

На правах рукописи

УДК 681.7.068; 535

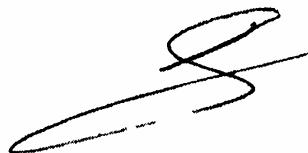
Дворецкий Дмитрий Алексеевич

**МЕТОДИКИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ СТЕНДЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВИСМУТОВЫХ ВОЛОКОННЫХ СВЕТОВОДОВ**

05.11.07 - Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук



Москва 2013

Работа выполнена в Московском государственном техническом университете имени Н.Э. Баумана на кафедре лазерных и оптико-электронных систем

Научный руководитель:

Денисов Лев Константинович
доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Тихомиров Сергей Владимирович,
доктор технических наук, профессор,
начальник лаборатории ФГУП
«ВНИИОФИ»

Ровенская Тамара Сергеевна,
кандидат технических наук,
доцент кафедры оптико-электронных
приборов научных исследований
МГТУ им. Н.Э. Баумана

Ведущая организация:

ФГБУН «Институт химии высокочистых
веществ им. Г.Г. Девярых» РАН,
г. Нижний Новгород

Защита диссертации состоится «29» мая 2013 г. в 12:00 часов на заседании диссертационного совета Д 212.141.19 при Московском государственном техническом университете имени Н.Э. Баумана по адресу: 105005, г. Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1

Отзыв в двух экземплярах, заверенных печатью организации, просим направлять по адресу: 105005, г. Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1, МГТУ им. Н.Э. Баумана, ученому секретарю диссертационного совета Д 212.141.19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Автореферат разослан «__» _____ 2013 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор технических наук, профессор
НТБ МГТУ им. Н.Э. Баумана



2029761

Дворецкий Д.А. Методики и

Бурый Е.В.

-762

2013

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность. Разработанные волоконные лазеры на основе световодов, легированных ионами редкоземельных элементов, таких как Yb^{3+} , Er^{3+} , Nd^{3+} , Tm^{3+} и Pr^{3+} , генерируют только в определенных спектральных областях ближнего ИК диапазона (0,8-1,7 мкм). Например, отсутствуют эффективные и мощные волоконные лазеры, генерирующие в спектральном диапазоне 1150-1550 нм. Перспективным направлением исследования по созданию волоконных лазеров для обозначенного спектрального диапазона является использование световодов, легированных ионами висмута.

К настоящему времени разработанные лазеры на основе световодов, легированных ионами эрбия, позволяют получить генерацию с оптической мощностью до 0,3 кВт в непрерывном режиме в спектральном диапазоне 1,53-1,62 мкм, а производство лазеров на основе световодов, легированных ионами иттербия, позволило получить лазерную генерацию высокой мощности в непрерывном режиме - вплоть до 10 кВт - в диапазоне длин волн 1,06-1,17 мкм. Мощность лазеров на основе висмутовых волоконных световодов на ряде длин волн в диапазоне 1,18-1,52 мкм достигла 20 Вт.

Однако дальнейшее развитие активных лазерных сред на основе висмутовых волоконных световодов — в частности, повышение эффективности генерации и мощности волоконных лазеров такого типа — затруднено в связи с отсутствием верифицированной физической модели висмутовых ИК-активных центров, которые ответственны за получение лазерной генерации.

До настоящего времени ни одна из предложенных моделей ИК висмутовых активных центров (ВАЦ) в легированных висмутом световодах не подтверждена прямыми экспериментальными данными. В последнее время были подробно исследованы люминесцентные свойства висмутовых световодов с различным составом стекла. Показано, что ВАЦ с наиболее простыми схемами энергетических уровней присутствуют в легированных висмутом световодах из чистого кварцевого стекла, германатного и германосиликатного стекла. В алюмосиликатных и фосфоросиликатных световодах структура уровней существенно сложнее.

Решение задачи верификации физических моделей ВАЦ должно быть найдено при исследовании влияния температуры на оптические свойства висмутовых световодов. Работы в данном направлении ведутся в Научном центре волоконной оптике РАН и в Институте радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН. Известны работы отечественных ученых Булатова Л.И., Машинского В.М., Двойрина В.В., в которых приводятся результаты экспериментов для висмутовых алюмосиликатных световодов для нескольких значений температур (77 К, 300 К, 600 К и 1000 К), а так же работы ученых Базакуцы А.П., Бутова О.В., Савельева Е.А. и Голанта К.М., в которых исследуются особенности ИК-люминесценции при температурах 293 К, 473 К, 673 К и 873 К в легированном висмуте диоксиде кремния, синтезированном плазмохимическим методом. Однако ряд важных задач до настоящего времени остались нерешенными в полной мере. Так, корректная интерпретация полученных ранее данных затруднена из-за их ограниченного объема

и сложной структуры уровней ВАЦ в висмутовых алюмосиликатных световодах (по сравнению, например, со световодами на основе кварцевого стекла). Недостаточное внимание уделялось проектированию измерительных средств для исследования оптических свойств висмутовых волоконных световодов.

Решение обозначенных задач должно быть найдено при разработке новых методик и измерительных стендов с непрерывной регистрацией оптических свойств висмутовых волоконных световодов в широком спектральном диапазоне и до как можно более высоких температур. Полученные результаты исследования температурных зависимостей оптических свойств висмутовых волоконных световодов с использованием разработанных средств измерений дадут возможность провести верификацию физических моделей висмутовых активных центров.

Таким образом, тема диссертационной работы является актуальной.

Цель и задачи исследования. Цель работы заключалась в разработке методик и измерительных стендов для исследования оптических свойств висмутовых волоконных световодов, а так же в выполнении анализа полученных экспериментальных результатов для верификации физических моделей висмутовых активных центров.

Для достижения указанной цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Выполнен анализ методов исследования оптических свойств висмутовых волоконных световодов для ИК-лазеров и усилителей;
2. Обоснованы пути экспериментальной верификации физических моделей ИК-активных центров в лазерных средах на основе висмутовых волоконных световодов путем их сравнительного анализа;
3. Обоснованы технические решения, обеспечивающие построение измерительных стендов для температурных исследований оптических свойств волоконных световодов;
4. Разработаны математические модели формирования сигнала в измерительных стендах, предназначенных для исследования температурных зависимостей оптических свойств висмутовых волоконных световодов;
5. Разработаны методики и спроектированы измерительные стенды для исследования температурных зависимостей оптических свойств висмутовых волоконных световодов;
6. Выполнен анализ и проведена интерпретация полученных результатов экспериментального исследования оптических свойств висмутовых волоконных световодов с целью верификации физических моделей висмутовых активных центров.

При решении поставленных задач использованы методы исследования, которые базируются на теории оптической ИК-спектроскопии, математической статистики, а так же на численных методах математического моделирования.

Достоверность результатов и выводов, сформулированных в работе, обоснована применением основных принципов ИК-спектроскопии в предложенных математических моделях формирования сигнала, а так же подтверждена работоспособность синтезированных математических моделей с использованием

экспериментально зарегистрированных оптических характеристик висмутовых волоконных световодов.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Разработаны математические модели формирования сигнала в измерительных стендах, предназначенных для исследования температурных зависимостей спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции висмутовых волоконных световодов.
2. Обнаружена и определена зависимость спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции активных центров в висмутовых волоконных световодах в диапазоне температур 300-1500 К.
3. Проведена верификация физических моделей висмутовых активных центров в висмутовых волоконных световодах. Впервые экспериментально показана связь висмутовых ИК-активных центров с ионами висмута в низком валентном состоянии, ассоциированными с кислородно-дефицитными дефектами структуры стекла.

Практическая ценность работы заключается в применении в организации НЦВО РАН разработанных измерительных стендов, предназначенных для исследования температурных зависимостей спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции, при создании новых висмутовых волоконных лазеров, генерирующих в ИК области спектра с высокой выходной мощностью и эффективностью.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Разработанные математические модели формирования сигнала позволяют провести проектирование измерительных стендов и получить оптимальные характеристики сигнала при регистрации температурных зависимостей спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции висмутовых волоконных световодов.
2. Разработанные методики измерения позволили экспериментально определить зависимость спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции активных центров в висмутовых волоконных световодах в диапазоне температур 300-1500 К.
3. Проведена верификация физических моделей висмутовых активных центров в висмутовых волоконных световодах, позволившая экспериментально определить их связь с ионами висмута в низком валентном состоянии, ассоциированными с кислородно-дефицитными дефектами структуры стекла.

Апробация работы. Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 18 международном симпозиуме по неоксидным и новым оптическим стеклам ISNOG 2012 (г. Сен-Мало, Университет г.Рене, Франция, 2012 г.); на XIX научно-технической конференции «Фотометрия и ее метрологическое обеспечение» (г. Москва, 2013 г.), а так же на научных семинарах НЦВО РАН. Неоднократно заслушивались научные доклады по теме работы на заседаниях кафедры лазерных и оптико-электронных систем МГТУ имени Н.Э. Баумана.

Публикации: результаты работы опубликованы в 6 научных работах, в том числе 3 статьи опубликованы в журналах, входящих в Перечень ВАК РФ.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа изложена на 186 страницах машинописного текста, содержит 78 рисунков и 18 таблиц. Список литературы содержит 104 библиографических ссылок.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы, сформулированы цель и задачи работы, показаны её научная новизна и практическая значимость, а также раскрыто содержание глав диссертации.

В **первой главе** проводится анализ методов исследования оптических свойств висмутовых волоконных световодов для ИК-лазеров и усилителей.

Проводится анализ основных характеристик созданных волоконных лазеров и усилителей, показаны основные результаты и выделены недостатки подобных лазерных сред: отсутствие верифицированной модели висмутовых активных центров, которая описывает известные экспериментальные результаты и ответственна за люминесценцию и получение генерации в ближней ИК-области спектра; рост непросветляющихся оптических потерь с ростом концентрации висмута в сердцевине волоконного световода, что в конечном итоге приводит к уменьшению КПД волоконных лазеров и максимальной выходной мощности; наличие явления поглощения из возбужденного состояния и апконверсии в висмутовых алюмосиликатных волоконных лазерах на длине волны накачки; малый коэффициент реального оптического усиления в расчёте на длину, наличие непросветляемых под действием накачки оптических потерь ~8-9 дБ/км в случае оптимизированного германосиликатного световода, сердцевина которого легирована ионами висмута.

Приведены результаты исследования структуры висмутовых активных центров (ВАЦ) в оксидных стеклах различными методами: ядерно-магнитный резонанс, электронный парамагнитный резонанс, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и оптическая ИК-спектроскопия, а так же спектроскопия эмиссии-возбуждения.

Проведен сравнительный анализ оптических свойств висмутовых оксидных стекол и анализ моделей ИК-активных висмутовых центров, а так же проводится обоснование путей их экспериментальной верификации. Выделены основные физические модели для проведения верификации висмутовых активных центров: Bi^{5+} , Bi^+ , Bi -кластеры, BiO , $\text{Bi}_2^-/\text{Bi}_2^-$, $\text{Bi}_2^-/\text{Bi}_2^-$, дефекты стекла, Bi_0 , сочетание ионов Bi и дефектов структуры стекла. Показано, что верификация ВАЦ должна быть выполнена при изучении температурных зависимостей оптических свойств висмутовых волоконных световодов. В этой главе проводится исследование возможных методов и методик измерения температурных зависимостей оптических свойств волоконных световодов.

Во второй главе диссертации проводится разработка методик и измерительных стендов для исследования температурных зависимостей оптических свойств висмутовых волоконных световодов.

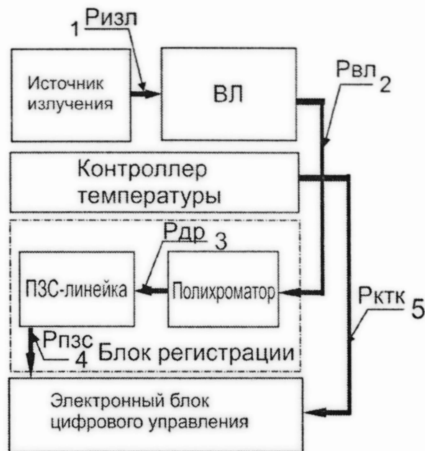


Рисунок 1. Функциональная схема измерительного стенда

Далее излучение от источника вводится в висмутовый волоконный световод (ВЛ), который характеризуется своим коэффициентом пропускания, зависящим от температуры и длины волны $I(\lambda, T)$, а так же коэффициентом оптических потерь в подводящих световодах в зависимости от температуры $\alpha(T, \lambda)$. Сигнал на выходе из ВЛ описывается следующим выражением:

$$P_{ВЛ}: s_2(\lambda, T) = s_1(\lambda) \cdot (\alpha(T, \lambda) + I(\lambda, T)) = \rho(\lambda) \cdot (\alpha(T, \lambda) + I(\lambda, T)). \quad (2)$$

Особенностью математической модели формирования сигнала является учет влияния коэффициента $\alpha(T, \lambda)$ оптических потерь в подводящих излучение световодах. Известно, что при нагревании световодов выше 1050 °С наблюдается многократный рост оптических потерь в подводящих излучение к исследуемому образцу световодах. Это существенно влияет на точность измерения оптических свойств висмутовых волоконных световодов в диапазоне температур 1050-1200 °С, в частности на интенсивность сигнала и искажает спектральную форму коэффициента поглощения ВЛ.

Известно теоретическое приближение коэффициента $\alpha(T, \lambda)$ оптических потерь в подводящих излучение световодах:

$$\alpha(\lambda, T) = \alpha_0(\lambda) \exp(-E_f / k_B T), \quad (3)$$

где k_B - константа Больцмана, E_f - энергия образования дефектов сетки стекла, α_0 - параметр, зависящий от длины волны.

Таблица 1

Обозначения исследованных световодов состав сердцевины и метод изготовления преформ волоконных световодов

№	Обозначение световода	Состав сердцевины световода	Метод изготовления преформы
1	SF	100SiO_2	MCVD
2	GSF	$95\text{SiO}_2\text{-}5\text{GeO}_2$	MCVD
3	ASF	$90\text{SiO}_2\text{ }10\text{Al}_2\text{O}_3$	MCVD
4	PSF	$90\text{SiO}_2\text{ }10\text{P}_2\text{O}_5$	MCVD

Параметры E_f и $\alpha_0(\lambda)$ известны только для германосиликатных световодов, поэтому проведены исследования зависимости оптических потерь от температуры в световодах других составов, представленных в таблице 1

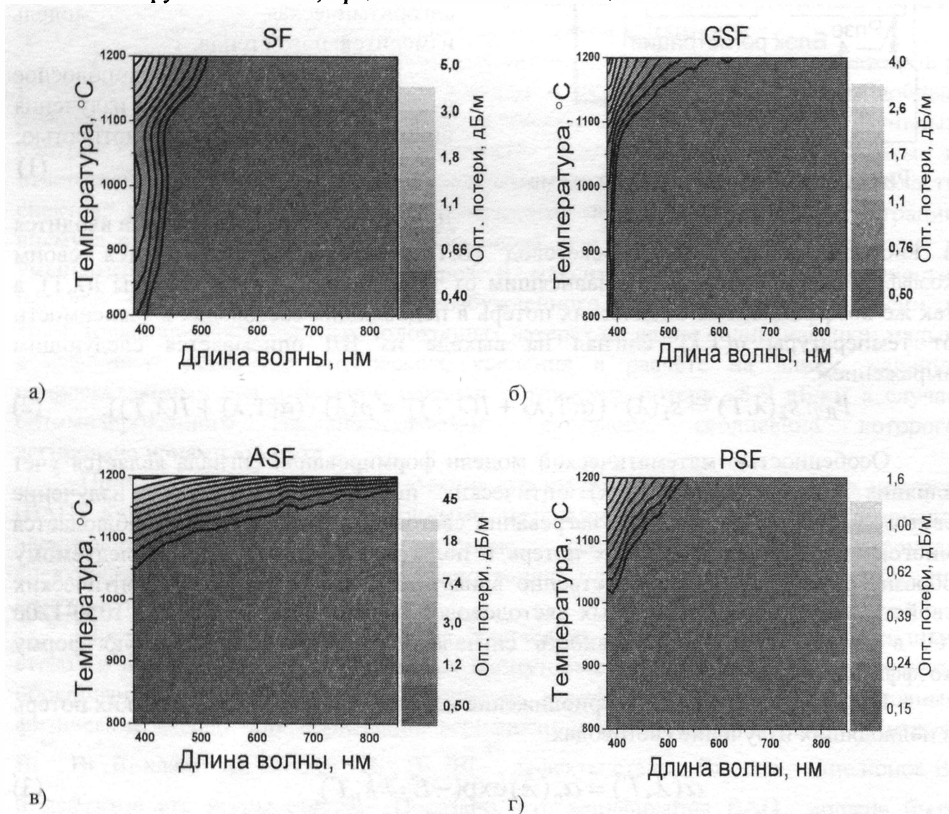


Рисунок 2 Измеренные спектры оптических потерь (350-850 нм) от температуры (800-1200 °C) в световодах SF(а), GSF(б), ASF(в), PSF(г)

стекла с диаметром сердцевины 100 мкм (3), исследуемого волоконного световода (4), германосиликатного световода с диаметром сердцевины 7 мкм (5). Разработанная методика регистрации и измерительный стенд обеспечивают учет погрешности измерения вводимое световодами, подводящими излучение к образцу, непрерывную регистрацию термически наведенного спектрального коэффициента поглощения висмутовых волоконных световодов в диапазоне температуры 300 К до 1500 К с шагом в 3 К, регистрацию термически наведенного спектрального коэффициента поглощения висмутовых волоконных световодов в широком динамическом диапазоне от 10^3 до 10^6 дБ/км и в диапазоне длин волн 380-850 нм с разрешением менее 3 нм.

На рисунке 4 представлена функциональная схема стенда для исследования температурных зависимостей спектров люминесценции висмутовых волоконных световодов. Рассмотрим подробнее формирование сигналов (номера сигналов 1...8). Исходное широкополосное излучение источника излучения описывается спектральной плотностью:

$$P_{H3H}: s_1(\lambda) = \rho(\lambda). \quad (6)$$

$$P_{onu3}: s_2(\lambda) = s_1(\lambda) \cdot k_{onu3}(\lambda) = \rho(\lambda) \cdot k_{onu3}(\lambda). \quad (7)$$

$$P_{\text{оправд}}: s_3(\lambda) = s_2(\lambda) \cdot k_{\text{оппкА}} = \rho(\lambda) \cdot k_{\text{оппз}}(\lambda) \cdot k_{\text{опправд}}. \quad (8)$$

$$P_{UCT}: s_4(\lambda) = I(\lambda, T). \quad (9)$$

$$P_{\text{uconn}}: s_5(\lambda, T, \varphi) = s_4(\lambda) \cdot K_{\text{OTH}} = I(\lambda, T) \cdot K_{\text{OTH}}. \quad (10)$$

разветвителя (преобразование 3-2), представляющий собой световод с многоэлементной первой оболочкой (МПО-световод).

В частности этот параметр влияет на получаемое соотношение сигнал\шум измерительного стенда, поэтому его оптимизация является важной задачей при расчете такой системы и требует анализа.

$$K_{отн} = \frac{P_2(\phi, z)}{(P_1(\phi, z) + P_2(\phi, z))} = \frac{P_2(\phi, z)}{P_{SUM}(\phi, z)}, \quad (11)$$

где $P_1(\phi, z)$ и $P_2(\phi, z)$ – мощности распространяющегося излучения под углом к азимуту ϕ и на длине z по световодам 1 и 2 соответственно; $P_{SUM}(\phi, z)$ – суммарная мощность излучения.

Для описания передачи излучения между близко лежащими волокнами использовался волновой анализ мод связанных волноводов. Передача энергии в МПО-световоде рассматриваются только для меридиональных лучей. Исходя из этого, взаимная передача излучения между световодами 1 и 2 в двухэлементном МПО-световоде может быть описана системой дифференциальных уравнений для мощностей $P_1(\phi, z)$ и $P_2(\phi, z)$ меридиональных лучей, распространяющихся под углом ϕ к оси, в каждом из этих световодов:

$$\begin{aligned} \frac{dP_1(\phi, z)}{dz} &= k(\phi)P_2(\phi, z) - k(\phi)P_1(\phi, z), \\ \frac{dP_2(\phi, z)}{dz} &= k(\phi)P_1(\phi, z) - k(\phi)P_2(\phi, z), \end{aligned} \quad (12)$$

где $k(\phi)$ - коэффициент связи, характеризующий передачу мощности между лучами, идущими под углом ϕ к оси в световодах 1 и 2:

$$k(\phi) = \frac{\tan(\phi)}{4\pi R} \int_{\gamma} T(\phi, \gamma) d\gamma. \quad (13)$$

Здесь $T(\phi, \gamma)$ – коэффициент прохождения луча с углом распространения ϕ в зависимости от угла γ , для нахождения $T(\phi, \gamma)$ используются соотношения для коэффициента прохождения T волны с ТЕ (вектор E перпендикулярен плоскости падения) и с ТМ поляризацией, которые имеют вид:

$$\begin{aligned} T_{TE} &= \frac{4 \cos^2 \theta (\sin^2 \theta - n_1^2)}{(1 - n_1^2)^2 \sinh^2 u + 4 \cos^2 \theta (\sin^2 \theta - n_1^2)}, \\ T_{TM} &= \frac{4 n_1^4 \cos^2 \theta (\sin^2 \theta - n_1^2)}{(1 - n_1^2)^2 (\sin^2 \theta - n_1^2 \cos^2 \theta)^2 \sinh^2 u + 4 n_1^4 \cos^2 \theta (\sin^2 \theta - n_1^2)}, \end{aligned} \quad (14)$$

$$\text{где } u = \frac{2\pi h}{n_1 \lambda} \sqrt{\sin^2 \theta - n_1^2}.$$

Здесь θ – угол падения ($\phi = 90^\circ - \theta$), n_1 – отношение показателей преломления среды с меньшим показателем преломления к среде с большим показателем преломления, λ – длина волны, h – толщина слоя с низким показателем преломления.

В третьей главе получено численное решение системы уравнений (14) в виде зависимостей мощности, распространяющихся под определенным углом φ к оси в световодах 1 и 2, а так же от расстояния d между световодами и от координаты z (длины световода).

То есть зависимость коэффициента Котн от указанных параметров. Оптимизированная длина МПО-световода, выбранная исходя из расчетов математической модели, оказалось равной ~ 3 м.

Далее излучение с порта 2 оптического разветвителя поступает на вход блока регистрации, который полностью идентичен рассмотренной схеме регистрации, представленной на рисунке 1. Тогда, распределение мощности вдоль оси Y ПЗС-матрицы

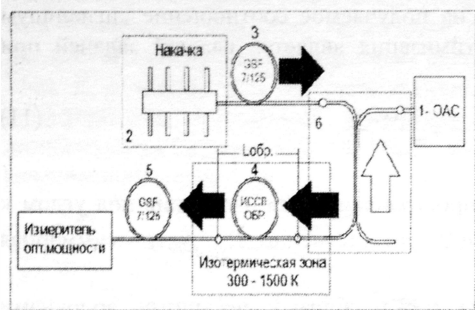


Рисунок 5. Структурная схема измерительного стенда

имеет вид:

$$P_{op}: s_6(y) = T_{пх}(s_5(\lambda, T, \varphi)) = k_{пх} \cdot I(\lambda(y), T) \cdot \text{Котн.} \quad (15)$$

После полихроматора излучение попадает на ПЗС, где информационный сигнал из оптической формы переходит в электрическую:

$$P_{пзс}: s_7(l) = T_{фпу}(s_6(y)) = k_{исп} \cdot k_{пх} \cdot k_{отн} \cdot \text{Котн.} \cdot \sum_{v=1}^L \left[\int_{y_{v-1}}^{y_v} I(\lambda(y), T) dy \right], \quad (16)$$

где L - общее число элементов в линейке, l - номер элемента в линейке, $k_{исп}$ - коэффициент использования приёмником излучения источника

Разработан измерительный стенд для исследования температурных зависимостей спектров люминесценции висмутовых волоконных световодов, представленный на рисунке 5, который состоит из анализатора оптического спектра (1), источника излучения (накачка) (2), германосиликатного световода для ввода излучения накачки (3), исследуемого образца (4), германосиликатного световода для вывода излучения накачки (5) и МПО-световода (6). Проводится разработка функциональной схемы измерительного стенда для исследования температурной зависимости времени жизни ИК-люминесценции, представленная на рисунке 6а. В диссертации проводится идентификация поведенческих связей, описывающих формирование сигналов по аналогии со случаем, представленном на рисунке 4, построена алгоритмическая модель поведения измерительного стенда, проведен анализ его метрологических характеристик и погрешностей. В итоге, разработан измерительный стенд, структурная схема которого представлена на рисунке 6б, и состоящая из источника излучения (накачка) (2), германосиликатного световода для ввода излучения накачки (3), исследуемого образца (4), германосиликатного световода для вывода излучения накачки (5), МПО-световода (6), кюветы с оптическим фильтром для накачки (7), InGaAs фотодиода (8) и цифрового осциллографа (9).

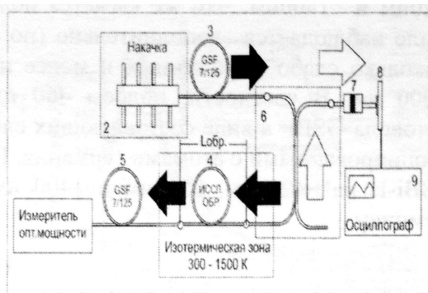
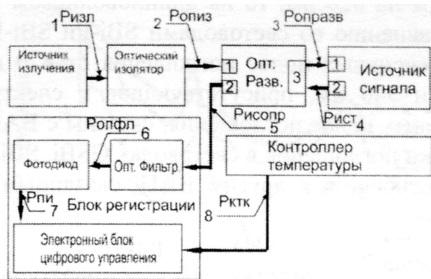


Рисунок 6. Функциональная (а) и структурная (б) схемы измерительного стенда

Таким образом, применение МПО-световода в схеме регистрации температурной зависимости спектров люминесценции и времени жизни ИК-люминесценции в зависимости от температуры обеспечило принципиальную возможность их регистрации, повышенную точность регистрации за счет отсутствия в схеме возможности перепоглощения люминесценции в световоде, повышенное соотношение сигнал/шум по сравнению с аналогами, непрерывную регистрацию спектров люминесценции и времени жизни висмутовых активных центров в зависимости от температуры в диапазоне 300 К до 1300 К с шагом до 3 К, а так же возможность регистрации спектров люминесценции висмутовых активных центров в широком диапазоне длин волн 380-1700 нм с разрешением менее 3 нм.

В третьей главе приведены результаты экспериментального исследования температурных зависимостей оптических свойств висмутовых волоконных световодов. В данной главе производится анализ полученных экспериментальных данных и проводится верификация физических моделей висмутовых активных центров (ВАЦ).

В таблице 2 представлены образцы, которые были исследованы в рамках диссертации.

Первая группа (1) – висмутовые волоконные световоды на основе кварцевого стекла без иных легирующих добавок в сердцевину волокна. Световод SBI-H (микроструктурированный световод) позволял измерять оптические характеристики висмутовых активных центров с контролем атмосферы при повышении температуры за счет наличия отверстий, находящихся около активной сердцевины. Второй световод (2) – германосиликатный световод с легированием ионами висмута. Третий световод (3) - алюмосиликатный световод, легированный ионами висмута. И четвертый световод (4) – фосфоросиликатный световод, легированный ионами висмута.

На Рис. 7а показаны спектры оптических потерь световодов SBI-H, SBI-P и GSBi, измеренные в видимой и ближней ИК области спектра при комнатной температуре. Спектры оптических потерь SBI-P и SBI-H световодов близки по

форме и состоят из полос сложной формы с пиками на ~420нм, 820 нм и на ~1400нм. Световод GSBi отличается несколько другой формой полос поглощения на ~420нм и ~1400нм. Что же касается полосы на 820 нм, то на длинноволновом ее крыле наблюдается дополнительно (по сравнению со световодами SBi-Ри SBi-Н) несколько слабо выраженных и менее интенсивных полос поглощения от 870 до ~1000 нм. В частности, полосы 460 нм и 940 нм, присутствующие в спектре световода GSBi в виде составляющих сложных полос поглощения, связаны с ВАЦ, ассоциированными с атомами германия. Пики поглощения в световодах GSBi, SBi-Р и SBi-Н на ~420 нм, 820 нм и 1400 нм относятся к другим ВАЦ, связанным с кремнием.

Таблица 2.

Обозначения, состав сердцевины и метод изготовления преформ исследованных волоконных световодов

На рисунке 7б представлена температурная зависимость спектрального коэффициента поглощения в микроструктурированном световоде на основе кварцевого стекла, легированного ионами висмута. При нагревании световода наблюдается существенное уменьшение интенсивности поглощения ВАЦ на длинах волн 420 нм и 820 нм после достижения температуры 700 °С . После охлаждения такого световода поглощение было меньше 10 дБ/м.

В случае световода на основе кварцевого стекла, сердцевина которого легирована только ионами висмута и без отверстий (Рисунок 7в), не наблюдается уменьшения поглощения ВАЦ после 700°С, в отличие от световода SBi-Н. Происходит значительный рост величины спектрального коэффициента поглощения с температуры 1030 °С до 1130 °С, после которой они не значительно уменьшаются.

В германосиликатном световоде (Рисунок 7г), легированном висмутом, при нагревании наблюдается рост поглощения во всех полосах ВАЦ (как Si-ВАЦ, так и Ge-ВАЦ). При этом уровни поглощения и люминесценции Ge-ВАЦ относительно Si-ВАЦ увеличиваются в несколько раз.

Анализ алюмосиликатного световода, легированного оксидом висмута (Рисунок 7д) показал зависимость оптических свойств ВАЦ, ассоциированных с алюминием, от температуры, так полоса поглощения на длине волны ~ 500 нм с ростом температуры смещается в длинноволновую сторону до ~550 нм при 1200 °С, а полоса поглощения на ~700 нм, смещается в коротковолновую область до ~680 нм при 1200 °С.

№	Обозначение световода	Состав сердцевины световода	Метод изготовления преформы
1	SBi-P (1)	$100\text{SiO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3$	Порошковый метод
	SBi-Н (2)	$100\text{SiO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3$	FCVD
2	GSBi	$95\text{SiO}_2\text{-5GeO}_2\text{-Bi}_2\text{O}_3$	MCVD
3	ASBi	$97\text{SiO}_2\text{-3Al}_2\text{O}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$	MCVD
4	PSBi	$90\text{SiO}_2\text{-10P}_2\text{O}_5\text{-Bi}_2\text{O}_3$	MCVD

легирована только ионами висмута и без отверстий (Рисунок 7в), не наблюдается уменьшения поглощения ВАЦ после 700°С, в отличие от световода SBi-Н. Происходит значительный рост величины спектрального коэффициента поглощения с температуры 1030 °С до 1130 °С, после которой они не значительно уменьшаются.

В германосиликатном световоде (Рисунок 7г), легированном висмутом, при нагревании наблюдается рост поглощения во всех полосах ВАЦ (как Si-ВАЦ, так и Ge-ВАЦ). При этом уровни поглощения и люминесценции Ge-ВАЦ относительно Si-ВАЦ увеличиваются в несколько раз.

Анализ алюмосиликатного световода, легированного оксидом висмута (Рисунок 7д) показал зависимость оптических свойств ВАЦ, ассоциированных с алюминием, от температуры, так полоса поглощения на длине волны ~ 500 нм с ростом температуры смещается в длинноволновую сторону до ~550 нм при 1200 °С, а полоса поглощения на ~700 нм, смещается в коротковолновую область до ~680 нм при 1200 °С.

12

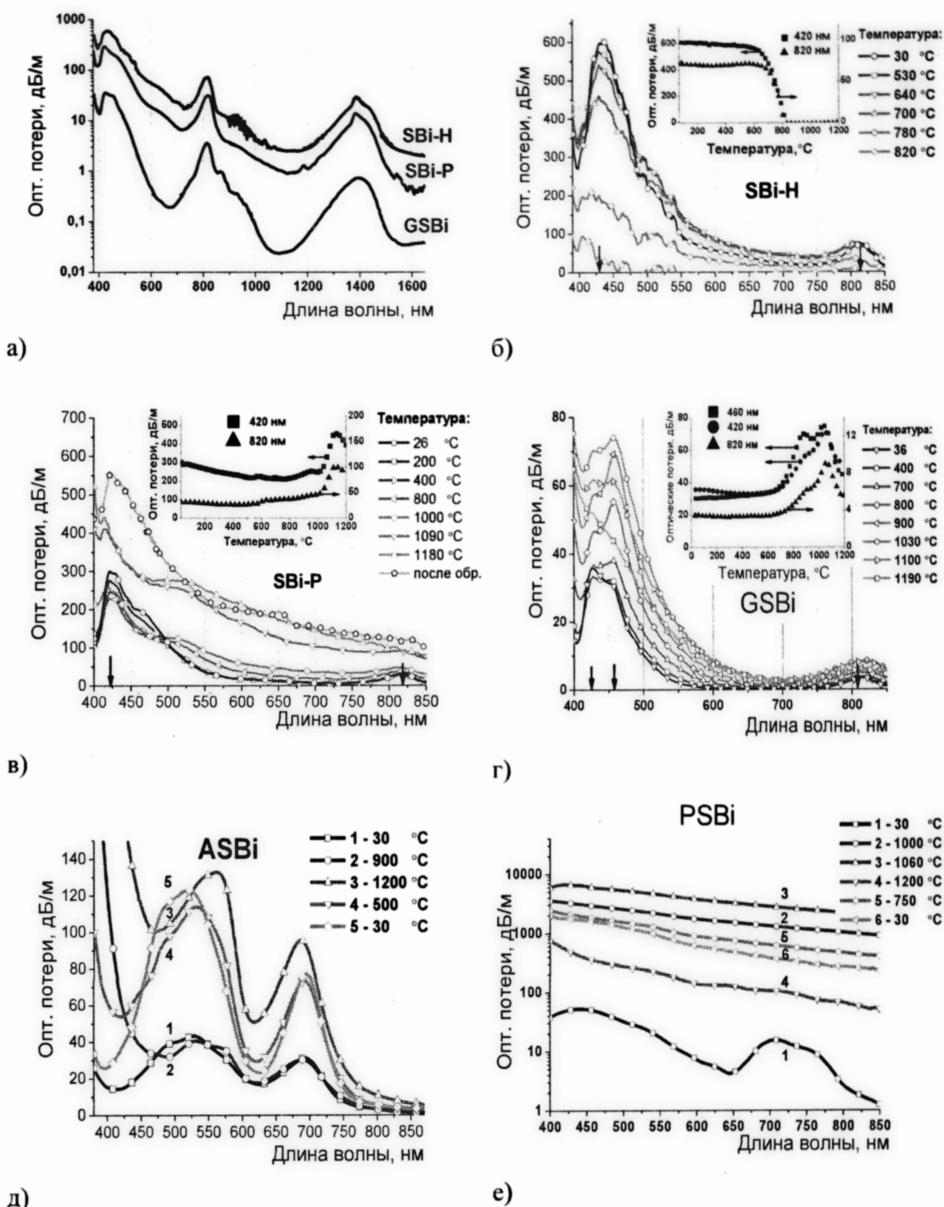
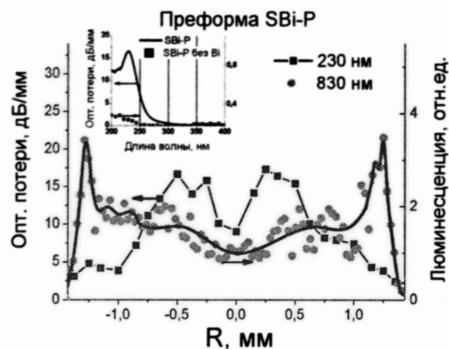
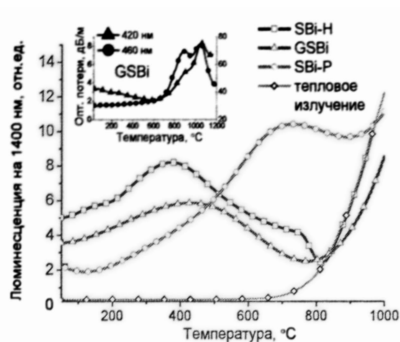


Рисунок 7. Спектральный коэффициент поглощения для световодов SBi-H, SBi-P и GSBi(а) и температурная зависимость спектрального коэффициента поглощения для: б) SBi-H; в) SBi-P; г) GSBi; д) ASBi; е) PSBi



а) Температурная зависимость спектров люминесценции Si-БАЦ в световодах SBi-H, SBi-P, GSBi; б) Оптические свойства преформы световода SBi-P

Обнаружен эффект увеличения оптического поглощения до 120 дБ/м в полосе на длине волны ~ 500 нм и до 80 дБ/м на длине волны 700 нм в полосах БАЦ, связанных с легированием оксидом алюминия, в температурном диапазоне 1100-1200 °C (см. Рисунок 7д).

Анализ фосфоросиликатного световода (см.Рисунок 7е), легированного оксидом висмута, показал, что при увеличении температуры происходит значительный рост спектрального коэффициента поглощения в диапазоне длин волн 400-850 нм до ~ 7000 дБ/м на длине волны 400 нм при температуре 1060 °C, после которой они уменьшаются до 800 дБ/м на длине волны 400 нм при температуре 1200 °C.

На рисунке 8а приведено изменение полосы люминесценции Si-БАЦ на 1400 нм при возбуждении на 457 нм в зависимости от температуры. Люминесценция на длине волны 1400 нм, принадлежащая висмутовому активному центру в случае микроструктурированного световода имела максимум при температуре 400 °C и после проведенного отжига этой люминесценции не наблюдалось, в отличие от световода без отверстий, где максимум наблюдается при температуре 750 °C и после проведенного отжига активные висмутовые центры практически не изменились.

Таким образом, было обнаружено, что полосы поглощения и люминесценции висмутовых активных центров (см. Рисунки 7б,в и 8а), ассоциированных с атомами кремния в микроструктурированном световоде на основе кварцевого стекла, легированного оксидом висмута при нагреве в присутствии кислорода исчезают при температурах 700-800 °C. В отсутствие кислорода подобный эффект не проявляется. Если принять в качестве исходной гипотезу о строении БАЦ как сочетание иона висмута и дефекта сетки стекла, то полученные результаты указывают, что ион висмута в БАЦ должен быть в состоянии с низкой валентностью (и его дополнительное окисление приводит к исчезновению центров), и связанный с БАЦ дефект сетки стекла является кислородно-дефицитным.

Обращают на себя внимание зависимости интенсивности люминесценции на 1400 нм при накачке на 457 нм для трех исследованных световодов SBi-P, SBi-H, GSBi (см. рисунок 8б). На вставке показана температурная зависимость

спектрального коэффициента поглощения в полосах на 420 нм и 460 нм для световода GSBi. В случае световода SBi-H наличие воздуха вблизи сердцевины волоконного световода приводит к снижению полосы люминесценции на 1400 нм (Si-BAЦ) после 400 °C. Отсутствие избыточного кислорода вблизи сердцевины волоконного световода в случае SBi-P приводит к снижению полосы люминесценции на 1400 нм только после ~750°C. Но аналогичная зависимость для световода GSBi близка по форме к зависимости для дырчатого световода SBi-H, хотя отверстия в световоде GSBi отсутствуют. По спектру поглощения видно, что в световоде GSBi концентрация Si-BAЦ, поглощающих в полосе на 420 нм, снижалась при возрастании температуры до ~700 °C, а концентрация Ge-BAЦ, поглощающих в полосе на 460 нм, увеличивалась. Таким образом, можно предположить, что GeO₂ в световоде GSBi служит источником кислорода для Si-BAЦ, как и воздух в отверстиях световода SBi-P. Подобное поведение Si-BAЦ и Ge-BAЦ от температуры говорит в пользу модели висмутового активного центра, включающего ион висмута и кислородно-дефицитный дефект структуры стекла.

Проведенный анализ результатов измерения оптических свойств преформы висмутового волоконного световода, представленный на рисунке 8а, показал, что распределение ионов Bi³⁺ по диаметру заготовки значительно отличается от распределения висмутовых активных центров, ассоциированных с атомами кремния. Обнаружено, что максимум полос люминесценции висмутового активного центра в преформе световода из кварцевого стекла достигается у границы сердцевина-оболочка (аналогично распределению ГКДЦ в германо-силикатных световодах). Данное обстоятельство указывает на возможность участия кислородно-дефицитных центров стекла в формировании ИК висмутовых активных центров.

Таким образом, полученные автором диссертации в ходе работы результаты позволяют верифицировать одну из известных моделей висмутовых активных центров, включающую в себя ион висмута и кислородно-дефицитный дефект сетки стекла.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы, полученные в диссертационной работе.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

1. Разработаны математические модели формирования сигнала в измерительных стендах, предназначенные для исследования температурных зависимостей спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции висмутовых волоконных световодов.
2. Разработаны измерительные стенды для исследования температурных зависимостей спектрального коэффициента поглощения, спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции висмутовых волоконных световодов в диапазоне температур от 300 К до 1500 К.

3. Разработанная методика измерения температурной зависимости спектрального коэффициента поглощения позволила экспериментально определить эффект термически наведенного оптического поглощения в висмутовых волоконных световодах, в диапазоне температур от 300 К до 1500 К.
4. Разработаны методики для экспериментального определения температурных зависимостей спектров люминесценции и времени релаксации ИК-люминесценции активных центров в висмутовых волоконных световодах в диапазоне температур от 300 К до 1300 К.
5. Полученные в ходе работы результаты экспериментальных исследований позволили верифицировать физические модели висмутовых активных центров в лазерных средах на основе висмутовых волоконных световодов. Экспериментально показана связь исследуемых ВАЦ с ионами висмута в низком валентном состоянии, ассоциированными с кислородно-дефицитными дефектами структуры стекла.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Оптические свойства волоконных световодов на основе плавленого кварца, легированного висмутом, в диапазоне температур 300 — 1500 К / Д.А. Дворецкий [и др.] // Квантовая электроника. 2012. № 42. С. 762–769
2. Волоконный спектрофлуориметр для измерения характеристик оптических сред / В.И. Алехнович, С.Г. Сазонкин, Д.А. Дворецкий, Л.К. Денисов // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. «Приборостроение». 2012. № 9. С. 108–113
3. Оптические потери в волоконных световодах на основе кварцевого стекла в температурном диапазоне 300-1500 К / Д.А. Дворецкий [и др.] // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2013. № 5. 10 с.
4. Optical losses and luminescence of Bi-doped optical fibers within the temperature range 300–1500 K / D. Dvoretzky [et al.]// 18th International Symposium on Non-Oxide and New Optical Glasses ISNOG France, Saint-Malo. 2012. Book of abstracts. P.33
5. Измерение оптических характеристик волоконных световодов на основе кварцевого стекла в температурном диапазоне 300-1500К / Д.А. Дворецкий [и др.] // Фотометрия и ее метрологическое обеспечение: Тезисы докладов участников XIX научно-технической конференции. Москва, 2013. С.145-147.
6. Thermal behavior of NIR active centers in Bi-doped optical fibers / D.A. Dvoretzky [et al.] // Eprint arXiv.2012. № 1201.5704. Режим доступа: <http://arxiv.org/abs/1201.5704> (дата обращения 27.03.2013). 23 с.