

低损耗硫系玻璃光纤的挤压制备及其性能研究

刘 硕^{1,2} 唐俊州^{1,2} 刘自军^{1,2} 江 岭^{1,2} 吴 波^{1,2} 密 楠^{1,2}

王训四^{1,2} 赵浙明^{1,2} 聂秋华^{1,2} 戴世勋^{1,2} 潘章豪^{1,2}

¹ 宁波大学高等技术研究院红外材料及器件实验室, 浙江 宁波 315211

² 浙江省光电探测材料及器件重点实验室, 浙江 宁波 315211

摘要 采用动态蒸馏提纯技术,配合优化的均化熔融和低温淬冷法技术,制备了高纯度的 $As_{40}S_{60}$ 和 $As_{38}S_{62}$ 硫系玻璃;通过高效挤压法制备出芯包结构的硫系光纤预制棒;在聚合物——聚醚砜树脂(PES)的保护下拉制出比例精确、离心率接近于 0 且损耗低的 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 芯包结构的硫系玻璃光纤。挤压过程可基本消除芯包界面的缺陷,从根本上降低了光纤的制备损耗。测试数据表明:经过有效提纯后, $As_{40}S_{60}$ 玻璃的红外透射率明显提高,绝大多数杂质吸收峰被消除。对芯包结构光纤输入端涂覆 Ga 层后,通过截断法进行了损耗测试,该光纤的传输背景损耗维持在 0.2 dB/m,在 4.8 μm 处获得约为 0.13 dB/m 的最低损耗。

关键词 光纤光学; 硫系玻璃; 挤压法; 芯包结构; 低损耗

中图分类号 TQ171.77 **文献标识码** A

doi: 10.3788/AOS201636.1006002

Fabrication and Properties of Low-Loss Chalcogenide Optical Fiber Based on the Extrusion Method

Liu Shuo^{1,2} Tang Junzhou^{1,2} Liu Zijun^{1,2} Jiang Ling^{1,2} Wu Bo^{1,2} Mi Nan^{1,2}

Wang Xunsi^{1,2} Zhao Zheming^{1,2} Nie Qiuhua^{1,2} Dai Shixun^{1,2} Pan Zhanghao^{1,2}

¹ Laboratory of Infrared Material and Devices, Advanced Technology Research Institute,

Ningbo University, Ningbo, Zhejiang 315211, China

² Zhejiang Provincial Key Laboratory of Photoelectric Materials and Devices, Ningbo, Zhejiang 315211, China

Abstract A specialized dynamic distillation and purification process is used and cooperated with the optimized homogenized melt and the low-temperature quenching techniques to obtain high purity $As_{40}S_{60}$ and $As_{38}S_{62}$ glass. Then an efficient extrusion method is applied to the preparation of a core-cladding chalcogenide optical fiber preform. After that, under the protection of the polymer, which is polyethersulfone (PES), the preform is drawn into the $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ core-cladding structure chalcogenide optical fiber with precise proportion, eccentricity closing to zero and low loss. After the high pressure extrusion process, the defects in the core-cladding interface are nearly eliminated, and thus the fiber loss is reduced effectively. The experimental results show that the infrared transmittance of $As_{40}S_{60}$ glass is obviously improved after effective purification and most impurity absorption bands in the spectra disappear. After the surface of fiber input ends is coated the Ga layer, the standard cut-back technique is adopted to measure the attenuation of this $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ fiber. The transmitting background loss is around 0.2 dB/m, and the minimum loss is about 0.13 dB/m at 4.8 μm .

Key words fiber optics; chalcogenide glass; extrusion method; core-cladding structure; low loss

OCIS codes 060.2290; 060.2390; 060.2280; 160.2750

收稿日期: 2016-04-28; **收到修改稿日期:** 2016-05-26

基金项目: 国家自然科学基金(61377099,61177087,61307060)、浙江省重中之重学科开放基金(xkx11508, xkx11318)、教育部新世纪优秀人才(NCET-10-0976)、浙江省 151 人才第三层次、宁波大学王宽诚幸福基金、宁波大学优秀学位论文培育基金(PY2012015)

作者简介: 刘 硕(1991—),男,硕士研究生,主要从事硫系玻璃、红外光纤方面的研究。E-mail: newave@vip.qq.com

导师简介: 王训四(1979—),男,博士,研究员,博士生导师,主要从事光纤通信、红外光学材料等方面的研究。

E-mail: xunsiwang@siom.ac.cn(通信联系人)

1 引 言

硫系玻璃因具有优良的中远红外透过性能(依据组成不同,其透过范围可从 $0.5\sim 1\ \mu\text{m}$ 一直到 $12\sim 25\ \mu\text{m}$ ^[1])、高折射率($2.0\sim 3.5$ ^[2])以及极高的非线性折射率系数 n_2 ($n_2 = 2\times 10^{-18}\sim 20\times 10^{-18}\ \text{m}^2/\text{W}$ ^[2]),是石英材料的 $100\sim 1000$ 倍)等特点,成为中远红外光谱领域极佳的光学材料。采用硫系玻璃材料制备的硫系玻璃光纤,兼具硫系玻璃的特性以及体积小、易弯曲、利于器件集成化、小型化等特点,在诸多方面有着独特的应用。硫系玻璃光纤目前已经在空间探测^[3]、红外成像^[4-5]、激光传输^[6]、光电子器件^[7-8]、远距离传感^[9]、国防安全^[10]等领域得到了重要应用。随着需求的日益增加,研究者对低损耗、高质量硫系玻璃光纤的制备越来越重视。

商用石英光纤的损耗在 $1.55\ \mu\text{m}$ 处可以达到 $0.2\ \text{dB}/\text{km}$ ^[11]。与此相比,在最成熟的 As-S 体系硫系玻璃的研究中,目前获得的最好的 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 硫系裸光纤在 $3.0\ \mu\text{m}$ 处的损耗为 $12\ \text{dB}/\text{km}$ ^[12] ($0.012\ \text{dB}/\text{m}$),但是没有芯包结构的报道。因此,硫系玻璃光纤的损耗仍然较高,且在结构方面缺乏石英光纤结构完美、可控的特点,有着很大的改善空间。

硫系光纤的制备方法主要有传统的棒管法(Rod-in-tube technique)^[13]、双坩埚法(Double-crucible method)^[14]以及新型的挤压法(Extrusion method)^[15-17]。棒管法就是将切割、研磨、抛光后的纤芯棒放入通过打孔、旋转铸造或者挤压等方法制备的包层玻璃管中,从而制作出芯包结构的硫系光纤预制棒,但这种方法制作的预制棒芯包界面粗糙,不可避免地产生一些缺陷。加热拉丝之后,芯包界面可能会得到改善,但仍然可能产生一些气泡,光纤损耗很难降低到理想水平。双坩埚法可以避免这些缺点,但双坩埚法更为复杂^[18],硫系光纤所需的蒸气压较高,使用双坩埚法制备光纤时必须对坩埚施加足够大的惰性气压,并且光纤结构和尺寸受到坩埚尺寸和气压的严格限制^[15],无法制作结构复杂或玻璃组分易析晶的硫系玻璃光纤。挤压法是在较低的工作温度(高于玻璃转变温度 T_g 约 $50\ ^\circ\text{C}$)下,采用高压将玻璃挤压成所需结构的预制棒的方法。对于转变温度 T_g 接近、粘度/温度曲线较陡的易析晶的玻璃组分,在特定挤压模具中可以配合挤压成芯包结构的预制棒。通过挤压法制备的芯包结构的预制棒,芯包界面不会产生机械损伤,其损耗可以降到最低,芯包比例也可精确控制,最重要的是这种制备方法大大拓展了光纤玻璃组分的选择范围。

本文介绍了一种通过高压挤压制备低损耗硫系玻璃光纤的方法。采用动态蒸馏提纯技术,配合优化的均化熔融和低温淬冷法,制备了高纯度的 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 和 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 硫系玻璃,分别作为阶跃光纤的纤芯和包层基质;用挤压法制备出芯包比例精确、离心率接近于 0 的芯包结构的光纤预制棒;再通过光纤拉丝塔进行光纤拉制;拉制后对光纤输入端涂覆 Ga 层,最终获得了损耗较低的芯包结构的硫系玻璃光纤。

2 实 验

2.1 高纯玻璃制备

选用 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 玻璃作为纤芯材料、 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 玻璃作为包层材料,在包层组分中增加 S 元素的含量,以调节包层折射率。在 As-S 体系光纤中,光纤损耗主要是由于 H_2O 、S—H 键以及—OH 键的存在而导致的吸收峰引起的。在之前很多关于硫系玻璃提纯的研究中已经证明了氯活性成分作为除氢剂以及镁或铝作为除氧剂的重要作用^[11]。

为了降低光纤损耗,选用高纯的 As 和 S 为原料,采用动态蒸馏提纯技术,配合优化的均化熔融和低温淬冷法制备了组分分别为 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 和 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 的高纯度的硫系玻璃。1)将质量分数为 99.999% 的 As 和质量分数为 99.999% 的 S 单质置于预处理过的高纯石英管中,并在玻璃原料中分别加入 Mg (Mg 的质量分数为 3×10^{-4}) 作为除氧剂和 AlCl_3 (AlCl_3 的质量分数为 5×10^{-4}) 作为除氢剂。2)对石英管进行抽真空处理,同时对石英管进行高温加热以去除杂质水。当真空度低于 $10^{-4}\ \text{Pa}$ 时,用炔氧焰密封石英管后将其放置于约 $400\ ^\circ\text{C}$ 的蒸馏炉中高温蒸馏,以去除 S—H 键、—OH 键等杂质。蒸馏结束之后,将装有原料的石英管用炔氧焰封断后将其置于摇摆炉中进行高温熔制,熔制最高温度设定在 $750\ ^\circ\text{C}$ 并匀速摇摆 12 h 以上,以确保硫系材料熔融体的均匀性,之后降温至 $600\ ^\circ\text{C}$ 。3)熔制结束后,将装有玻璃熔融物的石英管从摇摆炉中取出在室温下进行风冷处理,待玻璃与石英管内壁完全脱离后迅速将其放入退火炉中进行缓慢退火,在 $185\ ^\circ\text{C}$ 处保温

5 h,以消除玻璃内部的应力,然后以 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率缓慢降至室温^[19-20]。这样即可获得所需尺寸的高纯块状的 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 玻璃和 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 玻璃。玻璃除杂可以提高玻璃的透射率,对降低光纤损耗具有重要作用。

2.2 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 预制棒及光纤制备

对已制备的块状玻璃进行精密尺寸线切割,获得直径为8 mm、高度为20 mm的 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 玻璃样品以及直径为48 mm、高度为20 mm的 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 玻璃样品。对玻璃材料的表面进行抛光处理,以减小后期拉制出的光纤由于其表面及芯包界面缺陷引起的损耗;用酒精对挤压模具表面及玻璃表面进行清洗。将抛光、清洗过后的纤芯 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 玻璃和包层 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 玻璃依次放置在挤压模具中,纤芯 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 玻璃外有保护套管保护,如图1(a)所示,然后将挤压模具放入挤压机中。图1给出了挤压流程原理图。

挤压机是自行设计的,分多个加热炉区,并设有退火装置,可以保证挤压出的预制棒不会因为温度骤降而产生裂纹。挤压前,向挤压机腔体内通入流动的高纯保护气体(如氩气),以防止硫系玻璃在挤压过程中被氧化。将加热区中心炉膛的温度设置在玻璃软化温度以上(约 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$),设置挤压机缓慢匀速升温,待温度达到设定值之后进行挤压,通过压力传感器对压力进行实时监控。整个挤压过程分2步进行:1)启动推动机将纤芯玻璃及保护套管一同挤入包层玻璃中,保护套管可以将纤芯玻璃与包层玻璃严格分离开,待纤芯玻璃和包层玻璃达到同一水平位置时停止,如图1(b)所示;2)再次启动推动机,将纤芯玻璃和包层玻璃一同挤出,直到挤压结束,如图1(c)所示。整个挤压过程中的挤压压力控制在 $5\sim 10\text{ kN}$,挤压速率约为 $0.3\text{ mm}/\text{min}$ 。挤压结束后,将挤压出的预制棒取出后迅速放入退火炉中,在玻璃转变温度下保温 $4\sim 6\text{ h}$,然后缓慢降至室温,以消除玻璃内部的应力,即可获得所需纤芯包层比例的芯包结构的光纤预制棒。

该预制棒外表面光滑,没有杂质引入,纤芯包层比例精确可控且界面契合度好,能极大地降低硫系光纤的散射损耗。在挤压过程中,较高的压力和较低的温度有效地降低了玻璃析晶的概率。若想得到不同芯包比例的光纤,可以根据需求对挤压模具进行灵活调整而获得,这就克服了双坩埚法在制作芯包结构硫系光纤时的尺寸局限性。

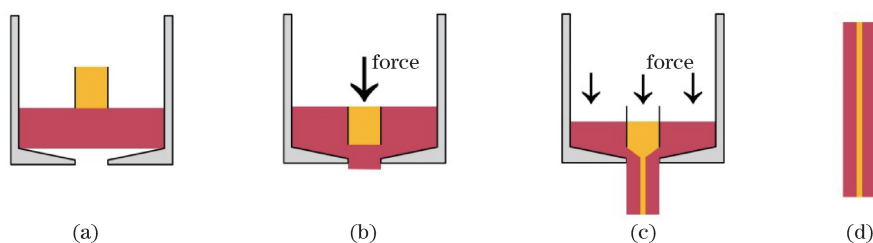


图1 挤压流程示意图

Fig. 1 Diagram of extrusion process

针对硫系玻璃光纤易碎、机械强度不高的特点,采用聚合物塑料作为光纤的保护层来增加光纤的韧性,还可防止在拉丝过程中预制棒表面被氧化。选用软化温度与 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 及 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 玻璃的软化温度相近的聚合物——聚醚砜树脂(PES),配合 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 芯包结构的光纤预制棒进行光纤拉制。将清洗、烘干后的PES薄膜均匀卷覆在预制棒表面,然后放入真空干燥箱中在真空高温的环境下进行缩合,使PES薄膜紧实地包裹在预制棒表面且预制棒与薄膜之间没有空气。将PES保护的光纤预制棒固定在拉丝塔的加热区域进行加热并进行匀速拉丝,整个光纤拉制的过程在高纯氮气的保护下进行,为保证加热区内的温度稳定,高纯氮气在通入炉膛前需经过预热处理。炉膛温度稳定在 $330\text{ }^{\circ}\text{C}$,拉丝速度为 $0.2\text{ m}/\text{min}$,最终获得长约为30 m、直径为 $300\text{ }\mu\text{m}$ 的芯包结构硫系光纤。

2.3 性能测试

样品测试的过程均在常压和室温下进行。红外透过光谱测试采用 Nicolet380 型傅里叶红外光谱仪(FTIR),在 $400\sim 4000\text{ cm}^{-1}$ 对块状玻璃样品进行测试,根据红外透过、多声子吸收等分析玻璃基质组成和羟基或氧化物等杂质的吸收;用 Keyence VHX1000-E 光学显微镜进行光纤端面成像,测试前光纤端面经过光纤切割刀切割,端面未做其他处理;用 Xenics 近红外(NIR)光纤光场分析仪观察光纤在近红外光入射情况下的光纤端面的光斑成像图,分析光纤在光信号传输时的能量分布;光纤损耗测试利用 Nicolet5700 型 FTIR,采用传统的截断法进行测试。

3 实验结果与分析

对蒸馏提纯前后的 $As_{40}S_{60}$ 玻璃进行切片、端面抛光处理,分别获得了厚度为 1.96 mm、2.03 mm 的片状玻璃,用 Nicolet380 FTIR 测试了它们在 2.5~25 μm 波长范围下的红外透过光谱,如图 2 所示,经过蒸馏提纯制备的 $As_{40}S_{60}$ 玻璃红外透过性能明显提高,中红外最大平均透射率由未经蒸馏提纯时的 57% 提高到 70%。提纯前样品在 2.5~13 μm 波段存在 4 处杂质吸收峰:2.9 μm 处的吸收峰是由—OH 键伸缩振动引起的^[21],4.0 μm 处是与 S—H 键相对应的吸收峰^[21],6.3 μm 处的吸收峰是由 H_2O 的存在引起的^[22],10.1 μm 处的吸收峰则是由 As—O 键引起的。通过真空加热以及动态蒸馏提纯去除蒸气压不同于玻璃组分的多种杂质,如基本消除了由 H_2O 、S—H 键、—OH 键所引起的中红外吸收峰,而远红外 As—O 键所对应的吸收峰也得到了大幅减少。同时,蒸馏提纯后的 $As_{40}S_{60}$ 玻璃在 2~8 μm 处透射率明显提高,最高处可达 72%,整个透光谱光滑平整,无明显的吸收峰。利用制备出的高质量的 $As_{40}S_{60}$ 和 $As_{38}S_{62}$ 玻璃作为制备硫系光纤的材料,可以非常有效地降低后期制备的芯包结构硫系光纤的损耗。

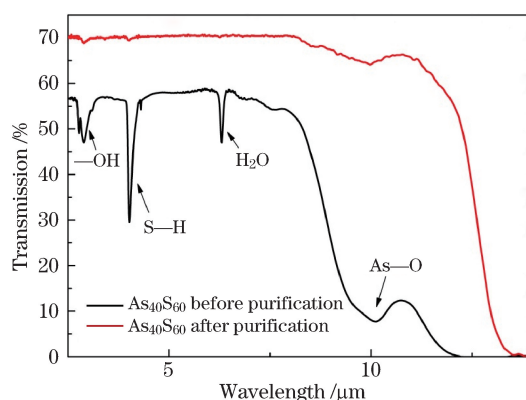


图 2 提纯前后 $As_{40}S_{60}$ 玻璃的红外透过光谱

Fig. 2 Infrared transmission spectra of the $As_{40}S_{60}$ glass before and after purification

之前的实验工作^[23]发现,挤压前后玻璃样品的透过特性并无显著变化,这表明挤压法对 $As_{40}S_{60}$ 玻璃的透光性影响较小,用挤压法制备 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 芯包结构的硫系光纤是非常合适的。

在波长为 1550 nm 处,纤芯 $As_{40}S_{60}$ 玻璃的折射率为 2.44^[24],高于包层 $As_{38}S_{62}$ 玻璃在此处的折射率 2.43^[25],且纤芯、包层折射率的差值满足将光限制在纤芯中传输的波导条件。光纤的数值孔径 $NA=0.221$ 。图 3(a)为制备出的 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 芯包结构的硫系光纤。利用光纤切割刀切割光纤获得平整的光纤端面,用 Keyence VHX1000-E 光学显微镜在放大倍数为 500 倍的条件下观察到的 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 芯包结构光纤端面图如图 3(b)所示。由图看出,光纤端面光亮,结构均匀,无明显析晶现象;芯包界面清晰,无明显结构变形或缺陷。图中光纤直径约为 300 μm ,纤芯(中心较明亮部分)直径约为 50 μm ,芯包比例为 1:6,与原始设计尺寸比例完全一致;光纤右侧的缺陷是光纤切割刀切割引起的碎裂,因处于包层区域,所以对光信号的传输基本没有影响。

使用 Xenics 近红外光纤光场分析仪,基于空间耦合法测试了光信号在该硫系光纤中光场强度的分布情况。测试前,用光纤切割刀对光纤两端进行切割处理,切割后的光纤端面非常平整,无明显结构缺陷。在光纤输入端使用了 ZnSe 聚焦镜头来提高耦合效率。根据测试原理(如图 4^[23]所示)搭建测试平台,将近红外相机通过网线与电脑相连,设置好适当的物镜放大倍数,就可以在电脑上观察到硫系芯包结构光纤中的光信号传输模式及光场强度分布情况。图 5 展示了 1550 nm 激光在经过 1.14 m 长光纤传输后的出射光斑及光场强度分布。图 5(a)、(c)分别为光纤在涂覆 Ga 层前后的光斑成像图,图 5(b)、(d)分别为图 5(a)、(c)所示的光斑成像图中沿横线区域的光场强度分布图,横坐标为测试的相对长度,测试时分别以图 5(a)、(c)中 A 为坐标起点,纵坐标为测试点光信号的平均功率。从图 5(b)可以看到,纤芯中的光场强度分布只略高于包层中的光场强度分布。对该硫系芯包结构光纤输入端涂覆 Ga 层(涂覆区域长度约 6 cm),涂覆后的光场强度分布如图 5(d)所示,纤芯处的光场强度明显高于包层中的光场强度,涂覆 Ga 层可以抑制包层模式传播,光信号基本上都被限制在纤芯中传播,只有微弱的光信号在包层中传播。

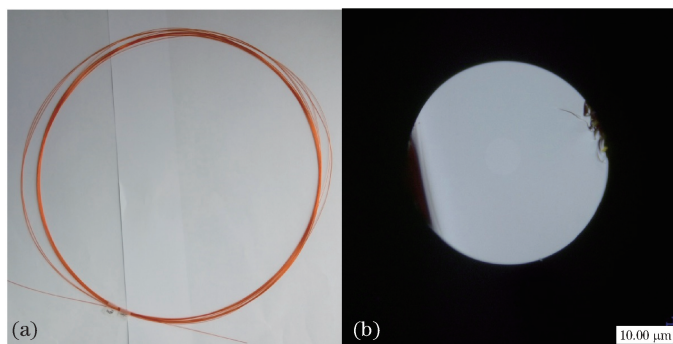


图 3 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 光纤实物及端面。(a) $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 光纤;(b) 显微镜 500 倍放大条件下的端面图

Fig. 3 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ fiber and its cross section. (a) $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ fiber;
(b) microscopic cross section image of the fiber with amplification of 500×

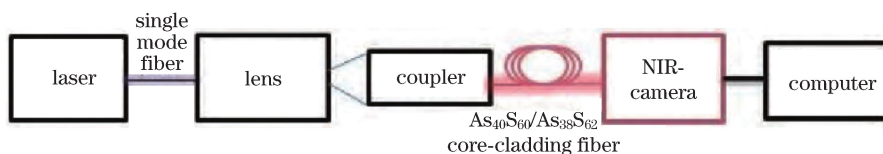


图 4 光场分布原理图

Fig. 4 Schematic diagram of optical field distribution

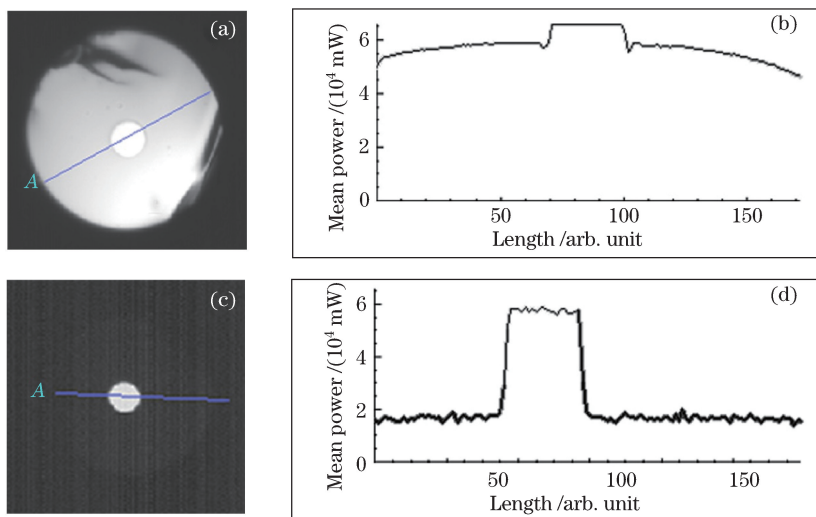


图 5 1550 nm 激光入射下, $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 芯包结构光纤的传输光斑及光场强度分布图。

(a)(b)涂覆 Ga 层前;(c)(d)涂覆 Ga 层后

Fig. 5 Transmission spot and optical field intensity distribution of the $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ core-cladding structure fiber pumped by 1550 nm laser. (a)(b) Without coated gallium layer; (c)(d) with coated gallium layer

用 Nicolet5700 型 FTIR,采用截断法测试了 $As_{40}S_{60}/As_{38}S_{62}$ 芯包结构光纤的损耗。光纤输入端没有涂覆 Ga 层时,光纤损耗谱如图 6 所示。图 6(a)和图 6(c)分别为截断前的光斑成像图和光纤端面图,图 6(b)和图 6(d)分别为截断后的光斑成像图和光纤端面图。截断前后芯包结构光纤的长度分别为 3.10 m 和 1.14 m,该芯包结构光纤的传输损耗平均约为 1.8 dB/m,在 $7.1 \mu\text{m}$ 处损耗最低,约为 1.35 dB/m。偏高的损耗部分来源于外加的聚合物保护层的影响。

为了消除有机保护层和包层玻璃的影响,尝试对该硫系芯包结构光纤输入端涂覆 Ga 层,涂覆区域长度约 6 cm。图 7(a)和图 7(c)分别为截断前的光斑成像图和光纤端面图,图 7(b)和图 7(d)分别为截断后的光斑成像图和光纤端面图,截断前后芯包结构光纤的长度分别为 1.14 m 和 0.72 m,光纤整体损耗谱如图 7 所示。该芯包结构光纤的传输损耗平均约为 0.2 dB/m,在 $4.8 \mu\text{m}$ 处损耗最低,约为 0.13 dB/m。通过对比发现,对该硫系芯包结构光纤输入端涂覆 Ga 层后,光纤平均损耗大大降低,在 $2.5\sim 7.0 \mu\text{m}$ 平均光纤损耗降低

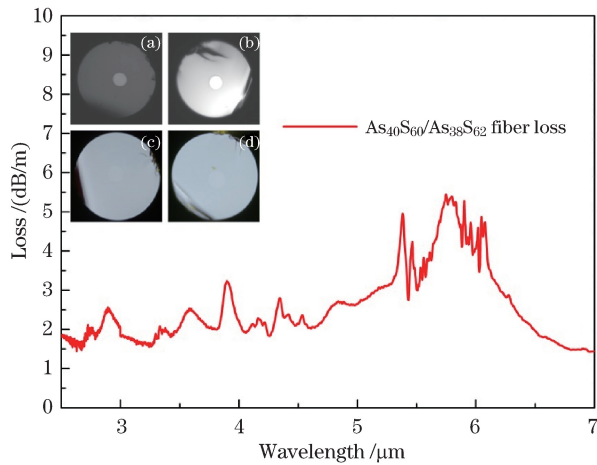


图 6 涂覆 Ga 层前 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 芯包结构光纤损耗图谱。(a)截断前光纤的传输光斑;(b)截断后光纤的传输光斑;
(c)截断前光纤端面图;(d)截断后光纤端面图

Fig. 6 Attenuation spectrum of the $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ core-cladding structure fiber without coated gallium layer.

- (a) Transmission spot of the fiber before cutting off; (b) transmission spot of the fiber after cutting off;
(c) cross section of the fiber before cutting off; (d) cross section of the fiber after cutting off

了约 1.6 dB/m。观察涂覆 Ga 层后的光纤损耗图,可以发现由于 H 杂质的存在而出现在 $4.1 \mu\text{m}$ 处的吸收峰,成为影响该光纤在中红外范围内的损耗的主要原因。

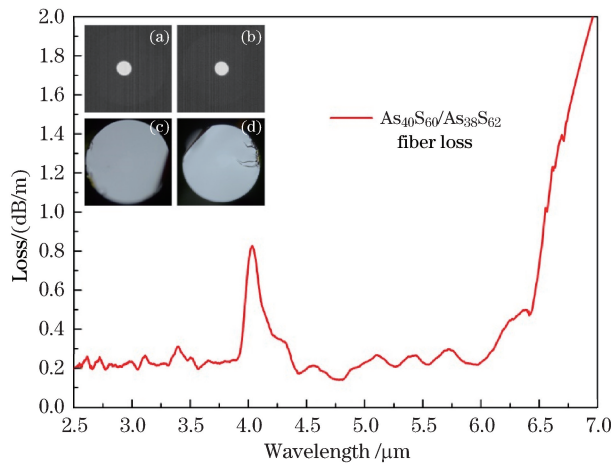


图 7 涂覆 Ga 层后 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 芯包结构光纤损耗图谱。(a)截断前光纤的传输光斑;
(b)截断后光纤的传输光斑;(c)截断前光纤端面图;(d)截断后光纤端面图

Fig. 7 Attenuation spectrum of the $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ core-cladding structure fiber with coated Gallium layer.

- (a) Transmission spot of the fiber before cutting off; (b) transmission spot of the fiber after cutting off;
(c) cross section of the fiber before cutting off; (d) cross section of the fiber after cutting off

4 结 论

选用红外透过性能较好的 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 和 $\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 作为纤芯和包层基质,实现了从硫系玻璃蒸馏提纯制备、预制棒挤压制备到芯包结构光纤拉制及光纤性能测试的全过程,获得了芯包结构比例精确、离心率接近于 0 且损耗低的芯包结构硫系玻璃光纤。经过蒸馏提纯后的 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}$ 玻璃,红外透射率明显提高,中红外最大平均透射率由未经蒸馏提纯时的 57% 提高到 70%,绝大多数杂质吸收峰被消除。采用挤压法制备了 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 芯包结构的硫系光纤预制棒并拉制成光纤,克服了传统硫系芯包结构光纤制作的缺陷,改善了纤芯包层之间的界面损耗,获得了低损耗芯包结构的硫系光纤。光纤端面光亮,结构均匀,无明显析晶现象;芯包界面清晰,无明显结构变形或缺陷。通过截断法对 $\text{As}_{40}\text{S}_{60}/\text{As}_{38}\text{S}_{62}$ 芯包结构光纤进行损耗测试,未对光纤涂

覆 Ga 层时,芯包结构光纤的传输损耗平均约为 1.8 dB/m,在 7.1 μm 处损耗最低,约为 1.35 dB/m。对该硫系芯包结构光纤输入端涂覆 Ga 层后,光纤的传输损耗平均降低至 0.2 dB/m,在 4.8 μm 处损耗最低,约为 0.13 dB/m。

参 考 文 献

- 1 Smektala F, Quemard C, Leneindre L, *et al.* Chalcogenide glasses with large non-linear refractive indices[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 1998, 239(1-3): 139-142.
- 2 Eggleton B J, Luther-Davies B, Richardson K. Chalcogenide photonics[J]. Nature Photonics, 2011, 5(3): 141-148.
- 3 Houizot P, Boussard-Plédel C, Faber A J, *et al.* Infrared single mode chalcogenide glass fiber for space[J]. Optics Express, 2007, 15(19): 12529-12538.
- 4 Gopal V, Harrington J A, Goren A, *et al.* Coherent hollow-core waveguide bundles for infrared imaging[J]. Optical Engineering, 2004, 43(5): 1195-1199.
- 5 Suto H. Chalcogenide fiber bundle for 3D spectroscopy[J]. Infrared Physics & Technology, 1997, 38(2): 93-99.
- 6 Bernier M, Fortin V, Caron N, *et al.* Mid-infrared chalcogenide glass Raman fiber laser[J]. Optics Letters, 2013, 38(2): 127-129.
- 7 Limpert J, Liem A, Reich M, *et al.* Low-nonlinearity single-transverse-mode ytterbium-doped photonic crystal fiber amplifier[J]. Optics Express, 2004, 12(7): 1313-1319.
- 8 Limpert J, Schreiber T, Nolte S, *et al.* High-power air-clad large-mode-area photonic crystal fiber laser[J]. Optics Express, 2003, 11(7): 818-823.
- 9 Monro T M, Warren-Smith S, Schartner E P, *et al.* Sensing with suspended-core optical fibers[J]. Optical Fiber Technology, 2010, 16(6): 343-356.
- 10 Wang Cui, Dai Shixun, Zhang Peiqing, *et al.* Research progress of infrared supercontinuum generation in chalcogenide glass fibers[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2015, 52(3): 030001.
汪 翠, 戴世勋, 张培晴, 等. 基于硫系玻璃光纤的红外超连续谱的研究进展[J]. 激光与光电子学进展, 2015, 52(3): 030001.
- 11 Troles J, Shiryaev V, Churbanov M, *et al.* GeSe₄ glass fibres with low optical losses in the mid-IR[J]. Optical Materials, 2009, 32(1): 212-215.
- 12 Churbanov M F, Snopatin G E, Shiryaev V S, *et al.* Recent advances in preparation of high-purity glasses based on arsenic chalcogenides for fiber optics[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2011, 357(11-13): 2352-2357.
- 13 Smektala F, Le Foulgoc K, Le Neindre L, *et al.* TeX-glass infrared optical fibers delivering medium power from a CO₂ laser[J]. Optical Materials, 1999, 13(2): 271-276.
- 14 Mossadegh R, Sanghera J S, Schaafsma D, *et al.* Fabrication of single-mode chalcogenide optical fiber[J]. Journal of Lightwave Technology, 1998, 16(2): 214-217.
- 15 Tao G, Shabahang S, Banaei E H, *et al.* Multimaterial preform coextrusion for robust chalcogenide optical fibers and tapers[J]. Optics Letters, 2012, 37(13): 2751-2753.
- 16 Lee E T Y, Taylor E R M. Two-die assembly for the extrusion of glasses with dissimilar thermal properties for fibre optic preforms[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 184(1-3): 325-329.
- 17 Savage S D, Miller C A, Furniss D, *et al.* Extrusion of chalcogenide glass preforms and drawing to multimode optical fibers[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2008, 354(29): 3418-3427.
- 18 Liao M, Chaudhari C, Qin G, *et al.* Fabrication and characterization of a chalcogenide-tellurite composite microstructure fiber with high nonlinearity[J]. Optics Express, 2009, 17(24): 21608-21614.
- 19 Zhu Minming, Wang Xunsi, Xu Huijuan, *et al.* Novel Ge-Ga-Te-KBr far-infrared-transmitting chalcogenide glasses system[J]. Acta Photonica Sinica, 2014, 43(6): 0616001.
朱敏鸣, 王训四, 徐会娟, 等. 新型远红外 Ge-Ga-Te-KBr 硫系玻璃性能研究[J]. 光子学报, 2014, 43(6): 0616001.
- 20 Zhai Chengcheng, Zhang Bin, Qi Sisheng, *et al.* Fabrication and properties of flexible chalcogenide fiber image bundles[J]. Acta Optica Sinica, 2015, 35(8): 0806005.
翟诚诚, 张 斌, 祁思胜, 等. 柔性硫系玻璃光纤传像束的制备及性能研究[J]. 光学学报, 2015, 35(8): 0806005.
- 21 Lafond C, Couillard J F, Delarosbil J L, *et al.* Recent improvements on mid-IR chalcogenide optical fibers[C]. Proceedings of SPIE, Infrared Technology and Applications, 2014, 9070: 90701C.
- 22 Katsuyama T, Satoh S, Matsumura H. Scattering loss characteristics of selenide-based chalcogenide glass optical fibers

- [J]. Journal of Applied Physics, 1992, 71(9): 4132-4135.
- 23 Zhu Qingde, Wang Xunsi, Zhang Peiqing, *et al.* Fabrication and optical properties of chalcogenide As_2S_3 suspended-core fiber[J]. Acta Optica Sinica, 2015, 35(12): 1206004.
祝清德, 王训四, 张培晴, 等. 硫系 As_2S_3 悬吊芯光纤制备及其光谱性能研究[J]. 光学学报, 2015, 35(12): 1206004.
- 24 Toupin P, Brilland L, Renversez G, *et al.* All-solid all-chalcogenide microstructured optical fiber[J]. Optics Express, 2013, 21(12): 14643-14648.
- 25 Bernier M, Asatryan K, Vallée R, *et al.* Second-order Bragg gratings in single-mode chalcogenide fibres[J]. Quantum Electronics, 2011, 41(5): 465-468.