

# 浮区区熔生长的单晶光纤 形状稳定问题\*

陈继勤 符森林 季阳阳

钟 永 成

(浙江大学 材料系, 杭州)

(中国科学院上海光学精密机械研究所)

## 提 要

本文用晶体区熔生长理论对激光加热基座法生长的单晶光纤形状稳定问题作了研究。说明了稳定生长的熔区长度与晶纤直径、源棒直径的关系。讨论了影响晶纤直径波动的干扰因素。指出了干扰因素中激光功率的稳定和源棒直径的均匀是主要的。理论推出的结论得到实验证实。

关键词: 单晶晶纤; 区熔; 形状稳定。

## 一、前 言

单晶光纤在线性和非线性光学器件中获得广泛应用。可制作传输元件、激活元件和非线性光学元件等。制造这些元件要求晶纤尺寸均匀、内含缺陷极少。文献[1]指出: 直径 $25\mu\text{m}$ 、长 $5\text{cm}$ 的单晶光纤, 1%的直径波动将引起25%的光传输损耗。Fejer<sup>[2]</sup>研究得出: 制作非线性元件的晶纤, 直径波动要求 $<0.1\sim 1.0\%$ 。众所周知, 单晶体的光损耗主要是由直径波动和各种晶体缺陷引起的。块状单晶可以通过机械加工等选取尺寸均匀、缺陷很少的棒料, 而单晶晶纤由于直径很小(通常 $<500\mu\text{m}$ ), 无法通过加工等方法改善品质。因此, 如何生长出直径均匀的晶纤成为重要的研究课题。在这方面, Feigelson<sup>[3]</sup>和Fejer<sup>[4]</sup>等曾作了不少工作。国内浙江大学单晶光纤实验室也作了这方面的研究<sup>[5]</sup>。

单晶晶纤生长中导致晶纤直径发生波动有各种因素, 可以通过实验得出直径波动的规律, 也可以用熔液生长晶体的理论对它进行研究。激光加热基座法实质上是一种浮区区熔法。1956年Heywang<sup>[6]</sup>从理论上研究过区熔法生长稳定的晶体问题。以后, Coriell等<sup>[7, 8]</sup>也进行过这一工作。但是, 他们都研究针对大尺寸的区熔单晶, 且分析又集中在生长的单晶与源棒两者直径相等的情况。最近Fejer<sup>[4]</sup>较细致地分析了适用于激光加热基座法生长的晶纤的稳定生长问题, 但仍有不少问题没有深入讨论。本文研究在单晶光纤生长上得到的规律, 用区熔生长理论阐明, 旨在指导更多品种的光纤生长。

## 二、理论分析基础

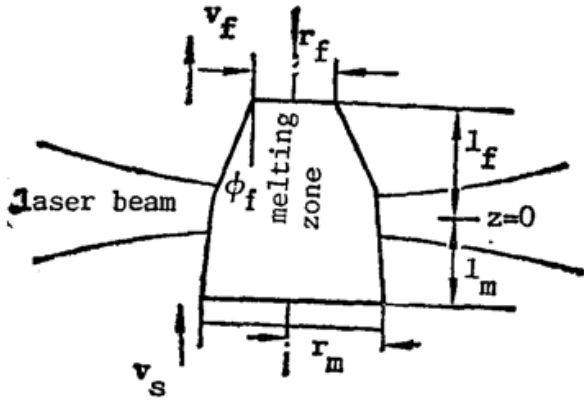
图1中的 $z$ 为晶纤生长方向。激光束聚焦于 $z=0$ 处。熔区长度 $l=l_f+l_m$ ,  $r_f$ 和 $r_m$ 为晶纤和源棒半径,  $v_f$ 和 $v_s$ 为晶纤生长和源棒上供速率,  $\phi_f$ 为熔区表面与晶纤轴的夹角, 称为

收稿日期: 1989年11月28日; 收到修改稿日期: 1990年2月16日

\* 本文研究工作得到国家自然科学基金会支持。

生长角,  $\phi_0$  为其初始夹角。稳定生长时  $\cos \phi_f = \cos \phi_0 \cong (\sigma_{SG}^2 + \sigma_{LG}^2 - \sigma_{SL}^2) / 2\sigma_{SG}\sigma_{LG}$ 。其中

$\sigma_{SL}$ ...等为晶体(S)、熔体(L)和周围气体(G)间界面张力。稳定生长受到干扰, 则生长角变化  $\Delta\phi_f = \phi_f - \phi_0$ , 晶纤半径也变化  $\Delta r_f = r_f - r_{f0}$ 。在不计重力作用的假定下, 从图 1 可以求出  $\Delta\phi_f$  与  $\Delta r_f$  的关系



$$\tan(\phi_f - \phi_0) = \frac{\Delta r_f}{\Delta l}, \text{ 即 } r_f = v_f \tan(\phi_f - \phi_0), \quad (1)$$

Fig. 1 The schematic diagram of crystal fiber growth

因为讨论的是稳定生长附近微小扰动的问题, 可以把(1)式线性展开, 并求微商得

$$\Delta \ddot{r}_f = v_f \Delta \dot{\phi}_f, \quad (2)$$

式中  $\phi_f$  是  $r_f, l, V$  (熔区体积) 和  $r_m$  的函数。而且晶纤生长时源棒一般用单晶棒, 因而有关系

$$\left. \begin{aligned} \dot{V} &= (\rho_s / \rho_l) (\pi r_m^2 v_m - \pi r_f^2 v_f), \\ \dot{l} &= \dot{l}_f + \dot{l}_m, \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

由此代入(2)式, 求得半径变化的微分方程

$$\left. \begin{aligned} \Delta \ddot{R}_f - \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial R_f} \right) \Delta \dot{R}_f + 2 \left( \frac{\rho_s}{\rho_l} \right) \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial v} \right) R_{f0} \Delta R_f &= g(\tau), \\ g(\tau) &= \frac{1}{R_{f0}} \left[ L \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial L} \right) \delta \dot{L} + \left( r_m \frac{\partial \phi_f}{\partial r_m} \right) \delta \dot{r}_m + \left( \frac{\rho_s}{\rho_l} \right) R_{f0}^2 \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial v} \right) (\delta v_m - \delta v_f + 2\delta r_m) \right], \\ L = \frac{l}{r_m}, \delta A = \frac{A - A_0}{A_0} = \frac{\Delta A}{A_0}, (A = L, r_m, v_m, \dots) \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

为了讨论问题更普遍化(可以不考虑源棒半径差异)引入约化量。式中  $R_f = (r_f / r_m)$  为约化半径,  $v = (V / \pi r_m^2)$  为约化体积,  $\tau = (v_{f0} / r_m) t$  为约化时间,  $\rho_s$  和  $\rho_l$  分别为晶体固态和熔融态密度。 $g(\tau)$  的形式决定于熔区、生长速度、源棒半径的变化。

### 三、理论分析

#### 1. $g(\tau) = 0$ , 即激光加热功率、晶纤生长速率等均不变

此时, (4)式简化为

$$\Delta \ddot{R}_f - \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial R_f} \right) \Delta \dot{R}_f + 2 \left( \frac{\rho_s}{\rho_l} \right) \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial v} \right) R_{f0} \Delta R_f = 0, \quad (5)$$

(5)式与有阻尼的自由振动方程相似, 其通解为

$$\left. \begin{aligned} \Delta R_f(\tau) &= \Delta R_f(0) e^{-\Gamma \tau} \cos(\Omega_0 \tau - \varphi), \\ \Gamma &= -\frac{1}{2} \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial R_f} \right), \\ \Omega_0 &= \left[ 2 \left( \frac{\rho_s}{\rho_l} \right) \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial v} \right) R_{f0} - \frac{1}{4} \left( \frac{\partial \phi_f}{\partial R_f} \right)^2 \right]^{1/2}, \end{aligned} \right\} \quad (6)$$

称  $\Gamma$  和  $\Omega_0$  为生长系统的阻尼(衰减)系数和振动频率。晶体稳定生长就要求  $\Gamma \geq 0, \Gamma = 0$

对应稳定生长的极限值。 $\phi_f$  是  $r_f$ 、 $l$ 、 $V$  和  $r_m$  的复杂函数, 只能通过数值求解  $\Gamma = (\partial\phi_f / \partial R_f) = 0$  的方程, 由此求出熔区约化长度 ( $l/r_m$ ) 与  $R_f$  的关系。图 2 为  $\phi_0$  不同的材料的 ( $l/r_m$ )  $\sim$   $R_f$  曲线\*。从图 2 得出:

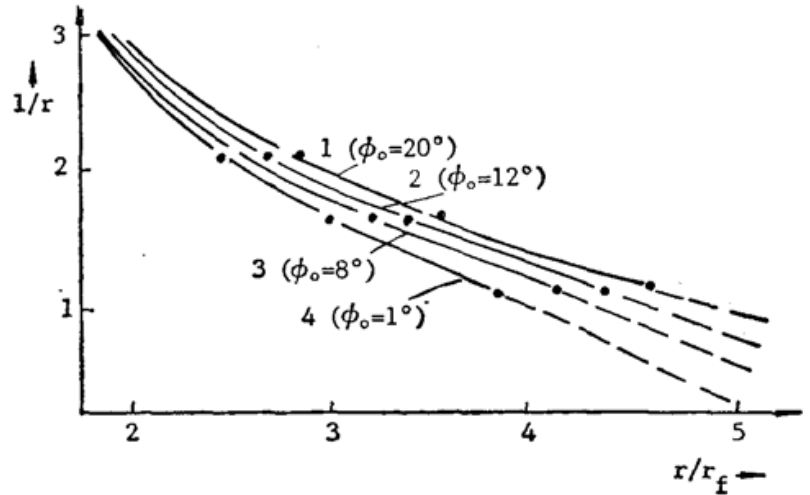


Fig. 2 Normalized melting zone length

$(\frac{l}{r})$  vs. diameter ratio  $\frac{r}{r_f}$

(1) 在半径减小比 ( $r_m/r_f$ ) 相同的条件下,  $\phi_0$  愈大(表面张力愈大)的材料, 允许稳定生长的最长熔区长度(称为临界长度)愈长。图 3 为对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\phi_0 \approx 12^\circ$ ) 和 YAG ( $\phi_0 \approx 8^\circ$ ) 两种材料所作的实验结果。图中  $L_m$  对应稳定生长的熔区临界长度, 因为  $l > l_m$  后,

( $\Delta d/d$ ) 明显变大, 而且熔区形状发生变化从而边凸起变为内凹(如图 4 所示), 熔区失稳。从图 3 中  $l_m(\text{YAG}) < l_m(\text{Al}_2\text{O}_3)$  的结果表明, 理论判断是可信的;

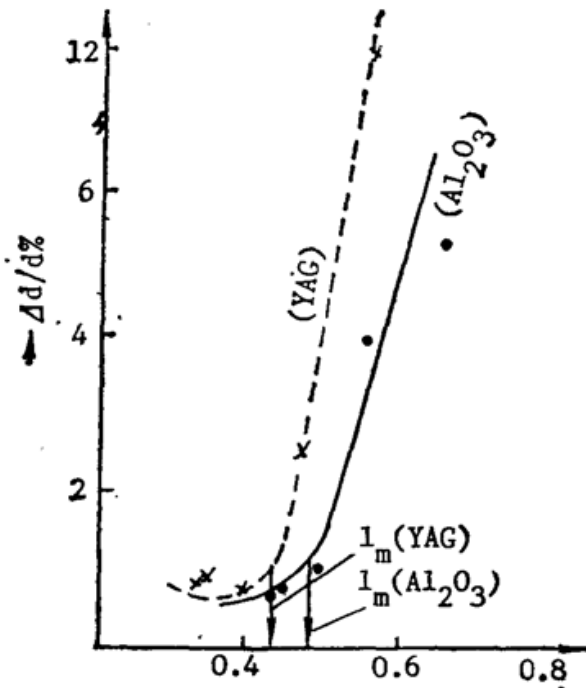


Fig. 3 The diameter fluctuation dependence of the melting zone length

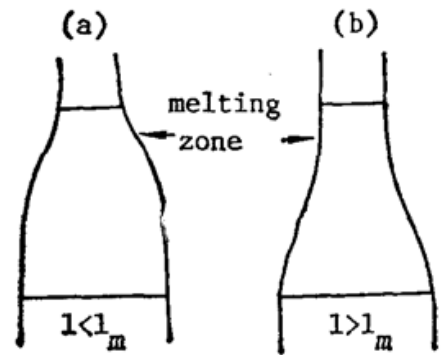


Fig. 4 The schematic diagram of melting zone shape

(a)  $l < l_m$  (b)  $l > l_m$

$l_m$ —The maximum zone length kept stable growth

(2) 半径减小比 ( $r_m/r_f$ ) 愈大, 临界熔区长度就愈短, 则晶体生长愈困难。若将曲线延长到与横坐标 ( $r/r_f$ ) 相交, 交点表征着可以稳定生长的最大半径减小比。从图 2 看到表面张力大的 ( $\phi_0$  大的) 材料, 提拉一次允许晶纤直径有较大的减小。这可以说明  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶纤比  $\text{LiNbO}_3$  容易细化的实验结果<sup>[9]</sup>。

## 2. $g(\tau) \neq 0$ , 即激光加热功率、晶纤生长速度等均有变化

可以是周期性的有规律变化, 也可以是偶然突变。

\* 引自文献[9]。

(1) 周期性变化, 即  $g(\tau) = g(0)\sin \omega\tau$  情况, 这就要求解方程

$$\Delta \ddot{R}_f - \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial R_f}\right) \Delta \dot{R}_f + 2\left(\frac{\rho_s}{\rho_l}\right)\left(\frac{\partial \phi_f}{\partial v}\right) R_f \Delta R_f = g(0)\sin \omega\tau. \quad (7)$$

(7)式与强迫阻尼振动方程相似<sup>[10]</sup>。周期性干扰作用下较长时间以后, 晶纤直径的变化, 即(7)式的稳定解为

$$\Delta R_f = \frac{g(0)}{\sqrt{[1 - (\omega/\omega_n)^2]^2 + 2\xi(\omega/\omega_n)^2}} \cos(\omega\tau - \alpha - \varphi), \quad (8)$$

从(8)式知, 周期性干扰下, 晶纤半径波动增大, 增大值既与干扰振幅  $g(0)$  有关, 又与频率  $\omega$  有关。令  $M$  为

$$M = \left\{ \left[ 1 - \left( \frac{\omega}{\omega_n} \right)^2 \right]^2 + 2\xi \left( \frac{\omega}{\omega_n} \right)^2 \right\}^{1/2}, \quad (9)$$

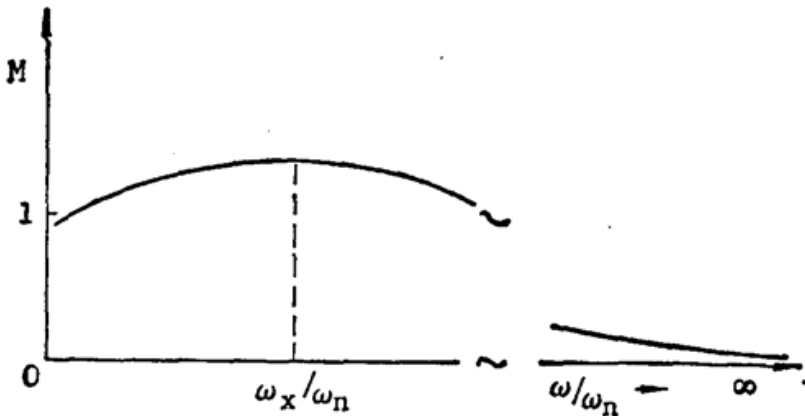


Fig. 5 The enlarge factor ( $M$ ) versus frequency ( $\omega$ )

$$\left. \begin{aligned} \omega_x &= \sqrt{\Omega_0^2 - \Gamma^2}, \\ M_{\max} &= (\Omega_0^2 + \Gamma^2) / 2\Omega_0\Gamma. \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

(2) 考虑干扰是脉冲式的情况, 即  $g(\tau) = g(0)\delta(\tau)$  ( $\tau \rightarrow 0$ ,  $\delta(\tau) = 1$ , 而  $\tau \neq 0$ ,  $\delta(\tau) = 0$ )。这时(4)式通解为

$$\Delta R_f = \frac{g(0)}{\sqrt{1 - \xi^2}} e^{-\Gamma\tau} \sin(\sqrt{1 - \xi^2} \omega_n \tau). \quad (11)$$

令  $M(0) = (1 - \xi^2)^{-1/2} \omega_0^{-1} = \Omega_0^{-1}$ , 称为瞬时放大因子, 它表征在脉冲干扰作用下, 晶纤半径突变的倍变。

从上述讨论得出, 在周期式干扰或脉冲式干扰的作用下晶纤半径波动增大, 其增加的量既与干扰振幅  $g(0)$  有关还与  $\Gamma$  和  $\Omega_0$  有关。通过数值计算从  $(\partial \phi_f / \partial R_f)$  和  $(\partial \phi_f / \partial v)$  可以求出  $l$  与  $\Gamma$  和  $\Omega_0$  的关系:  $l$  减小,  $\Gamma$  和  $\Omega_0$  增大<sup>[9]</sup>, 使系统更加稳定, 但  $M_{\max}$  也相应增大使得生长系统抗周期干扰的能力降低, 所以生长晶纤时熔区长度  $l$  要调整得适当, 既有利于稳定生长又能在周期干扰的影响下引起的直径附加波动最小。本文的实验<sup>[11]</sup>和 Feigelson<sup>[12]</sup>的工作都表明, 存在着最佳熔区长度  $l_0$ :

$$l_0 = 2k(r_m + r_f). \quad (12)$$

在这样条件下长出的晶纤直径波动最小。

从(12)式得出熔区长度  $l$  减小, 对抗脉冲干扰是有利的。所以如果生长系统主要受脉冲干扰的话, 熔区长度在满足稳定生长的条件下 ( $\Gamma \geq 0$ ) 调节得短些是有利的。

现在再来比较一下,激光功率(它通过熔区长度起作用)、晶纤生长速度和源棒半径周期性变化对晶纤半径波动的影响。

根据  $g(\tau)$  的表达式(4),再经适当推导得出

$$\left. \begin{aligned} g_{v_f}(0) &= \left(\frac{\rho_s}{\rho_l}\right) R_{f_0} \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial V}\right) = \left(\frac{\rho_s}{\rho_f}\right) \left(\frac{r_f}{r_m}\right) \frac{2r_m^2}{r_f^2 + r_m^2} \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right), \\ g_L(0) &= \frac{L_0}{R_{f_0}} \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right) = \left(\frac{l/r_m}{r_f/r_m}\right) \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right), \\ g_{r_m}(0) &= \frac{r_m}{g_{f_0}} \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right) \left(\frac{\partial L}{\partial r_m}\right) + 2 \left(\frac{\rho_s}{\rho_l}\right) R_{f_0} \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial V}\right) \\ &= \left[ \frac{r_m^2}{r_f} \frac{l}{r_m^2} + 4 \frac{\rho_s}{\rho_l} \left(\frac{r_m r_f}{r_f^2 + r_m^2}\right) \right] \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right), \end{aligned} \right\} \quad (13)$$

式中  $g_{v_f}(0)$ 、 $g_L(0)$  和  $g_{r_m}(0)$  指的是  $v_f$ 、 $L$  和  $r_m$  的干扰振幅。 $(\rho_s/\rho_l)$  可用  $\text{Al}_2\text{O}_3$  晶体的值 1.22<sup>[9]</sup> 代入。注意到实验时一般熔区长度  $l \cong 2r_m$ ,  $(r_m/r_f) \cong 3$ <sup>[11]</sup>。则

$$\left. \begin{aligned} g_{v_f}(0) &= 0.7 \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right), \\ g_L(0) &= 6 \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right), \\ g_{r_m}(0) &= 7.4 \left(\frac{\partial \phi_f}{\partial L}\right). \end{aligned} \right\} \quad (14)$$

所以  $g_{v_f}(0) : g_L(0) : g_{r_m}(0) = 1 : 9 : 11$ 。由上述简单估计可知,熔区长度波动和源棒直径波动对晶纤均匀性的影响比生长速度波动的影响大。图 6 为对 YAP 晶纤所作的实验。为了比较,图中的坐标均以相对值标出,即横坐标用  $(l/l_0)$  和  $(v_f/v_{f_0})$  ( $l_0$  和  $v_{f_0}$  为最佳熔区长度和最佳提拉速度)。纵坐标用  $(\Delta d/d)$  的相对值  $\beta = (\Delta d/d) / (\Delta d/d)_0$ ,  $(\Delta d/d)_0$  指的是  $l=l_0$  或  $v_f=v_{f_0}$  时的  $(\Delta d/d)$  值。图 6 的结果说明,熔区长度波动的影响确实较大。所以在晶纤生长时,更应注意激光功率的稳定性和源棒的均匀性。

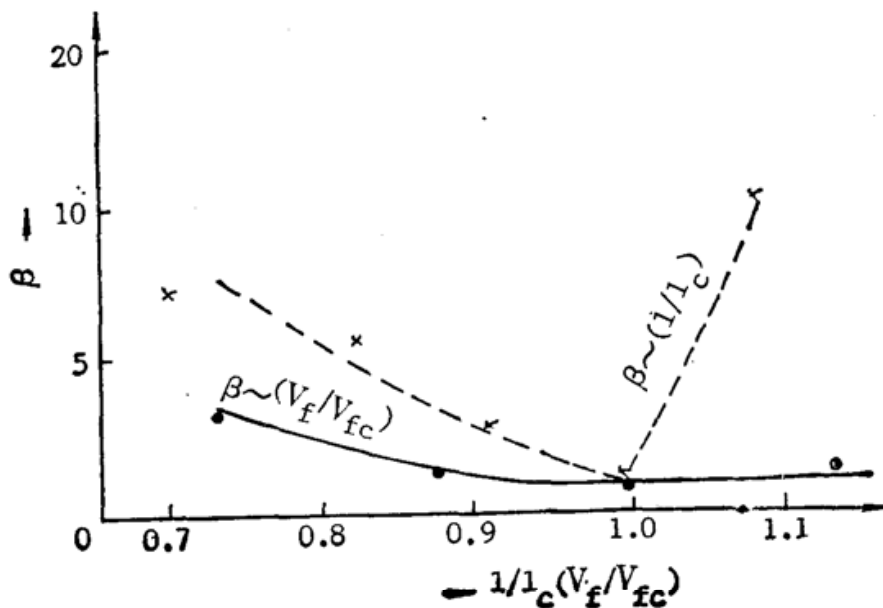


Fig. 6 The ratio of diameter fluctuation ( $\beta$ ) versus the melting zone length ratio  $(l/l_0)$  or the pulling speed ratio  $v_f/v_{f_0}$

$$\beta = (\Delta d/d) / (\Delta d/d)_0$$

$l_0$  (or  $f_0$ ) is the melting zone length corresponding to the  $(\Delta d/d)$  is minimum  $(\Delta d/d)_0$ .

## 四、结 论

激光加热基座法是一种区熔法。注意到晶纤直径小与源棒直径不相等的特点, 区熔理论指出: 影响晶纤直径均匀性的主要干扰因素是激光加热源功率(它直接关系到熔区长度)的稳定性和源棒直径的均匀性, 其次是拉速和送速的稳定性。理论还阐明了实验发现的最佳熔区长度  $l_0$  [ $l_0 = 2k(\tau_f + r_m)$ ] 存在的道理。理论分析指出的问题在作者生长过的许多晶体光纤中得到证实。作者认为本文的理论得到的结论对其它晶纤的生长会起到指导作用的。

## 参 考 文 献

- [1] R. S. Feiglson, W. L. Kway *et al.*; *Proc. SPIE*, 1984, Vol. 484, 133~140.
- [2] M. M. Fejer, J. L. Nigtingale *et al.*; *Rev. Scient. Instrum.*, 1984, **55**, No. 11 (Nov), 1791~1796.
- [3] R. S. Feiglson; *J. Crys. Growth*, 1986, **79**, No. 1/3 (Dec), 669~680.
- [4] M. M. Fejer, G. A. Magel *et al.*; *Appl. Opt.*, 1985, **24**, No. 15 (Aug), 2362~2368.
- [5] 卢子宏等;《人工晶体》,1989, **18**, No. 4 (Dec), 293~298.
- [6] W. Heywang; *Z. Naturforsch.*, 1956, **11a**, No. 3 (Mar), 238~242.
- [7] S. R. Coriell, M. R. Cordes; *J. Crys. Growth*, 1977, **42**, No. 1 (Dec), 466~472.
- [8] T. Surek, S. R. Coriell; *J. Crys. Growth*, 1977, **37**, No. 3 (Nov), 253~271.
- [9] M. M. Fejer; *PhD Thesis, Stanford University* 1986.
- [10] 中川宪治著;《工程振动学》, (上海科学技术出版社, 1981), 31~60.
- [11] 卢子宏等;《人工晶体》,1989, **18**, No. 2 (Jun), 154~159.
- [12] R. S. Feiglson, W. L. Kway *et al.*; *Opt. Engng*, 1985, **24**, No. 6 (Nov), 1102~1107.

## Shape stability of single crystal fibers grown with laser heating float zone method

CHEN JIQIN, FU SENLIN AND JI YANGYANG  
(Graduate School, Zhejiang University Hangzhou)

ZHONG YONGCHENG  
(Shanghai Institute of Optical and Fine Mechanics, Academia Sinica)

(Received 28 November 1989; revised 16 February 1990)

### Abstract

In the paper, the shape stability of single crystal fibers grown by laser heating float zone growth method is studied with zone melt growth theory. The relation of melting zone length ( $l$ ) during steady-state crystal growth to the diameters of source rod ( $D$ ) and fiber ( $d$ ) is explained. It is indicated that the laser heated source stability and the homogeneity of source rod are the major factors influencing the fiber diameter fluctuation. The conclusion deduced from theory agrees with the experimental results.

**Key words:** single crystal fiber; float zone; shape stability.