



РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК



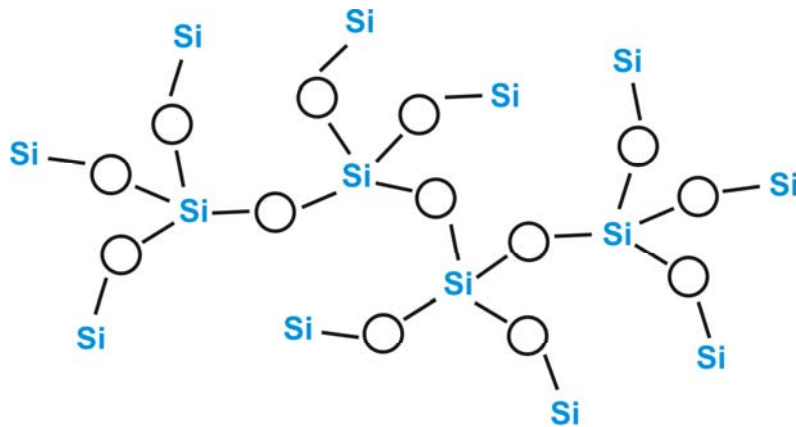
*MCVD метод изготовления фосфоалюмосиликатных волоконных световодов с высокой концентрацией  $Er_2O_3$*

*М.М. Бубнов, А.Н. Гурьянов, Д.С. Липатов, М.Е. Лихачев.*

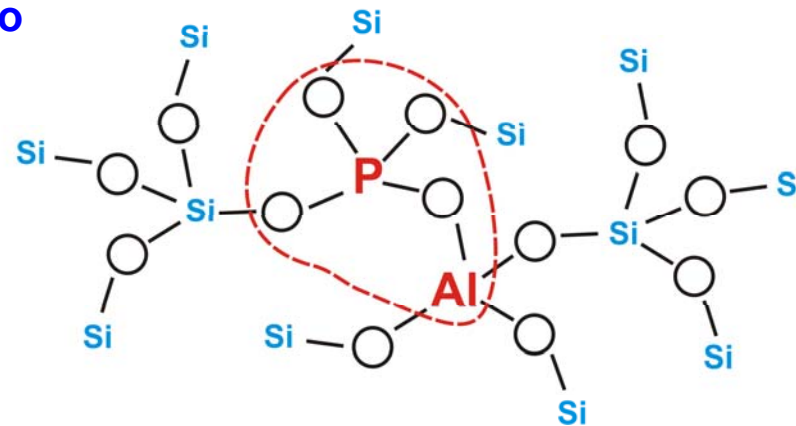
Институт химии высокочистых веществ РАН, Нижний Новгород  
Научный центр волоконной оптики РАН, Москва

Пермь - 2011

# Структура стекол



## Кварцевое стекло



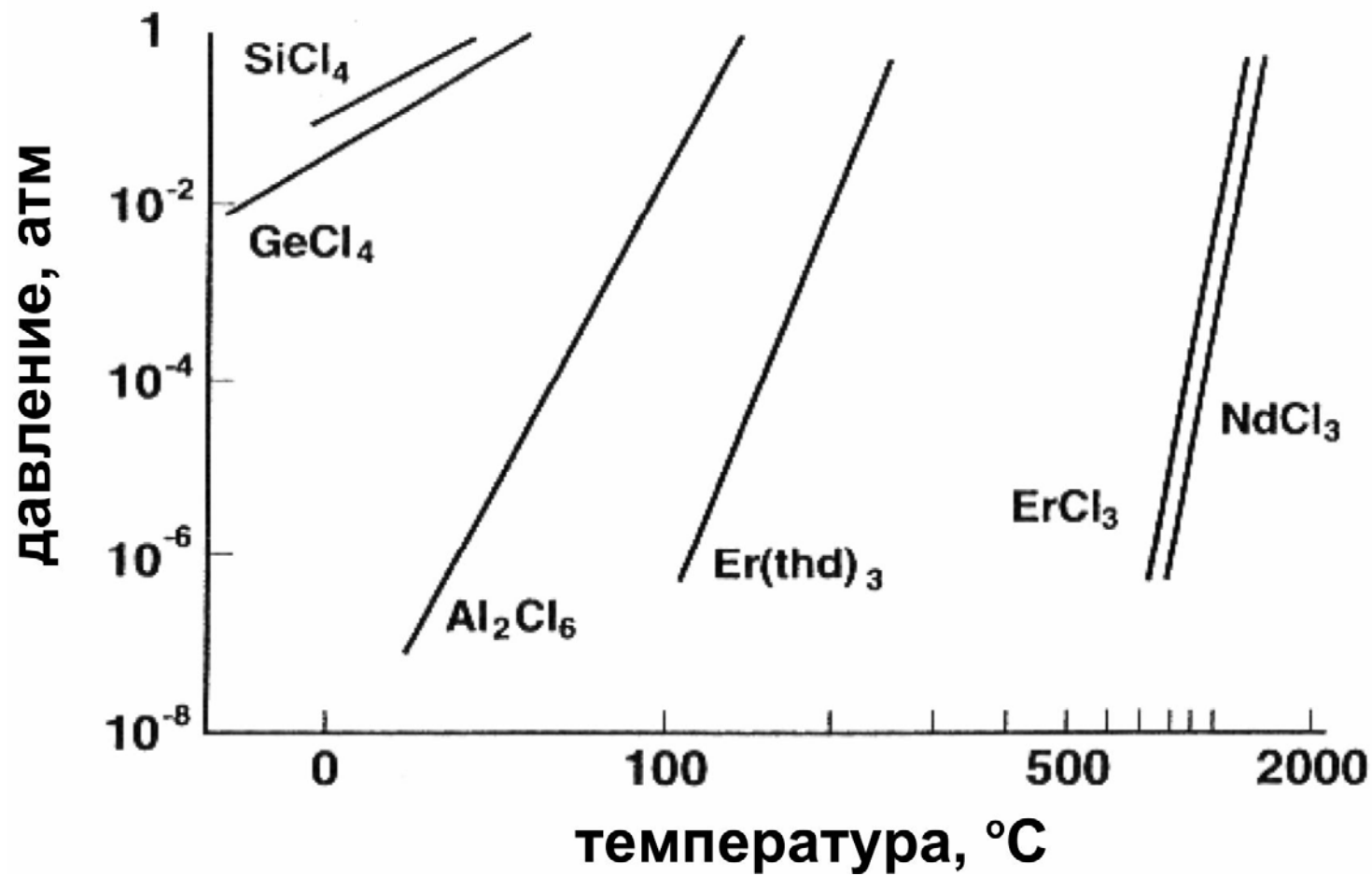
## Фосфороалюмосиликатное стекло

Kolinski S.G. Krol D.M., Dungun T.M. et al. Raman and NMR spectroscopy of  $\text{SiO}_2$  glasses co-doped with  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{P}_2\text{O}_3$  // J. Non-Crystalline Solids. – 1988. - V. 105. - P. 45 - 52.

**1. M.E. Likhachev, M.M. Bubnov, K.V. Zotov, D.S. Lipatov, M.V. Yashkov and A.N. Guryanov. Effect of the  $AlPO_4$  join on the pump-to-signal conversion efficiency in heavily Er-doped fibers // Optics Letters, Vol. 34, Issue 21, pp. 3355-3357.**

**2. Лихачев М.Е., Бубнов М.М., Зотов К.В., Липатов Д.С., Медведков О.Н., Яшков М.В., Гурьянов А.Н. Фосфоалюмосиликатные световоды легированные оксидом эрбия // Квантовая электроника, Т. 40, № 7, 2010 с. 633-638.**

## Зависимость давления пара от температуры

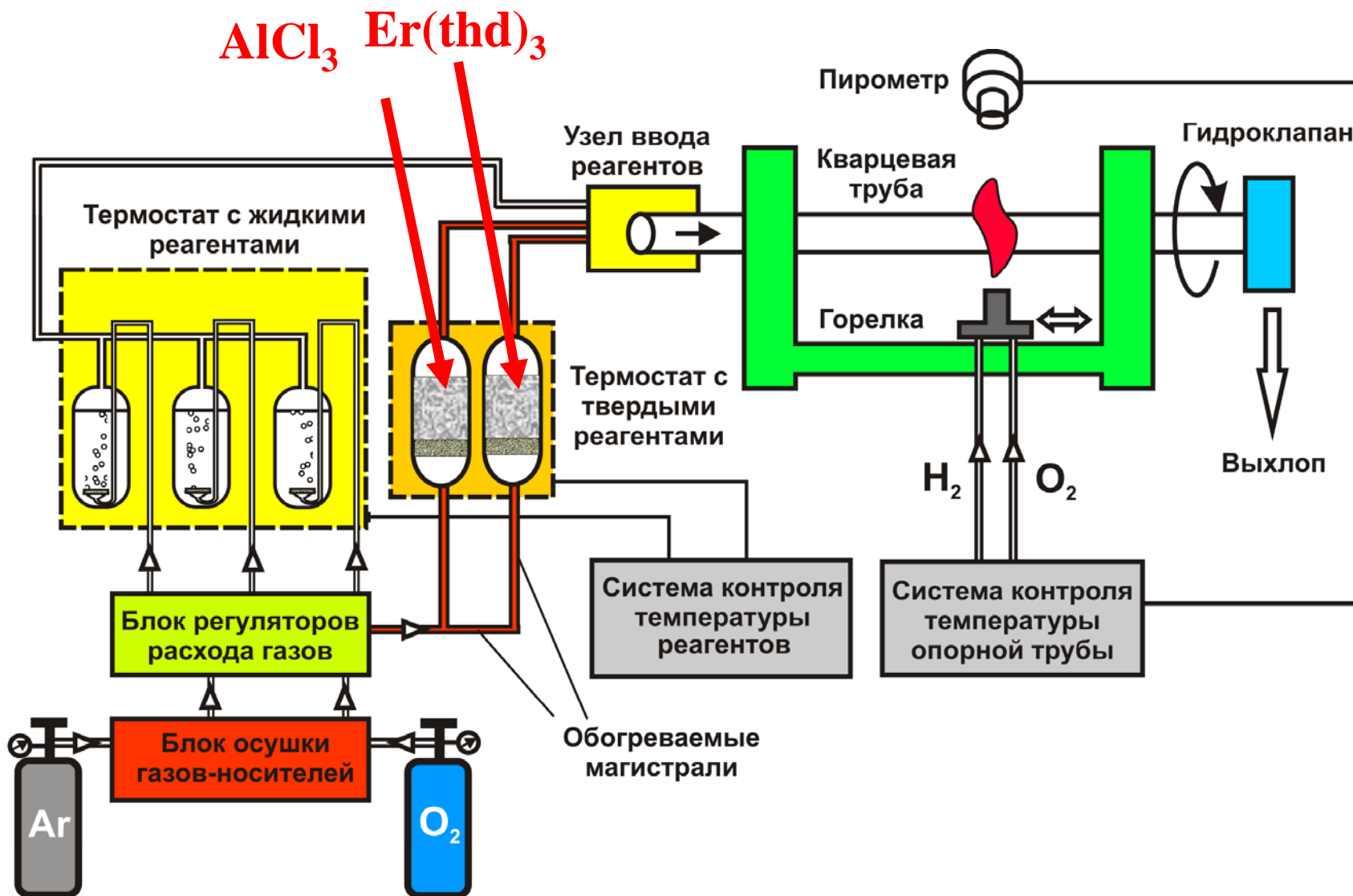


## Физико-химические свойства некоторых комплексных соединений РЗЭ

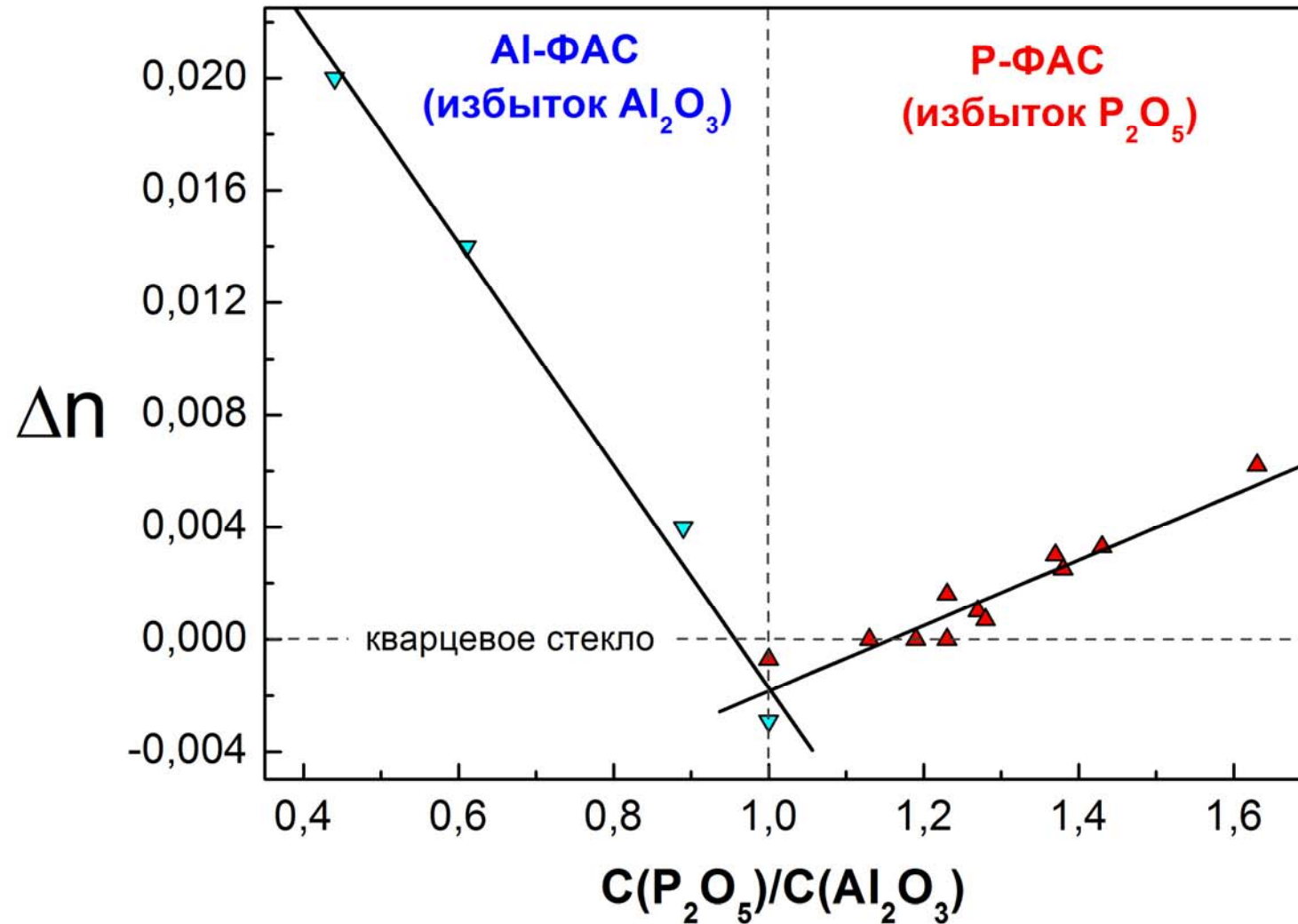
Комплекс	Давление пара, торр (T=227 °C)	Температура распада, °C	Химическая стабильность
(C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> Dy	4.6	300	Сильно гидролизуются и окисляются
(C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> Er	7.6		
(C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> Yb	9.8		
(i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> Dy	15,4	260	Умеренно гидролизуются и окисляются
(i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> Er	17,5		
(i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> Yb	20,5		
(THD) <sub>3</sub> Dy	12,0	250	Слабо гидролизуются не окисляются
(THD) <sub>3</sub> Er	12,8		
(THD) <sub>3</sub> Yb	14,0		
(THD) <sub>3</sub> Tm	13,3		
(HFA) <sub>3</sub> Er	13,0	230	Слабо гидролизует не окисляется

(C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>Er – трис(циклопентадиенил) эрбия, (i-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Er – трис(изопропилциклопентадиенил) эрбия,  
(THD)<sub>3</sub>Er – дипивалоилметанат эрбия, (HFA)<sub>3</sub>Er – гексафторацетилацетонат эрбия.

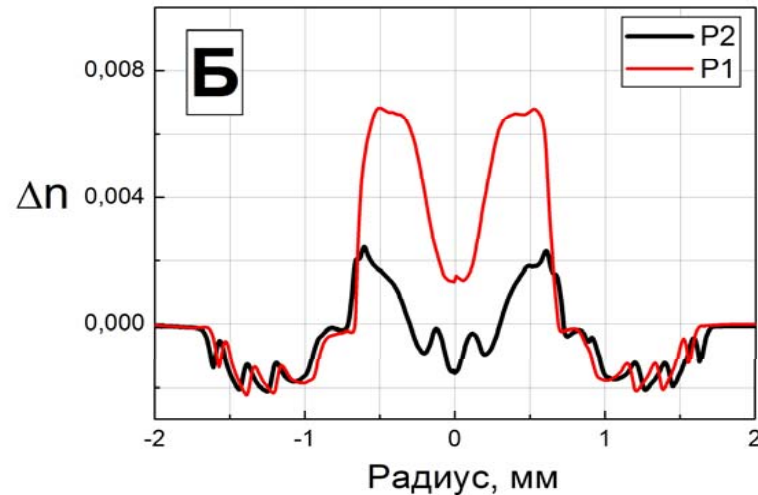
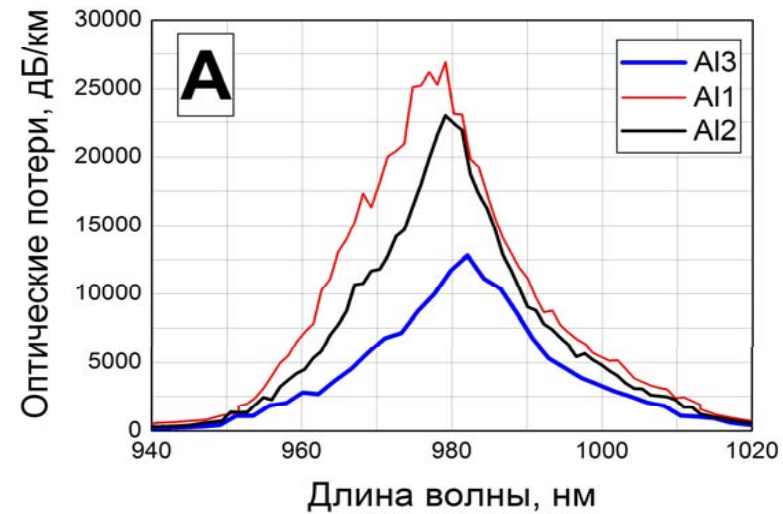
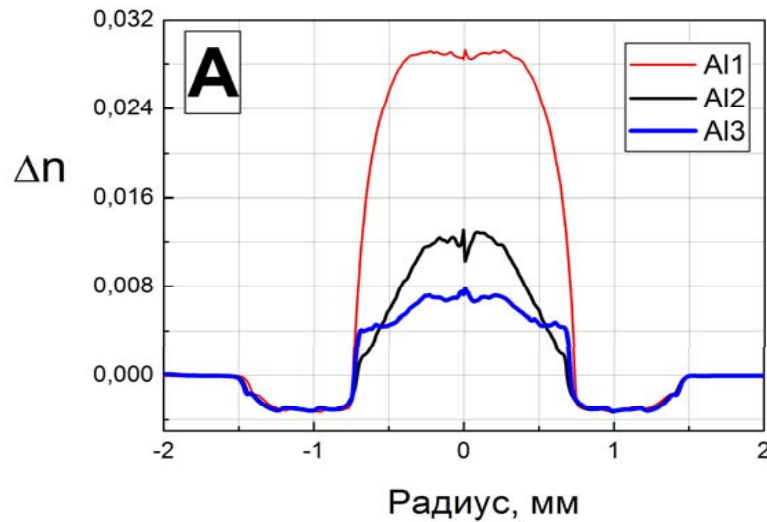
# Схема экспериментальной установки



## Изменение показателя преломления ФАС стекла от соотношения концентраций легирующих оксидов



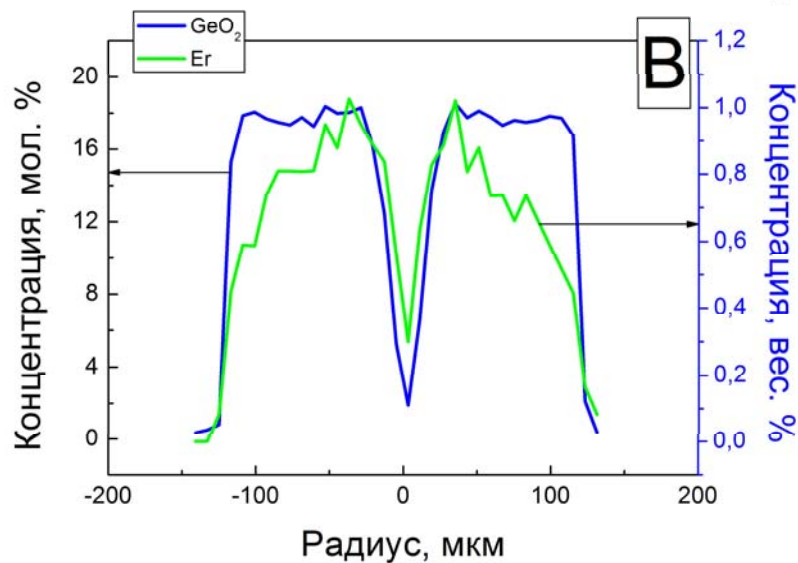
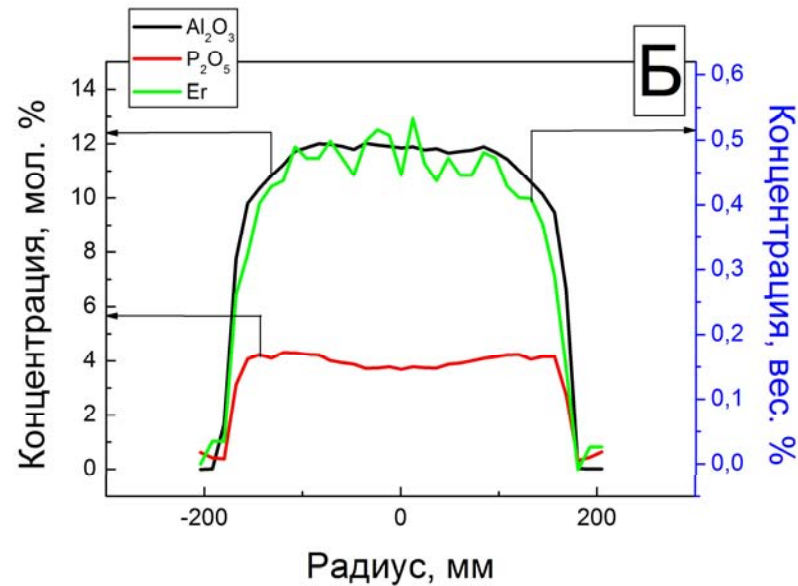
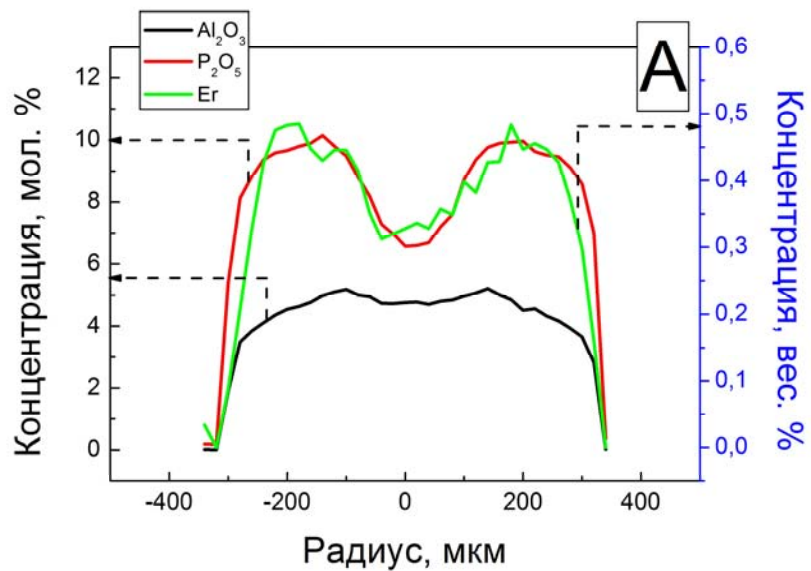
## Профили показателя преломления заготовок и полоса поглощения Er<sup>3+</sup> в световодах



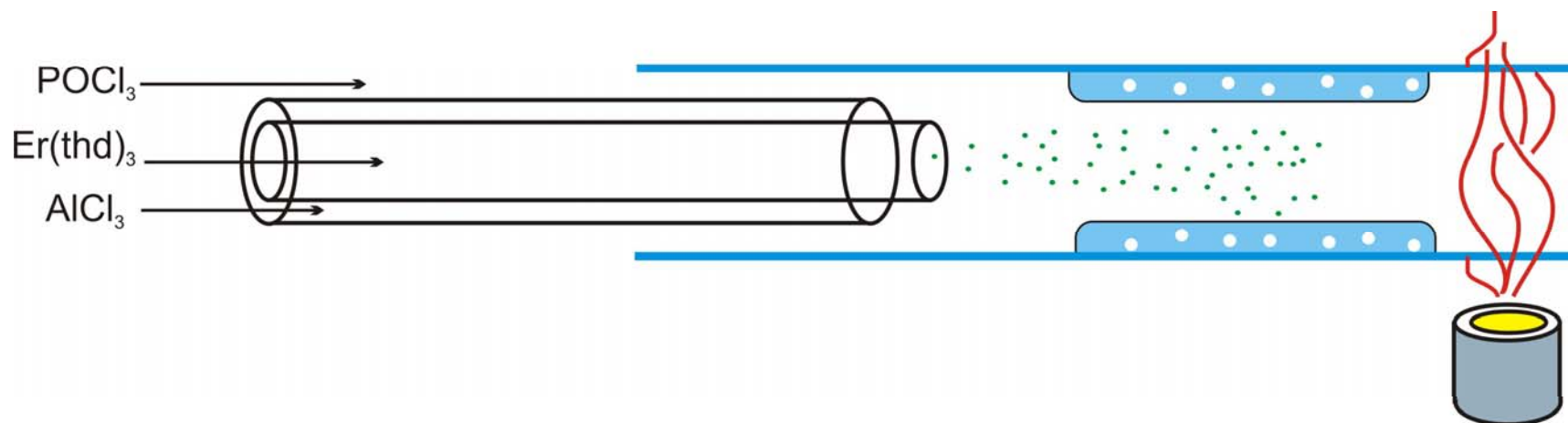
**(AI1)** – 15.3 мол.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 3.6 мол.% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.52 мас.% Er; **(AI2)** - 15.5 мол.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 9.4 мол.% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.44 мас.% Er;  
**(AI3)** – 15.7 мол.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 12.1 мол.% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 0.31 мас.% Er; **(P1)** – 10.1 мол.% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 4 мол.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0.43 мас.% Er;  
**(P2)** – 9.8 мол.% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, 7.7 мол.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0.58 мас.% Er.



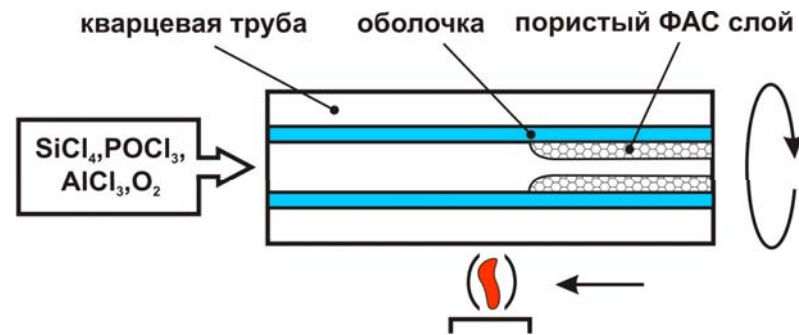
# Профиль распределения концентрации легирующих добавок по сечению сердцевины в заготовках различного состава



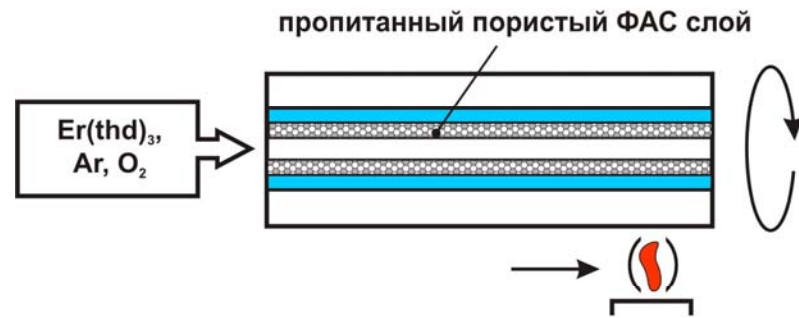
## Осаждение сердцевины стандартной методикой



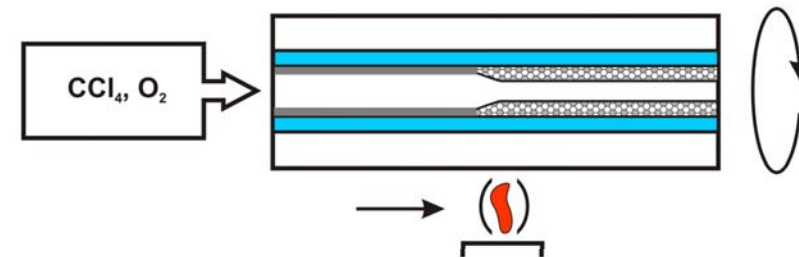
# Осаждение сердцевины через пористый слой



*А. Нанесение пористого слоя*

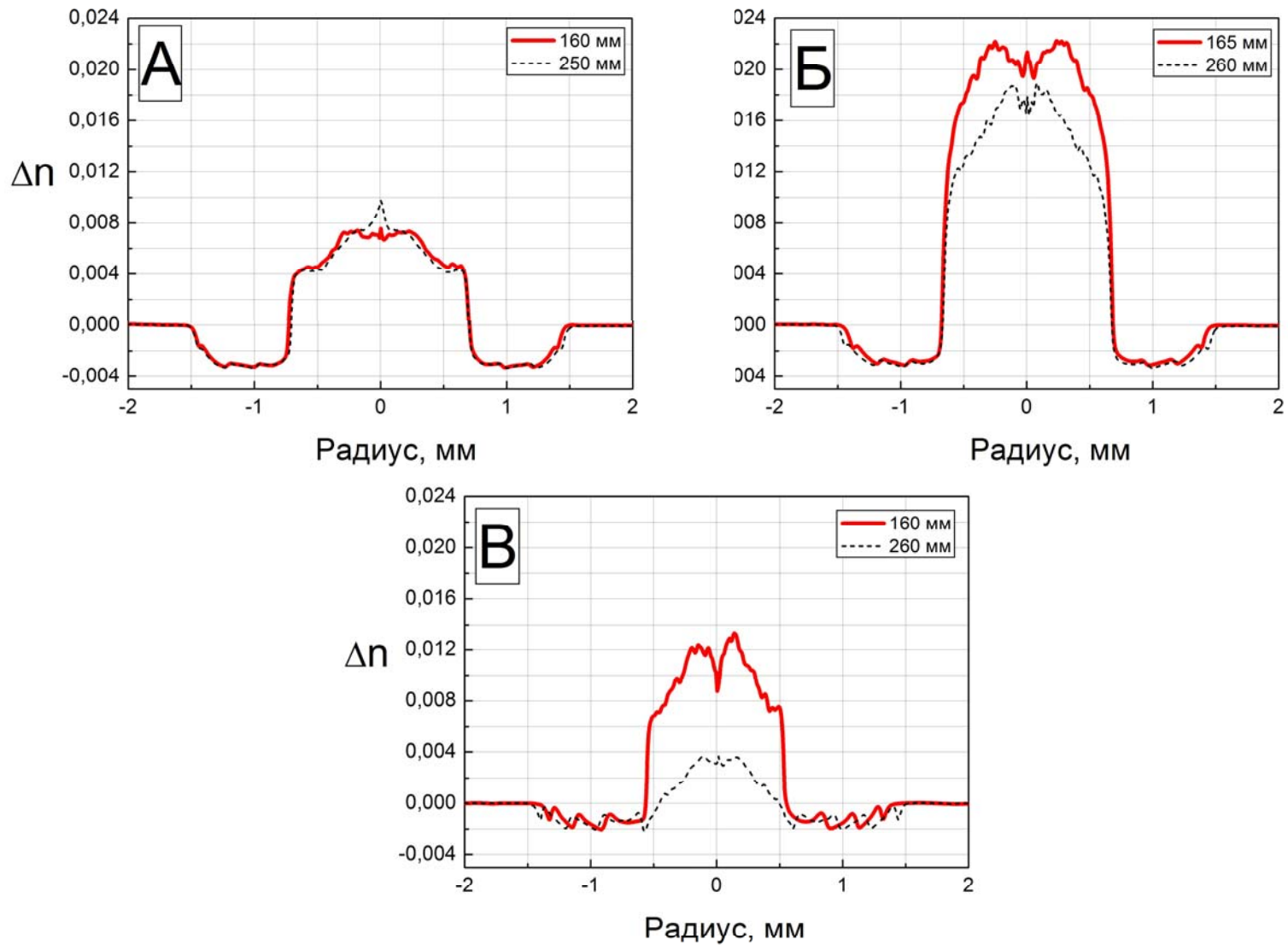


*Б. Пропитка пористого слоя*



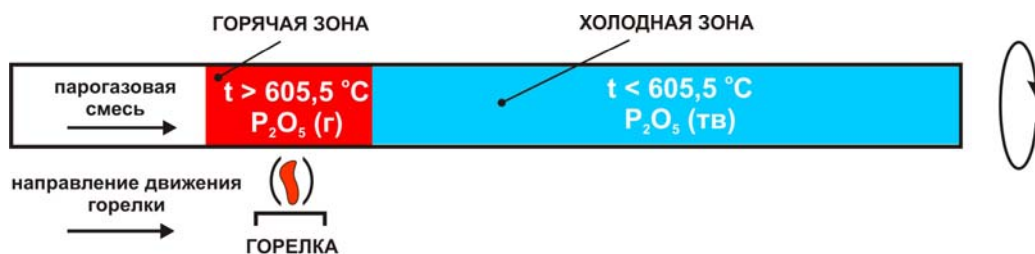
*В. Сплавление пропитанного пористого слоя*

## Профили показателя преломления в заготовках



Заготовки изготовлены: **(А)** – стандартной методикой; **(Б)** – методом газовой пропитки пористого слоя, при одинаковых с заготовкой (а) расходах и режимах; **(В)** – методом газовой пропитки пористого слоя при увеличении расхода  $\text{POCl}_3$  на 15% по сравнению с заготовками (а, б).

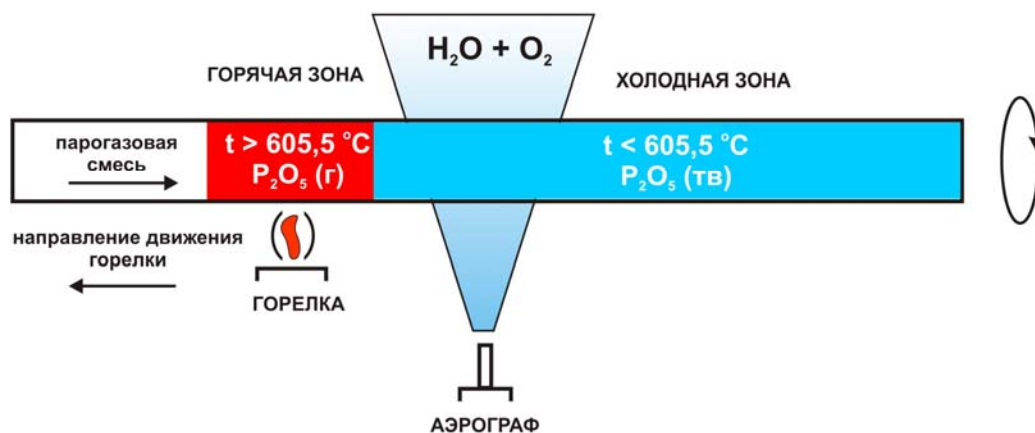
# Зависимость ширины горячей зоны от направления движения горелки



А. Прямой проход



Б. Обратный проход

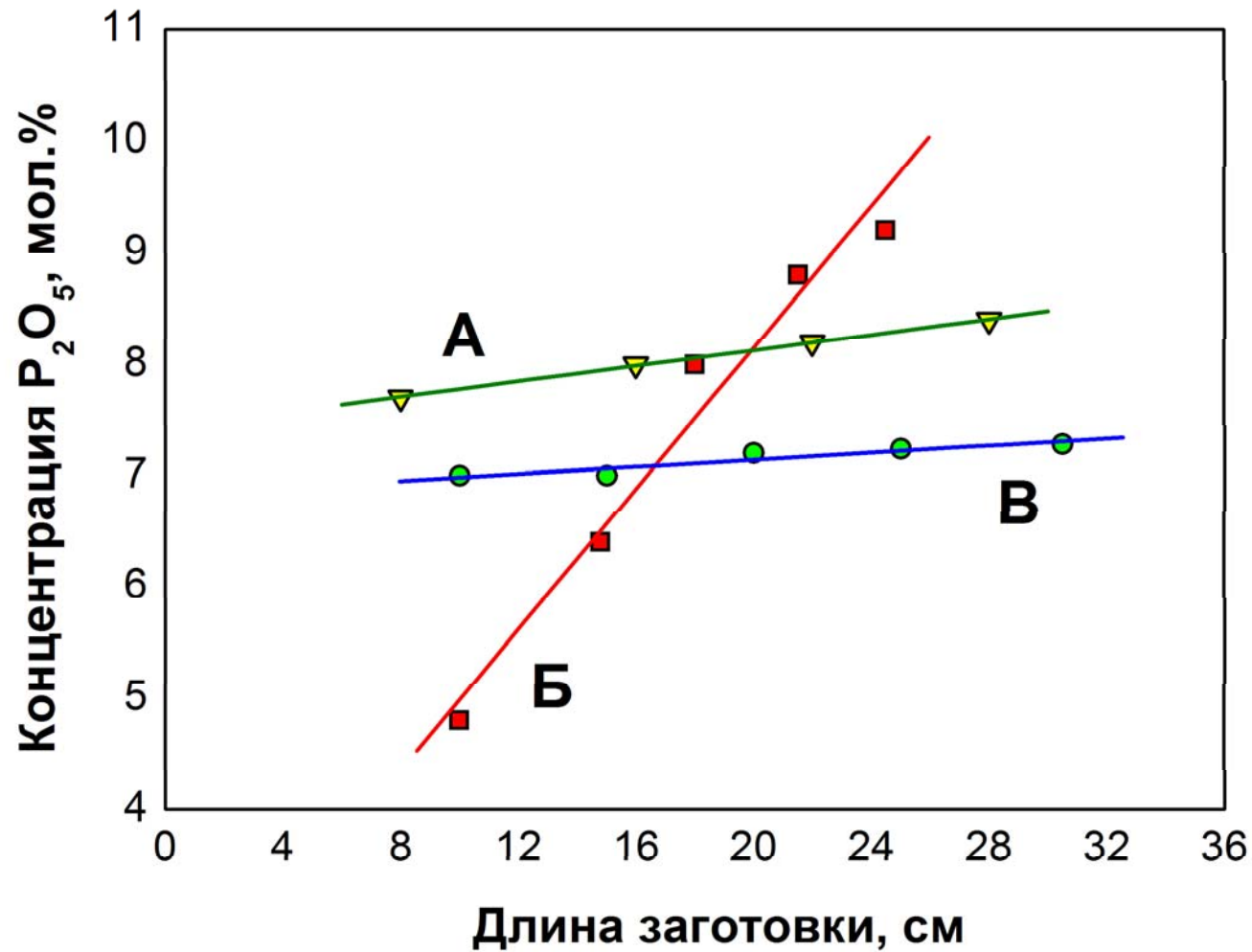


В. Обратный проход с охлаждением

Температура кипения:

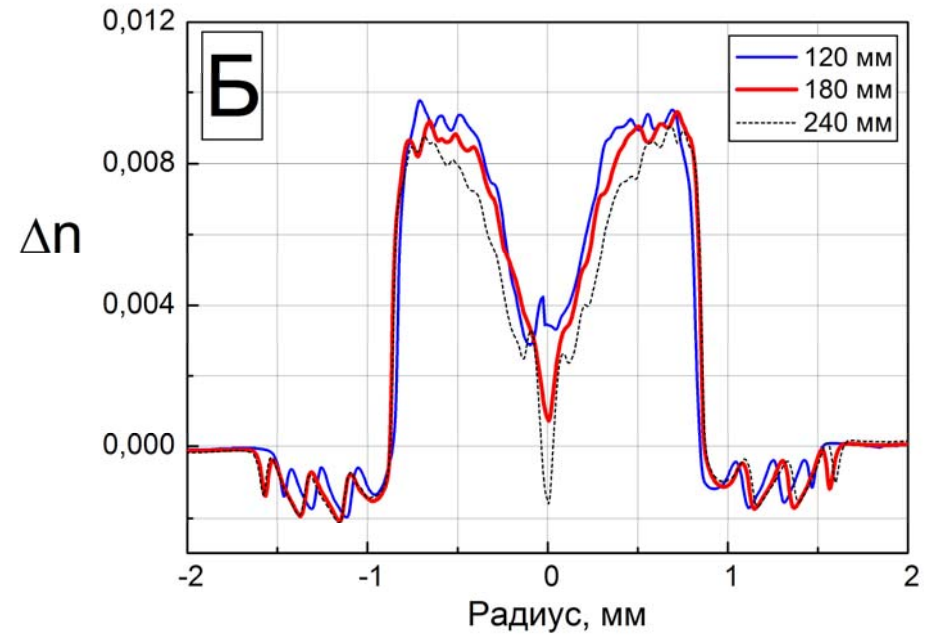
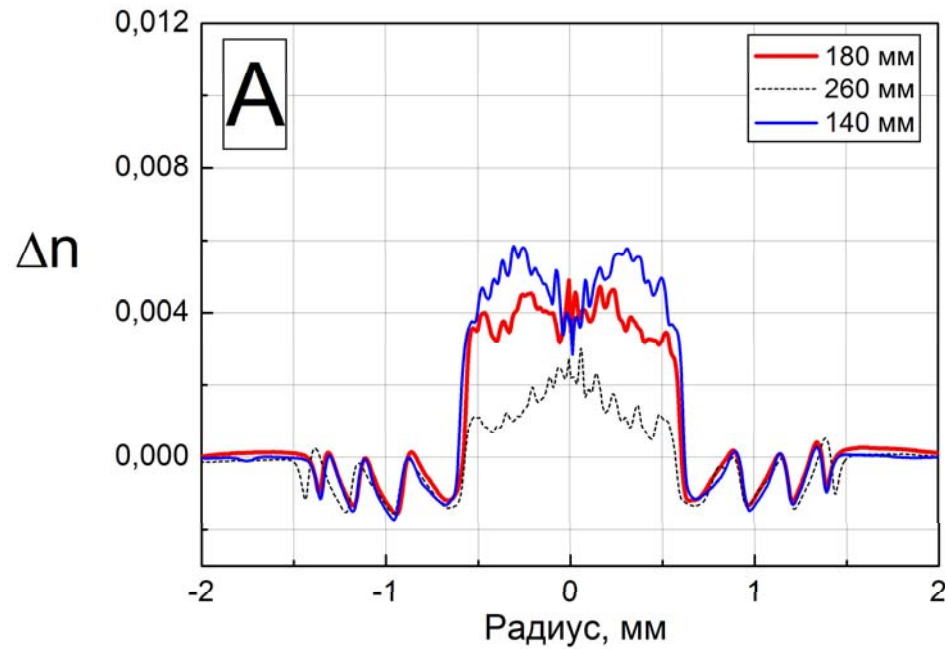
- SiO<sub>2</sub> - 2950 °C,
- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 3530 °C,
- P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 605,5 °C

## Распределение концентрации $P_2O_5$ по длине заготовки



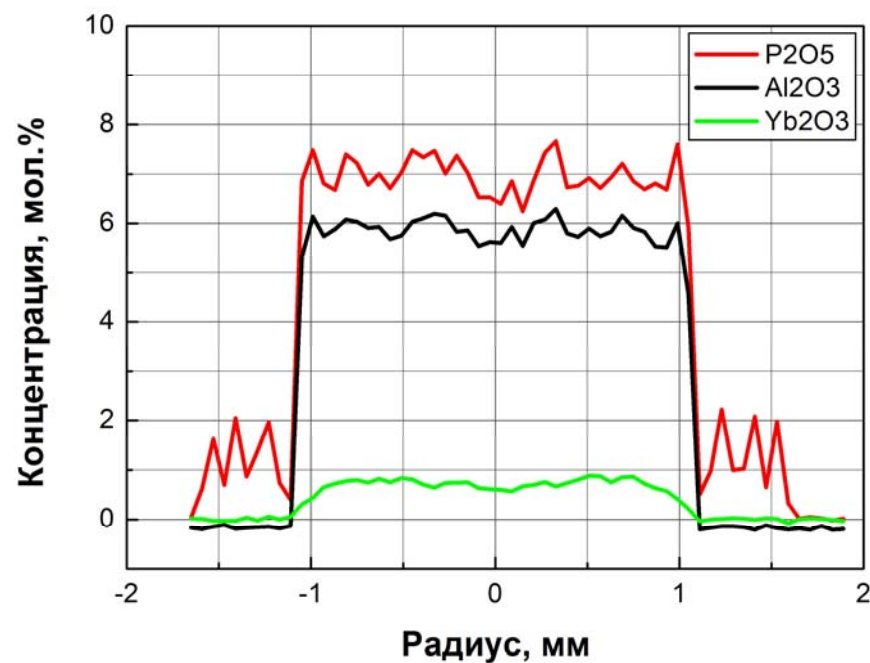
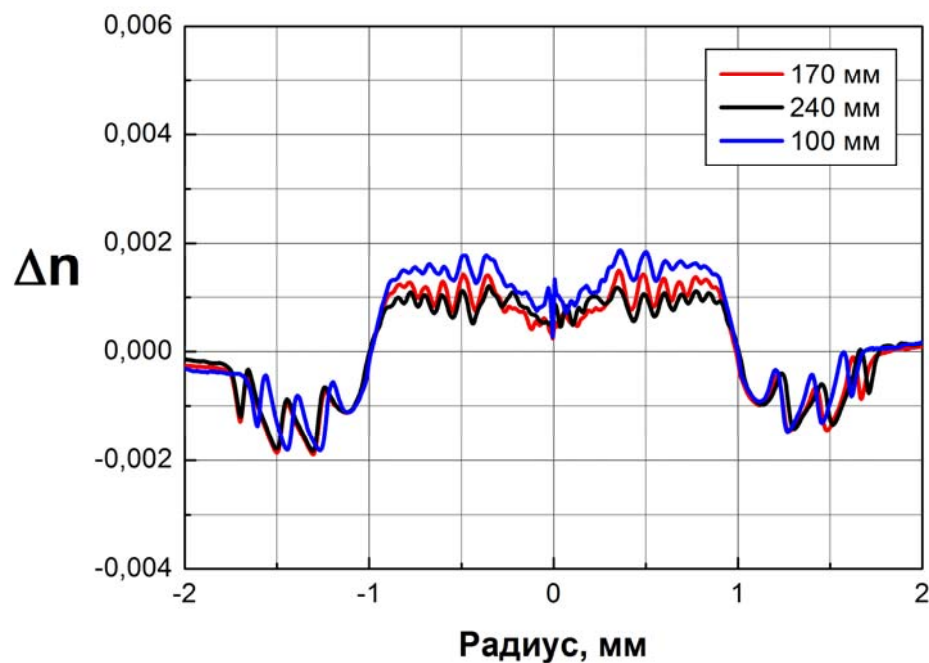
(А) – стандартная методика, (Б) – газофазная пропитка пористого слоя,  
(В) – газофазная пропитка пористого слоя с охлаждением.

## Профили показателя преломления в заготовках



Заготовки изготовлены при суммарной скорости потока парогазовой смеси:  
**(А)** – 1224 мл/мин, **(Б)** – 422 мл/мин.

## Профили показателя преломления и анализ стекла сердцевины заготовки изготовленной методом газовой пропитки пористого слоя





## ВЫВОДЫ

- Исследован процесс получения стекол системы  $\text{Er}_2\text{O}_3\text{-P}_2\text{O}_5\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  из газовой фазы с использованием трис(дипивалоилметаната) эрбия  $\text{Er}(\text{thd})_3$ . Предложены два полностью газофазных способа изготовления заготовок активных ФАС световодов методом MCVD.
- Установлено, что содержание  $\text{P}_2\text{O}_5$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в ФАС стекле, а также равномерность распределения концентрации легирующих добавок по длине заготовки определяются температурой процесса, шириной зоны нагрева и эффективностью осаждения. Содержание  $\text{Er}_2\text{O}_3$  в ФАС стекле существенно зависит от соотношения концентраций  $\text{P}_2\text{O}_5$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .
- Одновременное осаждение  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{SiO}_2$ , формирующих сердцевину световода, приводит к образованию твердых продуктов реакции взаимодействия  $\text{Er}(\text{thd})_3$ ,  $\text{AlCl}_3$  и  $\text{POCl}_3$ , что не позволяет вводить в ФАС стекло более 1 мас.% Er. Легирование  $\text{Er}_2\text{O}_3$  через газофазную пропитку пористого слоя  $\text{P}_2\text{O}_5\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  позволяет исключить взаимодействие исходных соединений и вводить в ФАС стекла до нескольких массовых процентов редкоземельных элементов.
- В результате проведенного исследования изготовлены заготовки активных ФАС световодов с однородным распределением всех оксидов, составляющих стекло сердцевины, как по длине, так и по сечению заготовки, с  $\Delta n$  0.0005-0.0025 и содержанием Er от 1 до 4 мас.%.