芯棒组分的变化带来的光学、光谱性能的变化见表 2。

表 2 不同组分的掺镱石英玻璃芯棒特点

Table 2 Characteristics of Yb-doped silica glass rods with different compositions

Core glass	Glass forming ability	Homogeneity	Refractive difference	Spectra properties	Reference
Yb/Al	Easy	$1 \times 10^{-4}$	Far larger than pure silica glass	Good	[22,52]
Yb/Al/P	Easy (with larger Al content than P)	$2 \times 10^{-4}$	$(3-6) \times 10^{-4}$	Great changes (with much larger P than Al)	[28-29,31]
Yb/Al/F	Easy	$2 \times 10^{-4}$	Almost equal to pure silica glass	Good	[20,30]
Yb/Al/P/F	Possible phase separation	$1 \times 10^{-4}$	Almost equal to pure silica glass	Good (with less P content than Al)	[51,55-56]

在制备工艺的改善方面, 表 3 简要对比了基于类似粉体高温烧结熔融工艺制备大直径掺镱石英玻璃芯棒的特点和技术指标。经过几年的持续研究, 本课题组制备的掺镱石英玻璃芯棒的光学均匀性、折射率调控以及几何尺寸均得到了较大幅度的提升, 尤其是在高浓度稀土掺杂石英玻璃

的折射率控制方面优于 Heraeus 公司的产品。图 13 所示为采用溶胶-凝胶法结合粉末烧结制备的几种掺镱石英玻璃棒, 掺镱石英玻璃棒的直径大于 5 mm, 长度大于 10 cm。在掺镱质量分数大于 1% 时, 芯棒折射率与纯石英玻璃折射率的差值范围为  $\pm 1 \times 10^{-4}$ 。

表 3 本课题组制备掺镱石英玻璃芯棒与 Heraeus 公司产品性能对比

Table 3 Performance comparison between Yb-doped quartz glass mandrel prepared by our research group and Heraeus products

Specification	SIOM	Heraeus
Powder sintering	Sol-gel	$SiCl_4 + H_2O$
Active glass rod diameter	$>5$ mm	$>5$ mm
Homogeneity	About $1 \times 10^{-4}$	$< 2 \times 10^{-4}$
Codoping F	Yes	No
Codoping P	Yes	No
Core glass attenuation	$>50$ dB/km@1200 nm	$<50$ dB/km@1200 nm
Main application	Low NA ultra large mode field photonic crystal fibers for pulse amplification	Ultra large core diameter cladding fiber for high average power CW/pulsed fiber laser amplifier

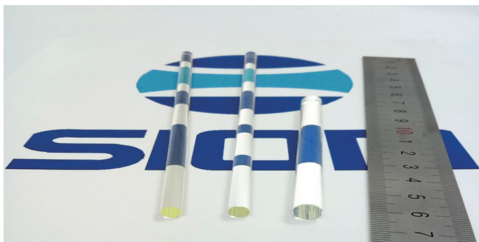


图 13 掺镱石英玻璃芯棒照片

Fig. 13 Photographs of Yb-doped quartz glass mandrels

#### 5 掺镱 LMA-PCF 的制备及其皮秒脉冲激光放大性能

基于制备的较高光学均匀性且具有与纯石英玻璃相近折射率的 Yb/Al/P/F 共掺杂石英玻璃芯棒, 采用堆垛法制备预制棒并拉制了芯径为  $50 \mu m$  的 PCF, 光纤截面如图 14(a) 所示。内包层直径为  $260 \mu m$ , 数值孔径为 0.5, 外包层直径为  $450 \mu m$ , 没有涂覆层, 空气孔直径约为  $2.5 \mu m$ , 间距约为

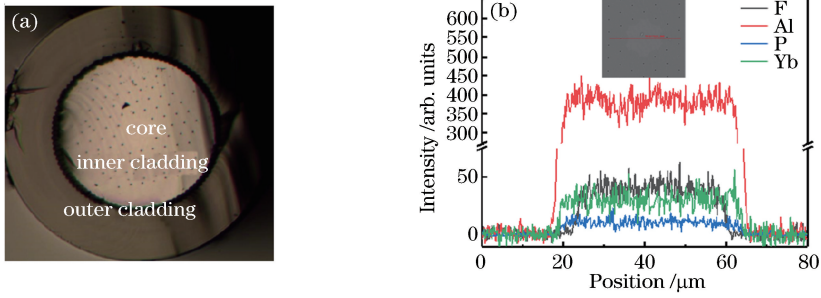


图 14 光子晶体光纤的端面及纤芯成分分布。(a) PCF 截面照片；(b) 纤芯中 Yb、Al、P、F 元素 EPMA 线扫描图  
Fig. 14 Photographs of photonic crystal fibers and composition distribution of fiber cores. (a) PCF cross-sectional photographs; (b) EPMA line scan maps of Yb, Al, P, and F elements in fiber core

14  $\mu\text{m}$ , 该光纤对 976 nm 的抽运光吸收系数约为 3 dB/m。图 14(b) 为纤芯中 Yb, Al, P, F 元素的电子探针 (EPMA) 线扫描图, 可以看出经过高温拉制过程, 纤芯中各元素离子分布均匀。

采用图 15(a) 所示的主振荡功率放大 (MOPA) 系统测试光纤的脉冲放大性能, 种子光的波长为 1030 nm, 重复频率为 49.8 MHz, 脉冲宽度为 21 ps, 通过空间耦合进入光子晶体光纤。在最佳弯曲直径 47 cm 时, 在 520 W LD 抽运下, 获得了最大输出功率为 272 W、单脉冲能量为 5.6  $\mu\text{J}$ 、峰值功率为

266 kW、光-光效率为 52% 的激光输出, 结果如图 15 (b) 所示<sup>[51]</sup>。采用光束质量分析仪测试了输出功率分别为 120 W 和 272 W 时的光束质量因子  $M^2$ , 分别为 1.6 和 2.2, 结果如图 15(b) 插图所示。基于自主研发的 50  $\mu\text{m}$  芯径的 LMA-PCF 实现了准单模的 120 W 平均功率激光输出<sup>[51,56]</sup>。但是随着功率的增大, 光束质量逐渐变差, 这主要是因为激光功率的增大导致了纤芯热积聚, 从而引发纤芯的折射率增大幅度比石英包层大, 最终纤芯和包层的折射率差增大, 从而引起纤芯数值孔径失配, 影响了激光光束质量。

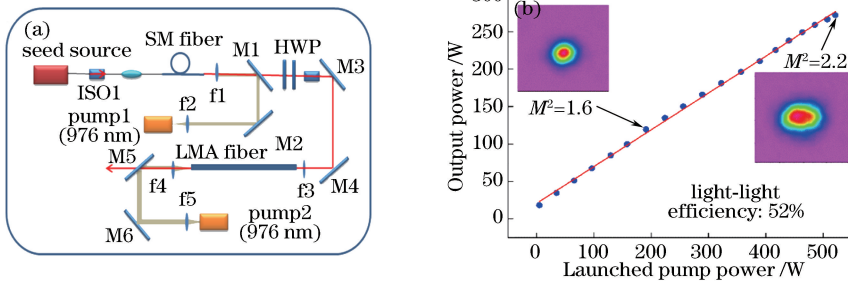


图 15 激光放大系统及输出激光特性。(a) 主振荡功率放大系统；(b) 脉冲放大平均功率随抽运光功率变化，插图分别为 120 W 和 272 W 时的光束质量

Fig. 15 Laser amplification system and output laser characteristics. (a) Main oscillator power amplifier system; (b) average pulse amplification power versus pump power. Insets are beam qualities at 120 W and 272 W, respectively

特别需要指出的是, 通过对比研究不同弯曲直径下的光纤激光放大效率, 与低数值孔径的传统大模场双包层光纤相比, LMA-PCF 的芯径更大, 纤芯数值孔径更小, 而能使用的弯曲直径更小, 这说明了 LMA-PCF 在抗弯性能上具有显著优势。

在优化工艺的基础上进一步制备了芯径为 75  $\mu\text{m}$  的掺 Yb LMA-PCF, 光纤的端面扫描电子显微镜 (SEM) 照片如图 16(a) 所示。光纤芯径约为 75  $\mu\text{m}$ , 内包层直径约为 260  $\mu\text{m}$ , 光纤外径约为 450  $\mu\text{m}$ , 内包层空气孔直径约为 2  $\mu\text{m}$ , 空气孔间距

约为 16  $\mu\text{m}$ 。光纤内包层数值孔径约为 0.55, 抽运光耦合效率超过 90%。

采用与图 15(a) 类似的 MOPA 系统研究了 75  $\mu\text{m}$  纤芯 LMA-PCF 的皮秒脉冲放大性能, 种子信号光的中心波长为 1030 nm, 脉冲宽度为 100 ps, 重复频率为 1 MHz。如图 16(b) 所示, 在 166 W 抽运功率下, LMA-PCF 获得了 102 W 的平均功率输出, 单脉冲能量达到 102  $\mu\text{J}$ , 峰值功率超过 1 MW, 斜率效率为 62.2%<sup>[60]</sup>。当平均输出功率为 102 W 时, 测试了激光的光束质量因子  $M^2$ ,  $M^2$  为 2.1。实

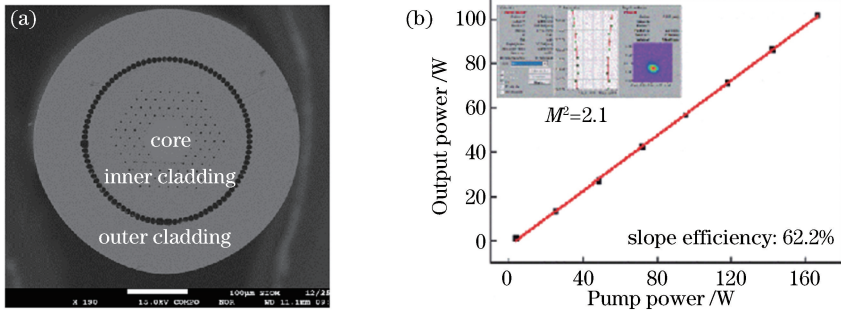


图 16 光子晶体光纤端面照片及激光放大性能。(a) 75 μm 芯径的 LMA-PCF 端面 SEM 照片；  
(b) 脉冲放大平均功率随抽运光功率变化

Fig. 16 Photo of photonic crystal fiber end face and laser amplification performance. (a) SEM photograph of large mode area PCF with 75 μm core diameter; (b) average pulse amplification power versus pump power

验未观察到受激拉曼散射(SRS)现象。

图 17 总结了本课题组自 2012 年以来在掺镱 LMA-PCF 制备方面所取得的进展,列出了光纤芯径、脉冲放大平均功率、峰值功率及光束质量的变化。随着掺镱芯棒制备技术水平的提升,掺镱 LMA-PCF 在皮秒脉冲激光放大性能方面也得到了较大改善。

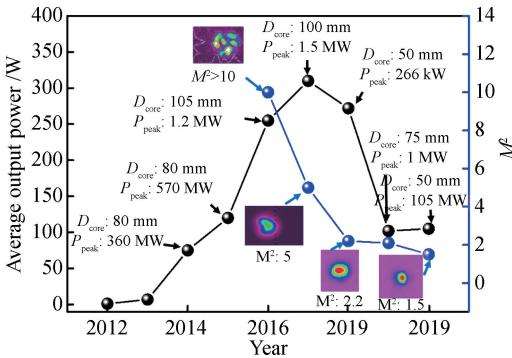


图 17 溶胶-凝胶法制备 LMA-PCF 的研究进展  
Fig. 17 Development of LMA-PCF fabricated by sol-gel method

## 6 结束语

为满足高功率光纤激光器快速发展的需求,掺镱大模场光纤的研制成为重要的研究方向。近年来国内在高功率掺镱激光光纤的研究方面取得了系列进展,中国科学院上海光学精密机械研究所掺镱大模场光纤材料的制备技术方面取得系列进展。采用溶胶-凝胶法结合粉体高温烧结熔融工艺,能够制备出较高光学质量、较低损耗且折射率可调控的掺镱石英玻璃芯棒,芯棒直径超过 5 mm,折射率与纯石英玻璃几乎相同,可以较好地满足掺镱 LMA-PCF 的研制要求。制备的掺镱 LMA-PCF 可实现

平均功率超过百瓦级的高光束质量皮秒脉冲放大。需要指出的是,虽然国内在高功率掺镱 LMA-PCF 的研制方面取得了较大进步,但与 NKT 等公司的产品性能仍存在差距。主要体现在两个方面:1)光束质量较差,激光放大光束质量因子  $M^2 \leq 3$ ,而 NKT 公司产品输出的激光放大光束质量通常小于 1.5;2)国产 PCF 光纤偏振性能较差,仅做了初步尝试,偏振度小于 10 dB,而 NKT 公司已有单偏振 LMA-PCF 的偏振度大于 20 dB,从而在超快激光加工领域具有较大优势。

未来,应进一步优化 LMA-PCF 的结构设计,研制保偏(单偏振)掺镱 LMA-PCF,实现更高平均功率下的高光束质量脉冲激光放大,以替代进口光纤,满足国内高平均功率超快光纤激光器的市场发展需求。此外,为了推动 LMA-PCF 应用技术的发展,应开展 LMA-PCF 与传统包层光纤的低损耗熔接工艺技术研究,实现全光纤化,有效提高激光放大系统的稳定性。

**致谢:**本工作得到了科技部重点研发专项、中国科学院重点部署项目、国家自然科学基金、中科院青促会、上海市工业强基项目等经费支持。感谢课题组刘少俊、许文彬等研究生在溶胶-凝胶法制备掺镱石英玻璃芯棒工作中的贡献。

## 参 考 文 献

[1] Jauregui C, Limpert J, Tünnermann A. High-power fibre lasers[J]. Nature Photonics, 2013, 7(11): 861-867.  
[2] Zervas M N, Codemard C A. High power fiber lasers: a review[J]. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, 2014, 20(5): 219-241.

- [3] Limpert J, Stutzki F, Jansen F, *et al.* Yb-doped large-pitch fibres: effective single-mode operation based on higher-order mode delocalisation[J]. *Light: Science & Applications*, 2012, 1(4): e8.
- [4] Hu M, Quan Z, Wang J H, *et al.* Stimulated Brillouin scattering threshold dependent on temporal characteristics in a kilowatt-peak-power, single-frequency nanosecond pulsed fiber amplifier [J]. *Chinese Optics Letters*, 2016, 14(3): 031403.
- [5] Koponen J, Söderlund M, Hoffman H J, *et al.* Photodarkening measurements in large mode area fibers [J]. *Proceedings of SPIE*, 2007, 6453: 64531E.
- [6] Jetschke S, Unger S, Schwuchow A, *et al.* Efficient Yb laser fibers with low photodarkening by optimization of the core composition [J]. *Optics Express*, 2008, 16(20): 15540-15545.
- [7] Eidam T, Wirth C, Jauregui C, *et al.* Experimental observations of the threshold-like onset of mode instabilities in high power fiber amplifiers[J]. *Optics Express*, 2011, 19(14): 13218-13224.
- [8] Tao R M, Ma P F, Wang X L, *et al.* 1.3 kW monolithic linearly polarized single-mode master oscillator power amplifier and strategies for mitigating mode instabilities[J]. *Photonics Research*, 2015, 3(3): 86-93.
- [9] Petit V, Tumminelli R P, Minelly J D, *et al.* Extremely low NA Yb doped preforms ( $< 0.03$ ) fabricated by MCVD[J]. *Proceedings of SPIE*, 2016, 9728: 97282R.
- [10] Jauregui C, Otto H J, Madsch N, *et al.* Recent progress in the understanding of mode instabilities [J]. *Proceedings of SPIE*, 2015, 9344: 93440J.
- [11] Ma X Q, Zhu C, Hu I N, *et al.* Single-mode chirally-coupled-core fibers with larger than 50  $\mu\text{m}$  diameter cores[J]. *Optics Express*, 2014, 22(8): 9206-9219.
- [12] Gu G C, Kong F T, Hawkins T, *et al.* Ytterbium-doped large-mode-area all-solid photonic bandgap fiber lasers [J]. *Optics Express*, 2014, 22(11): 13962-13968.
- [13] Jain D, Jung Y, Nunez-Velazquez M, *et al.* Extending single mode performance of all-solid large-mode-area single trench fiber[J]. *Optics Express*, 2014, 22(25): 31078-31091.
- [14] Stutzki F, Jansen F, Liem A, *et al.* 26 mJ, 130 W Q-switched fiber-laser system with near-diffraction-limited beam quality[J]. *Optics Letters*, 2012, 37(6): 1073-1075.
- [15] Brooks C D, di Teodoro F. Multimegawatt peak-power, single-transverse-mode operation of a 100  $\mu\text{m}$  core diameter, Yb-doped rodlike photonic crystal fiber amplifier[J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 89(11): 111119.
- [16] Jain D, Jung Y M, Barua P, *et al.* Demonstration of ultra-low NA rare-earth doped step index fiber for applications in high power fiber lasers [J]. *Optics Express*, 2015, 23(6): 7407-7415.
- [17] Beier F, Hupel C, Kuhn S, *et al.* Single mode 4.3 kW output power from a diode-pumped Yb-doped fiber amplifier[J]. *Optics Express*, 2017, 25(13): 14892-14899.
- [18] Peng K, Zhan H, Ni L, *et al.* Single-mode large-mode-area laser fiber with ultralow numerical aperture and high beam quality[J]. *Applied Optics*, 2016, 55(35): 10133-10137.
- [19] Kong F T, Dunn C, Parsons J, *et al.* Large-mode-area fibers operating near single-mode regime [J]. *Optics Express*, 2016, 24(10): 10295-10301.
- [20] Xu W B, Lin Z Q, Wang M, *et al.* 50  $\mu\text{m}$  core diameter Yb<sup>3+</sup>/Al<sup>3+</sup>/F<sup>-</sup> codoped silica fiber with  $M^2 < 1.1$  beam quality[J]. *Optics Letters*, 2016, 41(3): 504-507.
- [21] Likhachev M E, Aleshkina S S, Shubin A V, *et al.* Large-mode-area highly Yb-doped photodarkening-free Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-SiO<sub>2</sub>-based fiber [C] // CLEO/Europe and EQEC 2011 Conference Digest, May 22-26, 2011, Munich, Germany. Washington, D. C. : OSA, 2011: CJ\_P24.
- [22] Liu S J, Li H Y, Tang Y X, *et al.* Fabrication and spectroscopic properties of Yb<sup>3+</sup>-doped silica glasses using the sol-gel method[J]. *Chinese Optics Letters*, 2012, 10(8): 081601.
- [23] Liu S J. Investigation on fabrication and spectroscopic properties of Yb<sup>3+</sup>-doped silica glass and PCF fiber by sol-gel method [D]. Shanghai: University of Chinese Academy of Sciences, 2012.
- 刘少俊. 溶胶-凝胶法制备掺镱石英玻璃和光子晶体光纤的研究[D]. 上海: 中国科学院大学, 2012.
- [24] Wang S K. Study on fabrication of Yb<sup>3+</sup>-doped silica glass and its large mode area photonic crystal fiber by sol-gel method[D]. Shanghai: University of Chinese Academy of Sciences, 2014.
- 王世凯. Sol-Gel 法制备 Yb<sup>3+</sup> 掺杂石英玻璃及大模场光子晶体光纤的研究[D]. 上海: 中国科学院大学, 2014.

- [25] Lou F G. Study on fabrication of  $\text{Yb}^{3+}$ ,  $\text{Tm}^{3+}$ -doped silica glass core rod and its large mode area fiber prepared by sol-gel method [D]. Shanghai: University of Chinese Academy of Sciences, 2014.  
楼风光. 溶胶凝胶法制备掺  $\text{Yb}^{3+}$ ,  $\text{Tm}^{3+}$  石英玻璃芯棒及大模场光纤的研究[D]. 上海: 中国科学院大学, 2014.
- [26] Xu W B. Study on performance of  $\text{Yb}^{3+}$ -doped silica glass and its large mode area fiber prepared by sol-gel method combing powder sintering [D]. Shanghai: University of Chinese Academy of Sciences, 2017.  
许文彬. Sol-gel 法结合粉末烧结制备掺  $\text{Yb}^{3+}$  石英玻璃及大模场光纤的研究[D]. 上海: 中国科学院大学, 2017.
- [27] Hu L L, Wang S K, Lou F G, *et al.* The preparation method of Yb-doped silica fiber core rode: 201310294400.3[P]. 2013-10-30.  
胡丽丽, 王世凯, 楼风光, 等. 掺 Yb 石英光纤预制棒芯棒的制备方法: 201310294400.3[P]. 2013-10-30.
- [28] Wang S, Lou F, Yu C, *et al.* Influence of  $\text{Al}^{3+}$  and  $\text{P}^{5+}$  ion contents on the valence state of  $\text{Yb}^{3+}$  ions and the dispersion effect of  $\text{Al}^{3+}$  and  $\text{P}^{5+}$  ions on  $\text{Yb}^{3+}$  ions in silica glass[J]. Journal of Materials Chemistry C, 2014, 22(2): 4406-4414.
- [29] Xu W B, Ren J J, Shao C Y, *et al.* Effect of  $\text{P}^{5+}$  on spectroscopy and structure of  $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}$  co-doped silica glass [J]. Journal of Luminescence, 2015, 167: 8-15.
- [30] Xu W B, Yu C L, Wang S K, *et al.* Effects of  $\text{F}^-$  on the optical and spectroscopic properties of  $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}$ -co-doped silica glass [J]. Optical Materials, 2015, 42: 245-250.
- [31] Wang F, Shao C Y, Yu C L, *et al.* Effect of  $\text{AlPO}_4$  join concentration on optical properties and radiation hardening performance of Yb-doped  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{P}_2\text{O}_5$ - $\text{SiO}_2$  glass [J]. Journal of Applied Physics, 2019, 125(17): 173104.
- [32] Keck D, Schultz P, Zimar F. Method of forming optical waveguide fibers: US3737292[P/OL]. 1973-06-05[2019-05-01]. <https://patents.google.com/patent/US3737292>.
- [33] Webb A S, Boyland A J, Standish R J, *et al.* MCVD *in situ* solution doping process for the fabrication of complex design large core rare-earth doped fibers[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2010, 356 (18/19): 848-851.
- [34] Lenardič B, Kveder M. Advanced vapor-phase doping method using chelate precursor for fabrication of rare earth-doped fibers[C]//Optical Fiber Communication Conference and National Fiber Optic Engineers Conference, March 22-26, 2009, San Diego, California, United States. Washington, D.C.: OSA, 2009: OThK6.
- [35] Tammela S, Kiiveri P, Sarkilahti S, *et al.* Direct nanoparticle deposition process for manufacturing very short high gain Er-doped silica glass fibers[C]//2002 28TH European Conference on Optical Communication, September 8-12, 2002, Copenhagen, Denmark. New York: IEEE, 2002: 9084348.
- [36] Leich M, Just F, Langner A, *et al.* Highly efficient Yb-doped silica fibers prepared by powder sinter technology[J]. Optics Letters, 2011, 36(9): 1557-1559.
- [37] Benoît A, Dauliat R, Schuster K, *et al.* Optical fiber microstructuration for strengthening single-mode laser operation in high power regime [J]. Optical Engineering, 2014, 53(7): 071817.
- [38] Langner A, Schötz G, Such M, *et al.* A new material for high-power laser fibers[J]. Proceedings of SPIE, 2008, 6873: 687311.
- [39] Langner A, Such M, Schötz G, *et al.* Design evolution, long term performance and application tests of extra large mode area (XLMA) fiber lasers [J]. Proceedings of SPIE, 2013, 8601: 86010G.
- [40] Zhang W, Liu J T, Zhou G Y, *et al.* Optical properties of the Yb/Er co-doped silica glass prepared by laser sintering technology [J]. Optical Materials Express, 2017, 7(5): 1708-1715.
- [41] Chen Y, Zhao N, Liu J T, *et al.*  $\text{Yb}^{3+}$ -doped large-mode-area photonic crystal fiber for fiber lasers prepared by laser sintering technology [J]. Optical Materials Express, 2019, 9(3): 1356-1364.
- [42] Liu S, Wang M, Zhou Q L, *et al.* Ytterbium-doped silica photonic crystal fiber laser fabricated by the nanoporous glass sintering technique [J]. Laser Physics, 2014, 24(6): 065801.
- [43] Yang K, Zheng S P, Jiang X B, *et al.* Luminescence and scintillation of high silica glass containing  $\text{SnO}$  [J]. Materials Letters, 2017, 204: 5-7.
- [44] Chu Y B, Ma Y X, Yang Y, *et al.*  $\text{Yb}^{3+}$ -doped large core silica fiber for fiber laser prepared by glass phase-separation technology [J]. Optics Letters, 2016, 41(6): 1225-1228.
- [45] Chu Y B, Yang Y, Hu X W, *et al.*  $\text{Yb}^{3+}$  heavily

- doped photonic crystal fiber lasers prepared by the glass phase-separation technology [J]. *Optics Express*, 2017, 25(20): 24061-24067.
- [46] Pedrazza U, Romano V, Lüthy W.  $\text{Yb}^{3+}:\text{Al}^{3+}$ : sol-gel silica glass fiber laser [J]. *Optical Materials*, 2007, 29(7): 905-907.
- [47] El Hamzaoui H, Courthéoux L, Nguyen V N, *et al.* From porous silica xerogels to bulk optical glasses: the control of densification [J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2010, 121(1/2): 83-88.
- [48] Baz A, El Hamzaoui H, Fsaifes I, *et al.* A pure silica ytterbium-doped sol - gel-based fiber laser [J]. *Laser Physics Letters*, 2013, 10(5): 055106.
- [49] El Hamzaoui H, Bouwmans G, Cassez A, *et al.* F/Yb-codoped sol-gel silica glasses: toward tailoring the refractive index for the achievement of high-power fiber lasers [J]. *Optics Letters*, 2017, 42(7): 1408-1411.
- [50] Li Y G, Huang J P, Li Y F, *et al.* Optical properties and laser output of heavily Yb-doped fiber prepared by sol-gel method and DC-RTA technique [J]. *Journal of Lightwave Technology*, 2008, 26(18): 3256-3260.
- [51] Wang M, Wang F, Feng S, *et al.* 272 W quasi single-mode picosecond pulse laser of ytterbium-doped large-mode-area photonic crystal fiber [J]. *Chinese Optics Letters*, 2019, 17(7): 071401.
- [52] Wang S K, Li Z L, Yu C L, *et al.* Fabrication and laser behaviors of  $\text{Yb}^{3+}$  doped silica large mode area photonic crystal fiber prepared by sol - gel method [J]. *Optical Materials*, 2013, 35(9): 1752-1755.
- [53] Wang S K, Feng S Y, Wang M, *et al.* Optical and laser properties of  $\text{Yb}^{3+}$ -doped  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$  large-mode-area photonic crystal fiber prepared by the sol-gel method [J]. *Laser Physics Letters*, 2013, 10(11): 115802.
- [54] Xu W B, Wang M, Feng S Y, *et al.* Fabrication and laser amplification behavior of  $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}$  co-doped photonic crystal fiber [J]. *IEEE Photonics Technology Letters*, 2016, 28(4): 391-393.
- [55] Wang F, Hu L, Xu W, *et al.* Manipulating refractive index, homogeneity and spectroscopy of  $\text{Yb}^{3+}$ -doped silica-core glass towards high-power large mode area photonic crystal fiber lasers [J]. *Optics Express*, 2017, 25(21): 25960-25969.
- [56] Wang F, Wang M, Feng S Y, *et al.* Large-mode-area photonic crystal fiber towards pulse laser amplification based on YbAl/P/F codoped silica glass [C] // *Advanced Solid State Lasers 2018*, November 4-8, 2018, Boston, Massachusetts, United States. Washington, D.C.: OSA, 2018: ATh1A. 5.
- [57] Wang S K, Xu W B, Lou F G, *et al.* Spectroscopic and laser properties of Al-P co-doped Yb silica fiber core-glass rod and large mode area fiber prepared by sol-gel method [J]. *Optical Materials Express*, 2016, 6(1): 69-78.
- [58] Lin Z Q, Lou F G, Wang M, *et al.* A diffraction-limited laser of 25/400  $\text{Yb}^{3+}/\text{Al}^{3+}/\text{P}^{5+}/\text{F}^{-}$  silica fiber with a zigzag refractive index profile [J]. *Laser physics*, 2017, 27(8): 085106.
- [59] Wang S K, Xu W B, Wang F, *et al.*  $\text{Yb}^{3+}$ -doped silica glass rod with high optical quality and low optical attenuation prepared by modified sol-gel technology for large mode area fiber [J]. *Optical Materials Express*, 2017, 7(6): 2012-2022.
- [60] Wang M, Wang F, Yu C L, *et al.* Ultra-low core numerical aperture large mode area photonic crystal fiber with 1 MW peak power output [J]. *Acta Optica Sinica*, 2019, 39(5): 0536001.  
王孟, 王璠, 于春雷, 等. 兆瓦峰值功率输出的超低纤芯数值孔径大模场光子晶体光纤 [J]. *光学学报*, 2019, 39(5): 0536001.
- [61] Kosinski S G, Krol D M, Duncan T M, *et al.* Raman and NMR spectroscopy of  $\text{SiO}_2$  glasses codoped with  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{P}_2\text{O}_5$  [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1988, 105(1/2): 45-52.