Световоды с высокой концентрацией активных редкоземельных ионов с сердцевиной из фосфатного стекла и оболочкой из кварцевого стекла

О.Н.Егорова, Б.И.Галаган, Б.И.Денкер, С.Е.Сверчков, С.Л.Семенов

Приведены результаты исследования композитных волоконных световодов, сердцевина которых состоит из фосфатного стекла, легированного активными редкоземельными элементами, а оболочка – из кварцевого стекла. Сердцевина из фосфатного стекла позволяет получить высокую концентрацию активных редкоземельных ионов, а оболочка из кварцевого стекла обеспечивает высокую механическую прочность и облегчает процесс сварки таких световодов со световодами из кварцевого стекла. Благодаря высокой концентрации активных редкоземельных ионов данный вид световодов является перспективным для применений, где необходима малая длина резонатора и высокая эффективность генерации.

Ключевые слова: фосфатное стекло, активные волоконные световоды, композитные световоды, технология изготовления активных световодов.

1. Введение

Фосфатное стекло является одной из лучших матриц для легирования активными редкоземельными элементами. Такое стекло можно легировать редкоземельными ионами с большой концентрацией; кроме того, оно обеспечивает высокую эффективность передачи энергии возбуждения при совместном легировании ионами иттербия и эрбия, поскольку благодаря большой энергии фононов в нем мала вероятность процесса обратной передачи энергии [1]. Концентрация редкоземельных ионов в фосфатном стекле в среднем на порядок выше, чем в алюмосиликатных или фосфоросиликатных стеклах, обычно используемых в качестве материала сердцевин активных световодов на основе кварцевого стекла. Можно изготовить световоды, и сердцевина и оболочка которых состоят из фосфатного стекла. Высокая концентрация активных редкоземельных ионов в сердцевине таких световодов позволяет получать большие коэффициенты усиления и выходные мощности на единицу длины световода [2,3] и, следовательно, сократить рабочую длину активного элемента волоконного лазера или усилителя по сравнению со световодами на основе кварцевого стекла.

Уменьшение длины активных элементов лазеров и усилителей целесообразно прежде всего для ослабления нежелательного нелинейно-оптического взаимодействия. Как известно, нелинейно-оптические эффекты, в том числе фазовая самомодуляция, ВКР и вынужденное рассеяние Мандельштама-Бриллюэна, возникающие при большой интенсивности излучения в сердцевине и большой длине волоконных лазеров и усилителей, являются основным

Поступила в редакцию 30 сентября 2016 г., после доработки – 21 октября 2016 г.

фактором, ограничивающим выходную мощность и энергию импульсов этих устройств [4]. Поскольку величина нелинейно-оптического взаимодействия возрастет с длиной световода [5], то одним из способов снижения нежелательных нелинейно-оптических эффектов может быть уменьшение этой длины. Так, например, важной задачей, которую можно решить путем уменьшения длины активного световода, является повышение порога вынужденного рассеяния Мандельштама – Бриллюэна, вызывающего частичное обратное отражение сигнала при усилении излучения одночастотного лазера.

Кроме того, фосфатные световоды с большими коэффициентами усиления на единицу длины используются для создания одночастотных волоконных лазеров с высокой выходной мощностью (порядка нескольких сотен милливатт) [6,7]. Большая концентрация активных редкоземельных ионов в фосфатном стекле позволяет получать значительную выходную мощность даже при достаточно малой длине активного световода, которая, в свою очередь, необходима для получения одночастотного режима генерации. С использованием фосфатного световода, легированного эрбием и иттербием, также был реализован лазер с синхронизацией мод с высокой частотой следования импульсов, равной 12 ГГц [8]. Длина активного световода при этом составила менее 1 см.

Важный недостаток фосфатного стекла по сравнению с кварцевым – его низкая стойкость к воздействию атмосферной влаги, что существенно снижает надежность световодов на его основе, поскольку приводит к их деградации с течением времени. Кроме того, из-за больших различий в физико-химических свойствах фосфатного и кварцевого стекол, световоды из этих материалов плохо поддаются соединению друг с другом посредством сварки.

В работе [9] было предложено объединить преимущества фосфатного и кварцевого стекол путем изготовления композитного световода с сердцевиной из фосфатного стекла, легированного неодимом, и оболочкой из кварцевого стекла. В световодах такого типа, с одной стороны, высокая концентрация редкоземельных элементов в фосфатной сердцевине позволяет сократить рабочую длину

О.Н.Егорова, С.Л.Семенов. Научный центр волоконной оптики РАН, Россия, 119991 Москва, ул. Вавилова, 38; e-mail: egorova@fo.gpi.ru

Б.И.Галаган, Б.И.Денкер, С.Е.Сверчков. Институт общей физики им. А.М.Прохорова РАН, Россия, 119991 Москва, ул. Вавилова, 38

активного световода, а с другой стороны, кварцевая оболочка позволяет обеспечить механическую надежность полученных световодов, а также упростить процесс сварки со световодами, целиком состоящими из кварцевого стекла.

В настоящей работе представлены результаты исследований композитных световодов с сердцевиной из фосфатного стекла, легированного активными редкоземельными ионами, и оболочкой из кварцевого стекла. Показана возможность изготовления таких световодов с приемлемыми оптическими характеристиками и исследованы образцы с сердцевиной из фосфатного стекла, легированного совместно ионами эрбия и иттербия либо только ионами иттербия. Полученные результаты демонстрируют большой потенциал этого типа световодов для создания волоконных лазеров и усилителей.

2. Изготовление и исследование композитных световодов

Для изготовления композитного световода использовалось фосфатное стекло, синтезированное в Институте общей физики РАН [10]. Кроме оксида фосфора, стекло содержало также оксиды алюминия, бора, лития и редкоземельного элемента (RE): 9 Li₂O-7Al₂O₃-7 RE₂O₃-12 B₂O₃-65 P₂O₅. Данный состав стекла по сравнению с другими составами фосфатных стекол имел более высокую механическую прочность, низкий коэффициент термического расширения $(7.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1})$, а также высокую стойкость к действию атмосферной влаги. Варка стекла осуществлялась в платиновом тигле в индукционной печи. Важнейшим требованием при этом являлась глубокая дегидратация стекла из-за сильной гигроскопичности оксида фосфора. Поэтому варка проходила в герметично закрытой печи в сухой атмосфере в течение 10-20 ч; температура варки составляла 1350°С.

Заготовки композитных световодов изготавливались методом «стержень в трубке». Для этого из объема фосфатного стекла с помощью полого алмазного сверла высверливались стержни диаметром 4 мм, которые затем вставлялись в трубку из кварцевого стекла. Далее полученная сборочная заготовка консолидировалась на печи вытяжки и «перетягивалась» на стержни диаметром около 1 мм. Для получения необходимого отношения диаметров сердцевины и оболочки на полученный стержень нахлопывалась дополнительная трубка из кварцевого стекла. Затем заготовка «перетягивалась» в световод при температуре 2000 °С. Все операции выполнялись в тех же температурных режимах и на том же оборудовании, которое обычно используется для изготовления световодов из кварцевого стекла.

Были изготовлены и исследованы два набора образцов – легированные эрбием и иттербием, а также легированные только иттербием. Полученные световоды имели достаточную для работы механическую прочность. Их также удавалось приваривать к обычному световоду из кварцевого стекла без образования пузырей в области сердцевины. Световод, легированный эрбием и иттербием, был вытянут в двойной оболочке для использования накачки через оболочку. Фотография торца такого световода представлена на рис.1,*а*. Световод содержит сердцевину из фосфатного стекла, легированного эрбием и иттербием, первую оболочку из кварцевого стекла и вторую оболочку, представляющую собой внешнее по-



Рис.1. Полученные с помощью электронного микроскопа фотографии торцов световода, легированного эрбием и иттербием (a), и световода, легированного только иттербием (δ).

лимерное покрытие (не показано на рис.1,*a*) с меньшим, чем у кварцевого стекла, показателем преломления. Для достижения максимального поглощения излучения накачки первая оболочка световода имела в поперечном сечении форму квадрата. Это достигалось механической обработкой заготовки перед вытяжкой световода. Размеры первой оболочки составляли 100×100 мкм, диаметр сердцевины – 13.5 мкм. Разность показателей преломления сердцевины и первой оболочки, рассчитанная по результатам измерения числовой апертуры сердцевины световода на длине волны 633 нм, была 0.035. При таких значениях параметров сердцевина световода является многомодовой.

Фотография торца световода, легированного только иттербием, приведена на рис.1,6. Световод был вытянут для накачки по сердцевине с круглым поперечным сечением. Диаметр сердцевины составлял 4.8 мкм. Разность показателей преломления сердцевины и первой оболочки, рассчитанная из измеренного значения числовой апертуры, как и в первом случае, была около 0.035. Световод с такими параметрами сердцевины также является многомодовым.

В объемных образцах материалов (стекол) сердцевины и оболочки были измерены показатели преломления на длине волны 589 нм, которые составили 1.458 для кварцевого стекла (марки Heraeus F300) и 1.5365 для фосфатного стекла. Полученная разность показателей преломления 0.079 заметно превышает таковую в световодах (около 0.035). Уменьшение различия показателей преломления в световоде по сравнению с исходными стеклами является результатом взаимной диффузии двух стекол в процессе вытяжки световода. Результаты анализа состава сердцевин композитных световодов, представленные на рис.2, показывают, что из-за взаимной диффузии двух стекол происходит снижение концентрации оксида фосфора от 65 мол.% в исходном стекле до 30-35 мол.% в световоде. Однако такая концентрация оксида фосфора все еще намного больше концентрации, которую можно получить методами осаждения из газовой фазы.

Оптические потери, измеренные при распространении сигнала по сердцевинам двух изготовленных световодов, приведены на рис.3. Минимальные оптические потери 2 дБ/м наблюдались в области 1.2–1.3 мкм, где отсутствует поглощение эрбия и иттербия. Такой уровень оптических потерь обусловлен, во-первых, загрязнениями переходными и редкоземельными металлами, вносимыми при варке фосфатного стекла в платиновом тигле, и, вовторых, поглощением ОН-групп, присутствующих в фосфатных стеклах из-за высокой гигроскопичности оксида фосфора. В использованном для изготовления волокна



Рис.2. Распределения концентраций атомов фосфора и кремния по сечению сердцевины композитного световода, полученные методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

фосфатном лазерном стекле поглощение ОН-групп составляло 475 дБ/м в максимуме на длине волны 3.33 мкм. Соотношение коэффициентов поглощения в аналогичных стеклах (без добавок эрбия) позволяет оценить обусловленное ОН-группами поглощение в исходном стекле на длине волны генерации 1.54 мкм как 0.5 дБ/м.

Для изготовления композитного световода, легированного иттербием и эрбием, было использовано фосфатное стекло с концентрацией ионов иттербия 1.7×10^{21} см⁻³ и ионов эрбия 1.3×10^{20} см⁻³. Величина поглощения редкоземельных ионов в изготовленном световоде, а также увеличение диаметра сердцевины световода относительно



Рис.3. Спектры оптических потерь, измеренные при распространении сигнала по сердцевине световода, легированного эрбием и иттербием (a), и световода, легированного только иттербием (δ).

расчетного свидетельствуют о том, что в процессе вытяжки световода в результате взаимной диффузии кварцевого и фосфатного стекол в сердцевине световода концентрация редкоземельных ионов уменьшалась примерно вдвое по сравнению с исходным фосфатным стеклом.

Спектры поглощения активных редкоземельных ионов в композитном световоде, легированном ионами эрбия и иттербия, показаны на рис.4. Поглощение в режиме слабого сигнала в окрестности длины волны 1 мкм (обусловленное преимущественно поглощением ионов иттербия), измеренное при прохождении излучения по первой оболочке, составило 0.6 дБ/см на длине волны 976 нм и 0.15 дБ/см на длине волны 914 нм (рис.4,а). Измеренное поглощение ионов эрбия при прохождении излучения по сердцевине на длине волны 1535 нм составило 1.5 дБ/см (рис.4,б). Форма спектра люминесценции ионов эрбия в композитном световоде отличается от спектра в исходном стекле (рис.5). Изменение формы спектра люминесценции происходит, очевидно, вследствие того, что ионы эрбия частично находятся в окружении кварцевого стекла, диффундировавшего в сердцевину в процессе вытяжки. Время жизни возбужденного состояния ионов эрбия составило 7.6 мс.

При изготовлении световода, легированного только ионами иттербия, было использовано фосфатное стекло с концентрацией ионов иттербия 5.0×10^{20} см⁻³. Поглощение в режиме слабого сигнала, измеренное при прохождении излучения по сердцевине, составило 2.5 дБ/мм на длине волны 976 нм.



Рис.4. Спектры поглощения композитного световода, легированного ионами эрбия и иттербия: спектр в окрестности длины волны 1 мкм, измеренный при прохождении излучения по первой оболочке (*a*), и спектр в окрестности длины волны 1.5 мкм, измеренный при прохождении излучения по сердцевине и обусловленный поглощением ионов эрбия.



Рис.5. Спектры люминесценции ионов эрбия в исходном стекле (*1*) и в композитном световоде (*2*).

3. Лазерная генерация

3.1. Композитный световод, легированный эрбием и иттербием

Исследование лазерных характеристик световода, легированного эрбием и иттербием, проводилось по схеме, представленной на рис.6. Резонатор был сформирован торцами световода, каждый из которых имел коэффициент отражения 4%. Для накачки использовалась линейка многомодовых полупроводниковых лазерных диодов. Ширина спектра накачки на полувысоте составляла 4 нм. При возрастании мощности накачки центральная длина волны ее спектра смещалась в длинноволновую сторону в пределах 964-969 нм. При этом излучение накачки попадало в спектральный диапазон 962-971 нм, в котором величина поглощения накачки в режиме слабого сигнала практически постоянна (рис.4,а) и составляет 0.13 дБ/см, что в четыре раза ниже, чем максимальное поглощение ионов иттербия в этом световоде. Излучение накачки вводилось в первую оболочку световода с помощью линзы. Для вывода лазерного излучения из резонатора на входе и выходе использовались диэлектрические зеркала. Выходные мощности лазерной генерации измерялись с обоих торцов световода (были равными) и суммировались. Спектр лазерного излучения состоял из двух полос с максимумами на длинах волн 1535 и 1545 нм, с шириной каждой полосы ~3 нм. В ходе тестирования генерационных характеристик в окрестности длины волны 1 мкм не наблюдалось ни лазерной генерации, ни люминесценции.

На рис.7 и 8 приведены зависимости выходной мощности лазера от введенной и поглощенной мощностей излучения накачки при различных длинах световода. Мак-



Рис.6. Схема установки для исследования генерационных характеристик композитного световода, легированного ионами эрбия и иттербия. ДЗ1, ДЗ2 – диэлектрические зеркала с большими коэффициентами отражения на длине волны лазерной генерации и прозрачные на длине волны накачки.



Рис.7. Зависимости выходной мощности лазера от введенной мощности накачки при различных длинах световода.



Рис.8. Зависимости выходной мощности лазера от поглощенной мощности накачки при различных длинах световода.

симальная дифференциальная эффективность генерации η относительно введенной мощности накачки составила около 28% и была получена при длине световода в диапазоне 40-60 см. При меньших длинах световода *п* уменьшалась из-за недостаточного поглощения излучения накачки, при бо́льших длинах – из-за роста оптических потерь. Наибольшая дифференциальная эффективность относительно поглощенной мощности накачки (39%) была получена в световоде длиной 24 см, при увеличении длины световода η уменьшалась за счет возрастания оптических потерь. Полученное значение дифференциальной эффективности относительно поглощенной мощности накачки оказалось таким же, как и в световоде длиной 7 см, целиком состоящем из фосфатного стекла [3], и близким к значению дифференциальной эффективности в световоде на основе кварцевого стекла длиной 1.4 м [11].

3.2. Композитный световод, легированный иттербием

Существенное различие в показателях преломления кварцевого и фосфатного стекол приводит к большой разности показателей преломления сердцевины и оболочки композитного световода. Вследствие этого световод оказывается многомодовым даже при небольших диаметрах сердцевины, что является существенным недостатком дан-

ного вида световодов, поскольку для большинства лазерных применений требуется высокое качество пучка.

В композитном световоде, легированном только ионами иттербия, исследовалась возможность получения высокого качества пучка путем введения в сердцевину световода излучения от внешнего источника на длине волны ~1 мкм. Исследование излучения, выходящего из торца световода, показало, что в нем могут возбуждаться высшие моды, т. е. световод является многомодовым на длине волны вблизи $\lambda = 1$ мкм.

Для исследования генерационных характеристик лазера и качества генерируемого пучка использовалась схема, приведенная на рис.9. Резонатор лазера был образован волоконной брэгговской решеткой с коэффициентом отражения более 99% на $\lambda = 1018$ нм и торцом световода, коэффициент отражения которого составлял 4%. Брэгговская решетка была записана в одномодовом световоде с сердцевиной, легированной оксидом германия. Для накачки использовался одномодовый лазерный диод, излучающий на длине волны 976 нм. Ширина спектра лазерной генерации определялась шириной спектра отражения брэгговской решетки и составила 0.5 нм.

Одномодовый световод с записанной в нем брэгговской решеткой присоединялся к композитному световоду с помощью сварки, при этом использовалось стандартное оборудование для сварки световодов из кварцевого стекла. Оптические потери в месте соединения (сварки) двух волокон соответствовали различию модовых пятен фундаментальных мод световодов и составляли ~1.3 дБ. Механическая прочность соединений кварцевых и композитных световодов совпадала по величине с прочностью соединений двух кварцевых световодов и определялась механическим повреждением кварцевой оболочки при снятии полимерного покрытия.

Для исследования лазерных характеристик использовались световоды короче 90 мм. Минимальная длина световода, на которой была получена генерация, составила 32 мм. Дифференциальная эффективность генерации относительно введенной мощности накачки, полученная для длин световода, превышающих 48 мм, составила 73%-74% (рис.10) и снижалась с уменьшением длины световода вследствие недостаточного поглощения накачки. В световодах длиной свыше 40 мм поглощалось более 97% мощности накачки.

Исследование качества пучка также проводилось в схеме, представленной на рис.9. Мощность накачки составляла 200 мВт, а измеренный в разных экспериментах фактор M^2 находился в диапазоне 1.05–1.22. Таким образом, несмотря на то, что световод является многомодовым, в данной схеме удалось получить высокое качество пучка. Это стало возможным благодаря использованию в резонаторе лазера одномодового световода с записанной в нем брэгговской решеткой, который выполнял роль модового фильтра, отражая только фундаменталь-



Рис.9. Схема лазера с использованием композитного световода, легированного ионами иттербия:

1 – волоконный мультиплексор 976/1030 нм, 2 – волоконная брэгговская решетка с большим (свыше 99%) коэффициентом отражения на длине волны 1018 нм, 3 – композитный световод, легированный иттербием.



Рис.10. Зависимости дифференциальной эффективности и порога генерации лазера от длины композитного световода, легированного ионами иттербия.

ную моду и подавляя генерацию на более высоких поперечных модах. Генерации на основной моде также может способствовать тот факт, что излучение накачки распространяется в основной моде сердцевины. При этом распределение инверсной населенности по сечению сердцевины световода соответствует распределению интенсивности в основной моде, что способствует преимущественному усилению основной моды световода по сравнению, например, с первой высшей модой.

4. Заключение

Изготовлены и исследованы композитные световоды с сердцевиной из фосфатного стекла, легированной эрбием и иттербием либо только иттербием, и оболочкой из кварцевого стекла. Оболочка из кварцевого стекла обеспечивает механическую прочность, надежность и позволяет получать прочные соединения композитных световодов с помощью сварки. Сердцевина из фосфатного стекла обеспечивает высокую концентрацию активных редкоземельных ионов, что позволяет использовать малую длину активного световода.

В композитном световоде, легированном эрбием и иттербием, достигнуты приемлемые для применения уровни эффективности генерации. В схеме с накачкой по оболочке получена дифференциальная эффективность генерации 28% относительно введенной и 39% относительно поглощенной мощности накачки. Благодаря наличию сердцевины из фосфатного стекла с высокой концентрацией редкоземельных элементов оптимальная длина, соответствующая максимальной дифференциальной эффективности генерации относительно введенной мощности накачки, составила ~50 см, что в несколько раз меньше оптимальной длины световода аналогичной конструкции с сердцевиной из легированного кварцевого стекла.

В световоде с сердцевиной, легированной ионами иттербия, дифференциальная эффективность относительно введенной мощности накачки при накачке по сердцевине составила 73%–74% при длине световода 48–90 мм. Несмотря на то, что световод является многомодовым на длине волны генерации, получено высокое качество пучка; оно достигнуто благодаря использованию брэгговской решетки, записанной в одномодовом волокне, служившем модовым фильтром в резонаторе.

Таким образом, благодаря высокой эффективности и высокому качеству пучка композитные световоды явля-

ются перспективными для применений, в которых необходима малая длина активного световода.

Работа выполнена при поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 14-29-08168-офи-м.

- Gapontsev V.P., Matitisin S.M., Isineev A.A., Kravchenko V.B. Opt. Laser Technol., 14, 189 (1982).
- Hu Y., Jiang S., Luo T., Seneschal K., Morrell M., Smektala F., Honkanen S., Lucas J., Peyghambarian N. *IEEE Photon. Technol. Lett.*, 13, 657 (2001).
- Qiu T., Li L., Schulzgen A., Temyanko V.L., Luo T., Jiang S., Mafi A., Moloney J.V., Peyghambarian N. *IEEE Photon. Technol. Lett.*, 16, 2592 (2004).

- Tünnermann A., Schreiber T., Röser F., Liem A., Höfer S., Zellmer H., Nolte S., Limpert J. J. Phys. B, 38, S681 (2005).
- Agrawal G.P. *Nonlinear Fiber Optics* (San Diego: Acad. Press, 1995).
 Xu S.H., Yang Z.M., Liu T., Zhang W.N., Feng Z.M., Zhang Q.Y., Jiang Z.H. *Opt. Express*, 18, 1249 (2010).
- Hofmann P., Vojtländer C., Nolte S., Peyghambarian N., Schülzgen A. J. Lightwave Technol., 31, 756 (2013).
- 8. Thapa R. et al. Opt. Lett., **39**, 1418 (2014).
- Martin R.A., Knight J.C. *IEEE Photon. Technol. Lett.*, 18, 574 (2006).
- Karlsson G., Laurell F., Tellefsen J., Denker B., Galagan B., Osiko V., Sverchkov S. *Appl. Phys. B*, **75**, 41 (2002).
- Nilsson J., Alam S.U., Alvarez-Chavez J.A., Turner P.W., Clarkson W.A., Grudinin A.B. *IEEE J. Quantum Electron.*, **39**, 987 (2003).