

doi: 10.3788/gzxb20174604.0406001

太赫兹聚合物光子晶体光纤关键制备工艺研究

陈琦^{1,2}, 孔德鹏³, 苗竞³, 何晓阳^{1,2}, 张健^{1,2}, 王丽莉³

(1 中国工程物理研究院电子工程研究所, 四川 绵阳 621999)

(2 中国工程物理研究院微系统与太赫兹研究中心, 四川 绵阳 621999)

(3 中国科学院西安光学精密机械研究所, 西安 710119)

摘 要: 针对太赫兹聚合物光子晶体光纤的应用需求, 对聚合物光纤的制备材料、预制棒制备、拉伸工艺等关键制备工艺进行了研究. 分析了聚合物材料的特性, 并进行实验验证, 结果表明 ZEONEX 材料的吸收系数低于 3 cm^{-1} , 吸水性低于 0.01% , 玻璃化转变温度和分解温度分别高达 136°C 和 420°C , 在太赫兹光纤制备中具有优良性能. 预制棒制备和光纤拉伸的工艺方面, 在注塑法的基础上改进了模具系统, 使用可控的微压拉丝技术, 在 $10\sim 200 \text{ Pa}$ 范围内可实现 $\pm 1.5 \text{ Pa}$ 的微压差精确控制, 较大程度上提高了光纤预制棒的成品率和光纤的形变控制, 有望制备出高空气填充率的聚合物光子晶体光纤.

关键词: 太赫兹波; 光子晶体光纤; 光纤制备; 塑料光纤; 预成型技术

中图分类号: TN818; TB383

文献标识码: A

文章编号: 1004-4213(2017)04-0406001-6

Key Fabrication Technology of Polymer Photonic Crystal Fiber for Terahertz Transmission

CHEN Qi^{1,2}, KONG De-peng³, MIAO Jing³, HE Xiao-yang^{1,2}, ZHANG Jian^{1,2}, WANG Li-li³

(1 Institute of Electronic Engineering, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621999, China)

(2 Microsystem & Terahertz Research Center, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621999, China)

(3 Xi'an Institute of Optics and Precision Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Xi'an 710119, China)

Abstract: The technologies of fabricating polymer photonics crystal fiber to suit the application needs of terahertz transmission were studied, which were related to material selecting, fiber preform fabrication and fiber drawing. According to the analyzation of optical polymers' properties and the experimental verification, ZEONEX has low absorption of less than 3 cm^{-1} in Terahertz waves, low water absorption of less than 0.01% , high glass transition temperature and decomposition temperature of 136°C and 420°C respectively. As for fiber preform fabrication and drawing, the model system was improved based on injection moulding, and drawing technology of Pascal level pressure auto-control was initially invented. The controlled value oscillations is no more than 1.5 Pa in the range of $10\sim 200 \text{ Pa}$. Therefore the preform quality and reliability are promoted and fiber microstructure is effectively controlled. With the proposed technology it is hopeful of producing high air filling factor polymer photonics crystal fiber.

Key words: Terahertz waves; Photonic crystal fibers; Fiber fabrication; Plastic optical fibers; Preforming

OCIS Codes: 060.2280; 060.2290; 060.5295; 060.4005

基金项目: 国家自然科学基金(Nos. 11504416、61275106)和中国工程物理研究院太赫兹科学技术基金(No. CAEP THZ201307)、中国科学院"西部之光"人才培养计划资助

第一作者: 陈琦(1981—), 男, 副研究员, 硕士, 主要研究方向为毫米波太赫兹天线、光子晶体与超材料等. Email: qchen1103@163.com

通讯作者: 孔德鹏(1982—), 男, 助理研究员, 博士, 主要研究方向为聚合物光子晶体光纤的研制及其在太赫兹等领域的应用. Email: kongdp@opt.ac.cn

收稿日期: 2016-10-24; **录用日期:** 2017-02-15

<http://www.photon.ac.cn>

0 引言

太赫兹科学与技术是研究太赫兹波的发生、传输(包括自由空间、波导传输)、检测(探测器)与应用的交叉学科。太赫兹波在新一代宽带通信、雷达、电子对抗、电磁武器、天文科学、医学成像、无损检测、安全检查、化学与生物学等领域有着巨大的应用潜力,使之成为继光纤技术之后的又一科技革命的推动力。近十多年来,世界各国的科研人员在该领域进行了大量的理论研究与应用技术开发,使太赫兹技术在短时间内取得了突破性进展。各种基于光学效应或基于电子学原理的脉冲式或连续式太赫兹源,以及太赫兹信号探测器开始进入市场,太赫兹光谱仪和太赫兹成像装置也有产品问世。但是,现有的许多系统中,太赫兹波大多还是在自由空间中传输,靠反射镜等元件组成光路^[1],系统笨重,受环境影响大,性能稳定性差^[2],使用成本很高,光路难以实现灵活的变换。另外,太赫兹波在自由空间传输,受空气湿度的影响十分严重^[3],这也不利于太赫兹通信的发展。

要解决上述问题,研发类似传统光纤的柔性太赫兹波导纤维和相应的耦合器件,把各个分离部件用柔性的波导纤维连接起来实现封闭式的网络,是首选的有效途径。目前,国内外对低损耗太赫兹波导纤维、耦合器件的研究尚处于起步阶段,并且大多研究集中于理论模拟研究。因此,选择合适的太赫兹波导材料研制柔性的太赫兹波导纤维,将太赫兹纤维的波导理论与实验结果相结合,以实现太赫兹波导纤维在系统中的实际应用,显得尤为重要。现有的太赫兹波导介质材料主要有金属^[4]、单晶硅、蓝宝石和聚合物等^[5]。其中聚合物材料种类繁多^[6],价格便宜,加工成型相对容易,并且部分聚合物材料在太赫兹波段具有较低的吸收系数和色散特性^[7],因此成为制作太赫兹波导纤维和耦合器件的主流材料之一^[8]。

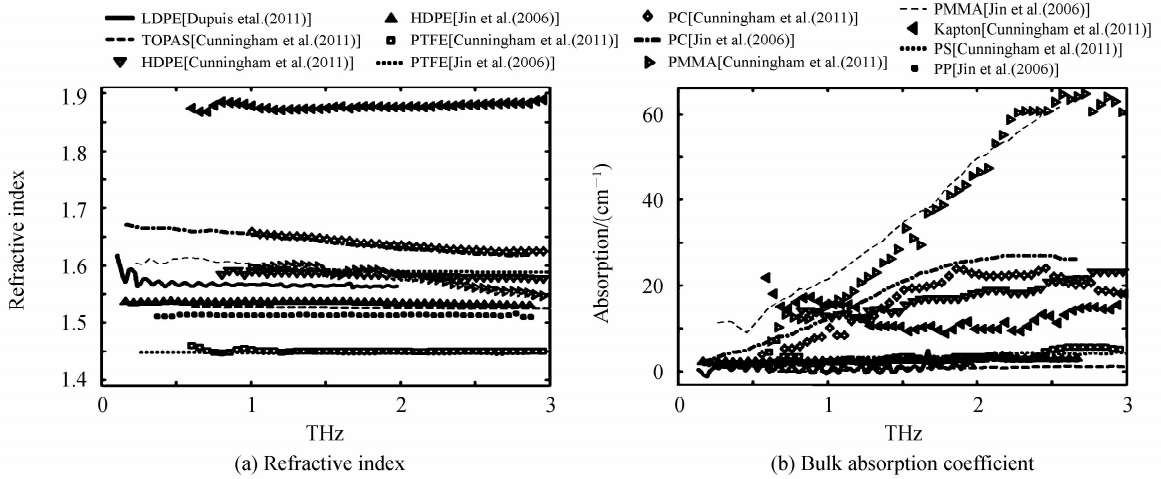
光子晶体波导是近些年才被作为热点研究和发展起来的一种新型波导^[9],结合材料本身的性质和特殊结构的设计,可以实现许多特殊的功能。光子晶体理论也被充分利用到太赫兹技术中,特别是基于二维光子晶体机理的太赫兹光子晶体光纤和太赫兹光子晶体波导,成为太赫兹技术中的一个重要研究方向^[10]。与其他类型光纤的制备相同,太赫兹光子晶体波导采用首先制作预制棒然后拉伸的方法。国内外聚合物微结构光纤预制棒的制备方法主要有堆积法^[11]、钻孔法^[12]、浇注法^[13]、注塑成型法^[14]等。其中注塑成型法将熔融塑化的材料像浇注法一样注射到模具内,待冷却定型后再开模取出产品,并且经过特殊的设计,令模具可以重复使用。此法可以通过设计磨具制作出结构复杂的光纤预制棒,而且避免了之前几种制备方法的缺点,如堆积法中毛细管之间的缝隙、钻孔法加工的高难度及精度要求、浇注法耗时过长等,不足之处是模具的制作成本比较高,但因为模具是可以重复利用,批量制造平摊之后成本会有所下降。本文采用注塑成型法对太赫兹聚合物光子晶体光纤(Polymer Photonics Crystal Fiber,PPCF)的关键制作工艺开展了一定的研究,以期将聚合物光子晶体光纤早日应用到太赫兹系统中,解决现有太赫兹系统在结构紧凑性、系统稳定性、应用灵活性等方面存在的问题。

1 聚合物材料的选择

许多聚合物在太赫兹波段具有相对较低的吸收损耗和良好的色散特性^[15],图1是一些常见光学聚合物材料在太赫兹波段的折射率和吸收特性曲线^[16]。

可以看出,TOPAS在该波段具有很低的吸收系数和平坦的色散特性^[17]。同时,TOPAS具有低吸水性,非常适合太赫兹波的传输应用^[18]。但是,经过多次的制备实验,发现TOPAS的耐热老化性相对较差,经过热挤出加工以及热拉伸后出现大量气泡,严重影响了光纤的性能。

ZEONEX是与TOPAS同系的聚合物材料,可以作为微结构太赫兹光纤的制备材料使用^[19],且其光学性能与TOPAS非常接近,在太赫兹波段的折射率为1.52~1.53,吸收系数低于 1 cm^{-1} ,具有极低的吸收性^[20]。经过多轮制备试验验证,其耐热老化性能优良,故最终选用ZEONEX系列的环烯烃聚合物(Cyclic Olefin,COP)作为实验用材料。



LDPE : low-density polyethylene; TOPAS: cyclic olefin copolymer; HDPE: high-density polyethylene; PTFE: Poly-tetrafluoroethylene; PC: polycarbonate; PMMA: polymethyl-methacrylate; Kapton: polyimide; PS: polystyrene; PP: Polypropylene.

图 1 常见光学聚合物材料在大赫兹波段折射率和吸收系数

Fig. 1 Refractive index and bulk absorption coefficient of common polymers used in the fabrication of THz waveguides

2 光纤预制棒制备工艺

太赫兹聚合物光子晶体光纤预制棒是在特殊定制的挤出机上制作完成的,挤出机实物照片如图 2. 该设备主要由物料干燥系统、螺杆加热及控制系统、动力输出及控制系统、模具系统等部分组成. 光纤预制棒的结构由模具结构直接决定,图 3 是实验用聚合物光子晶体光纤预制棒模具的结构示意图,主要由模具芯、壳体、加热器等部分组成. 聚合物材料在挤出机中经过加热熔融和塑化,通过模具的进料口被注入模具腔体内,注满后冷却定型,就形成了光纤预制棒的特殊结构. 本文研究的是一种多孔悬浮芯光子晶体光纤,按照设计好的光纤结构,等比例放大得到光纤预制棒的结构,如图4(a),核心尺寸包括空气孔直径 d 或 D ,孔间距 Δ ,



图 2 聚合物光子晶体光纤预制棒制作专用挤出机照片
Fig. 2 Photograph of special extruding machine for PPCF preform fabrication

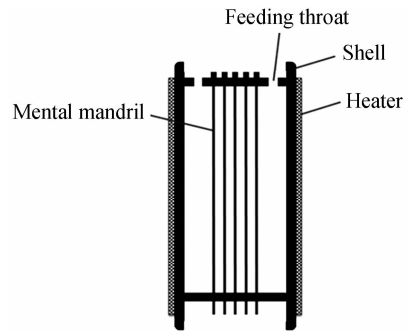
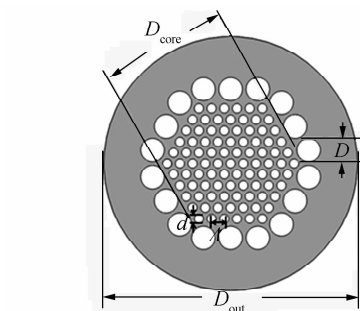
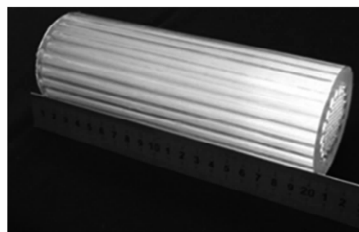


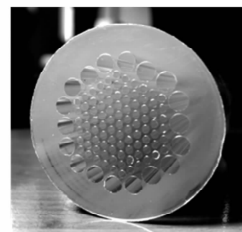
图 3 模具结构示意图
Fig. 3 Schematic diagram of PPCF preform extruding die



(a) Schematic cross-section structure of designed die



(b) Full-length photo



(c) End-face photo

图 4 大赫兹聚合物光子晶体光纤预制棒结构
Fig. 4 Terahertz polymer photonic crystal fiber preform

芯径 D_{core} 以及外径 D_{out} . 为了实现较复杂的结构并保证预制棒的结构完整性, 一般将预制棒的外径做到 70 mm 以上.

制备太赫兹光子晶体光纤预制棒, 主要有前期准备、开始挤出、冷却定型、脱模四个步骤. 在前期准备阶段, 一是对设备进行预热, 使各部分达到能够正常工作的稳定状态; 二是对物料进行充分干燥. 由于采用的是聚合物颗粒原料, 长期储存会使原料中存在一定的水分, 如果水分被混入预制棒, 在拉伸过程中预制棒被加热软化, 水分子受热汽化产生气泡, 造成光纤的结构缺陷.

正式挤出操作前, 用温度为 85℃ 的洁净空气对物料进行除湿干燥 2 h, 充分除湿. 然后, 开始挤出操作, 为使聚合物材料充分熔融, 料筒的三个加热区以及机头的温度都控制在 200℃, 模具的温度控制在 190℃. 颗粒料以一定的速度进入料筒, 并随着螺杆的转动被熔融塑化后缓慢注入模具中. 模具上装有压力传感装置, 当聚合物注满模具腔体后, 关闭螺杆和料筒加热装置, 同时将模具的目标温度设定为 80℃, 使模具自然冷却. 最后, 卸下模具, 在特制的脱模装置上脱模, 取出成型的预制棒. 制备的 ZEONEX 预制棒实物如图 4(b)、(c).

3 光纤预制棒拉伸工艺优化

拉制光纤时一般采用纵向温度梯度分布式的加热模式对预制棒加热, 达到拉伸温度之后, 预制棒产生形变, 在自身重力及悬挂重物的作用下, 局部出现颈缩区. 这时利用牵引轮导向, 就产生一定直径的光纤. 在拉伸中, 如果能保持一定的热量供给, 使成丝量等于熔融量, 则颈缩区域的位置和几何形状可以保持在拉伸炉子的固定位置. 但如果条件控制不当, 在拉丝进行时就会引起颈缩区位置和几何形状发生变化, 这样会使颈缩区域产生移动, 丝径也不稳定.

对于普通的实芯光纤, 如果定义实验中光纤牵引速度为 V_{draw} , 预制棒送料速度为 V_{feed} , 光纤预制棒直径为 D_p , 光纤直径为 D_f , 在稳态条件下由物料守恒可以得到 $V_{\text{feed}} \cdot D_p$ 与 $V_{\text{draw}} \cdot D_f$ 之间的关系, 即

$$\frac{D_p^2}{D_f^2} = \frac{V_{\text{draw}}}{V_{\text{feed}}} \quad (1)$$

于是可推出光纤直径 D_f 与预制棒直径 D_p 的关系为

$$D_f = D_p \sqrt{\frac{V_{\text{feed}}}{V_{\text{draw}}}} \quad (2)$$

由此, 光纤直径可以通过调节送棒与拉伸速度来加以控制. 在给定温度、送棒速度、牵引速度下, 原始预制棒一次性拉丝时, 丝径随时间的变化开始快速变小, 变小的速度又慢慢平稳, 最后达到一个平衡, 接近式 (2) 的理论推算值.

表 1 光纤直径实际值与理论计算值的对比

Table 1 Contrast of fiber diameters between theoretical and experimental values

| Sample No. | Set speed | | Real speed | | Fiber diameter | |
|------------|--|---|--|---|-------------------|-------------------------|
| | Drawing/ ($\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$) | Filling/ ($\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$) | Drawing/ ($\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$) | Filling/ ($\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$) | Real value /mm | Theoretical value/mm |
| 1 | 0.90 | 11.00 | 0.66 | 0.40 | 1.45 | 1.72 |
| 2 | 0.70 | 19.00 | 0.51 | 0.68 | 2.00 | 2.56 |
| 3 | 0.80 | 19.00 | 0.58 | 0.68 | 1.95 | 2.40 |
| 4 | 0.90 | 19.00 | 0.66 | 0.68 | 1.72 | 2.26 |
| 5 | 1.80 | 19.00 | 1.31 | 0.68 | 1.20 | 1.60 |
| 6 | 1.90 | 20.00 | 1.39 | 0.72 | 1.00 | 1.59 |
| 7 | 2.00 | 20.00 | 1.46 | 0.72 | 0.90 | 1.55 |
| 8 | 0.50 | 21.00 | 0.37 | 0.76 | 2.40 | 3.19 |
| 9 | 0.80 | 21.00 | 0.58 | 0.76 | 2.05 | 2.52 |
| 10 | 1.00 | 21.00 | 0.73 | 0.76 | 1.75 | 2.25 |
| 11 | 1.50 | 21.00 | 1.10 | 0.76 | 1.40 | 1.84 |
| 12 | 1.90 | 21.00 | 1.39 | 0.76 | 1.20 | 1.63 |
| 13 | 4.00 | 21.00 | 2.92 | 0.76 | 0.95 | 1.13 |
| 14 | 5.00 | 21.00 | 3.65 | 0.76 | 0.80 | 1.01 |

但是,由于拉丝塔的速度控制系统误差等原因,牵引和送棒的设定速度与实际速度有一定的偏差.另外,对于多空气孔结构的光子晶体光纤,在拉丝过程中材料受热软化,各局部区域的材料会因为自身的受力情况改变状态,空气孔的形状会发生变化,从而引起光纤的直径偏离理论值的现象.整理实验过程中对应的牵引速度、送棒速度、稳定的光纤直径,将其与利用式(2)推算出的理论光纤直径的值进行对比,结果见表1.可以看出,实际的光纤直径明显比理论直径要小,为了更直观地看出两者之间的关系,将表1中14组数据绘制成曲线图如图5,两者的趋势都是相同的,只是在纵坐标上有一个平移,因此可以加上一个参数进行修正,如 $R_{\text{real}} = R_{\text{theory}} + \alpha$, 此时 $\alpha < 0$.

光子晶体光纤的主体结构主要由预制棒来决定,但是由于预制棒在热拉伸时内部结构会自发的发生变化,为了调节光纤结构的变形率,在拉丝塔上增加气体微压控制装置,在预制棒受热拉伸过程中,向其空气孔中通入惰性气体,相对大气环境气压保持微弱的气压差,以此可以调节光纤的结构尺寸、减少材料热老化.借助该技术,还可以实现一些在预制棒制作上难以得到的光纤结构.

图6是拉丝塔上加装的光子晶体光纤拉伸专用微气压控制装置原理(图中左侧虚线框内部分所示为一般采用的纵向温度梯度分布式的加热模式).从氮气瓶输出的高压气体首先经过减压阀降低压强,然后进入气压控制装置,输出后进入用于气压缓冲的气室,最后将气室与预制棒中的空气孔连接.气压传感器实时测量气室内的气压,将数据反馈给气压控制装置,实现气室和预制棒内气压的实时控制.

经测试,该装置在10~200 Pa范围内可实现 ± 1.5 Pa的误差控制,完全满足实验需求.图7是聚合物光子晶体光纤在拉伸过程中通入氮气的压强分别为0 Pa、10 Pa、30 Pa、50 Pa时,所形成的光纤的横截面照片.可以看出,气压对光纤结构影响显著,对于本文制备的这种多孔悬浮芯聚合物光子晶体光纤,气压越高,周围的大空气孔越大,理论上对于悬浮芯光子晶体光纤用于太赫兹波的传输非常有利.

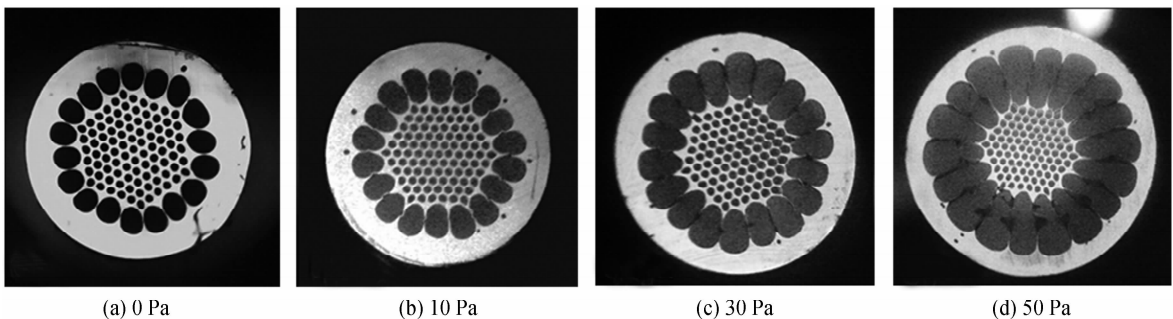


图7 不同微气压对光子晶体光纤结构的影响

Fig. 7 Effective improvement of PPCF structures at different micro-pressures

4 结论

通过光子晶体光纤的制作工艺、方法以及设备的改进,较大程度上提高了光纤预制棒的成品率和光纤的形变控制.尤其是微压差拉丝技术的突破,一方面有利于在拉丝过程中保持光纤的原设计结构;另一方面若

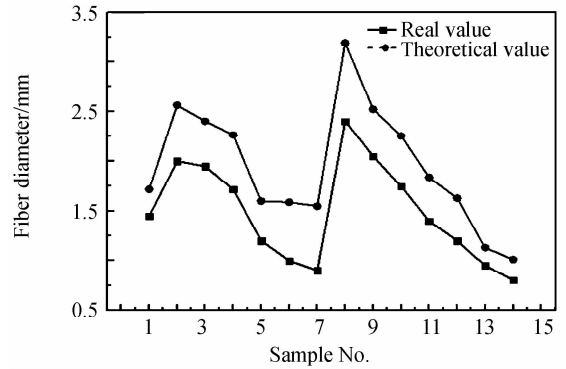


图5 光纤直径实际值与理论计算值的对比

Fig. 5 Contrast of fiber diameters between theoretical and experimental values

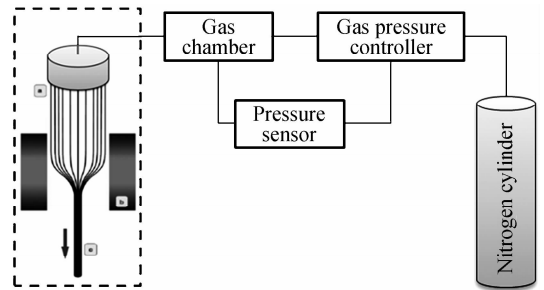


图6 光子晶体光纤拉丝微气压自动控制装置原理示意图

Fig. 6 Schematic diagram of micro-pressure auto-control setup for PPCF drawing

气压调整合适,有望制备出仅通过前期预制棒制作技术难以实现的光纤结构,例如超高空气填充率的光子晶体光纤结构.

参考文献

- [1] FRANKEL M Y, GUPTA S, VALDMANIS J, *et al.* Terahertz attenuation and dispersion characteristics of coplanar transmission lines[J]. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 1991, **39**(6):910-916.
- [2] MCGOWAN R W, GALLOT G, GRISCHKOWSKY D. Propagation of ultrawideband and short pulses of terahertz radiation through submillimeter-diameter circular waveguides[J]. *Optics Letters*, 1999, **24**(20):1431-1433.
- [3] GALLOT G, JAMISON S P, MCGOWAN R W, *et al.* Terahertz waveguides[J]. *Journal of the Optical Society of America B*, 2000, **17**(5):851-863.
- [4] WANG K, MITTLEMAN D M. Metal wires for terahertz wave guiding[J]. *Nature*, 2004, **432**(7015):376-379
- [5] WANG K, MITTLEMAN D M. Guided propagation of terahertz pulses on metal wires[J]. *Journal of the Optical Society of America B*, 2005, **22**(9):2001-2008.
- [6] UNG B, MAZHOROVA A, DUPUIS A, *et al.* Polymer microstructured optical fibers for terahertz wave guiding[J]. *Optics Express*, 2011, **19**(26):B848-B861.
- [7] MENDIS R, GRISCHKOWSKY D. Plastic ribbon THz waveguides[J]. *Journal of Applied Physics*, 2000, **88**(7):4449-4451.
- [8] CHEN L, CHEN H, KAO T, *et al.* Low-loss subwavelength plastic fiber for terahertz waveguiding[J]. *Optics Letters*, 2006, **31**(3):308-310.
- [9] LAI C, HSUEH Y, CHEN H, *et al.* Low-index terahertz pipe waveguides[J]. *Optics Letters*, 2009, **34**(21):3457-3459.
- [10] LU J, YU C, CHANG H, *et al.* Terahertz air-core microstructure fiber[J]. *Applied Physics Letters*, 2008, **92**(6):064105.
- [11] RUSSELL P. Photonic crystal fibers[J]. *Science*, 2003, **299**(5605):358-362.
- [12] YABLONOVITCH E, GMITTER T J, LEUNG K M. Photonic band structure: the face-centered-cubic case employing nonspherical atoms[J]. *Physical Review Letters*, 1991, **67**(17):2295-2298.
- [13] ASNAGHI D, GAMBIRASIO A, MACCHETTA A, *et al.* Fabrication of a large-effective-area microstructured plastic optical fibre: design and transmission tests[C]. Proceedings of ECOC-IOOC. 2003:632-633.
- [14] RAJESH M, SHEEBA M, GEETHA K, *et al.* Fabrication and characterization of dye-doped polymer optical fiber as a light amplifier. [J]. *Applied Optics*, 2007, **46**(1):106-112.
- [15] UNG B, MAZHOROVA A, DUPUIS A, *et al.* Polymer microstructured optical fibers for terahertz wave guiding [J]. *Optics Express*, 2011, **19**(26):848-861.
- [16] JIN Y S, KIM G J, JEON S G. Terahertz dielectric properties of polymers[J]. *Journal of the Physical Korean Society*, 2006, **49**(2):513-517.
- [17] DUPUIS A, STOEFLER K, UNG B, *et al.* Transmission measurements of hollow-core THz Bragg fibers[J]. *Journal of the Optical Society of America B*, 2011, **28**(4):896-907
- [18] FUKUCHI K, KOJIMA S, HISHIDA Y, *et al.* Optical water-level sensors using fiber bragg grating technology[J]. *Hitachi Cable Review*, 2002, **21**(3):23-28.
- [19] ANTHONY J, LEONHARDT R, ARGYROS A, *et al.* Characterization of a microstructured Zeonex terahertz fiber [J]. *Journal of the Optical Society of America B*, 2011, **28**(5):1013-1018.
- [20] FISCHER B, HOFFMANN M, JEPSEN U P, *et al.* Use of the plastic materials topas and zeonex for biotechnological applications in the terahertz range: EP, EP1505382[P]. 2005.