# УДК 535

ОЦЕНІКА РАВНОМЕРНОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ ЭРБИЯ ВДОЛЬ ПРЕФОРМЫ АКТИВНОГО ОПІТИЧЕСКОГО ВОЛОКНА ПО ИНІТЕНСИВНОСТИ ЛІЮМІИНЕСЦІЕНЦИИ НА РАЗНЫХ ДЛИНАХ ВОЛНІ\*



К.П. Латкин, Пермский научный центр УрО РАН



А.С. Смирнов, Пермский научный центр УрО РАН; Пермский национальный исследовательский политехнический университет



Ю.А. Константинов, Пермский научный центр УрО РАН



В.В. Бурдин, Пермский научный центр УрО РАН; Пермский национальный исследовательский политехнический университет

Активные оптические волокна широко применяются в качестве активной среды в оптических волоконных усилителях и волоконных лазерах. Основным параметром активных волокон, непосредственно влияющим на характеристики будущих лазеров и усилителей, является концентрация активных ионов в сердцевине волокна. Концентрация активных ионов в волокне напрямую зависит от концентрации активных ионов в заготовке, из которой волокно произведено. Для определения однородности концентрации активных ионов в заготовке используется метод регистрации спектра люминесценции активных ионов в сечениях вдоль заготовки, при введении излучения накачки через боковую поверхность заготовки. Рассматриваются заготовки, легированные оксидом эрбия. В работе исследование проводится на заготовках, полученных двумя различными методами: методом пропитки сердцевины жидким солевым раствором эрбия и методом химического парофазного осаждения (MCVD). В настоящей работе рассматривается возможность определения однородности концентрации активных ионов эрбия, исходя из интенсивностей различных длин волн спектра люминесценции. Накачка производится на длине волны 980 нм, расчет коэффициентов взаимной корреляции между распределением интенсивности – на длине волны максимального сигнала и распределением интенсивности на других длинах волн спектра люминесценции.

*Ключевые слова:* оптическое волокно, активное волокно, концентрация, ионы эрбия, заготовка, преформа.

<sup>\*</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, Пермского края и Пермской научно-производственной приборостроительной компании в рамках научного проекта 14-42-08009 р\_офи\_м.

### введение

Активные волоконные световоды широко применяются в качестве активной среды в оптических волоконных усилителях и волоконных лазерах. Они представляют собой волокна на основе кварцевого стекла с добавками в сердцевину элементов группы лантаноидов с метастабильными уровнями, по длине волны совпадающими с диапазонами прозрачности кварцевого стекла. Растворимость лантаноидов в кварцевом стекле невелика, по порядку величины она составляет  $10^{20}$  см<sup>-3</sup> [1]. Эта величина примерно в 4 раза превосходит концентрацию молекул в воздухе при нормальных условиях. При увеличении концентрации ионов эрбия последние начинают образовывать кластеры. Половина ионов, входящих в кластеры, не участвует в процессе люминесценции [2], что значительно ухудшает эффективность возбуждения люминесценции лазерного перехода и, соответственно, ухудшает характеристики лазеров и усилителей.

При растворении оксида эрбия в оксиде кремния эрбий (с электронной конфигурацией  $4f^{12}6s^2$ ) ионизируется. Электронная конфигурация ионов эрбия Er<sup>3+</sup> –  $4f^{11}6s^{0}$ . Соответственно данной электронной конфигурации терм основного состояния иона эрбия в матрице стекла -<sup>4</sup>I<sub>15</sub>. Спин-орбитальное взаимодействие приводит к дополнительному тонкому расщеплению основного уровня на четыре подуровня: <sup>4</sup>I<sub>15</sub>, <sup>4</sup>I<sub>13</sub>, <sup>4</sup>I<sub>11</sub> и <sup>4</sup>I<sub>9</sub>, соответствующих различной ориентации суммарных спинового и орбитального моментов электронов. При нормальных температурах практически все ионы эрбия находятся в основном состоянии <sup>4</sup>I<sub>15</sub>. В эрбиевых волоконных лазерах и усилителях накачка производится с уровня <sup>4</sup>I<sub>15</sub> на уровень <sup>4</sup>I<sub>11</sub>, который представляет собой короткоживущее состояние со временем жизни ~ 1 мкс (рис. 1). Длина волны излучения накачки 980 нм. Затем за счет процессов релаксации ионы эрбия переходят в долгоживущее состояние на метастабильный уровень <sup>4</sup>I<sub>13</sub>, время жизни которого составляет ~ 10 мс. Усиление света происходит благодаря переходу  ${}^{4}I_{13} \rightarrow {}^{4}I_{15}$ , который является лазерным переходом.

Отметим, что каждый из подуровней  ${}^{4}I_{15}$ ,  ${}^{4}I_{13}$ ,  ${}^{4}I_{11}$  и  ${}^{4}I_{9}$  расщеплен еще на ряд подуровней [3] из-за взаимодействия ионов эрбия с внутрикристаллическим электрическим полем кварцевого стекла (эффект Штарка). Основной уровень <sup>4</sup>I<sub>15</sub> расщеплен на восемь, а первый возбужденный уровень <sup>4</sup>I<sub>13</sub> – на семь штарковских подуровней (см. рис. 1). Разность энергий штарковских подуровней сопоставима с величиной kT при комнатных температурах, поэтому все штарковские подуровни заселены и между ними может происходить 56 оптических переходов, которые и определяют форму полосы люминесценции ионов эрбия. Штарковские компоненты полос люминесценции в наших условиях не были разрешены [1].

Основным параметром активных волокон, непосредственно влияющим на характеристики будущих лазеров и усилителей, является концентрация активных ионов. Она, в свою очередь, определяется концентрацией ионов в преформе (заготовке), в процессе вытяжки которой происходит уменьшение радиуса и соответствующее удлинение, в результате чего получается нитеподобный конечный продукт – оптическое волокно. Существуют способы определения концентрации активных ионов эрбия в волокне [4], также имеются подходы к определению однородности концентрации активных ионов



Рис. 1. Схема энергетических уровней иона Er<sup>3+</sup>

эрбия в заготовке на основании распределения интенсивности максимальной компоненты спектра люминесценции [5].

На рис. 2 представлена измеренная нами полоса люминесценции в некотором сечении эрбиевой волоконной заготовки, простирающаяся в диапазоне от 1,42 мкм до 1,67 мкм с максимумом 1,53 мкм. Вдоль вертикальной оси отложена интенсивность люминесценции в относительных единицах (о.е.), вдоль горизонтальной оси – длина волны света. На полосу люминесценции могут накладываться крылья других полос, в том числе не связанных с люминесценцией активных ионов  $\mathrm{Er}^{3+}$ . Цель настоящей работы – исследовать возможность контроля однородности концентрации ионов эрбия в заготовке по измерению интенсивности люминесценции заготовки на различных длинах волн в диапазоне 1,42–1,67 мкм.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

На рис. 3 представлена схема экспериментальной установки. Она включает в себя лазерный диод с длиной волны излучения 980 нм, которым производится накачка активной сердцевины заготовки, и спектрометр Ocean Optics NIRQuest512,



Рис. 2. Общий вид регистрируемого спектра для заготовки, полученной методом пропитки. Полоса 0,98 мкм соответствующая накачке, полоса с максимумом 1,53 мкм соответствует люминесценции ионов Er<sup>3+</sup>



Рис. 3. Схема экспериментальной установки

который регистрирует спектр люминесценции. Заготовка размещалась на рельсе и могла свободно перемещаться параллельно своей оси. Для юстировки концов волокна использовались микроподвижки STANDA. Диаметр заготовок составлял 13 мм, диаметр их сердцевин 1,5 мм, длины заготовок варьировались в диапазоне от 10 до 40 см. Исследовались заготовки, произведенные двумя методами: методом пропитки сердцевины жидким солевым раствором эрбия и методом химического парофазного осаждения (MCVD).

Лазерный диод имел волоконный выход с сердцевиной волокна 105 мкм и апертурой 0,15. Спектрометр располагался в направлении под прямым углом к диоду накачки. Такое расположение спектрометра значительно уменьшает интенсивность излучения накачки, попадающего в приемную часть установки.

Излучение лазерного диода с длиной волны 980 нм поглощается сердцевиной, переводя ионы эрбия в возбужденное состояние. Далее ионы эрбия релаксируют на более низкие уровни энергии и затем изотропно люминесцируют на длине волны примерно 1 530 нм. Интенсивность люминесценции на длине волны 1 530 нм пропорциональна концентрации ионов эрбия. Следовательно, измеряя интенсивность люминесценции при разных положениях заготовки, можно судить о степени однородности распределения ионов эрбия вдоль ее длины. Измерения интенсивности линии люминесценции проводились вдоль заготовки приблизительно через каждые 5 мм. Например, при длине заготовки 140 мм для каждого измерения получалось примерно 25-30 отсчетных точек.

Пучок излучения диода преломляется на цилиндрической поверхности заготовки. Оптимальные параметры установки, при которых пучок излучения диода накачки перекрывает всю сердцевину заготовки, были определены в [5]. В этом случае мы получаем информацию о средней концентрации активных ионов эрбия в каждом сечении заготовки.

## ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Пусть n(x) - функция распределения концентрации активных ионов эрбия вдоль заготовки, <math>x -ось, параллельная оси заготовки. Тогда интенсивность люминесценции, измеряемая спектрометром в сечении заготовки, будет прямо пропорциональна интенсивности излучения диода  $I_0$ , относительной доли излучения диода  $\eta$ , прошедшей через сердцевину заготовки, и величине n(x):

$$I(x) = kI_0 \eta \cdot n(x). \tag{1}$$

Коэффициент пропорциональности *k* зависит от сечений элементарных процессов поглощения и люминесценции. Величина η, зависящая, главным образом, от геометрических параметров установки [5], поддерживалась постоянной во всех опытах.

Из (1) следует, что распределение концентрации эрбия вдоль длины заготовки пропорционально распределению интенсивности люминесценции:

$$n(x) = \frac{I(x)}{kI_0\eta}.$$
 (2)

Спектр заготовки, произведенной методом MCVD, содержал довольно интенсивное фоновое излучение в области 1 400-1 600 нм (рис. 4). Это излучение представляет собой крыло полосы интенсивного излучения накачки с длиной волны 980 нм. Регистрация спектрометром, расположенным под прямым углом к диоду накачки этого излучения, свидетельствует о сильном рассеянии излучения заготовкой. В спектрах заготовки, полученной методом пропитки, фоновое излучение не наблюдалось (рис. 2). Для измерения интенсивности люминесценции лазерного перехода I(x) в заготовке MCVD через крылья полосы проводилась касательная, отсекающая фоновое излучение (рис. 4).

Спектры (рис. 2, 4), измеренные в разных сечениях заготовок, отличались только интенсивностью люминесценции, по форме спектры были подобны.

На рис. 5 (*a*, б) показан ряд полученных распределений интенсивности люми-



Рис. 4. Спектр люминесценции заготовки, произведенной методом МСVD



Рис. 5. Распределение интенсивности вдоль заготовки на разных длинах волн спектра люминесценции: а – соответствует заготовке, полученной методом пропитки, б – соответствует заготовке, полученной методом MCVD

несценции, характеризующий относительное распределение концентрации активных ионов эрбия вдоль заготовок. Измерения, проведенные на различных длинах волн, в высокой степени коррелируют друг с другом. В качестве примера в таблице представлены отношения интенсивностей люминесценции  $I_{60}/I_{45}$  в сечениях с координатами x = 45 см и x = 60 см для заготовки, полученной методом пропитки, измеренные на различных длинах волн. Величины  $I_{60}/I_{45}$  совпадают с точностью до десятых долей процента.

Между распределением, полученным для длины волны 1 528 нм, соответствующей максимуму люминесценции, и расОтношения интенсивностей люминесценции I<sub>60</sub>/I<sub>45</sub> в сечениях с координатами х = 45 см и х = 60 см для заготовки, полученной методом пропитки

Длина волны, нм	l45/l60
1528	0,774
1544	0,776
1562	0,777
1501	0,775
1480	0,778

пределениями для других длин волн (см. рис. 5) были рассчитаны коэффициенты взаимной корреляции. Любое отклонение от характера распределения будет отражаться на значении этих параметров. Результаты расчетов представлены в виде графиков на рис. 6 (a,  $\delta$ ). В диапазоне



Рис. 6. Спектр люминесценции и коэффициент корреляции длин волн спектра по отношению к длине волны в максимуме: а – соответствует заготовке, полученной методом пропитки, б – соответствует заготовке, полученной методом MCVD

длин волн от 1 430 до 1 650 нм коэффициенты корреляции очень близки к единице. Таким образом, исследования однородности концентрации вдоль заготовки можно проводить как на длине волны, соответствующей максимуму люминесценции, так и на смежных длинах волн.

## выводы

Итак, адекватные измерения относительного распределения концентрации вдоль эрбиевых волоконных заготовок могут проводиться в диапазоне длин волн 1 430–1 650 нм. При этом следует учитывать высокий фон рассеяния излучения накачки для заготовок, произведенных методом MCVD. Сумма интенсивностей люминесценции на различных длинах волн (сумма распределений на рис. 5 (a,  $\delta$ )), очевидно, будет коррелировать с каждым отдельным распределением. В результате существует принципиальная возможность упростить экспериментальную установку, заменив спектрометр фотоприемником, измеряющим интегральную интенсивность люминесценции.

## Библиографический список

- 1. Холодков А.В., Голант К.М., Исхакова Л.Д. Особенности люминесценции Er<sup>+3</sup> в легированном галогенами аморфном диоксиде кремния // Труды института общей физики РАН им. А.М. Прохорова. 2008. Т. 64. С. 66–80.
- 2. Холодков А.В., Голант К.М. Особенности фотолюминесценции ионов Er<sup>+3</sup> в силикатных стеклах, полученных плазмохимическим осаждением в СВЧ разряде при пониженном давлении // Журнал технической физики. 2005. Т. 75. Вып. 6. С. 46–53.
- 3. *Андреев А.А.* Штарковская структура спектра и кинетика затухания фотолюминесценции ионов Er<sup>3+</sup> в псевдоаморфных пленках a-nc-GaN // Физика твердого тела. 2004. Т. 46. Вып. 6. С. 972–978.
- 4. *Курков А.С.* Волоконные лазеры: принципы построения и основные свойства. Ульяновск: УлГУ, 2012. 184 с.
- 5. *Смирнов А.С., Латкин К.П., Бурдин В.В.* Спектроскопический метод измерения однородности концентрации эрбия вдоль длины активной оптической заготовки // Прикладная фотоника. 2014. № 2. С. 62–70.

#### UNIFORM DISTRIBUTION EVALUATION OF ERBIUM IONS ALONG PREFORMS OF ACTIVE OPTICAL FIBER ACCORDING TO THE LUMINESCENCE INTENSITY AT DIFFERENT WAVELENGTHS

K.P. Latkin<sup>1</sup>, A.S. Smirnov<sup>1,2</sup>, Yu.A. Konstantinov<sup>1</sup>, V.V. Burdin<sup>1,2</sup>

#### <sup>1</sup> Perm Scientific Centre RAS UD <sup>2</sup> Perm National Research Polytechnic University

Active optical fibers are widely used as the active medium in the optical fiber amplifiers and fiber lasers. The main parameter of active fibers, directly affecting the characteristics of lasers and amplifiers, is the concentration of active ions in the fiber core. The concentration of active ions in the fiber directly depends on the concentration of active ions in the preform from which the fiber is produced. To determine the active ion concentration uniformity in the preform the method of recording the luminescence spectrum of the active ions in sections along the preform is used. The pump radiation goes to core through the side surface of the preform. Erbium doped preforms are considered. In this paper we studied two preforms obtained by different methods: by impregnation with the liquid erbium compound and by modified chemical vapor deposition (MCVD). This paper deals with the determination of the active erbium ions concentration uniformity, based on the different intensities of wavelengths of the luminescence spectrum. The pumping is performed at a wavelength of 980 nm. The paper presents calculations of mutual correlation coefficients between the intensity distribution at the wavelength of maximum signal and intensity distribution at other wavelengths of the luminescence spectrum.

Keywords: optical fiber, active fiber, concentration of erbium ions, perform.

#### Сведения об авторах

*Латкин Константин Павлович*, младший научный сотрудник лаборатории фотоники, Пермский научный центр УрО РАН (ПНЦ УрО РАН), 614990, г. Пермь, ул. Ленина, 13А; e-mail: latkin.k.p@ya.ru

Смирнов Александр Сергеевич, аспирант кафедры прикладной математики, Пермский национальный исследовательский политехнический университет (ПНИПУ), 614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29; младший научный сотрудник лаборатории фотоники, ПНЦ УрО РАН; e-mail: a.s.smrnv@gmail.com

*Константинов Юрий Александрович,* кандидат технических наук, научный сотрудник лаборатории фотоники, ПНЦ УрО РАН; e-mail: yuri.al.konstantinov@ro.ru

*Бурдин Владислав Викторович*, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры общей физики, ПНИПУ; научный сотрудник лаборатории фотоники, ПНЦ УрО РАН; e-mail: vlaburdi@mail.ru

Материал поступил в редакцию 31.07.2015 г.