УДК 539.3

А.С. Смирнов^{1, 2}, К.П. Латкин^{1, 2}, В.В. Бурдин^{1, 2}¹ Пермский национальный исследовательский
политехнический университет, Пермь, Россия² Лаборатория фотоники Пермского научного центра
Уральского отделения РАН, Пермь, Россия

СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ОДНОРОДНОСТИ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭРБИЯ ВДОЛЬ ДЛИНЫ АКТИВНОЙ ОПТИЧЕСКОЙ ЗАГОТОВКИ

Представлен анализ данных измерения однородности концентрации эрбия вдоль длины активной оптической заготовки по спектру люминесценции эрбия. Получена удовлетворительная корреляция измерений при различных параметрах установки. Достигнутые результаты могут быть применены для отладки технологии производства заготовок оптического волокна, легированных активными присадками.

Ключевые слова: активные волоконные световоды, спектр люминесценции, метрология.

A.S. Smirnov^{1, 2}, K.P. Latkin^{1, 2}, V.V. Burdin^{1, 2}¹ Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation² Photonics Laboratory of Perm Scientific Centre of Ural Branch of Russian
Academy of Sciences, Perm, Russian Federation

SPECTROSCOPIC METHOD FOR MEASURING THE CONCENTRATION OF ERBIUM UNIFORMITY ALONG THE LENGTH OF THE ACTIVE OPTICAL PREFORM

The paper analyzes of data for measuring the uniformity of the erbium concentration along the length of the active optical preform from the spectrum of the luminescence of erbium. Obtained a satisfactory correlation measurements at different installation options. The results can be used to adjust the optical fiber preforms doped with active additives production technology.

Keywords: active optical fibers, the luminescence spectrum, metrology.

1. Введение

Производство волоконных световодов (оптических волокон), как и любое высокотехнологичное производство, на сегодняшний день имеет ряд проблем, требующих научного подхода. Как известно, основные ка-

чества будущего оптического волокна будет определять преформа (заготовка), в процессе «вытяжки» которой происходит уменьшение радиуса и соответствующее удлинение, в результате чего получается нитеподобный конечный продукт.

Активные волоконные световоды (АВС) широко применяются в качестве активной среды в оптических волоконных усилителях и волоконных лазерах. Они представляют собой волокна с присадкой в сердцевину элементов группы лантаноидов, которая качественно меняет свойства оптических волокон. Элементы группы лантаноидов при растворении в стекле ионизируются. Ионы имеют метастабильные уровни, поэтому при соответствующей накачке сердцевина волокна становится активной средой. Переходы электронов с метастабильных уровней (лазерные переходы) по длине волны совпадают с диапазонами прозрачности кварцевых стекол.

Концентрация активных ионов в сердцевине – основной параметр активных волокон, который непосредственно влияет на характеристики будущих волоконных усилителей и лазеров. Контроль этого параметра – первоочередная задача метрологии активных волокон. Поэтому в рамках производства АВС (ОАО «Пермская научно-производственная приборостроительная компания») была поставлена задача по прогнозированию однородности концентрации активных ионов вдоль оптической заготовки и вытянутого из нее волоконного световода. Круг методов измерения концентрации активных ионов достаточно ограничен, и разработка простого, быстрого метода является актуальной темой для исследований.

Отметим, что растворимость лантаноидов в стекле невелика. Для эрбия она по порядку величины составляет 10^{20} см^{-3} [1]. Ионы эрбия при увеличении их концентрации могут подходить друг к другу на очень близкие расстояния, т.е. кластеризоваться. Кластеризованные атомы эрбия способны безызлучательно релаксировать на основной уровень, передавая энергию возбуждения соседним атомам эрбия, т.е. половина ионов, входящих в кластеры, не участвует в процессе люминесценции [2]. В данной работе мы поставили задачу исследовать однородность концентрации только активных некластеризованных ионов эрбия вдоль длины активной оптической заготовки.

2. Методика эксперимента

На рис. 1 представлена схема экспериментальной установки [3]. Она включает в себя лазерный диод с длиной волны излучения 980 нм и спектрометр NIRQUEST NIRQ512. Заготовка размещалась на рельсе и могла свободно перемещаться параллельно своей оси. Для юстировки концов волокна использовались микроподвижки STANDA. Диаметр заготовки составлял 13 мм, диаметр сердцевины 1,5 мм, ее длина 140 мм. Лазерный диод имел волоконный выход с сердцевиной волокна 105 мкм и апертурой 0,15. Спектрометр располагался в направлении под прямым углом к диоду накачки. Это уменьшало интенсивность излучения накачки с длиной волны 980 нм, попадающего в приемную часть установки.

Рис. 1. Схема рабочей 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 1530 нм. Интенсивность люминесценции на длине волны 1530 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. При длине заготовки 140 мм для каждого измерения получалось примерно 25–30 отсчетных точек. Основной задачей работы была проверка сопоставимости полу-

ченных результатов при различных параметрах установки. Поэтому для одной заготовки было проведено семь измерений (пробегов вдоль длины заготовки) при различных расстояниях от диода накачки до заготовки и от заготовки до приемного фотодиода.

Для интерпретации результатов измерений важно знать, перекрывает ли пучок излучения диода всю сердцевину заготовки. Если диаметр пучка в сечении сердцевины меньше диаметра сердцевины, то все излучение диода попадает в сердцевину, однако мы получаем информацию о концентрации эрбия только в какой-то части сердцевины. Если же диаметр пучка в сечении сердцевины превышает диаметр сердцевины, то только часть излучения диода попадает в сердцевину, и в этом случае мы получаем информацию о средней концентрации эрбия в сечении. Во втором случае результаты измерений должны быть довольно чувствительными к расстоянию от диода до заготовки.

Сферическую поверхность заготовки можно рассматривать как поверхность собирающей линзы. Расчет преломления излучения диода на сферической поверхности заготовки в параксиальном приближении дает для фокусного расстояния линзы значение $F = R/(n-1)$. Для радиуса заготовки $R = 6,5$ мм и показателя преломления кварцевого стекла $n \approx 1,46$ получаем $F = 14,1$ мм. Расстояние d от диода накачки до заготовки варьировалось в пределах примерно от 0,5 до 5 мм. Таким образом, изображения источника во всех опытах были мнимыми, т.е. лучи, вышедшие расходящимся пучком из диода, после преломления на сферической поверхности продолжали расходиться. Оценочный расчет с использованием формулы тонкой линзы показывает, что при апертуре источника 0,15, даже если источник считать точечным, диаметр пучка излучения в сечении сердцевины заготовки перекроет всю сердцевину. Можно сделать вывод, что во всех опытах измерялось среднее значение концентрации в сечениях заготовки.

3. Результаты экспериментов и их обсуждение

Итак, в рамках исследований было выполнено семь измерений одной эрбиевой заготовки при различных расстояниях от диода до заготовки и от заготовки до приемника. На рис. 2 представлены графики зависимости интенсивности люминесценции в относительных единицах (о.е.) от координаты сечения заготовки.

Рис. 2. Относительная интенсивность люминесценции для разных опытов вдоль заготовки

Допустим, что имеется распределение концентрации активных ионов эрбия вдоль заготовки $n(x)$. Тогда интенсивность люминесценции, измеряемая спектрометром, будет прямо пропорциональна интенсивности излучения диода I_0 , относительной доли излучения диода η , прошедшей через сердцевину заготовки, и величине $n(x)$:

$$I(x) = kI_0\eta \cdot n(x). \quad (1)$$

Коэффициент пропорциональности k зависит от целого ряда факторов (например, от сечений элементарных процессов поглощения и люминесценции), в том числе расстояния от заготовки до приемника.

Из (1) следует, что распределение концентрации эрбия вдоль длины заготовки

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

Величины k и η менялись от опыта к опыту, но в течение одного опыта оставались постоянными.

Из рис. 2 видно, что графики интенсивности люминесценции вдоль длины заготовки подобны при различных параметрах установки. Исключением является лишь график измерения IV, у которого максимумы и минимумы интенсивности несколько сдвинуты по отношению к другим графикам рис. 2.

Интенсивность люминесценции сильно отличается в различных опытах. Так, в опытах I и VII она отличалась более чем в 2 раза. Этот

факт был несколько неожиданным, поскольку изменения параметров установки были, на первый взгляд, незначительными.

Относительные изменения величины k должны быть слабыми, так как расстояние от источника до приемника варьировались в пределах $\pm 0,5$ мм. Если предположить, что люминесценция происходит изотропно, то интенсивность, попадающая в приемник, обратно пропорциональна квадрату расстояния от сердцевины до приемника. Расстояние от сердцевины до приемника составляло по порядку величины 10 мм, поэтому изменение этого расстояния на 1 мм не могло изменить сигнал в приемнике более чем на 20 %.

Расстояние d от волоконного выхода диода до заготовки варьировалось в более широких пределах – от 0,5 до 5 мм. Этот параметр сильно влияет на величину относительной доли излучения диода, попавшей в сердцевину, а следовательно, и на интенсивность сигнала. Расчет в параксиальном приближении при помощи формулы тонкой линзы показал, что при $d = 4$ мм относительная доля излучения, попавшая в сердцевину, порядка $\eta = 0,5$ (50 %), тогда как при $d = 0,8$ мм – $\eta \approx 1$ (100 %).

Не теряя общности рассуждений, положим, что изменение интенсивности сигнала связано только с величиной η . Поскольку в опыте VII источник света располагался практически вплотную (на расстоянии порядка 0,5 мм) к заготовке, то для этого опыта можно принять $\eta = 1$. Тогда из графиков на рис. 2 можно рассчитать средние значения η для других опытов. В таблице представлены значения величин η и значения $1/\eta$, показывающие, во сколько раз интенсивность сигнала в опыте VII превосходила интенсивность сигнала в других опытах.

Величины относительной доли излучения диода η ,
прошедшей через сердцевину заготовки, для разных опытов

Номер опыта	I	II	III	IV	V	VI	VII
η	0,42	0,83	0,68	0,61	0,94	0,95	1,00
$1/\eta$	2,39	1,20	1,48	1,64	1,06	1,05	1,00

Графики для первых шести опытов можно привести к величине $\eta = 1,00$, помножая их на соответствующие коэффициенты $1/\eta$. При этом все графики «совместятся» с седьмым графиком, т.е. все семь экспериментальных графиков будут соответствовать одинаковым услови-

ям опыта при $\eta = 1,00$. Нормированные таким образом графики хорошо коррелируют друг с другом. Каждый график имеет три четко выраженных максимума, соответствующих максимальной концентрации активных ионов эрбия в заготовке. Кроме того, при изготовлении опытного образца использовалась технология, при которой, предположительно, среднее значение концентрации ионов эрбия уменьшается вдоль длины заготовки. Эксперименты подтвердили это предположение. Среднее значение интенсивности сигнала на каждом из нормированных графиков уменьшается примерно от значений 7000–7200 до 5800–6000 о.е. В качестве примера на рис. 3 представлены нормированные графики для опытов I и VII, в которых наблюдался наименьший и наибольший сигнал в приемнике.

На рис. 4 представлен график интенсивности сигнала, усредненный по значениям относительной интенсивности сигнала для семи

Рис. 3. Нормированные графики для опытов I и VII

Рис. 4. Среднее значение интенсивности люминесценции, измеренной по семи опытам, нормированным к условию $\eta = 1$

нормированных графиков. Этот график характеризует результирующее относительное распределение концентрации активных ионов эрбия вдоль длины заготовки.

4. Выводы

Измерена относительная интенсивность люминесценции на длине волны 1530 нм вдоль длины эрбиевой оптической заготовки. Опыты при различных параметрах установки хорошо согласуются друг с другом. На основании результатов измерений получено относительное распределение активных ионов эрбия. Показано, что при расстояниях от диода накачки до заготовки $d = 0,5...5$ мм пучок излучения накачки перекрывает всю сердцевину и измеряется среднее значение концентрации в каждом сечении заготовки. При этом интенсивность сигнала в приемнике резко зависит от величины d . В связи с этим важно контролировать постоянное значение этого параметра при каждом измерении.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ, Пермского края и Пермской научно-производственной приборостроительной компании в рамках научного проекта No14-42-08009 p_офи_м.

Список литературы

1. Холодков А.В., Голант К.М., Исхакова Л.Д. Особенности люминесценции Er^{+3} в легированном галогенами аморфном диоксиде кремния // Тр. Ин-та общей физики РАН им. А.М. Прохорова. – 2008. – Т. 64. – С. 66–80.
2. Холодков А.В., Голант К.М. Особенности фотолюминесценции ионов Er^{+3} в силикатных стеклах, полученных плазмохимическим осаждением в СВЧ разряде при пониженном давлении // Журнал технической физики. – 2005. – Т. 75, вып. 6. – С. 46–53.
3. Экспресс-метод оценки эффективности передачи энергии возбуждения между ионами иттербия и эрбия в заготовке активного волокна / А.С. Смирнов, К.П. Латкин, Я.Э. Садовникова, А.С. Курков // Материалы 6-го Рос. сем. по волоконным лазерам. – 2014 – С. 166.

References

1. Kholodkov A.V., Golant K.M., Iskhakova L.D. Osobennosti lyuminesentsii Er^{+3} v legirovannom galogenami amorfnom diokside kremniia [Features of the luminescence of Er^{+3} in halogen-doped amorphous silicon dioxide]. *Trudy Instituta obshchei fiziki imeni A.M. Prokhorova Rossiiskoi akademii nauk*, 2008, vol. 64, pp. 66-80.

2. Kholodkov A.V., Golant K.M. Osobennosti fotoluminesentsii ionov Er^{+3} v silikatnykh steklakh, poluchennykh plazmokhimicheskim osazhdeniem v SVCh-razriade pri ponizhenном davlenii [Er^{+3} Ion Photoluminescence in Silicate Glasses Obtained by Plasma-Chemical Deposition in a Low-Pressure Microwave Discharge]. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*, 2005, vol. 75, iss. 6, pp. 46-53.

3. Smirnov A.S., Latkin K.P., Sadovnikova Ia.E., Kurkov A.S. Ekspress-metod otsenki effektivnosti peredachi energii возбуждениia mezhduraznymi itterbiia i erbiia v zagotovke aktivnogo volokna [A rapid method for evaluation of the efficiency of transfer of excitation energy between ions of ytterbium and erbium in the workpiece active fiber]. *Materialy 6 Rossiiskogo seminara po volokonnykh lazeram*, 2014, 166 p.

Получено 27.11.2014