

基于液相掺杂的低损耗近等厚芯层掺稀土光纤

耿鹏程, 庞璐, 武洋, 衣永青, 宁鼎

(中国电子科技集团公司 第四十六研究所, 天津 300220)

摘要: 过高的纤芯损耗和纤芯折射率非均匀性严重制约了掺稀土光纤在高功率光纤激光器中的应用, 提出一种基于液相掺杂的低损耗近等厚芯层掺稀土光纤的工艺方法。结合改良的化学气相沉积(MCVD)溶液掺杂法制备了含有多层疏松层的掺稀土光纤预制棒, 理论分析了光纤预制棒缩棒前、后芯层差的变化原理, 采用流量递减沉积工艺降低了缩棒后不同芯层之间的厚度差, 并通过优化脱水工艺有效降低了多层疏松层中残留水分的含量。实验结果表明: 制备的掺稀土光纤在 1380 nm 波长处的纤芯损耗仅为 9.1 dB/km, 有效降低了掺稀土光纤的纤芯损耗和折射率非均匀性。

关键词: 溶液掺杂; 疏松层; 脱水; 掺稀土光纤

中图分类号: TN253 文献标志码: A 文章编号: 1002-5561(2021)01-0048-04

DOI: 10.13921/j.cnki.issn1002-5561.2021.01.010

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Low loss near equal thickness core rare earth doped fiber based on liquid phase doping

GENG Pengcheng, PANG Lu, WU Yang, YI Yongqing, NING Ding

(The 46th Research Institute of CETC, Tianjin 300220, China)

Abstract: The application of rare earth doped fiber in high power fiber laser is seriously restricted by high core loss and nonuniformity of core refractive index. A novel process method based on liquid phase doping for low loss near equal thickness core layer rare earth doped fiber is proposed. Based on the modified chemical vapor deposition (MCVD) solution doping method, rare earth doped optical fiber preform with multi-layer loose layer is prepared. The change principle of core layer difference before and after shrinking fiber preform is analyzed theoretically. The thickness difference between different core layers is reduced by flow decreasing deposition process, and the residual moisture content in multilayer loose layer was effectively reduced by optimizing dehydration process quantity. The experimental results show that the core loss of the prepared rare earth doped fiber is only 9.1 dB/km at 1380 nm, which effectively reduces the core loss and refractive index inhomogeneity of the rare earth doped fiber.

Key words: solution doping; loose layer; dehydration; rare earth doped fiber

0 引言

光纤激光器具有高效率、宽窄线、低阈值和轻便小巧等突出优点, 已广泛应用于军事、工业加工、医疗以及光通信等领域。然而, 随着光纤激光器输出功率迈入万瓦门槛, 由掺稀土光纤损耗导致的热效应已成为限制激光器输出功率进一步提升的重要瓶颈之一^[1-3]。

收稿日期: 2020-05-18。

基金项目: 国家自然科学基金(编号 61405179)资助。

作者简介: 耿鹏程(1983—), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为掺稀土光纤与光纤传感。2013年, 毕业于南开大学现代光学研究所后入职中国电科第四十六研究所; 2017年10月, 入选天津市创新人才推进计划; 2019年1月, 被评选为“中国电子科技集团有限公司青年拔尖人才”。



基于改良的化学气相沉积(MCVD)工艺结合溶液掺杂法^[4]是目前研制掺稀土光纤的主要通用方法之一, 它具有工艺成熟、对设备环境要求低等诸多优点。预制棒中的残留水分是引起光纤损耗增加的重要因素之一, 由于溶液掺杂法涉及将预制棒中疏松层在稀土溶液中进行浸泡这一工艺环节, 所以必须对疏松层进行充分脱水才能保证掺稀土光纤具有较低的损耗。此外, 为解决掺稀土光纤纤芯内折射率分布与离子掺杂均匀性的问题, 目前基于液相掺杂法的掺稀土光纤预制棒已由单层疏松层沉积发展为多层疏松层沉积^[5-6]。基于气相掺杂法制备的掺稀土光纤, 通过增加芯层沉积层数, 即可不断提高纤芯均匀性^[7-8]。一般疏松层沉积层数在十层以内。然而, 基于液相掺杂法制备掺稀

土光纤中疏松层沉积层数过多时, 会存在疏松层局部脱落等问题。

因此, 本文结合 MCVD 溶液掺杂法, 提出一种基于液相掺杂的低损耗近等厚芯层掺稀土光纤的工艺方法。

1 缩棒前、后芯层厚度比的理论分析

对于基于液相掺杂法制备的掺稀土光纤, 除适当增加芯层层数外, 降低缩棒后芯层之间的厚度差也是一条提高纤芯均匀性的重要途径。

对于多层疏松层沉积, 如每一层疏松层沉积时, 四氯化硅等原料采用等流量设置, 那么含有多层疏松层的中空反应管缩成实心棒后, 每一层芯层的厚度将会不同, 此处以 8 层疏松层为例, 如图 1 所示。光纤预制棒共包含 8 层芯层, 可以看出当含疏松层的反应管缩成实心棒后, 靠近包层部分的 5 层芯层厚度差相对较小, 靠近纤芯中心的 3 层芯层厚度差相对较大, 而最中心的芯层厚度最大, 在一定程度上会影响到纤芯的折射率分布均匀性与离子掺杂均匀性。

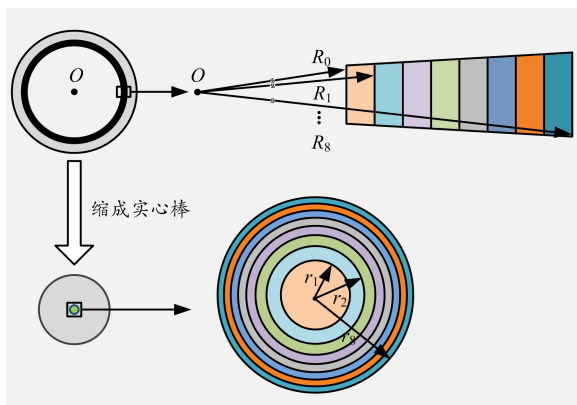


图 1 疏松层等流量沉积时, 反应管缩成实心棒后不同芯层厚度示意图

本文采用逐层流量递减沉积的方式, 使每一层芯层具有相同的厚度。疏松层沉积厚度(玻璃化后)与缩成实心棒后相应芯层厚度的对应关系如式(1)所示。

$$\pi(R_i^2 - R_{i-1}^2) = \pi(r_i^2 - r_{i-1}^2), i=1, 2, \dots, n \quad (1)$$

其中, R_i 表示反应管横截面的圆心到第 i 层疏松层(玻璃化后)外表面的距离, R_{i-1} 表示反应管横截面的圆心到第 i 层疏松层(玻璃化后)内表面的距离, 所以可用 $R_i - R_{i-1}$ 表示第 i 层疏松层(玻璃化后)的厚度 D_i ; r_i 表示缩棒后得到的实心棒横截面圆心到第 i 层芯层外表面的距离, r_{i-1} 表示实心棒横截面圆心到第 i 层芯层内表面的距离, 所以可用 $r_i - r_{i-1}$ 表示第 i 层芯层的厚度 d_i ,

且令 $r_0=0$, n 表示疏松层的层数。 $\pi(R_i^2 - R_{i-1}^2)$ 表示第 i 层疏松层(玻璃化后)的面积 S_i , $\pi(r_i^2 - r_{i-1}^2)$ 表示第 i 层芯层的面积 s_i 。由于缩棒过程中预制棒各个部分的密度是保持不变的, 所以 $S_i = s_i$ 。由式(1)计算可得, 采用多层疏松层等流量沉积, 则最终芯层的厚度比 $d_1:d_2:d_3:d_4:d_5:d_6:d_7:d_8$ 约为 5.46:2.26:1.74:1.46:1.29:1.16:1.07:1; 若使最终芯层的厚度比 $d_1:d_2:d_3:d_4:d_5:d_6:d_7:d_8$ 为 1:1:1:1:1:1:1:1, 则疏松层(玻璃化后)的厚度比 $D_1:D_2:D_3:D_4:D_5:D_6:D_7:D_8$ 约为 1:3:5:7:9:11:13:15。

2 溶液法制备掺稀土光纤的工艺过程

基于 MCVD 结合溶液掺杂法制备含多层芯层的掺稀土光纤的具体工艺过程如下:

①在反应管内壁沉积疏松层。在 1400~1500 °C 温度下, 反应管内壁沉积含有疏松空气孔的疏松层。

②浸泡。将含有疏松层的预制棒置入稀土离子溶液中进行充分浸泡。

③脱水并玻璃化。首先将管中的残余溶液排出, 然后用氮气吹 30 min 左右, 接着将温度升至 900 °C 左右, 同时通入氯气和氧气除去疏松层中的残余水分, 待完全脱水后, 将温度升至 1700 °C 以上再将疏松层玻璃化。对于多层疏松层沉积, 需重复工艺步骤①~③。

④缩棒与收棒。在 2150~2200 °C 温度下, 逐渐将反应区熔缩成实心棒。

⑤套管或磨抛。基于掺稀土光纤芯包比设计参数, 对掺稀土实心棒进行套管或磨抛, 以改变预制棒包层区域的厚度。

⑥八角形加工。对上述套管或磨抛后的掺稀土预制棒进行八角形加工, 以保证光纤包层中的泵浦光能够被纤芯有效吸收。

⑦拉丝涂覆。对八角形掺稀土预制棒进行拉丝, 并在石英表面涂覆低折射率内层涂层与外层保护层。

对于结合 MCVD 与液相掺杂法的多层疏松层沉积工艺, 若疏松层沉积层数较少, 则不利于稀土离子掺杂均匀性和纤芯均匀性的改善; 若疏松层沉积层数过多, 则会大幅增加工艺时间, 且疏松层局部脱落的概率会大幅增加。因此, 本文实验中疏松层的沉积层数选定为 8 层, 既可以充分保证离子掺杂均匀性和纤芯均匀性, 又可以节约工艺时间。

3 工艺改进实验及结果分析

由上述理论分析可知, 当采用等流量沉积方式

耿鹏程, 庞璐, 武洋, 等: 基于液相掺杂的低损耗近等厚芯层掺稀土光纤

时, 靠近包层部分的芯层厚度差比较小, 而靠近纤芯中心的芯层厚度差较大。因此, 实验中最后沉积的 3 层疏松层 (即图 1 中最中心 3 层疏松层) 采用了流量递减沉积方式, 这样既可以大幅减少工艺参数的变量数目、降低实验次数和提高工艺稳定性, 也可以明显降低芯层之间的厚度差。沉积过程中, 8 层疏松层四氯化硅等原料的流量按 1:3:5:5:5:5:5:5 的比例进行设置, 由于疏松层厚度与原料流量近似呈正比, 所以疏松层的理论厚度比约为 1:3:5:5:5:5:5:5, 反应管缩成实心棒后芯层的理论厚度比 $d_1:d_2:d_3:d_4:d_5:d_6:d_7:d_8$ 约为 1.74:1.74:1.74:1.46:1.29:1.16:1.07:1。实验中, 反应物流量的单位采用标况毫升每分钟 (sccm) 表示。采用等流量沉积方式与流量递减 (最后 3 层) 沉积方式制备的含 8 层芯层的掺稀土光纤预制棒芯部区域的折射率分布情况如图 2 所示。可以看出, 采用流量递减 (最后 3 层) 沉积方式制备的光纤预制棒的芯部中心区域的凹陷宽度较窄, 不同芯层厚度差较小, 有效改善了预制棒芯部的折射率均匀性。

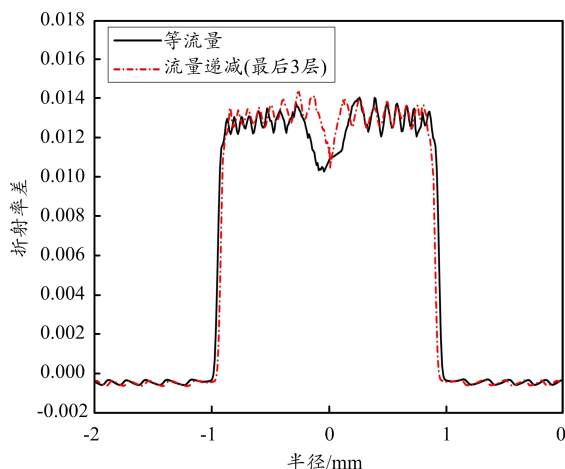


图2 预制棒芯部区域折射率分布情况

由于等流量沉积方式中每层疏松层的厚度近似相等, 所以所有疏松层采用相同的脱水工艺参数即可。然而, 本文实验中所采用的疏松层非等流量沉积方式中, 第 1 层、第 2 层与第 3~8 层疏松层的厚度不同, 厚度比约为 1:3:5, 因此需采用不同的 3 组脱水工艺参数。

为找出最佳脱水工艺参数, 本文在相同工艺条件下分别制备了 3 组含有单层疏松层的掺稀土光纤预制棒。疏松层沉积时, 当四氯化硅流量分别为 150 sccm、90 sccm 与 30 sccm, 玻璃化后这 3 组预制棒疏松层的厚度比约为 5:3:1。针对每组预制棒的固定氯气和氧气

流量比为 4:1、脱水温度为 900 ℃ 的工艺条件, 仅改变不同预制棒的脱水时间, 本文分别制备了 7 根预制棒, 最终拉制成的掺稀土光纤在 1380 nm 处损耗如图 3 所示。

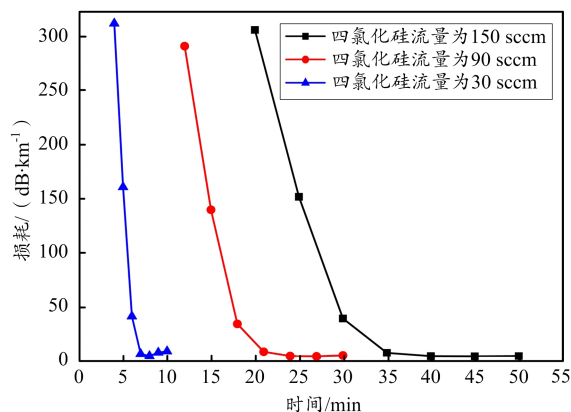
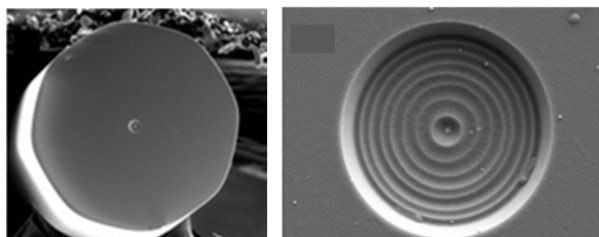


图3 疏松层厚度不同时, 脱水时间对光纤损耗的影响

由图 3 可知, 对于较厚的疏松层, 当脱水时间不足 30 min 时, 疏松层中仍会残存较多的水分, 拉制成的光纤在 1380 nm 波长处的损耗较高; 当脱水时间达到 40 min 以上时, 光纤在 1380 nm 波长处损耗达到较低水平。对于中等厚度的疏松层, 当脱水时间达到 24 min 时, 光纤损耗即达到较低水平; 对于较小厚度的疏松层, 当脱水时间达到 8 min 时, 光纤在 1380 nm 波长处损耗降至最低; 当脱水时间高于 9 min, 光纤损耗又会有一定程度上升。

基于上述优化后的脱水工艺参数 (即第 1 层、第 2 层与第 3~8 层疏松层的脱水时间分别为 8 min、27 min 与 45 min), 本文制备出了含有 8 层芯层的低损耗掺稀土光纤, 光纤端面结构如图 4 所示, 光纤纤芯直径为 20.2 μm , 内包层直径为 399.7 μm 。可以看出, 掺稀土光纤纤芯共含有 8 层芯层, 不同芯层的厚度相近。经测试, 该光纤在 1380 nm 波长处损耗仅为 9.1 dB/km。保持其它工艺参数和条件不变, 在 8 层疏松层脱水时间均为 45 min 条件下, 本文制备了另外 2 根参照光



(a) 光纤端面几何结构

(b) 纤芯微观结构

图4 掺稀土光纤端面结构

纤, 其在 1380 nm 波长处损耗分别为 12.5 dB/km 和 12.3 dB/km。上述实验结果表明: 基于液相掺杂法制备含有多层芯层的掺稀土光纤时, 如果无论疏松层厚薄, 均采取相同的脱水参数, 即较长的脱水时间, 不仅会增加工艺用时, 产生过多的有害气体(氯气), 还会使光纤在 1380 nm 波长处损耗有所升高。

4 结束语

针对高功率光纤激光器对掺稀土光纤纤芯均匀性与低损耗的发展需求, 本文研究了基于 MCVD 工艺结合液相掺杂法制备近等厚芯层、低损耗掺稀土光纤的工艺方法。在兼顾工艺可操作性的前提下, 优化了不同层疏松层的沉积厚度, 降低了反应管缩成实心棒后不同芯层之间的厚度差, 研究了四氯化硅流量分别为 150 sccm、90 sccm 和 30 sccm 时沉积得到的不同厚度的疏松层, 以及脱水时间对光纤在 1380 nm 波长处损耗的影响, 优化了含多层疏松层掺稀土光纤预制棒的脱水工艺参数, 制备出了在 1380 nm 波长处损耗仅为 9.1 dB/km 的含有 8 层近等厚芯层的双包层掺稀土光纤。本文的研究结果可为高功率光纤激光器用低损耗高均匀掺稀土光纤的研制提供参考。

参考文献:

- [1] SHI W, FANG Q, ZHU X, et al. Fiber lasers and their applications[J]. Applied Optics, 2014, 53(28): 6554–6568.
- [2] ZERVAS M N, CODEMARD C A. High power fiber lasers: a review[J]. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, 2014, 20(5): 219–241.
- [3] CAO R, WANG Y, CHEN G, et al. Investigation of photo-darkening-induced thermal load in Yb-doped fiber lasers[J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2019, 31(11): 809–812.
- [4] TOWNSEND J E, POLLW S B, PAYNE D N. Solution-doped technique for fabrication of rare-earth-doped optical fibers [J]. Electron. Lett. 1987, 23(7): 329–331.
- [5] WEBB A S, BOYLAND A J, STANDISH R J, et al. MCVD in-situ solution doping process for the fabrication of complex design large core rare-earth doped fibers [J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2010, 356(18-19): 845–851.
- [6] STEFAN K, FRIEDRICH M, CHRISTIAN H, et al. Active materials for high-power fiber lasers prepared by all-solution doping technique [C] //Optical Components & Materials XV, January 27–February 1, 2018, San Francisco, United States. Washington: SPIE, 2018: 10528-1–10528-9.
- [7] SAHA M, CHOWDHURY S D, SHEKHAR N K, et al. Yb-doped pedestal silica fiber through vapor phase doping for pulsed laser applications[J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2016, 28(9): 1022–1025.
- [8] 衣永青, 庞璐, 潘蓉, 等. 有源光纤脱水条件的优化[J]. 光通信技术, 2014, 38(7): 58–59.