

基于气相沉积法的掺铒光纤制备与温度特性

武洋, 潘蓉, 杨鹏, 衣永青

Fabrication and temperature characteristics of erbium-doped fiber based on chemical vapor deposition

引用本文:

武洋,潘蓉,杨鹏,衣永青. 基于气相沉积法的掺铒光纤制备与温度特性[J]. 激光技术, 2023, 47(6): 841–845.

WU Yang, PAN Rong, YANG Peng, et al. Fabrication and temperature characteristics of erbium-doped fiber based on chemical vapor deposition[J]. *Chinese Journal of Liquid Crystals and Displays*, 2023, 47(6): 841–845.

您可能感兴趣的其他文章

1. 掺铒光纤自发辐射宽带光源的带宽优化研究

引用本文: 郝蕴琦, 贾若一, 丁贝贝, 等. 掺铒光纤自发辐射宽带光源的带宽优化研究[J]. 激光技术, 2023, 47(4): 500–505.

2. 四波混频对掺镱光纤激光光谱展宽特性的影响

引用本文: 王丹凤, 张恩涛, 姜明瑞, 等. 四波混频对掺镱光纤激光光谱展宽特性的影响[J]. 激光技术, 2023, 47(3): 372–379.

3. 波长可调谐的锁模柱矢量光纤激光器

引用本文: 吕家亮, 姚培军, 许立新. 波长可调谐的锁模柱矢量光纤激光器[J]. 激光技术, 2023, 47(4): 454–458.

4. 可调谐单纵模多波长光纤激光器的研究

引用本文: 陈龙辉, 谢芳, 郭晓蕾, 等. 可调谐单纵模多波长光纤激光器的研究[J]. 激光技术, 2021, 45(6): 681–685.

5. 掺铥光纤铥活性中心发光机理的研究进展

引用本文: 贾宝楠, 王付刚, 孙仕豪, 等. 掺铥光纤铥活性中心发光机理的研究进展[J]. 激光技术, 2020, 44(6): 657–663.

文章编号: 1001-3806(2023)06-0841-05

基于气相沉积法的掺铒光纤制备与温度特性

武洋, 潘蓉, 杨鹏, 衣永青

(中国电子科技集团公司第四十六研究所, 天津 300220)

摘要: 为了研制温度稳定性满足中高精度光纤陀螺仪中超荧光光源使用要求的掺铒光纤, 采用螯合物气相沉积法制备了 Al-Er 共掺和 Al-Ge-Er 共掺两种掺铒光纤。同时对两种光纤的吸收系数和本底损耗进行了测试研究, 并搭建超荧光光源测试平台, 对 Al-Ge-Er 共掺光纤的温度稳定性进行了实验验证。结果表明, 在制备光纤时通入等量的铒的螯合物, Al-Er 共掺光纤具有更高的吸收系数, 但本底损耗较高; 两种光纤在 1530 nm 的吸收系数分别为 35.6 dB/m 和 20.0 dB/m, 在 1200 nm 的本底损耗为 31.7 dB/km 和 6.3 dB/km; 在 -45.0 °C ~ 70.0 °C 变温范围内, Al-Ge-Er 共掺光纤的自发辐射光谱在中心波长为 1560.84 nm, 10.51 nm 带宽的平均波长变化约为 6.52×10^{-7} nm/°C, 该光纤可满足高精度光纤陀螺的超荧光光源使用要求。该研究为掺铒光纤的研制提供了参考。

关键词: 光纤光学; 掺铒光纤; 气相沉积; 温度特性; 平均波长

中图分类号: TN253 文献标志码: A doi:10.7510/jgjs. issn. 1001-3806. 2023. 06. 016

Fabrication and temperature characteristics of erbium-doped fiber based on chemical vapor deposition

WU Yang, PAN Rong, YANG Peng, YI Yongqing

(The 46th Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Tianjin 300220, China)

Abstract: In order to develop erbium-doped fibers with temperature stability to achieve the requirements of super-fluorescent light sources for medium and high precision fiber optic gyroscopes, two types of erbium-doped fibers, Al-Er co-doped and Al-Ge-Er co-doped were prepared by a chelate vapour deposition method. The absorption coefficients and background losses of the two fibers were measured, and the temperature stability of the Al-Ge-Er co-doped fibers was verified experimentally by building a test platform for the super fluorescent light source. The study shows that the Al-Er co-doped fibers have higher absorption coefficients but worse background losses when they are fabricated with an equal volume of erbium chelate. The absorption coefficients of the two fibers are 35.6 dB/m and 20.0 dB/m at 1530 nm, and the background losses are 31.7 dB/km and 6.3 dB/km at 1200 nm. In the temperature range of -45.0 °C ~ 70.0 °C, the spontaneous emission spectrum mean wavelength variation of the Al-Ge-Er co-doped fiber fabricated by chelate vapor deposition method is about 6.52×10^{-7} nm/°C at the central wavelength of 1560.84 nm with the bandwidth of 10.51 nm. This fiber can achieve the requirements of a super-fluorescent light source for high precision fiber optic gyroscope. And this study provides a reference for the development of erbium-doped optical fibers.

Key words: fiber optics; erbium-doped fiber; chemical vapor deposition; temperature characteristics; mean wavelength

引言

1985 年, 英国南安普顿大学 POOLE 等人使用改进的化学气相沉积法(modified chemical vapour deposition, MCVD) 制备出低损耗的掺铒光纤^[1]。经过近 40 年的发展, 掺铒光纤因其具有光纤通信波段增益、抽运

作者简介: 武洋(1990-), 男, 工程师, 现主要从事特种光纤制备技术的研究。

E-mail: wuyangzmq@126.com

收稿日期: 2022-10-26; 收到修改稿日期: 2022-12-22

效率高、增益带宽大等优点, 已在光纤通信、红外激光、光纤传感等领域得到了广泛的应用^[2-3]。并且, 利用铒离子放大自发辐射(amplification of spontaneous emission, ASE) 效应制作的掺铒光纤超辐射光纤光源(super-fluorescent fiber sources, SFS) 不仅兼具激光的高功率和发光二极管的宽光谱特点, 更具有平均波长稳定性好的优点, 现已成为高精度光纤陀螺光源的首选^[4-7]。

目前, 掺铒光纤的制备技术主要有直接纳米粒子沉积法 (direct nanoparticle deposition, DND)^[8-10] 和基

于 MCVD 工艺的液相掺杂法^[11-13]、溶胶-凝胶法^[14-15]等。其中,DND 技术可实现铒离子的高浓度掺杂,但因其制备工艺复杂、成本高、受专利限制等原因,仅有 Liekki 公司等少数企业仍在使用。基于 MCVD 工艺的液相掺杂法则应用广泛,2012 年,北京交通大学 LIU 使用该技术制备出了 1530 nm 吸收系数为 84.3 dB/m 的单模掺铒光纤^[16];2022 年,华中科技大学 LI 团队在该技术基础上研制出了多芯掺铒光纤和 L 波段扩展掺铒光纤^[17-18]。液相掺杂法和溶胶-凝胶法的制备工艺同样较为复杂,并且在预制棒制备过程中会产生大量的 OH⁻,造成光纤本底损耗的恶化。2009 年,LENARDIG 等人提出了基于 MCVD 的稀土螯合物气相沉积技术^[19],该技术制成的掺稀土光纤不仅 OH⁻含量低,而且铒离子分布均匀;2014 年,ANUAR 等人使用该制备技术实现了 Er³⁺ 和 Al³⁺ 的共同掺杂,并且完成 4 层芯层的沉积^[20],证明了该制备技术能够实现纤芯的多层沉积,可用于生产大芯径掺铒光纤。目前,国内还少有关于使用螯合物气相沉积法研制光纤陀螺光源用掺铒光纤的报道,本文作者使用该技术制备 Al-Er 共掺和 Al-Ge-Er 共掺两种掺铒光纤,并对光纤的温度特性开展研究。

1 光纤制备

掺铒光纤芯棒螯合物化学气相沉积系统如图 1 所示^[21]。该沉积系统由螯合物高温供料系统和改进型化学气相沉积设备组成。其中铒的螯合物 Er(thmd)₃ 经高温加热保温后,由氦气携带进入石英反应管内,并在反应管内与氧气等原料发生化学反应后沉积于石英

表 1 掺铒光纤制备参数

Table 1 Parameters of erbium-doped fiber fabricating

doping type	deposition temperature/°C	Er(thmd) ₃ gas flow/(mL·min ⁻¹)	AlCl ₃ gas flow/(mL·min ⁻¹)	SiCl ₄ gas flow/(mL·min ⁻¹)	GeCl ₄ gas flow/(mL·min ⁻¹)	number of passes
Al-Er	1940	120	225	110	0	2
Al-Ge-Er	1940	120	160	110	200	2

选定合适的石英管套管,将掺铒光纤芯棒经加套处理后制作成掺铒光纤预制棒,最后使用光纤拉丝塔将其拉制成直径为 125.0 μm±1.0 μm 的掺铒光纤。

2 预制棒及掺铒光纤特性分析

使用光纤预制棒分析仪对实验制备的预制棒进行测试分析,Al-Er 共掺和 Al-Ge-Er 共掺两种光纤预制棒的径向折射率分布如图 2 所示。其中 y 轴为纤芯与石英包层的折射率差值。

管内壁,后在氢氧焰的高温加热下玻璃化,形成光纤芯棒的芯层。

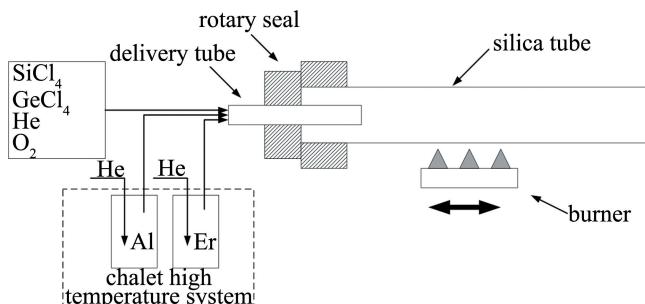


图 1 融合物化学气相沉积设备示意图^[21]

Fig. 1 Schematic diagram of chelate chemical vapor deposition equipment^[21]

反应由于 Er³⁺ 在纯二氧化硅中的溶解度较低,实验中采用 Al³⁺ 进行共同掺杂,提高预制棒中铒离子掺杂浓度,并降低因 Er³⁺ 高浓度掺杂引起的团簇效应。其中,Al³⁺ 由 AlCl₃ 气体与 O₂ 反应后的 Al₂O₃ 提供。为使 Er(thmd)₃ 和 AlCl₃ 能够充分气化,需将 Er(thmd)₃ 和 AlCl₃ 分别加热至 190 °C ~ 200 °C 和 130 °C ~ 140 °C。同时因 Er(thmd)₃ 和 AlCl₃ 的气体浓度与其容器的温度正相关,为了稳定进入反应管中螯合物和 AlCl₃ 浓度,需在螯合物高温供料系统温度到达预定值后保温 1 h 以上。基于该工艺方案,本文中制备了 Al-Er 共掺和 Al-Ge-Er 共掺两种光纤,纤芯芯层制备参数设定值如表 1 所示。反应管采用 Heraeus 的 F300 系列,并在芯层沉积前预沉积数层由 SiO₂-P₂O₅ 构成的隔离层,用于减少反应管和氢氧焰中羟基扩散进入芯层,防止由此引起的本底损耗升高。

依照掺铒光纤纤芯直径与包层直径的设计比例,

由图 2 可以看出,当纤芯中掺入 Ge 元素时,预制棒的折射率呈现“倒刺”状,而 Al-Er 共掺预制棒的折射率分布曲线则较为平滑,这是因为在高温下,相较于 Ge⁴⁺,Al³⁺ 在二氧化硅基底中极易发生扩散,Al³⁺ 在纤芯中的分布更加均匀,从而造成芯层折射率趋于平坦。同时 Al-Ge-Er 共同掺杂的预制棒中心存在折射率凹陷的现象,该问题是因为在石英管塌缩成石英棒过程中,石英管的温度会达到 2200 °C 以上,而 GeO₂ 在高温下极易挥发,从而造成纤芯中心折射率的降低。

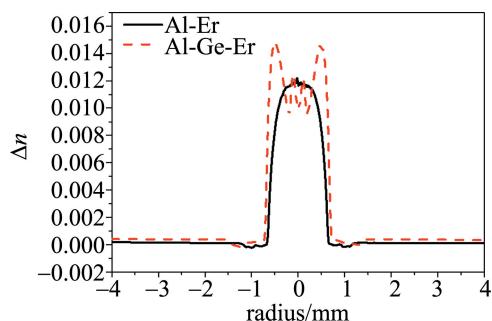


图 2 光纤预制棒径向折射率分布图

Fig. 2 Radial refractive index profile of optical fiber preform

在对掺铒光纤预制棒拉丝过程中发现,Al-Er 共掺的预制棒在拉丝后,剩余预制棒的芯部出现了大量的白色不透明物质,如图 3 所示,且在预制棒芯棒制备过程中并未出现该白色物质。随后通过分别改变 $\text{Er}(\text{thmd})_3$ 和 AlCl_3 的载气流量进行了多次实验,实验中发现,白色物质的产生并不随 $\text{Er}(\text{thmd})_3$ 载气流量的增减发生变化,但当 AlCl_3 的载气流量较低时,该白色物质并未出现,而当流量较高时,可重复出现此白色物质,由此证明该白色物质为 Al_2O_3 的析晶。



图 3 拉丝后掺铒光纤预制棒

Fig. 3 Erbium doped fiber preform after drawing

对两种拉制后的光纤进行了相关测试,Al-Er 共掺光纤的 1530.0 nm 吸收系数为 45.8 dB/m,而 Al-Ge-Er 共掺光纤的吸收系数仅为 20.0 dB/m。但是,Al-Er 共掺光纤在 1200.0 nm 处的本底损耗为 31.7 dB/km,远高于 Al-Ge-Er 共掺光纤的 6.3 dB/km。在两种光纤的制备过程中, $\text{Er}(\text{thmd})_3$ 的载气流量均为 120 mL/min,且温度相同,由此可以看出,Al³⁺的沉积能够提高 Er³⁺的沉积效率,提升 Er³⁺掺杂浓度,同时随着 Al³⁺掺杂量的升高,掺铒光纤的本底损耗恶化明显。该损耗可能是由拉丝过程 Al_2O_3 的析晶所导致。所以,在使用 Al³⁺离子掺杂降低 Er³⁺的团簇和提升 Er³⁺的沉积浓度的同时,应设计合适的 Al³⁺掺杂量,减少 Al³⁺掺杂的掺杂浓度,降低 Al³⁺对光纤本底损耗的影响。而对于光纤相对折射率的调制,可在纤芯中共同掺杂 Ge⁴⁺,通过调整 Ge⁴⁺的浓度,实现相对折射率的调控。

由于 Al-Er 共掺光纤的本底损耗较高,不满足正常使用的要求,故只对 Al-Ge-Er 共掺光纤的吸收与自发辐射光谱同温度的关系进行了测试研究,其测试结果如图 4 和图 5 所示。

由图 4 可以看出,与 25.0 °C 室温情况相比,在

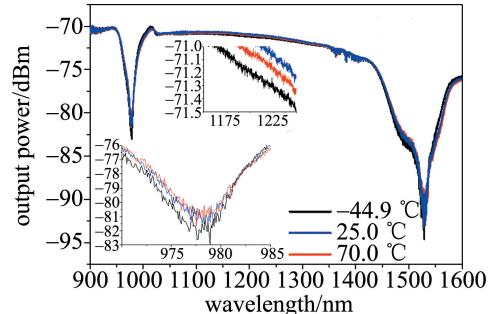


图 4 Al-Ge-Er 共掺光纤的吸收光谱与温度的关系

Fig. 4 Temperature dependence of absorption spectrum of Al-Ge-Er co-doped fibers

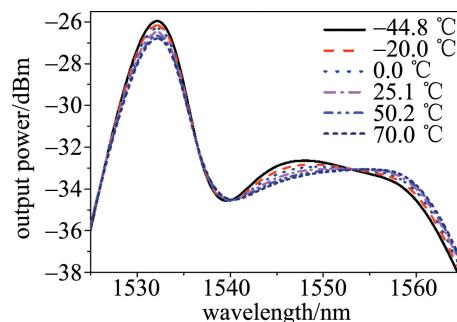


图 5 Al-Ge-Er 共掺光纤的 ASE 光谱与温度的关系

Fig. 5 Temperature dependence of ASE spectrum of Al-Ge-Er co-doped fibers

-44.9 °C 时掺铒光纤 980.0 nm 附近的吸收峰峰值变化较大,增大 1.0 dB 以上,而在 70.0 °C 时 980.0 nm 吸收峰峰值较 25.0 °C 时的变化较小。同时观测到相较于室温 25.0 °C,1200.0 nm 处的本底损耗在-44.9 °C 和 70.0 °C 时均有所增加,最大变化约为 0.15 dB。在图 5 中,Al-Ge-Er 共掺光纤自发辐射各波长的功率密度跟随温度相继变化,并且各波长的变化规律不完全一致。这是由于掺铒光纤的自发辐射光谱不仅与光纤纤芯直径、模场直径有关,同时受光纤本底损耗变化的影响^[22],这些参数均会受到光纤温度变化的影响,在多个参数的相互作用下,造成了掺铒光纤自发辐射光谱中各波长功率密度变化不相同的现象。

掺铒光纤作为掺铒光纤超荧光光源的重要部件,其平均波长的温度稳定性决定了光源系统的性能。为了测试基于螯合物气相沉积法制备的 Al-Ge-Er 共掺光纤平均波长的温度稳定性,搭建了如图 6 所示的掺铒光纤超荧光光源测试平台,使用光谱分析仪采集光源光谱。其中 Al-Ge-Er 共掺光纤的长度为 3.2 m,抽运源中心波长为 974.3 nm,实验中抽运源电压电流保持恒定。

如图 7 所示,在常温状态下,通过调整抽运源功率,使光源出射功率达到 12.02 mW,此时,Al-Ge-Er 共掺光纤的荧光光谱中心波长为 1560.84 nm,激发峰的

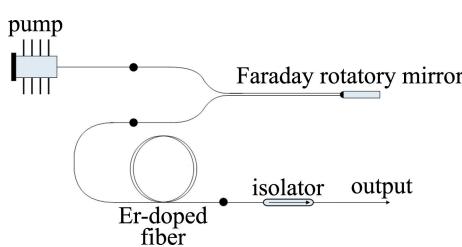


图 6 Al-Ge-Er 共掺光纤的 SFS 测试平台示意图

Fig. 6 SFS test platform diagram of Al-Ge-Er co-doped fiber

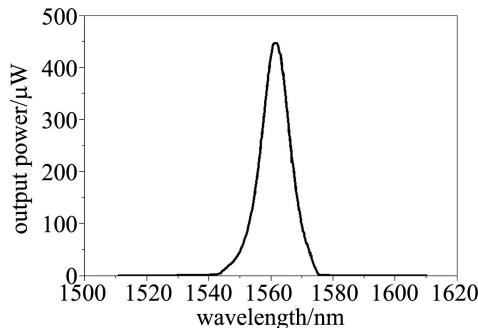


图 7 常温下 Al-Ge-Er 共掺光纤的 ASE 峰

Fig. 7 ASE peak of Al-Ge-Er co-doped fiber at room temperature

3 dB 谱宽为 10.51 nm。

将掺铒光纤放置于温箱中, 在-45.0 ℃~70.0 ℃的变化范围内, 对光源的出射光谱进行连续监测, 并每隔 1 min 对光源光谱的平均波长进行采样计算, Al-Ge-Er 共掺光纤的平均波长与在不同温度下的变化如图 8 所示。实验结果表明, 在该变温区间内, 基于螯合物气相沉积法制备的 Al-Ge-Er 共掺光纤的荧光光谱平均波长变化约为 6.52×10^{-7} nm/℃。

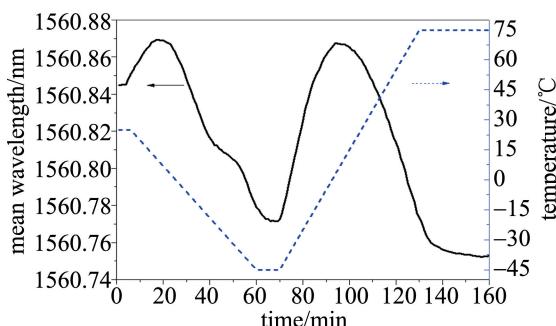


图 8 全温下 Al-Ge-Er 共掺光纤 ASE 峰的平均波长

Fig. 8 Mean wavelength of ASE peak in Al-Ge-Er co-doped fiber at full temperature

3 结 论

本文中介绍了使用螯合物气相沉积法制备掺铒光纤的工艺技术, 并在此基础上制备了 Al-Er 共掺和 Al-Ge-Er 共掺两种掺铒光纤, 通过实验证明了 Al-Er 共掺光纤中 Al³⁺掺杂会导致光纤预制棒纤芯析晶失透和光纤本底损耗的增加。对 Al-Ge-Er 共掺光纤在 45.0 ℃~

70.0 ℃范围内吸收光谱和发射光谱的温度特性进行了研究, 并搭建了超荧光光源测试平台对 Al-Ge-Er 共掺光纤的平均波长温度稳定性进行测试研究。实验证明, 在-45.0 ℃~70.0 ℃变温区间内, 使用螯合物气相沉积法制备的 Al-Ge-Er 共掺光纤平均波长变化约为 6.52×10^{-7} nm/℃, 可满足中高精度光纤陀螺中超荧光光源的使用要求。

参 考 文 献

- [1] POOLE S B, PAYNE D N, FERMANN M E. Fabrication of low-loss optical fibres containing rare-earth ions [J]. Electronics Letters, 1985, 17(21): 737-738.
- [2] LIU Sh Sh, ZHANG L, WEI H M, et al. Study on amplification of ring-core erbium-doped vortex fibers[J]. Chinese Journal of Lasers, 2023, 50(10): 1006003 (in Chinese).
- [3] ZHANG B, ZHANG E T, HU X Ch, et al. Amplification characteristics of multiwavelength erbium-doped fiber laser amplifiers[J]. Laser Technology, 2018, 42(3): 325-330 (in Chinese).
- [4] HAO Y Q, JIA R Y, DING B B, et al. Research of optimized widebandwidth optical source with Er³⁺-doped fiber amplified spontaneous emission[J]. Laser Technology, 2023, 47(4): 500-505 (in Chinese).
- [5] OU P, CAO B, ZHANG Ch X, et al. Analysis of mean-wavelength stability of Er-doped super fluorescent fiber sources[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2008, 45(5): 26-30 (in Chinese).
- [6] GUILLAUMOND D, MEUNIER J P. Comparison of two flattening techniques on a double-pass erbium-doped superfluorescent fiber source for fiber-optic gyroscope[J]. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, 2001, 7(1): 17-21.
- [7] QIU J L, WANG L, HUANG T Ch, et al. Review of development of interferometric fiber-optic gyroscopes[J]. Acta Optica Sinica, 2022, 42(17): 1706004 (in Chinese).
- [8] SODERLUND M, TAMMELA S, HOFFMAN H J, et al. Direct nanoparticle deposition builds active fibers[J]. Laser Focus World, 2006, 42(1): 103-111.
- [9] 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. New York, USA: IEEE, 2002: 1-2.
- [10] KIR'YANOV A V, BARMENKOV Y O, SANDOVAL-ROMERO G E, et al. Er³⁺ concentration effects in commercial erbium-doped silica fibers fabricated through the MCVD and DND technologies[J]. IEEE Journal of Quantum Electronics, 2013, 49(6): 511-521.

- [11] FU Y J, JIAN W, ZHENG K, et al. Refractive index control in fabrication of erbium doped fiber[J]. Chinese Journal of Lasers, 2006, 33(3): 347-350(in Chinese).
傅永军, 简伟, 郑凯, 等. 掺铒光纤的纤芯折射率[J]. 中国激光, 2006, 33(3): 347-350.
- [12] CHENG Y Sh. The research on erbium-doped and erbium-ytterbium co-doped fibers for 1.5 μm fiber laser[D]. Wuhan: Huazhong University of Science & Technology, 2020: 45-58(in Chinese).
程永师. 用于1.5 μm光纤激光器的掺铒及铒镱共掺光纤研究[D]. 武汉: 华中科技大学, 2020: 45-58.
- [13] GAO Y M, FENG G, LIU Y J, et al. Manufacture of erbium-doped optica fiber[J]. Infrared and Laser Engineering, 2009, 38(3): 515-519(in Chinese).
高亚明, 冯光, 刘永建, 等. 掺铒光纤的研制[J]. 红外与激光工程, 2009, 38(3): 515-519.
- [14] YANG Q, JIAO Y, YU C, et al. Gain and laser performance of heavily Er-doped silica fiber fabricated by MCVD combined with the sol-gel method [J]. Chinese Optics Letters, 2021, 19(11): 110603.
- [15] BISWAS A, MACIEL G S, KAPOOR R, et al. Er³⁺-doped multi-component sol-gel-processed silica glass for optical signal amplification at 1.5 μm[J]. Applied Physics Letters, 2003, 82(15): 2389-2391.
- [16] LIU Zh M. Study and fabrication of single mode large-mode-diameter high concentration erbium doped fibers and related device[D]. Beijing: Beijing Jiaotong University, 2012: 59-91(in Chinese).
刘志明. 单模大模场直径高浓度掺铒光纤及相关器件的研制[D]. 北京: 北京交通大学, 2012: 59-91.
- [17] GU Zh M, CHU Y B, LI H Q, et al. Fabrication and amplification characteristics of multicore erbium-doped fiber[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(9): 0906003(in Chinese).
辜之木, 褚应波, 李海清, 等. 多芯掺铒光纤的制备及其放大性能[J]. 中国激光, 2022, 49(9): 0906003.
- [18] HE L, CHU Y B, DAI N L, et al. Silicate-based erbium-doped fiber extended to L-band and its amplification performance[J]. Acta Physica Sinica, 2022, 71(15): 154204(in Chinese).
何乐, 褚应波, 戴能利, 等. 石英基L波段扩展掺铒光纤及其放大性能[J]. 物理学报, 2022, 71(15): 154204.
- [19] LENARDIC B, KVEDER M. Advanced vapor-phase doping method using chelate precursor for fabrication of rare earth-doped fibers [C]//2009 Optical Fiber Communication Conference. New York, USA: IEEE, 2009: 1538-1540.
- [20] ANUAR K, MUHD-YASIN S Z, ZULKIFLI M I, et al. Er₂O₃-Al₂O₃ doped silica preform prepared by MCVD-chelate vapor phase delivery technique[J]. Advanced Materials Research, 2014, 896: 219-224.
- [21] SAHA M, PAL A, SEN R. Vapor phase doping of rare-earth in optical fibers for high power laser[J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2014, 26(1): 58-61.
- [22] XU H J, DU S H. Temperature dependence of absorption and emission cross sections in erbium-doped fibers[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2014, 51(10): 100601(in Chinese).
徐宏杰, 杜赛辉. 掺铒光纤吸收截面和发射截面温度特性研究[J]. 激光与光电子学进展, 2014, 51(10): 100601.