

文章编号: 0253-2239(2006)01-0121-5

熔融光纤器件熔锥区的形貌和微观结构研究*

帅词俊 段吉安 蔡国华

(中南大学机电工程学院, 长沙 410083)

摘要: 熔锥型光纤器件的光学性能由熔锥区的微观结构和形貌决定,而微观结构和形貌又由工艺条件决定。为了分析工艺条件对微观结构与形貌的影响机理及规律,以不同拉锥速度制作的耦合器为测试样,用显微红外光谱仪测试了其熔区和锥区的波数,用扫描电子显微镜观察了其相应点的表面形貌。经多次实验发现:在 1100 cm^{-1} 和 810 cm^{-1} 左右有两个明显的特征峰; 1100 cm^{-1} 特征峰在锥区的波数最高,熔区次之,裸光纤最小;且随着拉锥速度的增大, 1100 cm^{-1} 特征峰移向高波数。在光纤耦合器的锥区,存在微裂纹,随着拉锥速度增大,微裂纹越明显;在光纤耦合器的熔区,光纤表面析出了微小晶粒,且拉锥速度越小,晶粒越粗大。只有在适当的拉锥速度下(这里为 $150\text{ }\mu\text{m/s}$),熔区和锥区的结构与裸光纤的微观结构接近,且缺陷最少,才能获得较高质量的光纤耦合器。

关键词: 光纤器件; 红外光谱; 微观结构; 显微形貌

中图分类号: TN253 文献标识码: A

Research on Morphology and Microstructure in the Taper Region of Fused Fiber Devices

Shuai Cijun Duan Jian Cai Guohua

(College of Mechanical & Electrical Engineering, Central South University, Changsha 410083)

Abstract: The optical performance of the fused-taper fiber device is determined by microstructure and morphology of the fused taper region, which are determined by technological conditions. In order to find out the effect of technological conditions on microstructure and morphology, experiment has been carried out. Taking the couplers manufactured at different drawing velocities as samples, the wave number of the fused regions and taper regions is measured with micro infrared spectrometer, and the morphology of the same point is recorded with scanning electron microscope (SEM). It is discovered that there are two characteristic peaks; one is at about 1100 cm^{-1} , the other at about 810 cm^{-1} . The wave number of the former peak is highest at the taper region, the one at the fused region followed, and the one of bare fiber lowest. The 1100 cm^{-1} characteristic peak shifts to higher wave number while the drawing velocity increases. In the taper region, cracks are discovered. And the cracks are more obvious while drawing velocity increases. In the fused region, there appear crystallines on the surface of the coupler, and the crystalline grain becomes smaller while the drawing velocity increases. A higher quality of coupler cannot be obtained until less change of the microstructure and less defects under the proper drawing velocity (here is $150\text{ }\mu\text{m/s}$) are realized.

Key words: fiber device; IR spectroscopy; microstructure; micromorphology

1 引 言

熔锥型光纤器件是全光器件中最具代表性的也是构成其它器件的一种基础器件,在光纤通信中得到广泛应用。以光纤耦合器为代表,运用显微红外光谱仪和扫描电子显微镜作为测试手段,探索了工艺参量(如速度)对器件微观结构与形貌的影响机

制^[1,2]。从目前国内外的研究现状来看,主要是对宏观工艺规律、工艺参量的选取进行了实验研究^[3~6],对器件微观结构方面的研究极少,熔融拉锥技术仍为经验型,工艺参量的选择依赖操作者的经验,缺乏理论依据。器件的性能不理想,存在一致性差,效率和成品率低等问题^[7]。

* 国家重点自然科学基金(50235040)和教育部新世纪优秀人才支持计划(NCET-040753)资助课题。

帅词俊(1976~),男,湖南浏阳人,中南大学博士研究生,主要从事光纤器件制造装备方面的研究。

E-mail: shuai@mail.csu.edu.cn

收稿日期: 2005-04-04; 收到修改稿日期: 2005-06-06

红外光谱法是测定材料结构特征和光学性能的有效方法,常用于研究石英玻璃的结构松弛、羟基含量、掺杂离子对网络结构的改性等^[8,9]。根据测得的红外光谱频率,可以做定量比较和分析。Minoru Tomozawa 等^[10]通过大量红外测试实验,发现石英玻璃 1100 cm^{-1} 特征峰随着压应力的增大移向高波数;Anand Agarwal^[11]、Devine 等^[12]发现石英玻璃 1100 cm^{-1} 特征峰波数与密度成反比,并有着较好的线性关系;Lehmann 等^[13]总结了 1100 cm^{-1} 特征峰波数与 Si-O-Si 键角的关系,随着 Si-O-Si 键角的增大, 1100 cm^{-1} 特征峰移向高波数。

本文利用显微红外光谱仪分别测试了不同拉锥速度制作的耦合器的熔区、锥区以及裸光纤的波数,分析了熔锥区的微观结构特征,总结了不同测试点间红外特征峰的规律,以及拉锥速度与 1100 cm^{-1} 特征峰的关系,用扫描电子显微镜观察了熔区和锥区相应点的表面形貌。并探讨了拉锥速度和耦合器

性能之间的相关规律。

2 样品制备

2.1 材料

选用康宁 SMF28 光纤,纤芯折射率为 1.460,直径为 $8.5\text{ }\mu\text{m}$ 。包层折射率为 1.456,直径为 $125\text{ }\mu\text{m}$,涂覆层直径为 $250\text{ }\mu\text{m}$ 。

2.2 样品制备过程

以 XYGD-SA2002 型六轴光纤耦合机为实验平台,选用高纯度的 C_3H_8 和 O_2 燃烧获得熔融温度,并利用 K 系热电偶和 UJ-33 型电位差计测得温度为 $1170\text{ }^\circ\text{C}$ 。用熔融拉锥法制作的光纤耦合器作为测试样,以拉锥速度为例,实验测试其对器件性能的影响。其他工艺条件不变,改变拉锥速度,获得不同拉锥速度下耦合器的性能指标如表 1 所示(表中每组数据都是 20 次实验数据的统计平均值)。

表 1 样品

Table 1 The samples

Set coupling ratio	Drawing length / μm	Drawing velocity / ($\mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	Time / s	Actual coupling ratio	Excess loss / dB
44	13500	50	245	50.98	0.45
44	13700	75	169	50.11	0.44
44	13900	100	135	50.12	0.42
44	14100	125	105	50.50	0.20
44	14100	150	99	51.17	0.11
44	14300	175	87	51.53	0.23
44	14400	200	83	52.52	0.48
44	14400	225	73	52.20	0.50
44	14600	250	67	53.10	0.73
44	14800	275	63	53.20	0.78
44	14900	300	60	53.13	0.98
44	14200	325	55	52.21	1.72
44	14400	350	53	52.70	1.32
44	14600	375	51	53.82	1.63
44	14300	400	49	51.74	1.71

3 实验方法

熔融拉锥法制作的光纤耦合器可分成两部分,长为 W 的熔区和长为 L 的锥区,在熔区,复合波导由两平行熔锥光纤相互重叠组成,其横截面尺寸可视为恒定,在锥区,纤芯沿纵向呈梯度缓慢变化,锥度角在 $0.1^\circ \sim 0.3^\circ$ 范围内,对于测试样品,以熔区的中心为起点,沿轴向 0 mm (A 点)和 6 mm (B 点)处各取一个点(如图 1 所示)进行测试;由于光纤器件的直径很细($20\text{ }\mu\text{m}$ 左右),传统的光谱分析仪不能满足要求,本实验选用 Nicolet (尼高力)公司的 Magna-IR 750 显微红外光谱仪进行测试,速度从 $50\text{ }\mu\text{m/s}$ 到 $350\text{ }\mu\text{m/s}$ 每隔 $50\text{ }\mu\text{m/s}$ 做一组测试,共

测试了 7 组。7 组样品的测试点在 $650 \sim 4000\text{ cm}^{-1}$ 范围内多次扫描后经平均得到红外光谱图。再用扫描电子显微镜测试 A 点和 B 点的表面形貌。

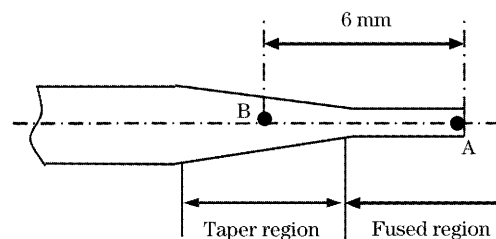


图 1 测试点位置

Fig. 1 Testing points

4 结果与分析

图 2 所示为裸光纤的红外光谱图。在 $650 \sim 4000 \text{ cm}^{-1}$ 范围内有两个明显的特征峰, 分别在 1100 cm^{-1} 和 810 cm^{-1} 左右的位置。 1100 cm^{-1} 左右的特征峰归属于 Si—O—Si 键的反对称伸缩振动, 而 810 cm^{-1} 左右的特征峰归属于 Si—O—Si 键的弯曲振动^[14~16]。在 $2800 \sim 2900 \text{ cm}^{-1}$ 的范围内, 有两个强度很弱的峰, 这是 Si—O—Si 振动的倍频峰。 1100 cm^{-1} 特征峰与石英玻璃的微观结构密切相关, 且在红外光谱中很明显, 因此经常被用于测定微观结构的研究中。该特征峰位置的移动主要是由 Si—O—Si 键角的变化引起, 键角增大时, 特征峰移向高波数, 键角减小时, 特征峰移向低频波数。因此, 1100 cm^{-1} 特征峰的移动可反映石英玻璃微观结构的变化。7 个样品的红外光谱形状基本相似。图 3 是光纤耦合器没有拉锥的原始表面, 可以看出裸光纤的原始表面很光洁, 没有明显缺陷。

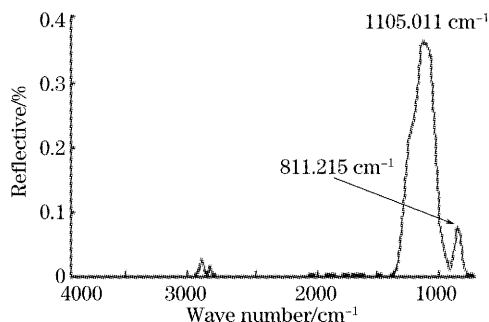


图 2 裸光纤的红外光谱

Fig. 2 IR spectrum of the bare fiber

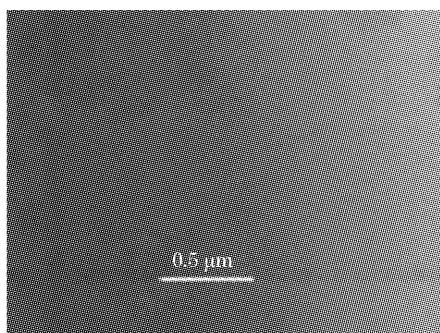


图 3 光纤耦合器的原始表面

Fig. 3 The initial surface

4.1 微观结构测试结果与分析

通过显微红外光谱测试微观结构实验, 发现以下 3 个规律:

1) 同一耦合器的熔锥区中, 锥区的特征峰波数要比熔区的高。

图 4 所示为拉锥速度 $100 \mu\text{m/s}$ 时光纤耦合器熔区和锥区的 1100 cm^{-1} 特征峰波数分布图, 锥区的特征峰比熔区的特征峰高 1.931 cm^{-1} 。这是因为光纤的假想温度为 $1600 \sim 1700 \text{ }^\circ\text{C}$, 在熔融拉锥时, 一边加热, 一边拉伸, 致使锥区的加热时间短, 而熔区一直都处在火焰的中心加热, 直到火焰撤走, 因此熔区的加热时间长, 熔区比锥区吸收了更多的能量, 有充分的时间来松弛, 熔区结构的松弛程度也更高, 使密度比锥区大。另外, 在熔区有部分玻璃已充分松弛, 达到完全平衡状态, 析出了晶体(见图 5, 主要成分是方石英, 密度为 2.32 g/cm^3), 而在锥区仍然是玻璃态物质, 主要成分是无定形二氧化硅, 它的密度是 2.21 g/cm^3 。熔区得到了充分的松弛及晶体的析出, 使熔区的密度比锥区大, 因此熔区的特征峰波数比锥区低。

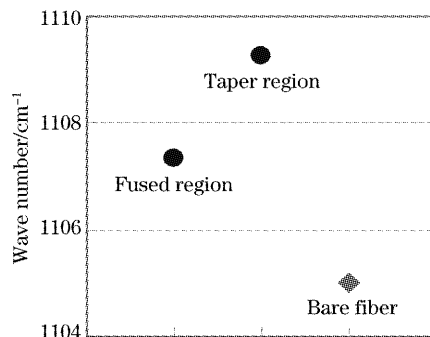


图 4 熔区和锥区的特征峰波数对比

Fig. 4 Wave number of the fused region and taper region

2) 熔融拉锥耦合器的特征峰波数比未拉锥光纤的特征峰波数高。

从图 4 可以发现, 熔融拉锥后耦合器熔区和锥区的特征峰波数比未拉锥光纤的特征峰波数高。这是因为熔融拉锥光纤受拉应力的作用, 导致 Si—O—Si 的键角变大, 微观结构松散, 密度变小, 特征峰波数越高。

3) 不同拉锥速度制作的耦合器, 其熔区和锥区

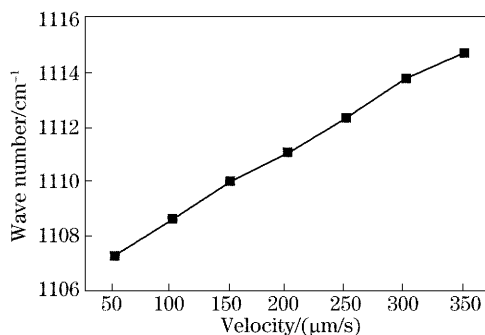


图 5 拉锥速度与特征峰波数的关系

Fig. 5 Wave number at different drawing velocities

的特征峰随着拉锥速度的增大移向高波数。

图 5 为样品熔区的波数随拉锥速度变化的示意图。拉锥速度每增大 $50 \mu\text{m/s}$, 1100 cm^{-1} 波段的红外特征峰波数增大 $1.0 \sim 1.5 \text{ cm}^{-1}$ 。这是因为随着拉锥速度的增大, 光纤受到的拉应力也增大, 导致 Si—O—Si 键角的变大, 微观结构松散, 使 1100 cm^{-1} 特征峰移向高波数; 另外, 拉锥速度快的耦合器在火焰中加热的时间短, 玻璃得不到充分松弛, 玻璃结构的平衡程度比拉锥速度慢的耦合器差, 因此密度比慢速拉锥时的耦合器要小, 导致特征峰波数变高。

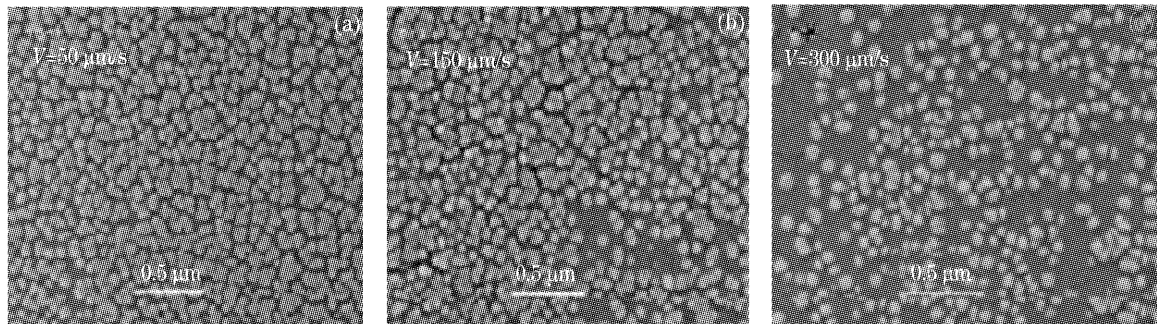


图 6 光纤耦合器锥区的表面

Fig. 6 Surface of the taper region of fiber couple

把光纤耦合器从耦合区剪断, 观察耦合区的截面, 如图 7 所示, 没有发现晶粒, 即只在耦合区的表面发生了析晶, 而内部没有发生析晶, 发生析晶的原因可能是拉锥的温度恰好在石英玻璃的退火温度左右, 石英玻璃的退火温度为 1100°C 左右, 这时光纤玻璃会发生再结晶, 而由于拉锥速度越慢, 石英玻璃在高温下的时间越长, 晶粒长得越粗大。

2) 锥区产生了微裂纹, 且拉锥速度增大, 微裂纹越明显。

图 8 是光纤锥区的表面形貌, 可以发现, 在锥区光纤没有析晶, 是由于锥区的温度相对较低, 时间较短, 没有达到析晶的条件, 而是发生了微裂纹, 并且随着拉伸速度的增大, 微裂纹也越来越明显, 微裂纹

4.2 表面形貌观测实验结果与分析

通过表面电子显微镜测试形面形貌实验, 发现以下两个规律:

1) 熔区有晶粒析出, 且拉锥速度增大, 晶粒减小。

图 6 是光纤耦合器耦合区的表面形貌, 拉锥速度分别为 $50 \mu\text{m/s}$ 、 $150 \mu\text{m/s}$ 、 $300 \mu\text{m/s}$ 。可以看出, 光纤耦合器耦合区表面有很小的晶粒析出, 并随着拉锥速度的增大, 晶粒逐渐变小。

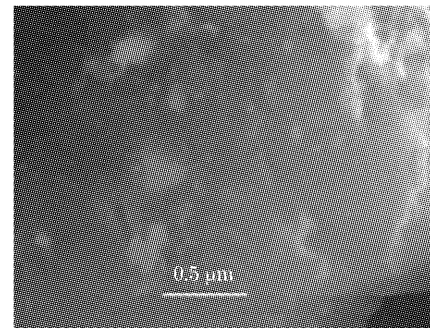


图 7 锥区截面

Fig. 7 Cross section of the taper region 的产生, 是由于锥区处于火焰的边焰, 温度较耦合区低, 但温差较大, 产生了较大的热应力, 而导致光纤

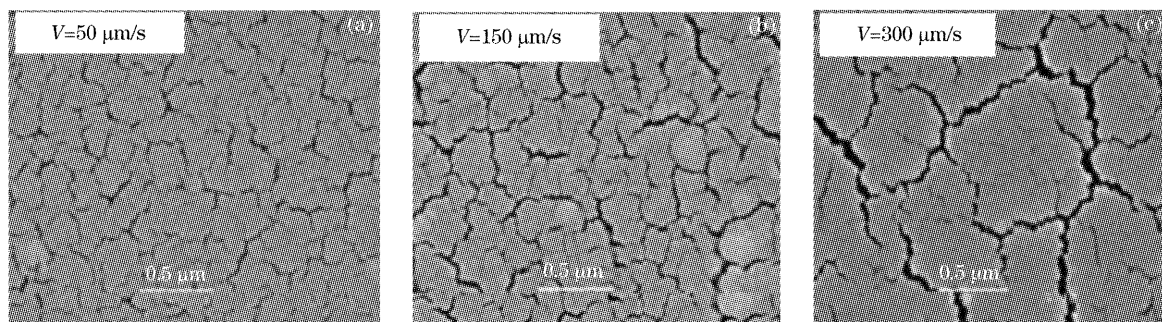


图 8 锥区的表面

Fig. 8 Surface of the taper region

产生微裂纹,如果微裂纹继续扩展,或拉伸速度过快,将导致光纤耦合器拉断。

由此可见,熔锥区的特征峰波数、熔区的析晶、锥区的微裂纹都与拉锥速度密切相关。由表 1 可得到拉锥速度与器件性能的关系(见图 9),由图 9 可见,存在一个很窄的流变速度区间(这里为 $150\mu\text{m/s}$ 附近的区间),使得光纤耦合器的损耗较小,离开此区间,器件的性能迅速下降。因此拉锥速度与光纤耦合器性能密切相关。由规律(1)和(4)的分析可知,拉锥速度较慢时,熔区易于析晶,影响耦合器的光学性能;由规律(3)和(5)可知,拉锥速度快时,拉应力很大, Si—O—Si 键角变化加剧,微观结构畸变,表面发生裂纹甚至断裂。拉锥速度 $150\mu\text{m/s}$ 时,析晶相对较少,微观结构变化小,光纤器件的光学性能达到最优。因此,在熔融拉制耦合器时,要严格控制在拉锥速度,使熔锥区析晶少,微观结构变化小。

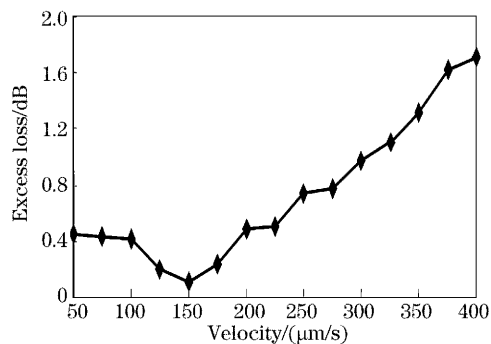


图 9 拉锥速度与损耗

Fig. 9 Optical loss at different drawing velocities

5 结 论

通过对熔锥区的微观结构与形貌的测试,得到以下结论:

1) 在 $650\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ 范围内,发现了两个明显的特征峰:分别是由 Si—O—Si 键的弯曲振动引起的 810 cm^{-1} 特征峰和由 Si—O—Si 键的反对称伸缩振动引起的 1100 cm^{-1} 特征峰;

2) 锥区的 1100 cm^{-1} 特征峰波数最高,熔区次之,裸光纤最小,并且随着拉锥速度变大,熔区和锥区 1100 cm^{-1} 特征峰移向高频;

3) 熔区有晶粒析出,且拉锥速度增大,晶粒减小。锥区产生了微裂纹,且拉锥速度增大,微裂纹越明显,这些都严重影响了光纤器件的性能。

以上工作为光纤耦合器制作工艺的改进、优化提供了依据。

参 考 文 献

- Liu Guoxiang, Hu Li, Ye Kunzhen. Characters of acousto optic intensity modulation based on optical fiber fused taper coupler [J]. *Acta Optica Sinica*, 2001, **21**(12): 1498~1500 (in Chinese)
- 刘国祥,胡力,叶昆珍. 光纤熔锥耦合器的声光调制特性[J]. *光学学报*, 2001, **21**(12): 1498~1500
- Guiyao Zhou, Zhiyun Hou, Lantian Hou. Hollow-core tapered coupler for large inner diameter hollow-core optical fibers [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2003, **1**(1): 15~17
- Shuai Cijun, Duan Jian, Zhong Jue. Technical sensitiveness in the rheological manufacture progress of fused taper coupler [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2005, **13**(1): 40~46 (in Chinese)
- 帅词俊,段吉安,钟掘. 熔锥型光纤耦合器流变成形的工艺敏感性研究[J]. *光学精密工程*, 2005, **13**(1): 40~46
- Jia Bo, Qian Songrong, Hua Zhongyi. Beat frequency character and its application for optical-fiber couplers [J]. *Chin. J. Lasers*, 2002, **A29**(7): 605~608 (in Chinese)
- 贾波,钱松荣,华中一. 光纤耦合器的差频特性及其应用[J]. *中国激光*, 2002, **A29**(7): 605~608
- Chen Zhenyi, Shen Yuqing, Wang Tingyun *et al.*. Super flat wideband single mode optical fiber couplers ranged from 1250 nm to 1650 nm [J]. *Acta Optica Sinica*, 2004, **24**(5): 663~667 (in Chinese)
- 陈振宜,沈育青,王延云等. 单模光纤 1250~1650 nm 超平坦宽带耦合器[J]. *光学学报*, 2004, **24**(5): 663~667
- Xiaoqing Jiang, Baiyang Li, Yanzhe Tang *et al.*. Design and fabrication of the star coupler based on SOI material [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2003, **1**(8): 465~467
- Shuai Cijun, Duan Jian, Miao Jianyu *et al.*. Thermal analysis of fused biconical taper in the process of optical fibre coupler pre-drawing [J]. *J. Central South University of Technology*, 2004, **35**(4): 618~621 (in Chinese)
- 帅词俊,段吉安,苗健宇等. 光纤耦合器预拉时熔锥区的热分析 [J]. *中南大学学报*, 2004, **35**(4): 618~621
- K. Saito, N. Ogawa. Effects of aluminum impurity on the structural relaxation in silica glass [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 2004, **270**(2): 60~65
- U. Haken, O. Humbach, S. Ortner *et al.*. Refractive index of silica glass: influence of fictive temperature [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 2000, **265**(1): 9~18
- Minoru Tomozawa, Yong-Keun Lee, Yih-Lih Peng. Effect of uniaxial stresses on silica glass structure investigated by IR spectroscopy [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 1998, **242**(2): 104~109
- Anand Agarwal, Minoru Tomozawa. Correlation of silica glass properties with the infrared spectra [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 1997, **209**(1): 166~174
- R. A. B. Devine, M. Marchand. Evidence for structural similarities between chemical vapor deposited and neutron irradiated SiO_2 [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1993, **63**(5): 619~621
- A. Lehmann, L. Schumann, K. Hubne. Optical phonons in amorphous silican oxides [J]. *Physica Status Solid (B)*, 1983, **117**(2): 689~698
- D. L. Kim, M. Tomozawa. Fictive temperature of silica glass optical fibers re-examination [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 2001, **286**(1): 272~277
- A. Agarwal, M. Tomozawa. Surface and bulk structural relaxation kinetics of silica glass [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 1997, **209**(3): 264~272
- Anand Agarwal, M. D. Kenneth, Minoru Tomozawa. A simple IR spectroscopic method for determining fictive temperature of silica glasses [J]. *J. Non-Crystalline Solids*, 1995, **185**(1): 191~198