

铒镱共掺磷硅酸盐光纤的制备及其激光性能研究

张泽学, 蒋作文, 彭景刚, 戴能利, 李海清, 杨旅云, 李进延

(华中科技大学 武汉光电国家实验室, 光电子科学与工程学院, 武汉 430074)

摘 要: 利用改进化学气相沉积法(MCVD)的反向沉积工艺, 结合无铝的溶液掺杂技术, 制备了高性能掺磷石英基的铒镱共掺光纤. 反向沉积技术表现出了在纤芯中大量沉积磷这类高温下极易蒸发成分上的优势. 研究表明, 这种光纤中, 铒镱离子能量传递效率极高, 掺磷的石英基质对于促进镱离子对铒离子的能量传递, 抑制镱离子寄生荧光作用明显. 最后, 搭建了双包层铒镱共掺光纤激光器系统, 在光纤长度为 4 m 时, 获得了 3.2 W 的最大功率输出, 斜率效率达 30%.

关 键 词: 反向沉积; 改进化学气相沉积法; 铒镱共掺; 磷硅酸盐

中图分类号: TQ171

文献标识码: A

Fabrication and Characterization of $\text{Er}^{3+}:\text{Yb}^{3+}$ Co-doped Phosphosilicate Fibers

ZHANG Ze-Xue, JIANG Zuo-Wen, PENG Jing-Gang, DAI Neng-Li, LI Hai-Qing, YANG Lü-Yun, LI Jin-Yan

(Wuhan National Laboratory for Optoelectronics, College of Optoelectronic Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China)

Abstract: Fabrication process of efficient $\text{Er}^{3+}:\text{Yb}^{3+}$ co-doped phosphosilicate fibers by modified chemical vapor deposition (MCVD) was reported. The process is combined with the solution doping technique where the codopant of aluminum is absolutely removed. It shows that the backward deposition process can be adapted to incorporate low viscosity phosphate glass and the reason of the porous layer with a higher phosphorus content which is fabricated in that process was discussed in details. The limiting of the back-transfer of energy from erbium ions to ytterbium ions and the suppressing the onset of Yb-ASE are demonstrated by fluorescence spectrum of the perform of phosphosilicate. It shows the efficient energy transfer in this broad absorption, ytterbium-sensitized erbium fiber. The performances of double-cladding $\text{Er}^{3+}:\text{Yb}^{3+}$ co-doped fiber lasers (EY-DCFLs) are also studied experimentally. The maximum output power is about 3.2 W by using a 4 m fiber, with a slope efficiency of 30%.

Key words: backward deposition; MCVD; $\text{Er}^{3+}:\text{Yb}^{3+}$ co-doped; phosphosilicate

随着高速率、大容量、长距离光纤通信系统的发展, 光纤通信网络对光纤放大器的性能指标、功能和成本几个方面都提出了更高的要求^[1], 但是, 传统的掺铒光纤放大器(Erbium-doped optical fiber amplifier, EDFA)饱和输出功率只能达到约 30 dB/m (1 W), 无法满足高输出功率的要求. 人们提出了铒

镱共掺光纤的解决方案. 在 800~1100 nm 波段, Yb^{3+} 具有比 Er^{3+} 更大的吸收截面, 而且 Yb^{3+} 离子在磷硅酸盐基质中的溶解度远远大于 Er^{3+} 离子的溶解度, 因而通过 Yb^{3+} 离子对 Er^{3+} 离子的敏化, 可以明显增强 Er^{3+} 在 1.5 μm 处的激光效率^[2-5], 所以大模场的双包层铒镱共掺光纤($\text{Er}^{3+}:\text{Yb}^{3+}$ co-doped fiber, EYDF)

收稿日期: 2011-07-11; 收到修改稿日期: 2011-11-02

基金项目: 863 项目(2011AA030201); 广东省教育部产学研计划项目(2009A090100044)

863 Program (2011AA030201); Science and Technology Project of Guangdong Province (2009A090100044)

作者简介: 张泽学(1986-), 男, 硕士研究生. E-mail: zhangzexue625@163.com

通讯作者: 李进延, 教授. E-mail: ljiy@mail.hust.edu.cn

特别适合用于 $1.5\ \mu\text{m}$ 波段高功率放大。

实现 Yb^{3+} 对 Er^{3+} 离子的高效率能量传递, 抑制其能量的反传递, 抑制 Yb^{3+} 的受激辐射荧光, 一直是制备 EYDF 的重点^[6-7]。以改进化学汽相沉积法(MCVD)为基础的掺杂技术制备掺稀土光纤时, 一般在纤芯中掺入稀土离子的同时, 还掺入 Al_2O_3 ^[8-10], 主要是为了提高稀土离子的掺杂浓度, 避免稀土因高掺杂带来的离子析晶。但是, 大量的掺 Al_2O_3 却严重阻碍 Yb^{3+} 对 Er^{3+} 离子的能量传递^[11], 所以在 EYDF 制备过程中必须避免大量 Al_2O_3 掺入。研究表明, 在磷酸盐这种高声子能量基质中, Er^{3+} 离子 $^4\text{F}_{11/2}$ 的能级寿命显著降低, 极大地抑制了 Er^{3+} 离子 $^4\text{F}_{11/2}$ 能级对 Yb^{3+} 离子的 $^2\text{F}_{5/2}$ 能级的能量反传递^[12], 同时高含量的磷(P)成分又增大了 Yb^{3+} 、 Er^{3+} 离子的掺杂浓度, 避免稀土离子析晶, 因而在纤芯中大量掺杂磷成分是实现高性能 EYDF 的关键。

P 在高温下极易蒸发, 利用传统 MCVD 工序无法在纤芯实现大量的掺杂。本工作在 MCVD 工艺及纤芯掺杂成分上有所改变, 避免引入 Al_2O_3 , 采用“反向沉积”技术^[12], 提高了 P 的掺杂量, 制备了高性能的双包层钕镱共掺光纤, 分析并讨论了光纤的吸收及激光特性。

1 实验

从基于 MCVD 沉积工艺和液相掺杂来简要地描述采用的流程路线^[8,12]: 在反应管中沉积一层疏松的磷硅质层(这种疏松层已经包括除稀土外的所有共掺物); 预烧结疏松层到一个相对硬度为 0.2 的水平(完全烧结为 1); 在室温下, 液相掺杂(稀土氯化物的乙醇溶液渗透 1 h); 1000°C 下通氧气干燥; 1400°C 在氧气和氯气中熔化疏松层; 在 2000°C 烧结成透明的预制棒; 拉制光纤。

在沉积磷硅质疏松层时, 氢氧焰喷灯移动方向和 MCVD 气相沉积系统中反应物在反应管中行进方向一致时, 称为“正向沉积”, 如图 1(a); 如果相反就称为“反向沉积”, 如图 1(b)。化学物质 POCl_3 、 SiCl_4 分别在高温区与 O_2 反应, 生成磷硅质疏松层, 并直接沉积在反应管薄壁上(如图 1 所示)。

2 结果与讨论

2.1 磷硅质层中磷含量的测试与分析

为了研究不同工艺对磷沉积的影响, 在其它工艺参数不变情况下, 分别采用“正向沉积”和“反

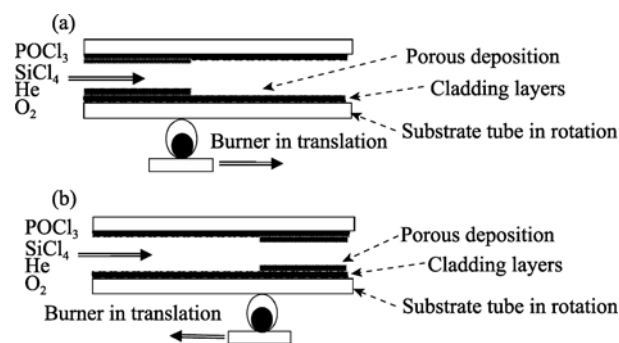


图 1 MCVD 正向沉积工艺(a)和反向沉积工艺(b)

Fig. 1 Fabrication of the phosphosilicate porous layer by the MCVD process

(a) Forward deposition; (b) Backward deposition

向沉积”制备无稀土掺杂光纤预制棒, 分析其对磷沉积量的影响。在 MCVD 进行缩制预制棒处理过程中, 温度直接升达 2100°C , 导致反应管内、外层五氧化二磷大量挥发, 表现在折射率剖面的纤芯处会形成一个大凹陷。利用光纤分析仪 NR2600 (Exfo) 测试了预制棒折射率剖面分布, 测试采用波长为 $670\ \text{nm}$, 结果如图 2。一般共掺杂剂对折射率的影响服从稀土摩尔组分增量上的线性关系, P_2O_5 对折射率的贡献约为 $9 \times 10^{-4}/\text{mol}^{[8]}$, 由此可以计算出相应的 P_2O_5 含量分布。由图 2 可见, “反向沉积”中磷的沉积量明显高于“正向沉积”中磷的沉积量。

“正向沉积”硅质疏松层过程中, 反应物在喷灯高温区快速反应, 在喷灯下游遇冷沉积下来形成疏松层, 然后喷灯经过形成的疏松层, 由于硅酸盐的高粘性, 喷灯高温不会熔化疏松层, 并会使疏松层和反应管管壁结合得更加紧密, 防止液相掺杂稀土时疏松层脱落。但实验发现当沉积磷硅质疏松层时, 在磷大量沉积过程中, 即使把温度降低 200°C , 喷灯高温仍然会使磷大量熔化和挥发, 无法实现磷的大量沉积。在“反向沉积”过程中, 反应物在喷灯高温区反应后, 沉积在喷灯方向上游, 避免了高温

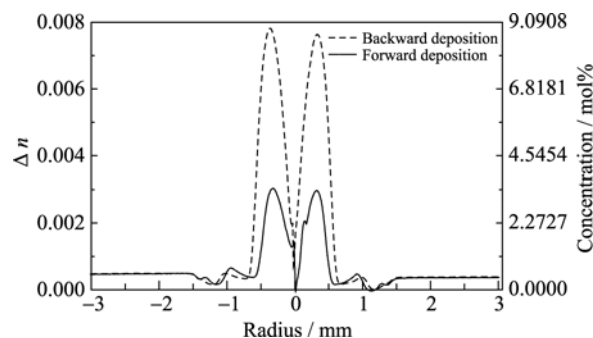


图 2 预制棒纤芯折射率增量 Δn 及五氧化磷含量分布图

Fig. 2 Refractive-index increment(Δn) and P_2O_5 concentration profiles of the perform across the core

对磷的烧结和造成的剧烈挥发, 有利于磷的大量沉积. 因而, 采用“反向沉积”技术, 可以提高磷的掺杂量, 能够制备出高性能的铒镱共掺光纤.

2.2 预制棒荧光特性测试

采用上述 MCVD 反向磷沉积工艺, 稀土液相掺杂技术, 制备了铒镱共掺光纤预制棒, 其中溶液中铒镱离子配制比例为 10:1. 利用光纤分析仪 NR2600 测试了预制棒的折射率剖面, 棒长约 40 cm、直径 15 mm、芯径 1.2 mm、纤芯数值孔径为 0.17. 有研究表明^[10], 磷铝石英基质很难实现镱、铒离子间的能量转移, 增强铒离子荧光. 为了研究磷酸盐基质铒镱离子的荧光特性, 截取 3 cm 预制棒做成切片, 利用透镜将 976 nm 激光耦合进入棒芯, 为最大化激发稀土离子受激反转, 观察其能量传递性能, 保证耦合进入棒芯激光功率为 10 W 以上. 测试过程中, 为防止从切片另一端出来高功率剩余泵浦光烧坏光谱仪, 用 45°双色片对 976 nm 激光进行高反, 然后通过 ZUOLIX 的 SBP300 测量了其荧光特性, 测量结果如图 3 所示.

由图 3 可知, 976 nm 处依然有剩余的泵浦光存在, 在高功率泵浦下, Yb^{3+} 在峰值为 1060 nm 的荧光与 Er^{3+} 在峰值为 1543 nm 的荧光相比, 被明显抑制, 这是由于磷酸盐纤芯基质促进 Yb^{3+} 对 Er^{3+} 能量传递而抑制其反传递的结果. 通过两荧光峰的强弱对比, 也非常直观说明, 在磷酸盐基质中, Yb^{3+} 对 Er^{3+} 能量转移效率非常高. 但在 1060 nm 附近仍然有 Yb^{3+} 的荧光峰存在, 这也说明掺磷量和铒镱比例仍需要进一步优化, 从而达到完全抑制 Yb^{3+} 的荧光峰, 提高光纤的放大效率的效果.

2.3 光纤激光性能测试与讨论

将光纤预制棒研磨成八边形, 为测试光纤激光与纤芯吸收性能, 将预制棒分别拉制成单包层铒镱共掺光纤(Er/Yb co-doped single-mode fiber, EY-SMF)和双包层铒镱共掺光纤(Er/Yb co-doped

double-cladding fiber, EY-DCF). 具体参量如表 1 所示.

利用光纤综合测试系统 PK2500 测试了单包层光纤的吸收谱, 如图 4 所示. 由图可见, 光纤主要有中心波长为 550、650、1540 nm 三个较窄吸收带和 800~1150 nm 宽吸收带. 很显然, Yb^{3+} 的加入大大增强对于 910~1000 nm 的吸收, 通过能量传递, 有利于实现 1.5 μm 波段高功率激光输出.

为了测试双包层铒镱共掺光纤(EYDF)的激光性能, 搭建了激光装置系统, 如图 5 所示, 泵源是中心波长为 976 nm、最高输出 16 W 的半导体激光器, 其输出尾纤直径 200 μm , 数值孔径 0.22. 耦合透镜组的耦合效率为 95%, 输入双色镜对 1540~1560 nm 反射率为 95%以上, 而对 960~979 nm 透射率为 90%以上, 输出激光通过透镜准直后, 用 45°双色镜滤光, 其对 1540~1560 nm 反射率为 95%以上, 用 COHERENT 的 PM150 测量其输出激光. 利用截断法测量了双包层 EYDF 对 976 nm 的吸收系数为

表 1 单包层和双包层铒镱共掺光纤基本参量
Table 1 Parameters of Er/Yb co-doped single-mode/double-cladding fibers

Fiber	Diameter of core/ μm	Diameter of cladding/ μm	Numerical aperture of core /Cladding
EY-SMF	10	130	0.17/-
EY-DCF	30	400	0.17/0.46

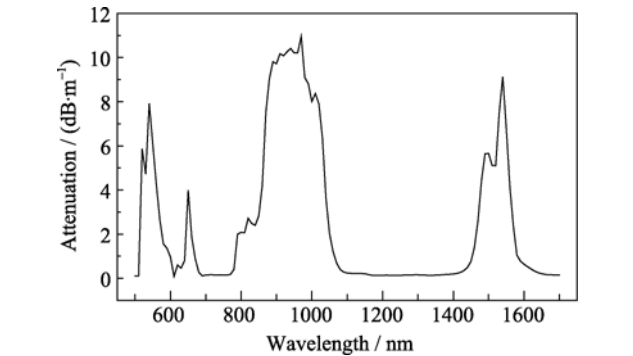


图 4 铒镱共掺光纤的损耗谱
Fig. 4 Attenuation spectrum of the Er/Yb co-doped fiber

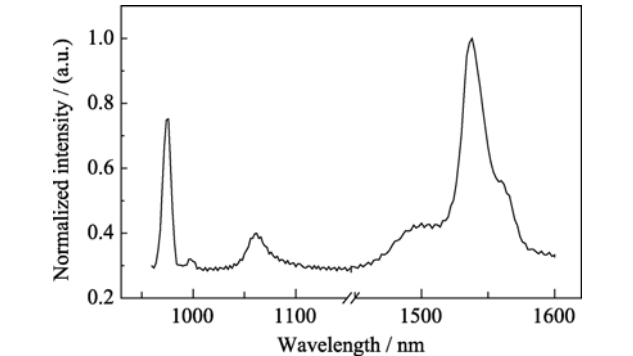


图 3 铒镱共掺光纤预制棒切片荧光谱
Fig. 3 Fluorescence spectrum of the Er/Yb co-doped perform

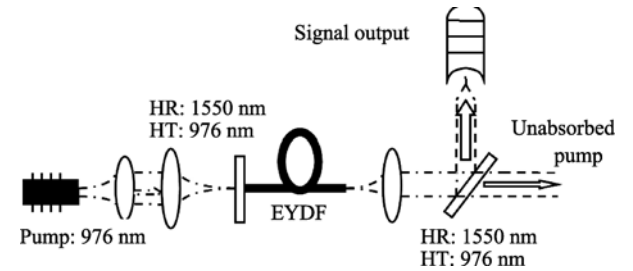


图 5 F-P 腔型双包层铒镱共掺光纤激光器系统
Fig. 5 Experimental setting of the high-power Er/Yb co-doped F-P cavity

2.3 dB/m, 优化光纤长度约为 4 m, 输出激光对于输入泵浦光的斜率效率结果, 如图 6 所示.

由图 6 可见, 双包层铒镱共掺光纤斜率效率为 30%, 依然偏低, 这一方面是由于输出激光中心波长为 1546 nm, 由纤芯吸收谱可见, 该波长正好位于纤芯 Er^{3+} 吸收带中心, 并且其吸收系数明显偏高, 接近 Yb^{3+} 在 976 nm 处的吸收系数(见图 4 所示), 限制了激光输出, 这是由于 Er^{3+} 掺杂浓度偏高导致; 另一方面纤芯中磷含量依然偏低, 不到 10mol%, 导致 Yb^{3+} 对于 Er^{3+} 的能量传递效率偏低; 再者 Yb^{3+} 和 Er^{3+} 比例没有进一步优化, 这些都限制了斜率效率的提高. 关于纤芯成分配比优化及光纤放大性能的研究, 将在后期进行.

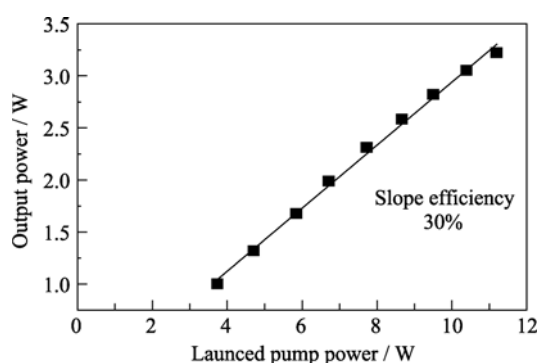


图 6 输出激光对于进入光纤泵浦光的函数, 最大输出受到泵浦光功率限制, 其激光中心波长为 1546 nm

Fig. 6 Output power at 1546 nm as a function of launched pump power

The measurement was limited by pump power

3 结论

利用 MCVD 反向磷硅酸盐沉积工艺, 在纤芯中掺杂大量的 P 而避免了 Al_2O_3 的引入, 优化了铒、镱离子间的能量传递性能, 极大地抑制了镱离子的寄生荧光, 制备了双包层铒镱共掺光纤. 通过“正向沉积”和“反向沉积”工艺性实验对比, 分析了在大量磷硅酸盐沉积上“反向沉积”工艺的优势, 并且通过激光实验, 验证了这种磷硅酸盐基质铒镱共掺光纤的优越性能, 其斜率效率高达 30%. 通过进一步完善“反向沉积”工艺, 优化铒镱离子最佳比例, 铒镱共掺光纤的性能会得到进一步提到, 有可能扭转国内该光纤还完全依赖进口的局面.

参考文献:

- [1] Ahmad R, Chatigny S, Rochette M, *et al.* Broadband amplification of high power 40 Gb/s channels using multimode Er-Yb doped fiber. *Optics Express*, 2010, **18(19)**: 19983–19993.
- [2] 万云, 傅焰峰. 高功率放大器在 WDM 系统中的应用研究. *光通信研究*, 2010, **157**: 54–56.
- [3] CHEN Dong-Dan, ZHANG Qin-Yuan, YANG Zhong-Min, *et al.* Fabrication and characterization of amplified spontaneous emission from Er^{3+} -doped single-mode tellurite fiber. *Journal of Inorganic Materials*, 2007, **22(6)**: 1095–1098.
- [4] Jeong Y, Yoo S, Codemard C, *et al.* Er: Yb co-doped large core fiber laser with 297 W continuous-wave output power. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronic*, 2007, **13(3)**: 573–597.
- [5] Tankala K, Samson B, Carter A, *et al.* New developments in high power eye-safe LMA fibers. *Proc. of SPIE*, 2006, **6102**: 610206–1–9.
- [6] Kuhn V, Neumann J, Wepels P, *et al.* Stabilization and power scaling of cladding pumped Er: Yb co-doped fiber amplifier via auxiliary signal at 1064 nm. *Opt Express*, 2009, **17(20)**: 18304–18311.
- [7] Kuhn V, Kracht D, Neumann J, *et al.* Dependence of Er: Yb co-doped 1.5 μm amplifier on wavelength-tuned auxiliary seed signal at 1 μm wavelength. *Optics Letters*, 2010, **35(24)**: 4105–4107.
- [8] Unger S, Schwuchow A, Dellith J, *et al.* Co-doped materials for high power fiber lasers: diffusion behaviour and optical properties. *Proc. of SPIE*, 2007, **6469**: 6946913–1–12.
- [9] Kirchhof J, Unger S, Schwuchow A, *et al.* Dopant interactions in high-power laser fibers. *Proc. of SPIE*, 2005, **5723**: 261–273.
- [10] 黄榜才, 衣永青, 段云峰, 等. Er-Yb 双包层光纤的研制. *光子学报*, 2009, **38(2)**: 339–343.
- [11] Vienne G, Brocklesby W, Brown R, *et al.* Role of aluminum in ytterbium-erbium co-doped phosphoaluminosilicate optical fibers. *Optical Fiber Technology*, 1996, **2(40)**: 387–393.
- [12] Vienne G, Caplen J, Dong L, *et al.* Fabrication and characterization of Yb^{3+} : Er^{3+} phosphosilicate fibers for lasers. *Journal of Light-wave Technology*, 1998, **16(11)**: 1990–2002.