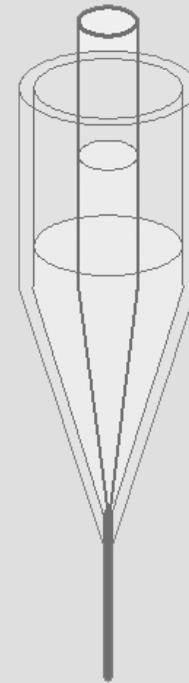


Метод изготовления волоконных световодов для лазеров и усилителей путем спекания порошков оксидов

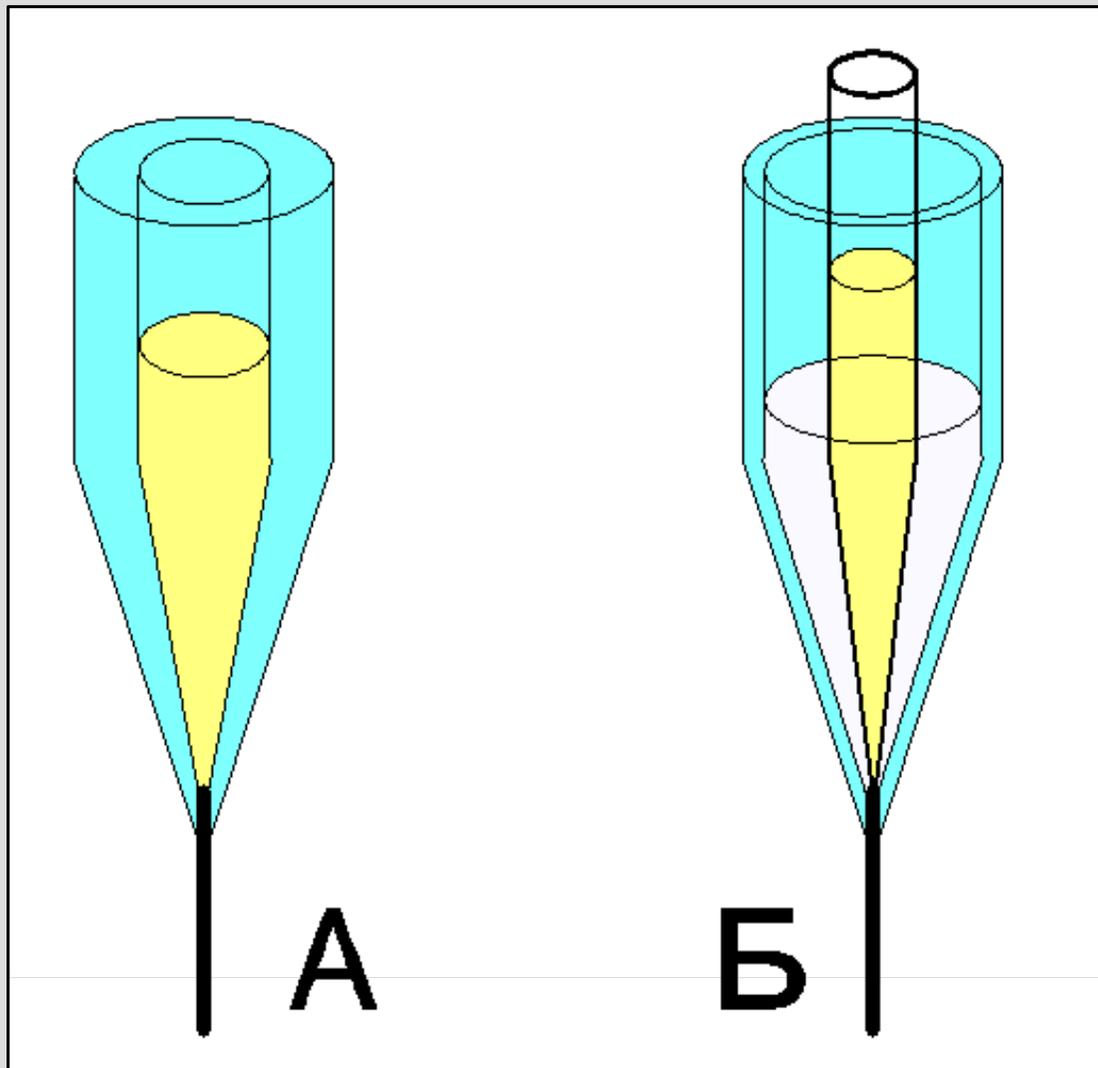


НЦВО РАН
2011



В.В. Вельмискин, О.Н. Егорова, С.Л. Семенов, Е.М. Дианов
Научный центр волоконной оптики Российской Академии наук

Метод получения световодов спеканием порошкообразных оксидов



J. Ballato and E. Snitzer. - Fabrication of fibers with high rare-earth concentrations for Faraday isolator applications. - *Applied Optics*, 1995, v. 34, No. 30, 6848-6854.

R. Renner-Erny, L. Di Labio, W. Luthy. - A novel technique for active fibre production. - *Optical Material*, 2008.

M. Neff, V. Romano, W. Luthy. - Metal-doped fibres for broadband emission: Fabrication with granulated oxides. - *Optical Materials*, 2008.

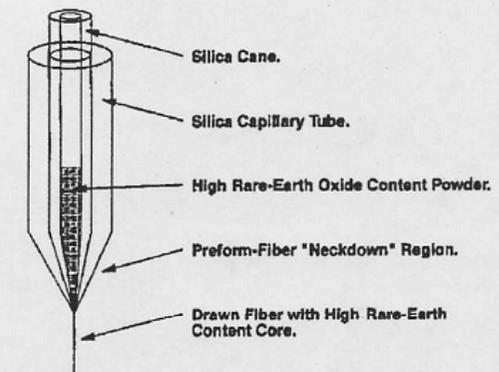
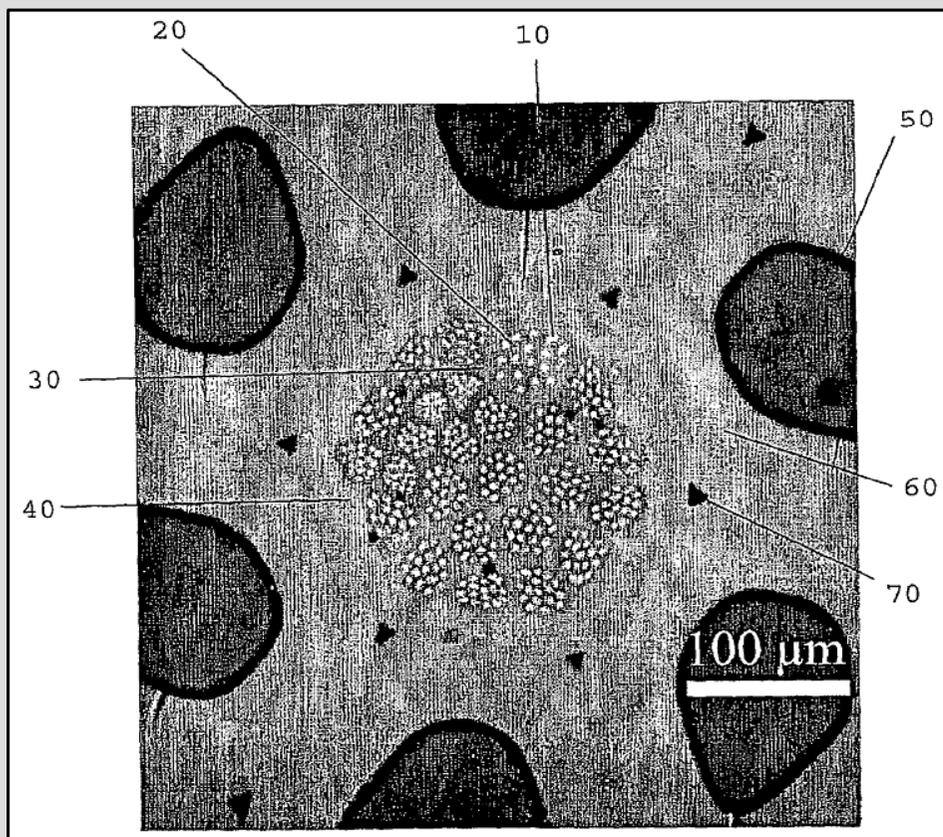
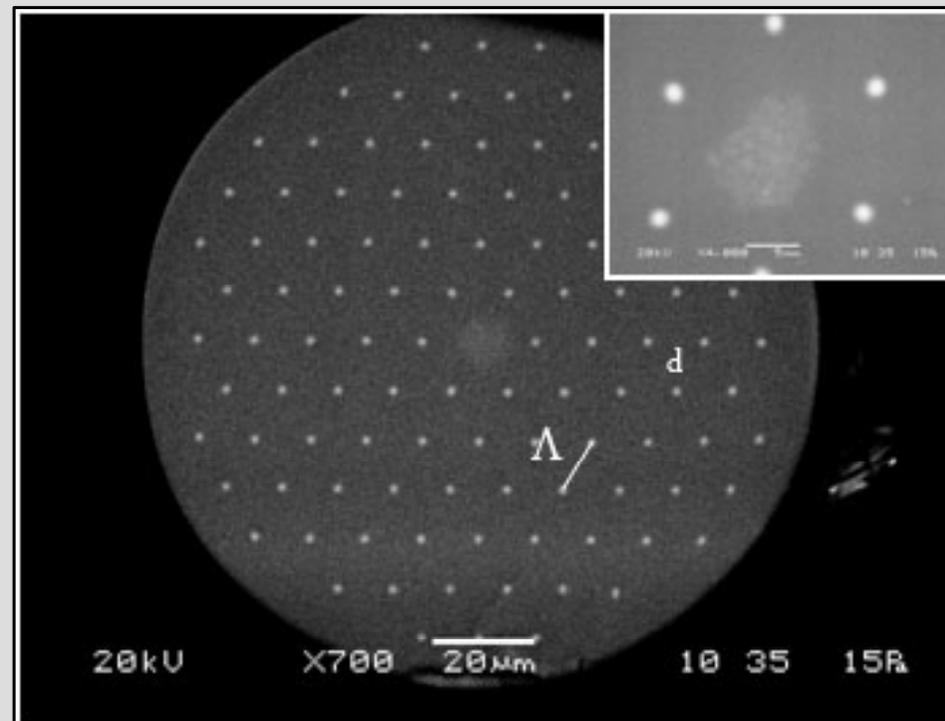


Fig. 3. Schematic of powder-in-tube method for the fabrication of high rare-earth content optical fibers.

Сборка легированной сердцевины большого диаметра



Patent No.: US 7,116,875 B2 PREFORM HOLEY OPTICAL FIBRE, AND A METHOD FOR THEIR PRODUCTION. Inventors: W. Wadsworth, B. Mangan, T. Birks, J. Knight, P. Russel. 2006



ОДНОМОДОВЫЙ ВОЛОКОННЫЙ СВЕТОВОД С ФОТОННОЙ ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНОЙ И СЕРДЦЕВИНОЙ ИЗ КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА, ЛЕГИРОВАННОГО ИОНАМИ ИТТЕРБИЯ -

О.Н. Егорова, С.Л. Семенов, В.В. Вельмискин, М.Ю. Салганский, М.В. Яшков, А.Н. Гурьянов, Е.М. Дианов.

Цель работы

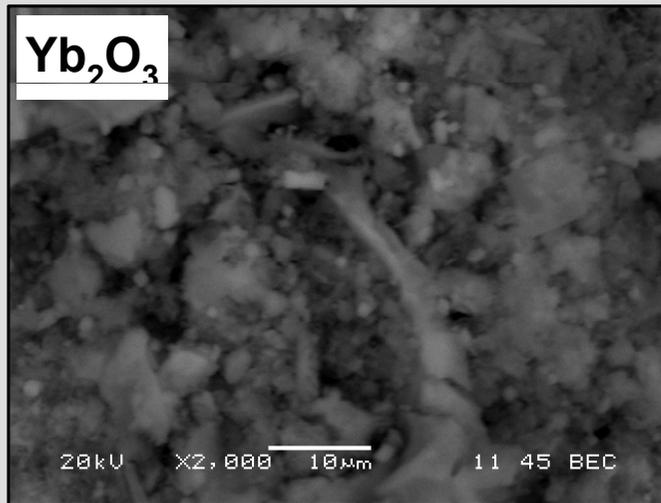
Цель работы:

Развитие метода получения материала активной сердцевины из смеси порошков оксидов исходных веществ с использованием методик микроструктурирования.

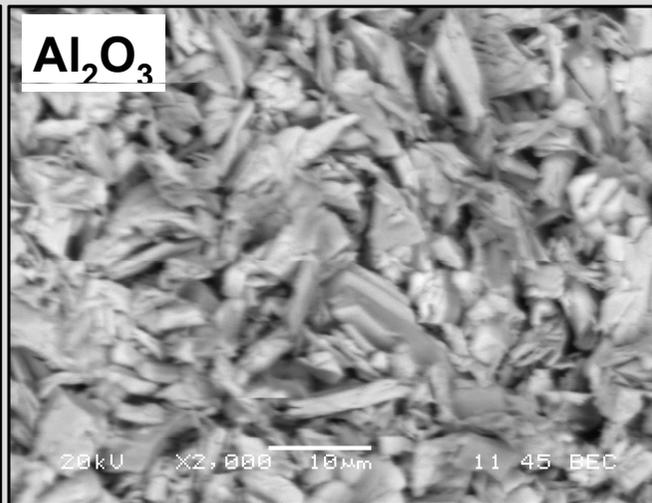
Основные задачи:

1. Разработать методику спекания смеси порошков оксидов внутри высокочистой кварцевой трубки, исключая загрязнение материала и образование пузырьков.
2. Разработать методики анализа однородности получаемого материала.
3. Разработать методику дальнейшей гомогенизации полученного материала с помощью методов микроструктурирования.
4. Изготовить световоды на основе полученных активных материалов.
5. Провести исследования оптических (в том числе генерационных) характеристик полученных световодов.

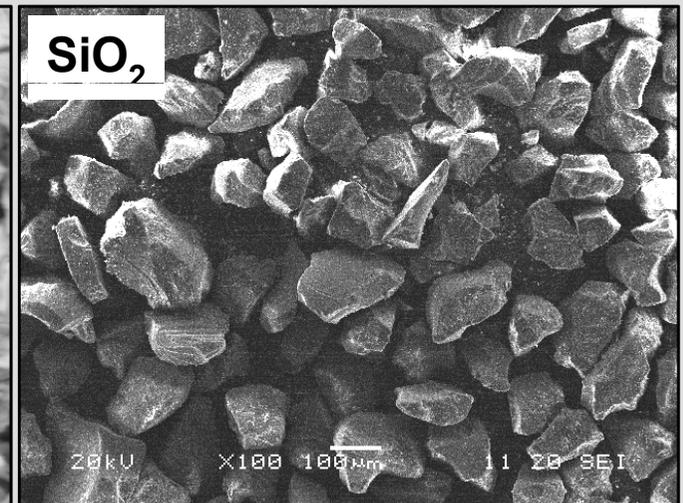
Исходные химические компоненты



X2000



X2000



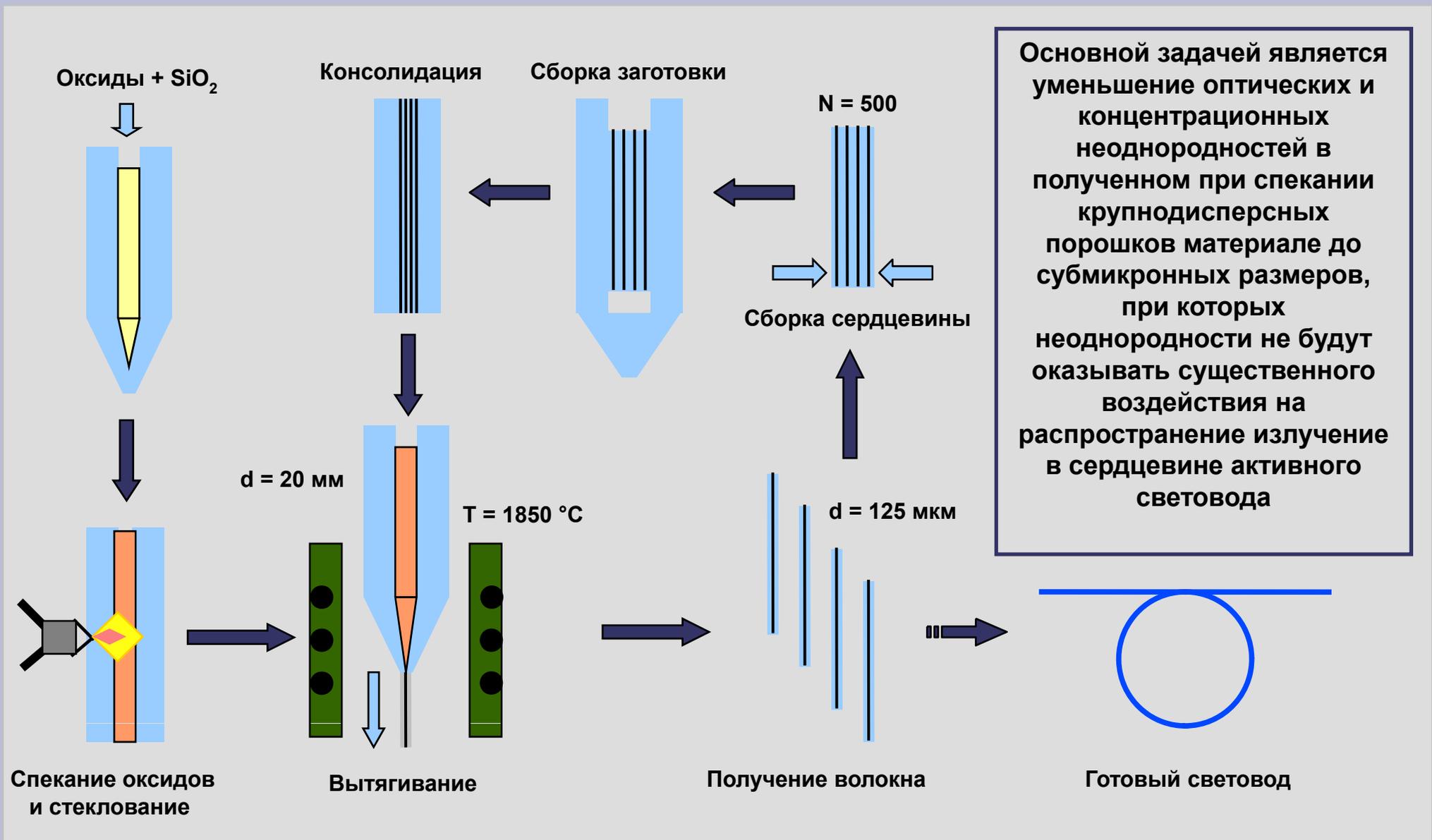
X100

SiO₂: средний размер частиц - 150 мкм, содержание Fe - 5×10^{-6} wt %

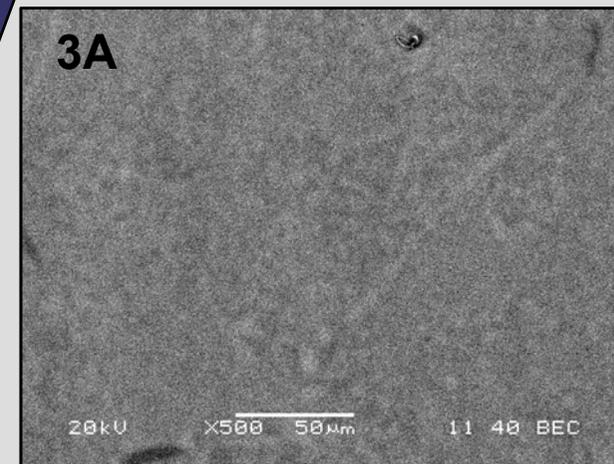
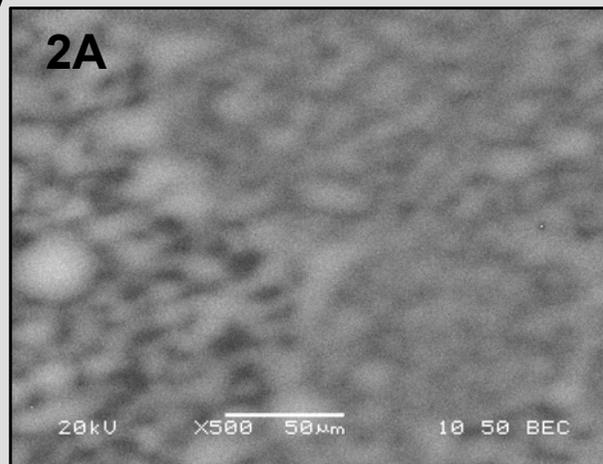
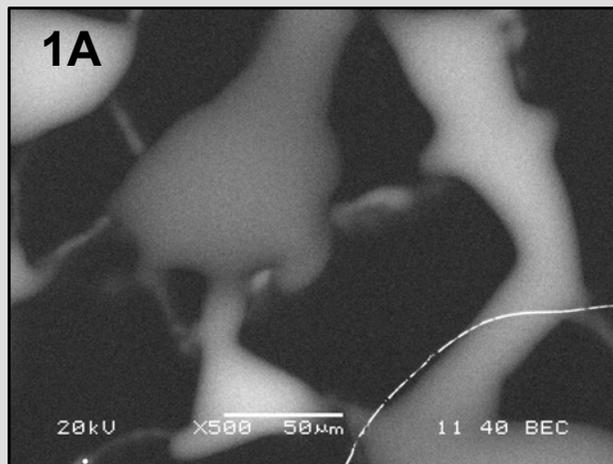
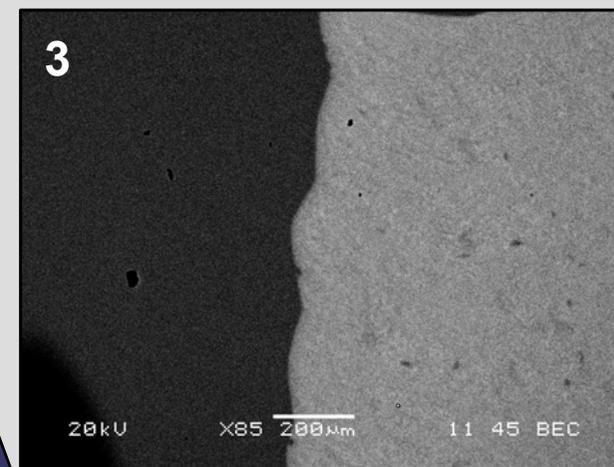
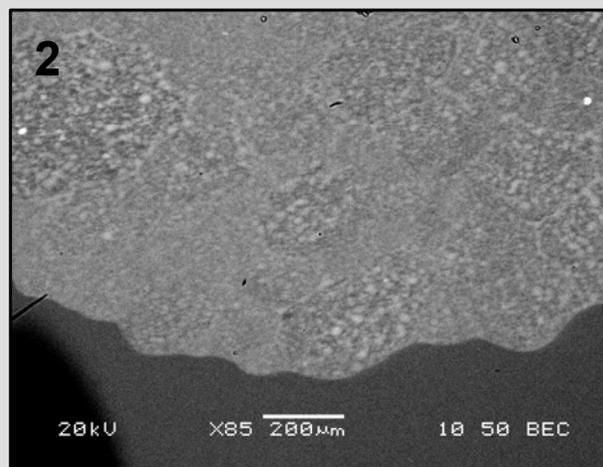
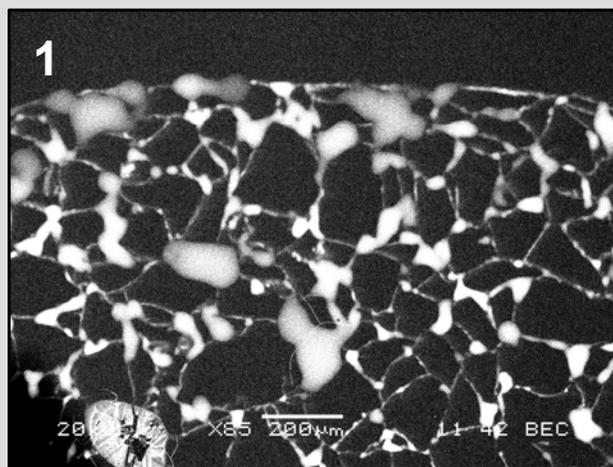
Al₂O₃: средний размер частиц - 10 мкм, чистота 99,99 %

Yb₂O₃: средний размер частиц - 5 - 8 мкм, чистота 99,99 %

Методика многократных перетягиваний и консолидаций

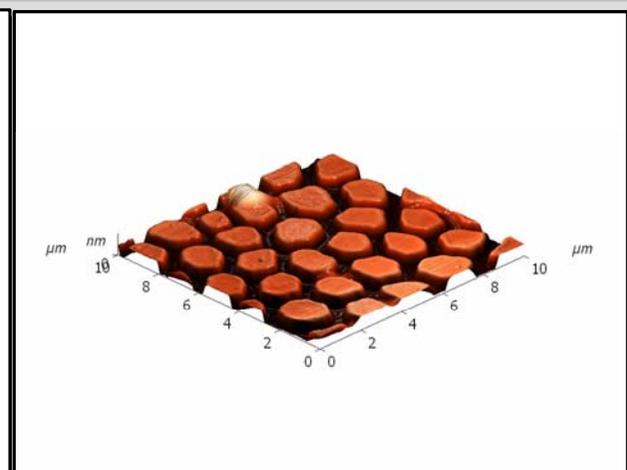
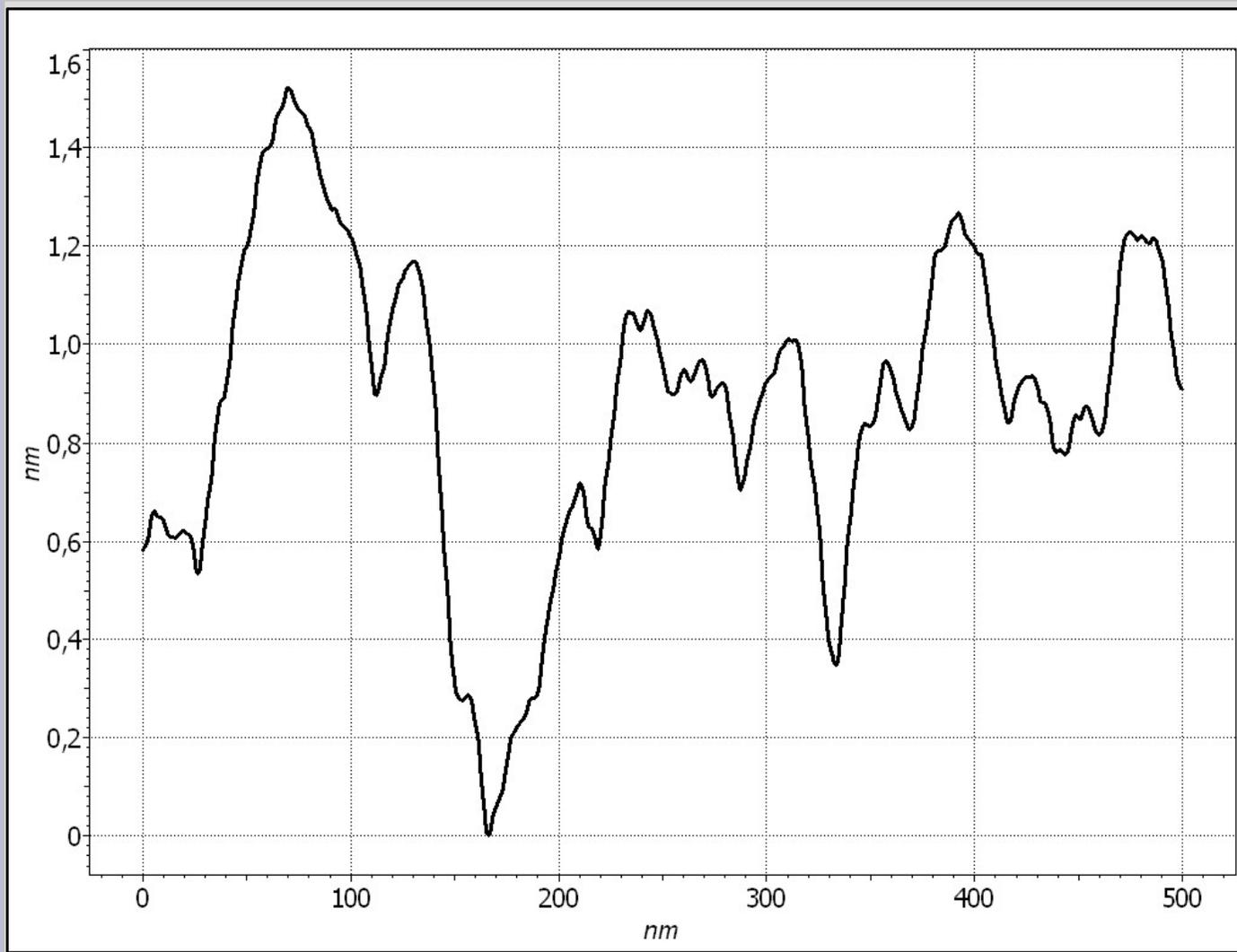


Увеличение однородности оптического материала в процессе многократного перетягивания (электронная микроскопия)

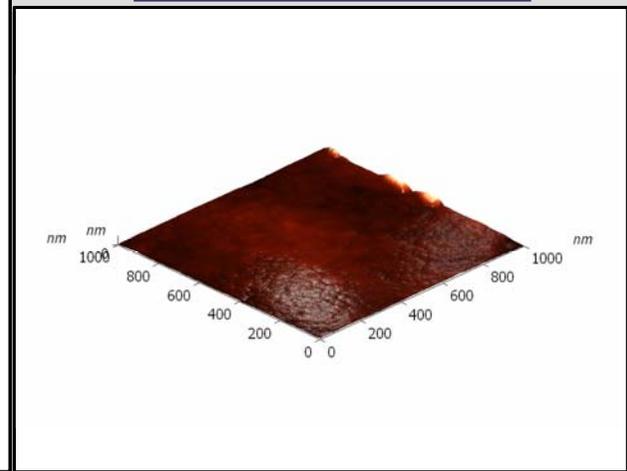


Электронные микрофотографии поперечных сечений сердцевины заготовки ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Yb}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$), полученной спеканием порошков (1), после первого (2) и второго цикла (3) перетягиваний (увеличение $\times 85$). То же, увеличение $\times 500$ (1A, 2A, 3A)

Увеличение однородности оптического материала в процессе многократного перетягивания (атомно - силовая микроскопия)



10 мкм

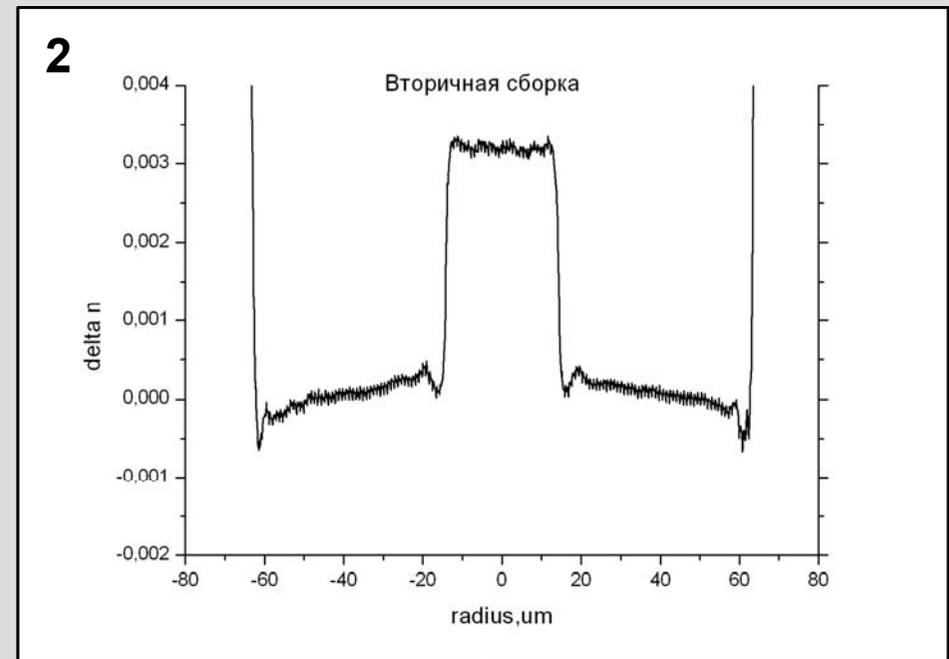
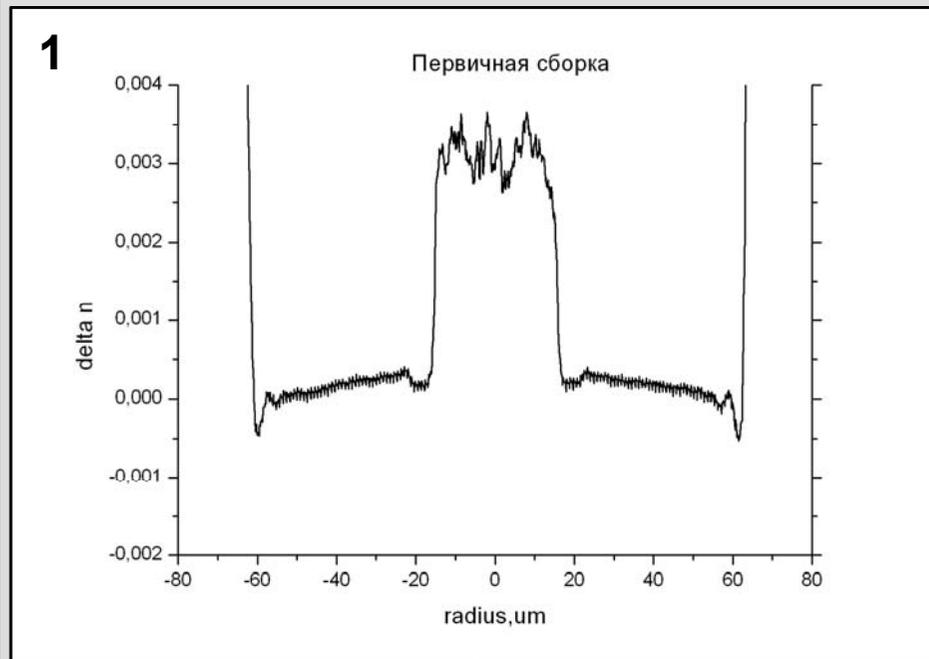


1 мкм

Рельеф поверхности образца

Цикл 3

Трансформация профиля показателя световодов



Исходные компоненты: Al_2O_3 , Yb_2O_3 , SiO_2 .

Концентрации легирующих компонентов:

Yb_2O_3 - 0.84 wt %, Al_2O_3 - 1.89 wt %.

Диаметр легированной сердцевины - 30 мкм,
диаметр нелегированной чистой кварцевой
оболочки - 125 мкм.

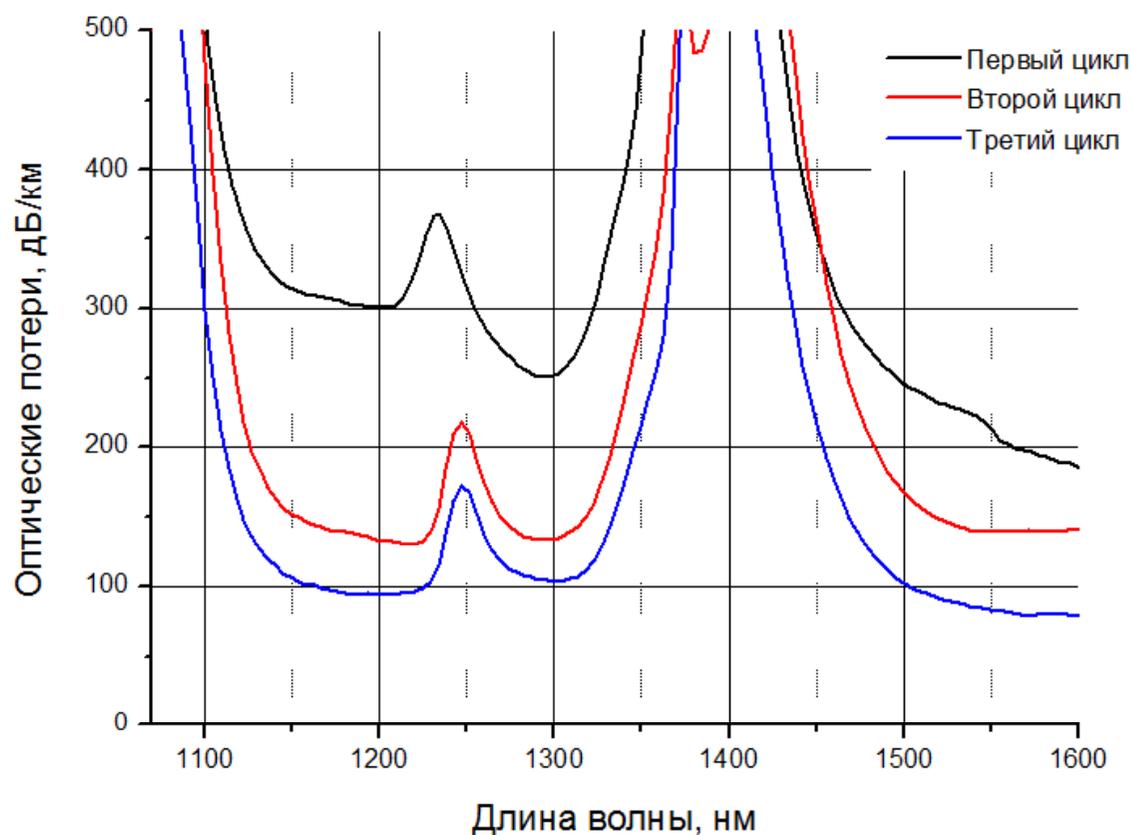
Средняя разница показателей преломления
сердцевины и оболочки 0,0033

Профили показателя преломления
многомодовых оптических волокон,
легированных ионами Yb^{3+} и Al^{3+} ,
вытянутых из заготовок после первого
(1) и второго (2) циклов «перетягивание
- консолидация».

Волоконные световоды, легированные ионами иттербия и алюминия

Световод	Тип	Количество циклов оптимизации	Диаметр сердцевины мкм
B1(2)	многомодовый	1	30
C1(2)	многомодовый	2	30
D1(2)	многомодовый	3	30
D2(2) (SMYA - 2)	SMF, длина волны отсечки первой высшей моды $\lambda_c = 1\text{ мкм}$	3	9

Оптические потери световодов, легированных ионами Al^{3+} и Yb^{3+}



Концентрации
легирующих
компонентов:

Yb_2O_3 - 1.68 вес %, Al_2O_3
- 3.78 вес %

$\Delta n = 0,0072$

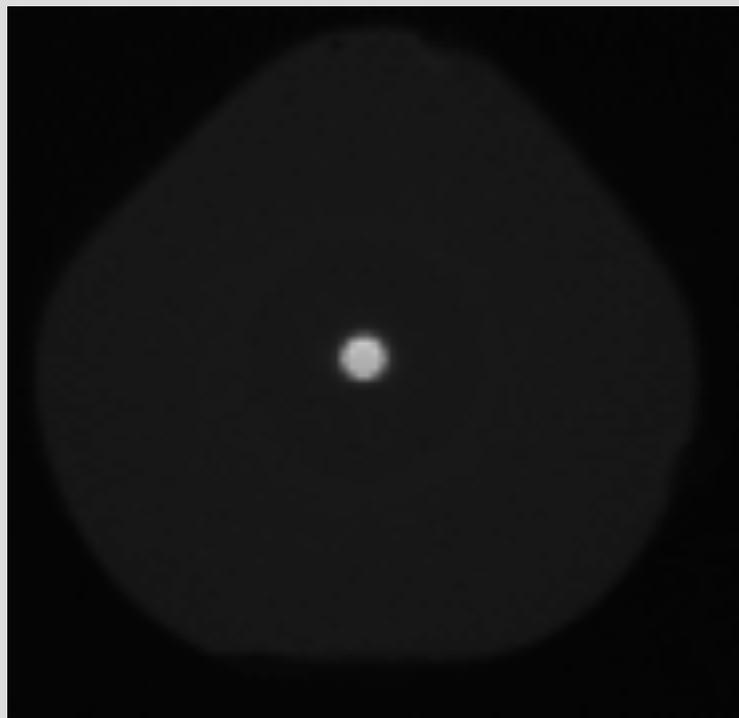
Минимальные
оптические потери в
области $\lambda \sim 1200$ нм
после первого цикла
оптимизации составили
300 дБ/км,

после второго — 130
дБ/км,

после третьего — 95
дБ/км.

Спектральные зависимости оптических потерь, измеренные в
световодах после каждого цикла оптимизации

Люминесцентные свойства световода SMYA-2



Распределение интенсивности
излучения на выходном торце
световода

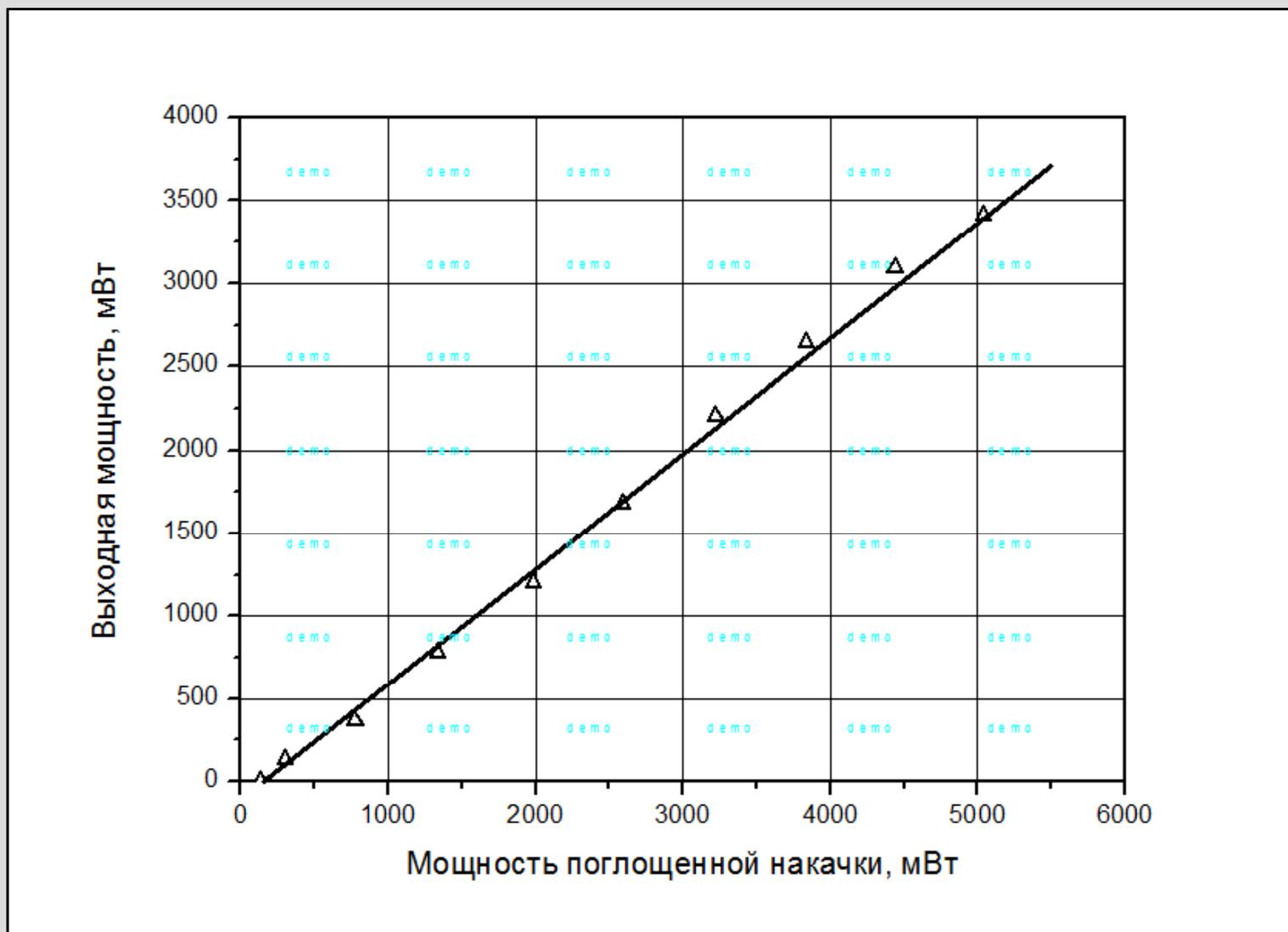
Одномодовый активный световод, легированный ионами Al^{3+} и Yb^{3+}

Диаметр легированной сердцевины – 9 мкм, средний диаметр кварцевой оболочки – 120 мкм, Δn – 0,0072.

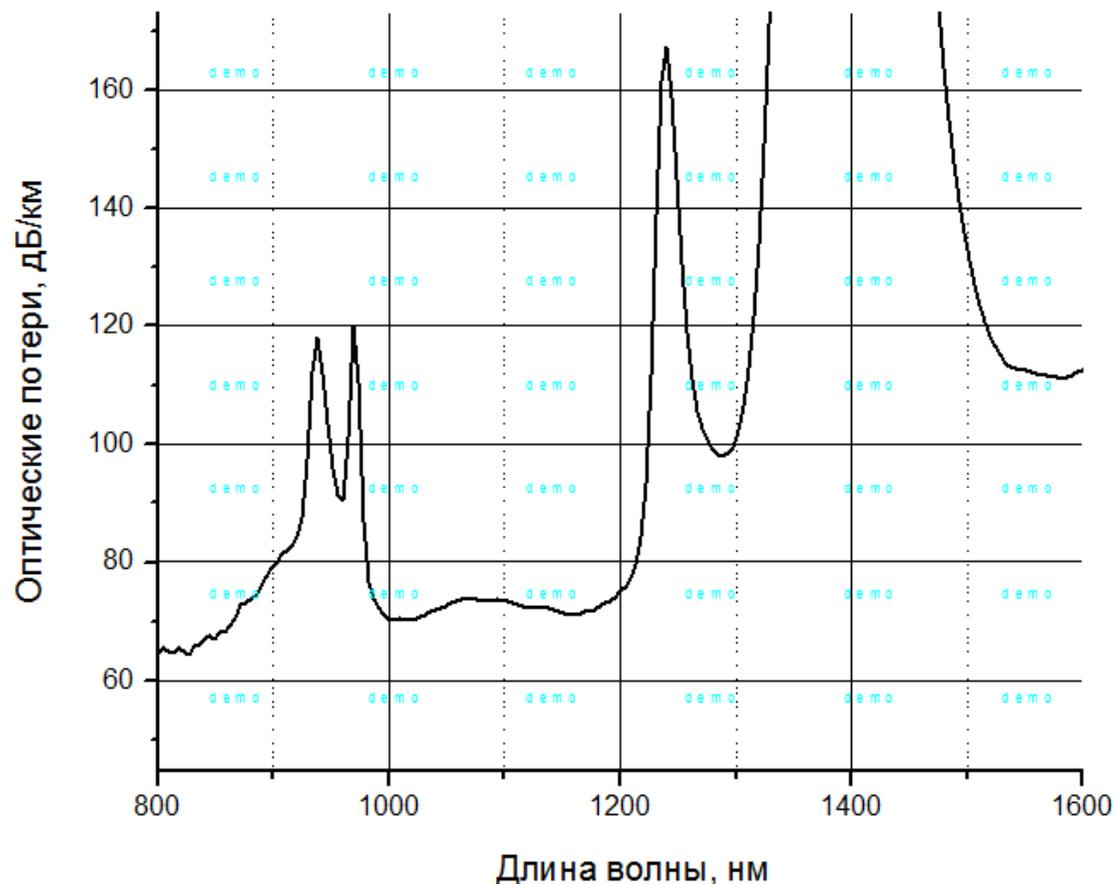
Величина оптического поглощения ионов Yb^{3+} составляет 370 дБ/м на 910 нм.

Время жизни возбужденного уровня иона иттербия, измеренное при накачке через оболочку, – 810 мкс

Эффективность лазерной генерации световода SMYA-2 (длина 16 м)



Спектр оптических потерь световода, легированного алюминием



Минимальный уровень оптических потерь в области 1100 – 1200 нм составляет ~ 70 дБ/км

Содержание оксида алюминия Al_2O_3 в стекле составляет 2,2 mol%

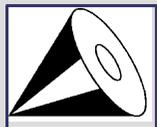
Расчетное $\Delta n = 0.006$

Внешний диаметр световода равен 125 мкм при диаметре легированной сердцевины – 30 мкм

Результаты работы и выводы

1. Разработана технология получения заготовок активных волоконных световодов путем спекания порошкообразных оксидов. Экспериментально показано, что данная технология позволяет производить кварцевое стекло, легированное оксидами с высокой температурой возгонки в количестве 2 мол % и более.
2. Разработана методика оптимизации структуры полученного спеканием материала, позволившая при проведении каждого своего цикла уменьшать размеры оптических неоднородностей на один порядок и, благодаря интенсивно происходящим процессам диффузии, снижать величину флуктуаций показателя преломления.
3. Использование методики оптимизации позволило изготовить заготовки и волоконные световоды с приемлемым уровнем оптических потерь (менее 100 дБ/км), легированные 2 мол. % оксида алюминия, а также солегированные 0,25 мол. % оксида иттербия, и измерить их некоторые оптические и структурные свойства.
4. В полученном активном одномодовом волоконном световоде, легированном ионами иттербия, при накачке на 910 нм получена лазерная генерация с эффективностью 70 %.

Спасибо за внимание!



НЦВО РАН
2011

Особенности метода спекания из порошков заготовок оптических волокон

Преимущества метода:

- Точно контролируемое введение в оптический материал легирующих компонентов как в малых, так и в больших концентрациях, и возможность введения в требуемых валентных состояниях. Отсутствие характерного для MCVD заготовок центрального провала профиля показателя преломления.
- Возможность ввода в оптическое волокно из кварцевого стекла элементов или веществ, которые невозможно ввести другими методами. Становится возможным создание световодов с уникальной структурой и свойствами.
- Технологическая простота.

Недостатки метода:

- Невозможность введения в получаемый оптический материал легколетучих легирующих компонентов, например, оксида фосфора P_2O_5 .
- Полученные по классической схеме метода спекания из порошков заготовки оптических волокон характеризуются значительными оптическими и концентрационными неоднородностями, величина которых главным образом зависит от размеров частиц исходных порошков

Исследование структуры волоконных световодов с помощью атомно-силовой микроскопии

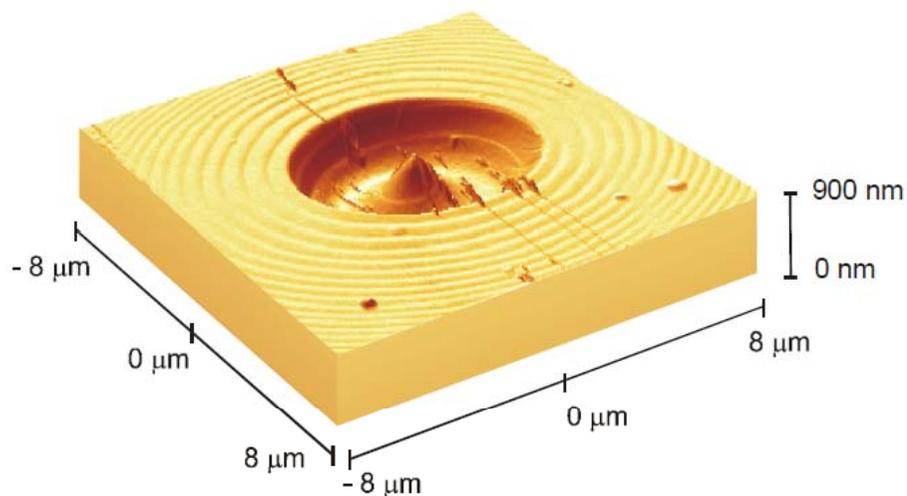


Fig. 1. AFM image of phosphorus-doped fiber after etching in hydrofluoric acid for 180 seconds. The core is observed as crater since it is etched faster than the concentric inner cladding SiO_2 layers.

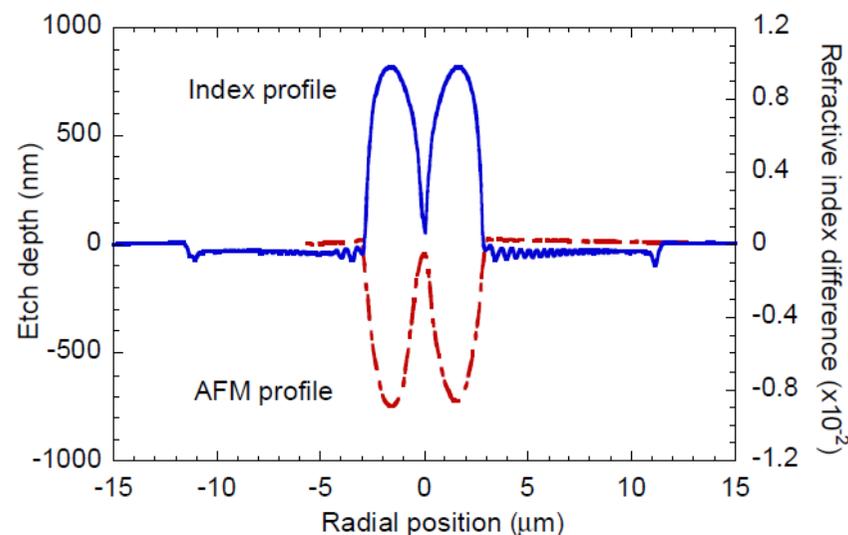
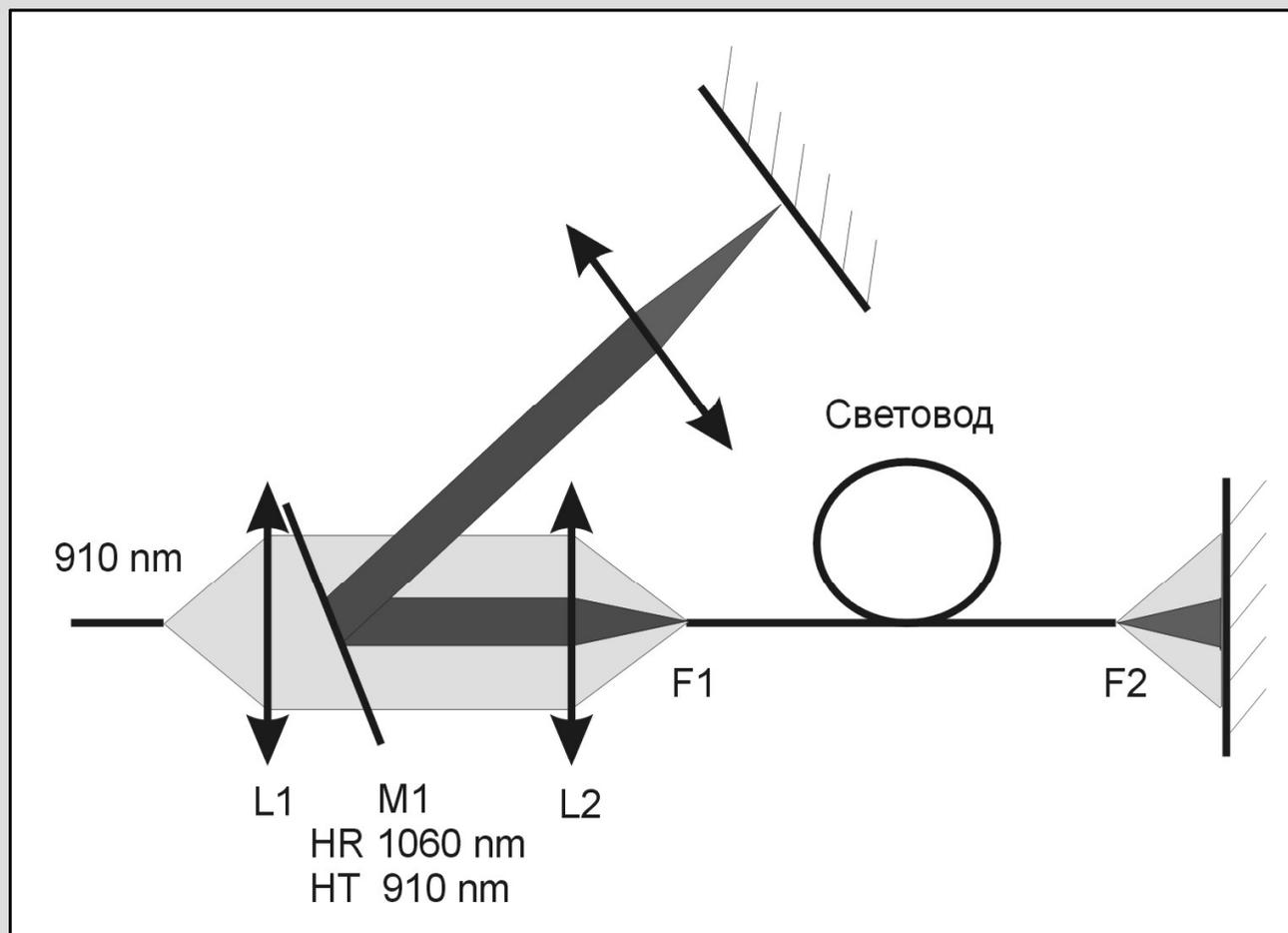


Fig. 3. Comparison of the preforms refractive index profile with the etch profile of the pristine fiber. The preform diameter has been downscaled for comparison.

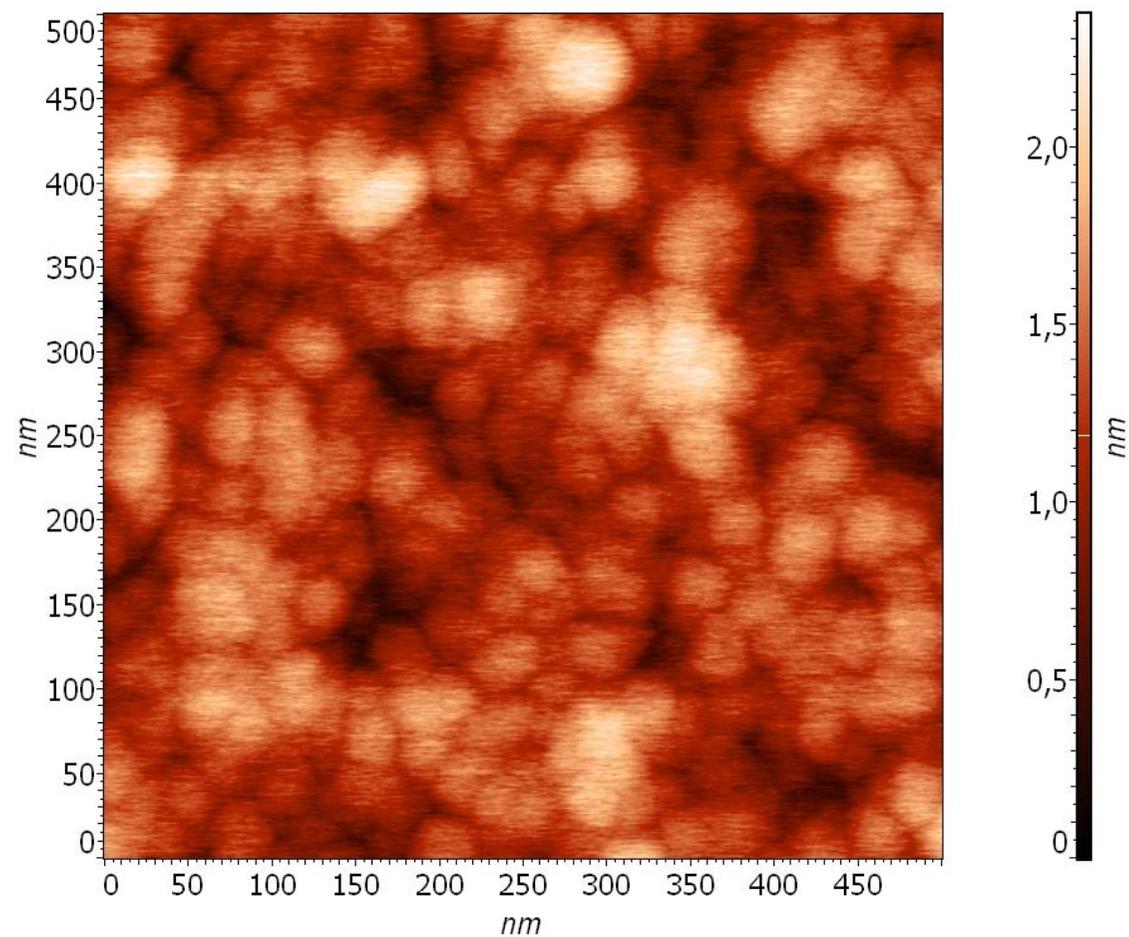
F. Dürr, G. Kulik, H. G. Limberger, R. P. Salathé, S. L. Semjonov, E. M. Dianov. - Hydrogen loading and UV-irradiation induced etch rate changes in phosphorus-doped fibers. - Opt. Express, Vol. 12, 23 (2004).

P. Pace, S. T. Huntington, K. Lytikäinen, A. Roberts, J. D. Love. - Refractive index profiles of Ge-doped optical fibers with nanometer spatial resolution using atomic force microscopy. - Opt. Express 12, 1452-57 (2004)

Оптическая схема измерения параметров лазерной генерации



Структура сердцевины световода ММУА-2 (атомно-силовая микроскопия)



Авторы выражают благодарности

Исхаковой Людмиле Дмитриевне

Черноок Светлане Георгиевне

Алешкиной Светлане Сергеевне

Алексееву Вячеславу Владимировичу