УДК 666.189.21:666.22

# ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ БРЭГГОВСКИХ СВЕТОВОДОВ

© 2019 г. М. Ю. Салганский<sup>1, \*</sup>, В. Ф. Хопин<sup>1</sup>, А. Н. Гурьянов<sup>1</sup>, М. М. Бубнов<sup>2</sup>, М. Е. Лихачев<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт химии высокочистых веществ им. Г.Г. Девятых Российской академии наук, Россия, 603951 Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49 <sup>2</sup>Научный центр волоконной оптики Российской академии наук, Россия, 119333 Москва, ул. Вавилова, 38

\*e-mail: misalgan@yandex.ru

Поступила в редакцию 22.06.2018 г.

Разработан модифицированный метод химического осаждения из парогазовой фазы (MCVD-метод) многослойных брэгговских световодов на основе высокочистого кварцевого стекла. Показано, что чередование слоев с разной температурой плавления приводит к искажению слоев в осаждаемой брэгговской структуре и резкому росту оптических потерь вследствие нарушения условий брэгговского отражения. Оптимизация химического состава слоев в брэгговской структуре позволила подавить избыточные оптические потери и достичь предельных оптических потерь, определяемых лишь волноводными свойствами самой брэгговской структуры.

Ключевые слова: брэгговский световод, MCVD-метод, профиль показателя преломления, германосиликатное стекло, оптические потери

DOI: 10.1134/S0002337X19010093

## **ВВЕДЕНИЕ**

Быстрый прогресс в создании новых типов волоконных устройств приводит к необходимости достижения параметров, которые не могут быть получены с использованием стандартных конструкций волоконных световодов. В этой связи большой интерес представляют новый тип световедущих структур, обладающих уникальными свойствами (размером одномодовой сердцевины. дисперсией, чувствительностью к изгибам и т.п.), недостижимыми для стандартных световодов. Так, в работах [1-4] продемонстрирована возможность изготовления принципиально новой волноводной структуры – брэгговского световода с большим размером поля моды. Структура брэгговского световода состоит из чередующихся концентрических слоев с высоким и низким показателями преломления, окружающих сердцевину, показатель преломления которой такой же или ниже чем у кварцевого стекла. Локализация света в сердцевине брэгговских световодов осуществляется за счет резонансного отражения излучения от кольцевых слоев с высоким показателем преломления, окружающих сердцевину. Последующие работы показали высокую перспективность предложенной структуры для целого ряда применений [5-12].

Так как свет локализуется в сердцевине брэгговского световода не за счет полного внутреннего отражения, а за счет френелевского отражения от периодически расположенных слоев с высоким и низким показателями преломления, то особенностью таких структур является наличие потерь на вытекание излучения, которые можно снизить до приемлемого уровня путем увеличения количества пар слоев с высоким и низким показателями преломления и путем увеличения разности показателей преломления между ними (детально зависимость потерь на вытекание в прямых и изогнутых брэгговских световодах исследована в работах [13, 14]). Особенно остро данная проблема встает при изготовлении брэгговских структур с аномальной дисперсией в области 1 мкм [3]. Для достижения высокой волноводной дисперсии требуется большая депрессия сердцевины световода, что в свою очередь существенно увеличивает потери на вытекание в таких структурах [13, 14] и требует значительного увеличения количества пар слоев с высоким и низким показателями преломления, окружающих сердцевину. Изготовление таких структур – сложная физикохимическая задача, рассмотрение особенностей которой является целью настоящей работы.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для получения заготовок световодов использовался метод модифицированного химического осаждения из газовой фазы внутри опорной кварцевой трубы (MCVD-метод) [15]. Исходными соединениями служили высокочистые хлориды Si-



**Рис. 1.** Спроектированный профиль показателя преломления (а) и рассчитанные спектральные зависимости оптических потерь на вытекание в брэгговском световоде (б).

 $Cl_4$ ,  $GeCl_4$ ,  $POCl_3$ ,  $CCl_4$ ,  $C_2F_3Cl_3$  и  $O_2$ . В качестве опорных использовались трубы фирмы Heraeurs марки F300 с различными внешними диаметрами (15–25 мм) и толщиной стенки (1.5 или 2 мм).

Методика получения заготовок световодов заключалась в следующем. Вначале на внутреннюю поверхность опорной трубы наносился защитный слой из высокочистого стекла состава SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-F с показателем преломления, близким к показателю преломления кварцевого стекла. Затем за несколько проходов осаждался слой стекла состава SiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub> определенной толщины с заданным показателем преломления. Далее осаждался слой чистого или слабо легированного фтором кварцевого стекла. Затем аналогичным образом проводилось поочередное осаждение заданного количества чередующихся слоев стекла с высоким и низким показателями преломления. После осаждения чередующихся слоев осаждался материал сердцевины. После этого подача реагентов прекращалась и трубчатая заготовка за 2-4 прохода при пониженной скорости движения горелки (не более 30-35 мм/мин) схлопывалась в сплошной стеклянный стержень — заготовку волоконного световода.

Температура внешней поверхности трубы в нагретой зоне контролировалась ИК-пирометром фирмы IRCON. Нагрев трубы осуществлялся кислородно-водородной горелкой. Круговая симметрия трубы обеспечивалась за счет поддержания избыточного давления внутри трубы ~50—70 Па.

Профиль показателя преломления в заготовках измерялся анализатором преформ 2610 фирмы PhotonKineticsв в двух взаимно перпендикулярных плоскостях. Элементный состав стекол определялся на тонких срезах (2мм) преформы с помощью рентгеновского анализатора электронного микроскопа JEOL 5910LV.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В качестве объекта для исследования была выбрана структура брэгговского световода с аномальной дисперсией в области 1 мкм. Как показывают расчеты, в данном случае требуется изготовление брэгговского световода с сердцевиной, обладающей высокой депрессией (более 0.003) относительно уровня слоев оболочки с низким показателем преломления. Так, в работе [3], где впервые предложена такая структура, уровень оптических потерь не был указан, была лишь продемонстрирована локализация излучения в сердцевине световода при распространении на коротких (менее метра) отрезках световода. Как показали наши расчеты, уровень оптических потерь в минимуме в данном случае превышал несколько десятков дБ/м. Как установлено в работах [13, 14], именно вследствие большой депрессии сердцевины наблюдаются высокие потери на вытекание и требуется большое количество пар отражающих слоев. Стоит отметить, что данный подход существенно увеличивает размер сердцевины и трудоемкость ее изготовления. Альтернативным подходом является увеличение разности показателей преломления между слоями, окружающими сердцевину. Так, в рамках настоящей работы была использована конструкция брэгговского световода, аналогичная [6], с разностью показателей преломления между слоями в оболочке около 0.025 и диаметром сердцевины 9 мкм. Уже при 8 парах отражающих слоев потери на вытекание становятся приемлемо низкими (менее 1 дБ/м в области 1.06 мкм, где достигалась аномальная дисперсия), что позволяет использовать относительно короткие (несколько метров) отрезки световода. Профиль показателя преломления, рассчитанное распределение электрического поля и хроматическая дисперсия в такой структуре показаны на рис. 1.

Для создания заготовок брэгговских световодов слои с высоким показателем преломления формировались из кварцевого стекла, легированного оксидом германия, а слои с низким показателем преломления — из чистого или слабо леги-



**Рис. 2.** Зависимость объема осажденного слоя кварцевого стекла от расхода SiCl<sub>4</sub>.

рованного фтором кварцевого стекла. При этом было необходимо строго контролировать показатель преломления и толщину каждого слоя.

Величина показателя преломления кварцевого стекла, легированного оксидом германия, растет линейно с увеличением содержания  $GeO_2$  во всем диапазоне концентраций [16, 17]. Следовательно,

$$\Delta n = KC, \tag{1}$$

где: C — мольная доля  $GeO_2$  в германосиликатном стекле, K — коэффициент рефрактивности  $GeO_2$ .

Поскольку объем *V* слоя германосиликатного стекла определяется как сумма объемов стеклообразных компонентов [17], то для каждого слоя

$$V_{\rm clos} = V_{\rm SiO_2} \left( 1 + \frac{M_{\rm GeO_2}}{M_{\rm SiO_2}} \frac{d_{\rm SiO_2}}{d_{\rm GeO_2}} \frac{\Delta n}{K - \Delta n} \right), \tag{2}$$

где *М* и *d* – соответственно молекулярная масса и плотность компонентов.

Таким образом, для контроля объема осажденного слоя германосиликатного стекла необходимо знать количество SiO<sub>2</sub>, использованного для его создания, величину K и, исходя из требуемой формы профиля показателя преломления (ППП), создать нужную разность показателей преломления слоя и кварцевого стекла. На рис. 2 приведена экспериментально полученная зависимость объема осажденного слоя кварцевого стекла от расхода тетрахлорида кремния для скорости движения горелки вдоль трубы ~120 мм/мин. Эффективность осаждения составляет около 50%.

Поскольку имеющиеся в литературе сведения по зависимости показателя преломления от концентрации оксида германия в германосиликатном



**Рис. 3.** Зависимость  $\Delta n$  сердцевины заготовки световода от объемного соотношения паров хлоридов германия и кремния в парогазовой смеси при концентрации кислорода  $\geq 0.93$ .

стекле противоречивы, представляется затруднительным сравнение свойств световодов, зависящих от концентрации оксида германия в сердцевине, приведенных различными авторами. Поэтому в данной работе для таких сравнений использовались зависимости свойств световодов от величины  $\Delta n$  или  $\Delta = \frac{\Delta n}{n_D} \times 100\%$ , где  $n_D =$ = 1.458 – показатель преломления чистого кварцевого стекла ( $\lambda = 589$  нм).

На рис. 3 приведена измеренная при оптимальной для конверсии тетрахлорида германия температуре зоны реакции калибровочная зависимость разности показателей преломления осажденного легированного и чистого кварцевого стекла от соотношения тетрахлоридов германия и кремния в парогазовой смеси при объемной доле  $O_2$  не менее 0.93. Следует отметить, что для получения одного и того же показателя преломления слоя осажденного легированного стекла в данном случае требуется, по крайней мере, в три раза меньше тетрахлорида германия при том же количестве тетрахлорида кремния, чем следует из данных, приведенных в [18].

В данной работе для расчета расхода реагентов и послойного формирования заданного ППП сердцевины заготовок волоконных световодов использовалось уравнение (2) и данные, приведенные на рис. 2 и 3.



Рис. 4. Оптические потери в брэгговских световодах: *I* – световод, аналогичный световоду из работы [3], *2* – световод BF-1, *3* – теоретический расчет уровня оптических потерь в модельном световоде, представленном на рис. 1 (а); увеличенное изображение колец брэгговского зеркала, содержащих дефекты (получено при помощи сканирующего электронного микроскопа JEOL 5910LV) (6).

В первом эксперименте по изготовлению многослойного брэгговского световода было увеличено количество пар слоев с высоким и низким показателями преломления до 11. Слои с высоким показателем преломления изготавливались путем легирования кварцевого стекла оксидом германия в концентрации около 15 мол. %, слои с низким показателем преломления изготавливались из нелегированного кварцевого стекла. Сердцевина с пониженным показателем преломления формировалась путем фторирования кварцевого стекла. Из полученной заготовки был вытянут световод BF-1, в котором были измерены оптические потери методом последовательного уменьшения его длины (cut-back method). Как видно из рис. 4а, оптические потери оказались почти на порядок меньше оптических потерь в конструкции брэгговского световода из работы [3] (нами



Рис. 5. ППП брэгговского световода BF-2, пунктирной линией указано распределение в ближнем поле интенсивности оптического поля брэгговской моды (а); микрофотография торца световода BF-2 (б).

был изготовлен световод с таким же профилем и измерены его потери). В то же время оптические потери выше расчетных более чем на порядок и спектр оптических потерь не плавный (в отличие от теоретической кривой), а содержит большое количество случайно расположенных пиков. Дополнительное исследование изготовленного световода BF-1 показало наличие большого количества дефектов в его сечении (см. рис. 4б), которые приводят к нарушению условия брэгговского отражения и резонансному (на определенных длинах волн) вытеканию брэгговской моды.

Данные дефекты, по всей видимости, возникли при осаждении слоев с низким показателем преломления поверх слоев с высоким показателем преломления, легированных до высокой концентрации оксидом германия. Действительно, при проплавлении слоя из нелегированного кварцевого стекла требовалась относительно высокая температура процесса. При этом легкоплавкий германосиликатный слой мог деформироваться в процессе осаждения, что и наблюдается на рис. 46.



**Рис. 6.** Спектр оптических потерь в брэгговском световоде BF-2 при радиусе изгиба около 20 см.

С целью решения возникшей проблемы состав слоев с низким показателем преломления был оптимизирован. Так, для снижения температуры плавления слоя с низким показателем преломления он был солегирован 0.5 мас. % фтора и 1.5 мол. % оксида германия. Оба лиганда понижают температуру плавления, но при этом изменяют показатель преломления с разным знаком, так что в сумме показатель преломления слоя не изменился. Количество осаждаемых пар слоев было уменьшено до 8. Из полученной заготовки был вытянут световод BF-2.

Измеренный профиль показателя преломления и изображение торца световода BF-2, полученное при помоши сканирующего электронного микроскопа, представлены на рис. 5. Можно видеть, что оптимизация состава слоев с высоким и низким показателями преломления позволила подавить образование дефектов в структуре брэгговского световода. Данный факт также подтверждается прямым измерением оптических потерь в световоде BF-2 (см. рис. 6), которые снизились практически до уровня расчетных. Пики на длинах волн 1010 и 1110 нм связаны с перекачкой мощности из брэгговской моды в кольцевые моды вследствие фазового синхронизма на этих длинах волн (природа происхождения данных пиков подробно описана в работе [5]).

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Установлено, что последовательное осаждение в MCVD-процессе большого количества слоев с существенно различающимися параметрами (температурой плавления) приводит к образованию дефектов в осаждаемой структуре. Проведена оптимизация MCVD-процесса для получения брэгговских световодов с большим количеством пар слоев с высоким и низким показателями преломления. Подобраны оптимальный состав слоев и методика их осаждения, позволяющие получать бездефектные световоды с заданными параметрами. Реализована и исследована структура брэгговского световода, обладающая аномальной дисперсией в области 1 мкм и относительно низкими оптическими потерями (менее 1 дБ/м на рабочей длине волны).

#### БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена по госзаданию ФАНО.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.

- Melekhin V.N., Manenkov A.B. Dielectric Tubes as a Waveguide with Small Attenuation // J. Tech. Phys. 1968. V. 38. P. 2113–2115.
- Yeh P., Yariv A. Theory of Bragg fiber // J. Opt. Soc. Am. 1978. V. 68. P. 1196–1201.
- Bréchet F., Roy P., Marcou J., Pagnoux D. Single-Mode Propagation into Depressed-Core-Index Photonic-Bandgapfibre Designed for Zero-Dispersion Propagation at Short Wavelengths // Electron. Lett. 2000. V. 36(6). P. 514–515.
- Fevrier S., Viale P., Gerome F., Leproux P., Roy P., Blondy J.M., Dussardier B., Monnom G. Very Large Effective Area Singlemode Photonic Bandgapfibre // Electron. Lett. 2003. V. 39. P. 1240.
- Février S., Jamier R., Blondy J.-M., Semjonov S.L., Likhachev M.E., Bubnov M.M., Dianov E.M., Khopin V.F., Salganskii M.Y., Guryanov A.N. Low-loss Singlemode Large Mode Area All-Silica Photonic Bandgap Fiber // Opt. Express. 2006. V. 14. P. 562.
- Likhachev M.E., Levchenko A.E., Bubnov M.M., Fevrier S., Jamier R., Humbert G., Salganskii M.Yu., Khopin V.F., Guryanov A.N. Low-Loss Dispersion-Shifted Solid-Core Photonic Bandgap Bragg Fiber // Optical Communication (ECOC), 2007, 33rd Eur. Conf. and Ehxibition of. VDE, 2007, p. We 7.1.2.
- Dianov E.M., Likhachev M.E., Février S. Solid Core Photonic Bandgap Fibers for High Power Fiber Lasers // IEEE Selected Topics Quantum Electron. 2009. V. 15(1). P. 20–29.
- Gaponov D.A., Février S., Devautour M., Roy P., Likhachev M.E., Aleshkina S.S., Salganskii M.Y., Yashkov M.V., Guryanov A.N. Management of the High-Order Mode Content in Large (40 μm) Core Photonic Bandgap Bragg Fiber Laser // Opt. Lett. 2010. V. 35. P. 2233.
- Février S., Gaponov D., Devautour M., Roy P., Daniault L., Hanna M., Papadopoulos D.N., Druon F., Georges P., Likhachev M.E., Salganskii M.Y., Yashkov M.V. Photonic Bandgap Fibre Oscillators and Amplifiers // Opt. Fiber Technol. 2010. V. 16(6). P. 419–427.
- Daniault L., Gaponov D.A., Hanna M., Février S., Roy P., Druon F., Georges P., Likhachev M.E., Salganskii M.Y., Yashkov M.V. High Power Femtosecond Chirped Pulse Amplification in Large Mode Area Photonic Bandgap Bragg Fibers // Appl. Phys. B: Lasers and Optics. 2011. V. 103(3). P. 615–621.

- Aleshkina S.S., Likhachev M.E., Pryamikov A.D., Gaponov D.A., Denisov A.N., Bubnov M.M., Salganskii M.Yu., Laptev A.Yu., Guryanov A.N., Uspenskii Y.A., Popov N.L., Février S. Very-Large-Mode-Area Photonic Bandgap Bragg Fiber Polarizing in a Wide Spectral Range // Opt. Lett. 2011. V. 36. P. 3566–3568.
- Gaponov D., Delahaye H., Lavoute L., Jossent M., Salganskii M., Likhachev M., Hideur A., Granger G., Février S. High-Energy Self-Frequency-Shifted Solitons in Large Mode Area Bragg Fiber Pumped by 2 μm Chirped Pulse Amplifier // High-Brightness Sources and Light-driven Interactions, OSA Technical Digest (online) (Optical Society of America, 2018). p. MM2C.7.
- Алешкина С.С., Лихачев М.Е., Успенский Ю.А., Бубнов М.М. Экспериментально-теоретическое исследование оптических потерь в прямых и в изогнутых брэгговских световодах // Квантовая электроника. 2010. Т. 40(10). С. 893–898.

- Uspenskii Yu.A., Popov N.L., Likhachev M.E., Aleshkina S.S., Bubnov M.M. Leakage and Bend Losses in Solid-Core Bragg Fibers // J. Opt. Soc. Am. B. 2015. V. 32. P. 1294–1308.
- Nagel S.R., MacChesney J.B., Walker K.L. An Overview of the Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD) Process and Performance // IEEE J. Quant. Electron. 1982. V. 18. P. 459–476.
- Колесова В.А., Шер Е.С. Двухкомпонентные стекла системы GeO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> // Изв. АН СССР. Неорган. материалы. 1973. Т. 9. № 6. С. 1018-1020.
- Huang Y.Y., Sarkar A., Schultz P.C. Relationship between Composition, Density and Refractive Index for Germania Silica gGasses // J. Non-Cryst. Solids. 1978. № 27. P. 29–37.
- 18. *Modone E., Parisi G., Roba G.* Very Low-Loss and Highly Reproducible Optical Fibres by a Pressurized MCVD Method // Alta Freg. 1983. V. 52. № 2. P. 98–102.