第 48 卷第 8 期
2020 年 8 月

硅 酸 盐 学 报
JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY

Vol. 48，No. 8
August，2020

http://www.gxyb.cbpt.cnki.net

DOI：10.14062/j.issn.0454-5648.20190856

单模 As_2S_3 光纤制备及其弯曲损耗

沈昊拓[1]，江 丽[2]，苏靖祥[2]，戴世勋[2]

(1. 宁波大学阳明学院，浙江 宁波 315211；2. 宁波大学高等技术研究院红外材料及器件实验室，浙江 宁波 315211)

摘 要：采用动态蒸馏纯化工艺和熔融淬冷法制备了纤芯和内外包层玻璃组分分别为 $As_{40}S_{60}$ 和 $As_{39}S_{61}$ 的硫系玻璃，采用计算机数控车床钻孔法制备了包层套管，结合二次管棒法拉制出包层和纤芯直径分别为 124 μm 和 5 μm 的硫系光纤，对其纤芯和包层玻璃折射率、光纤端面几何尺寸、传输和弯曲损耗等进行了测量和分析。结果表明：该光纤在 2.5~10.0 μm 波段数值孔径(N_A)小于 0.425，且纤芯和包层同心度较好，光纤在 1 550 nm 波长下的损耗为 1.7 dB/m，光纤在λ>2.5 μm 波段呈现单模传输特性。当光纤弯曲半径达到 20 mm 左右时损耗急剧增加。

关键词：硫系玻璃；硫化砷硫系光纤；二次管棒法；弯曲损耗；数值孔径
中图分类号：TQ171　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2020)08–1348–05
网络出版时间：2020–06–29



Fabrication and Bending Loss of Single-Mode As_2S_3 Glass Fibers

SHEN Haotuo[1], *JIANG Li*[2], *SU Jingxiang*[2], *DAI Shixun*[2]
(1. Yangming College of Ningbo University, Ningbo 315211, Zhejiang, China; 2. Laboratory of Infrared Material and Devices, Advanced Technology Research Institute, Ningbo University, Ningbo 315211, Zhejiang, China)

Abstract: The $As_{40}S_{60}$ core and $As_{39}S_{61}$ inner and outer cladding glasses were fabricated with the dynamic distillation purification process and melt-quenching method. The cladding tube was prepared by a computerized numerical control precision drilling machine, and then the fiber with the cladding and core diameter of 124 μm and 5 μm was produced by the combination of the secondary tube in rod method. The refractive index of core and cladding, cross-section dimensions, loss and bending loss of the fiber was measured and analyzed. The results show that the N_A of the fiber is less than 0.425 in the wavelength range of 2.5–10.0 μm and its concentricity between core and cladding is good. The fiber has the minimum loss of 1.7 dB/m at 1 550 nm, and single-mode mode in the wavelength range of >2.5 μm. The fiber transmission losses increase sharply when the bending radius reduces to 20 mm.

Keywords: chalcogenide glass; arsenic sulfide fiber; secondary rod-in-tube method; bending loss; numerical aperture

硫系玻璃是一种以 S、Se、Te 为基础成分并引入一定量的 As、Ga 等电负性较弱的元素而形成的无机玻璃，因其优良的红外范围透过性能(远红外范围透光最远可实现 25 μm 以上[1–2])、极高的三阶光学非线性性能(比 SiO_2 玻璃高出 2~3 个数量级[2])和高折射率(2.0~3.5)等特点，成为了中远红外波段光子器件极佳的基质材料。近年来，利用其宽的红外透过和高非线性特性，硫系玻璃光纤在中红外激光能量传输、中红外生物和化学传感器[3–5]、中红外光纤激光器[6–7]、中远红外超连续谱产生[8–10]和 Brillouin 光纤激光器[11–12]等领域引起了研究者们广泛的关注。国内以宁波大学、江苏师范大学和中科院西安光机等研究机构近年来开展了硫系玻璃光纤制备及其应用研究，但大部分光纤为多模光纤，单模硫系光纤在中红外光器件领域的应用更有价值。

硫系光纤制备方法目前主要有双坩埚法[13–15]、挤压法[16–18]和管棒法[19–21]。双坩埚法采用同心度可调的漏斗式双坩埚装置。内坩埚装芯料玻璃，外坩埚装包层玻璃，通过在坩埚底部开流料孔进行光纤拉制。这种方法在制备过程中需要施加较

收稿日期：2019–12–25.　修订日期：2020–04–10.
基金项目：国家自然科学基金(61875094)；宁波大学王宽诚幸福基金。
第一作者：沈昊拓(2000—)，男，本科生。
通信作者：戴世勋(1974—)，男，博士，研究员。

Received date: 2019–12–25.　**Revised date:** 2020–04–10.
First author: SHEN Haotuo (2000—), male, Undergraduate.
E-mail: 186002349@nbu.edu.cn.
Correspondent author: DAI Shixun (1974–), male, Ph. D., Professor.
E-mail: daishixun@nbu.edu.cn

高的蒸汽压和惰性气体保护，工艺复杂[22]。挤压法采用机械装置将纤芯和包层玻璃组合在玻璃软化温度附近挤压成所需结构的光纤预制棒，然后拉制光纤。这种方法对挤压模具的要求较高，但易造成纤芯和包层的同心度不高的问题，单次挤压难以实现单模尺寸光纤预制棒的制备。此外，挤压法不适合纤芯和包层玻璃热膨胀系数差异较大的光纤预制棒制备[23]。管棒法则是通过将拉制或加工的纤芯细棒放入机械打孔或旋转法制备的包层套管组合后进行光纤拉制。管棒法的优点是纤芯和包层同心度控制准确，更适合纤芯和包层玻璃特性差异很大的光纤制备[24]。

本工作中采用动态蒸馏提纯工艺和熔融淬冷法制备了高纯 $As_{40}S_{60}$ 和 $As_{39}S_{61}$ 玻璃，分别作为单模光纤的纤芯和内外包层基质材料。采用数控车床精密钻孔结合二次管棒法制备了纤芯直径为 5 μm 的单模芯径硫系光纤，并对其光纤端面几何尺寸、纤芯与包层之间的同心度和界面缺陷、传输损耗和弯曲损耗进行测量和分析。

1　实验

1.1　玻璃和光纤的制备

选取组分为 $As_{40}S_{60}$ 和 $As_{39}S_{61}$ 的玻璃分别作为光纤的纤芯和内外两种包层材料。纤芯和包层玻璃棒采用动态蒸馏提纯技术和熔融淬冷法制备，具体工艺过程参见文献[25–26]。分别制备 1 根纤芯和 2 根内外包层玻璃棒，其尺寸分别为 ϕ20 mm×80 mm、ϕ20 mm× 65 mm 和 ϕ10 mm×65 mm，每根玻璃棒分别切出厚度为 5 mm 的玻璃片，对玻璃薄片的两面进行光学精密抛光，用于测量玻璃的折射率，将剩余的玻璃棒表面进行精密抛光处理用于后续的光纤预制棒制备。

光纤预制棒采用二次管棒组合法制备，具体工艺流程图如图 1 和图 2 所示。首先，将外径为 20 mm 的纤芯玻璃棒置于英国 SG 公司光纤拉丝塔拉上拉制成直径为(2.00±0.05) mm 的纤芯细棒(如图 1a 所示)，并插入由数控车床精密机械钻孔加工的内孔直径为(2.10±0.05) mm、长度为 60 mm 的包层玻璃套管中(如图 1b 所示)，包层内孔采用特殊工艺进行精密抛光；然后，将组合后的纤芯与内包层玻璃棒组合进行拉制，拉制成直径为(2.50±0.10) mm 的玻璃细棒(如图 1d 所示)，将其插入由精密机械钻孔法加工好的内孔直径为(2.6±0.1) mm，长度为 60 mm 的外包层玻璃棒中(如图 1e 所示)，将玻璃棒表面包覆 5 层聚醚砜树脂(PES)薄膜后置于光纤拉丝塔上进行拉制，光纤拉制过程中采用高纯惰性 Ar 气体进行气氛保护，光纤 PES 包层直径控制在 140 μm，直径精度为±1 μm。

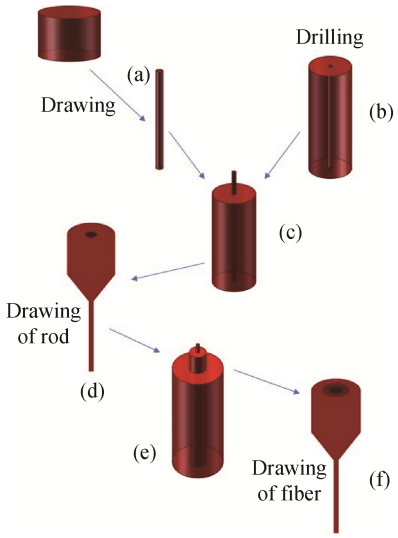


图 1　二次管棒法制备玻璃光纤预制棒的流程图

Fig. 1　Flow chart of fiber preform fabrication by double Rod-in-Tube technique

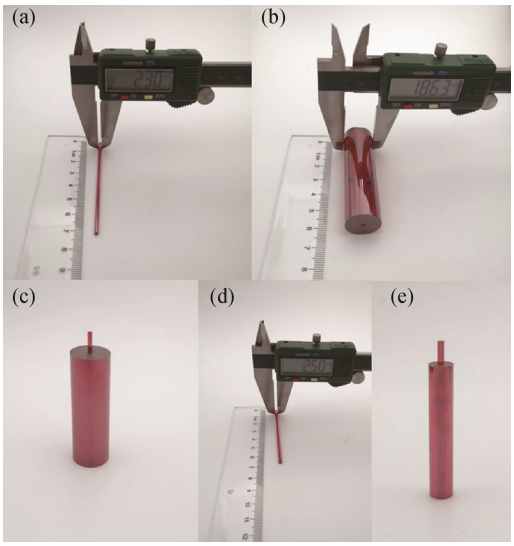


图 2　二次管棒法制备玻璃光纤预制棒的实物图

Fig. 2　Practicality pictures of fiber preform fabrication by double Rod-in-Tube technique

1.2　性能测试

纤芯和内外包层玻璃的折射率测量采用美国 J.A.Woollam 公司 IR-VASE MarkII 型红外椭偏仪，测量波长范围为 1.7~12.0 μm，测量误差为±10^{-3}。采用日本 Keyence 公司 VHX-1000 型超景深显微镜和捷克 Tescan VEGA3 SBH 型扫描电子显微镜(SEM)观察和测量光纤端面形貌和几何尺寸。由于

所拉制的光纤纤芯较小，难以用 FTIR 仪器准确测量其中远红外波段损耗光谱。测量了 1 550 nm 固定波长下的光纤损耗，光纤原始长度为 2.0 m，采用 6 位光学调整架将 1 550 nmLD 激光与光纤耦合，每次截断 40 cm，截断 3 次后取平均值。采用美国 Spiricon 公司 M2-200s 型光束质量分析仪观察在 1.55 μm 激光入射下的光纤端面近场光斑成像图。

2 结果与讨论

2.1 纤芯和内外包层玻璃折射率及数值孔径 N_A

图 3 为纤芯 $As_{40}S_{60}$ 玻璃和内外包层 $As_{39}S_{61}$ 玻璃的折射率及相应的数值孔径 N_A 随波长变化关系曲线。从图 3 可以看出：两个包层玻璃的折射率曲线基本重合，纤芯和包层玻璃的折射率在 2.5~10.0 μm 波段其数值范围分别为 2.433~2.402 和 2.403~2.370。由于纤芯和包层玻璃的组分差异较小导致两者折射率差较小，在 2.5~10.0 μm 波段内其数值孔径 N_A 值的变化范围为 0.382~0.414。根据归一化频率公式

$$V=\frac{\pi D}{\lambda}\sqrt{n_{cr}^2-n_{cl}^2} \tag{1}$$

其中：D 为纤芯直径；λ 为工作波长；n_{cr} 为纤芯玻璃折射率；n_{cl} 为包层玻璃折射率。所拉制光纤的纤芯直径为 5 μm。由此可计算得到$\lambda\geqslant$2.5 μm 时，V 始终满足小于 2.405，即在 2.5~10.0 μm 波段内满足单模传输条件。

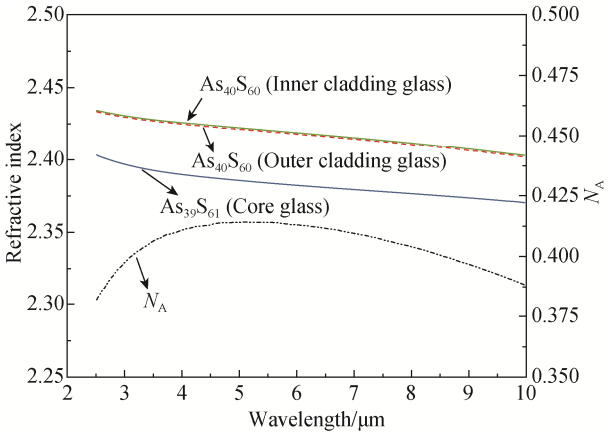


图 3 纤芯和两个包层玻璃折射率与相应的数值孔径(N_A)

Fig. 3 Measured refractive indices of the fiber core and two cladding glasses, and calculated numerical aperture (N_A)

2.2 光纤端面

图 4a 为超景深显微镜放大倍率为 2 000 倍下去除 PES 包层后的光纤端面。由于采用了二次管棒法工艺，纤芯与内包层、内包层与外包层两个界面清晰，光纤端面整洁光亮，没有析晶现象，纤芯、内包层和外包层直径分别约为 5、29 μm 和 124 μm。图 4b 为纤芯与内包层、内包层与外包层同心度分析图，可观察到纤芯位于光纤端面的中心处，内外包层圆心偏离约 0.05 μm，内包层和纤芯圆心偏离约 0.55 μm，说明光纤端面的同心度较好，采用精密钻孔的二次管棒法能有效防止偏心现象产生。图 5 为光纤端面 SEM 照片，可以看出纤芯和内外包层玻璃融合一体，未见纤芯与内包层、内包层与外包层

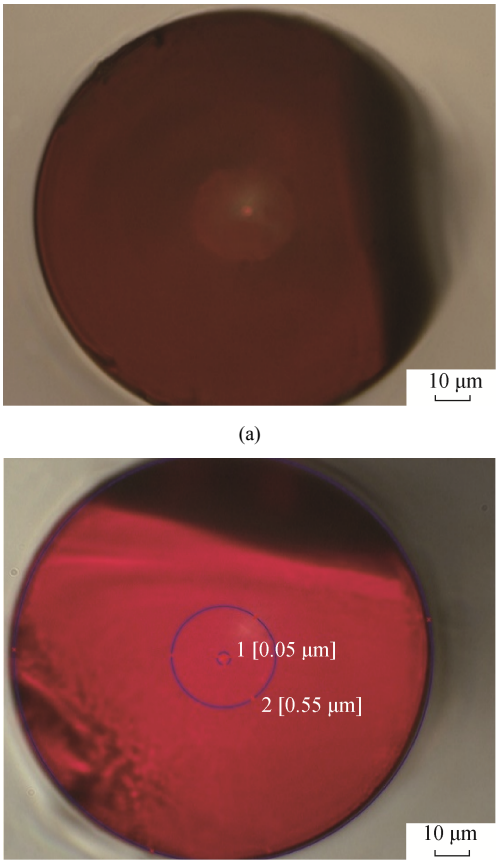


图 4 光纤端面(a)及纤芯与内包层、内包层与外包层同心度(b)

Fig. 4 Cross-section of fiber (a) and core and inner cladding, inner cladding and outer cladding (b)

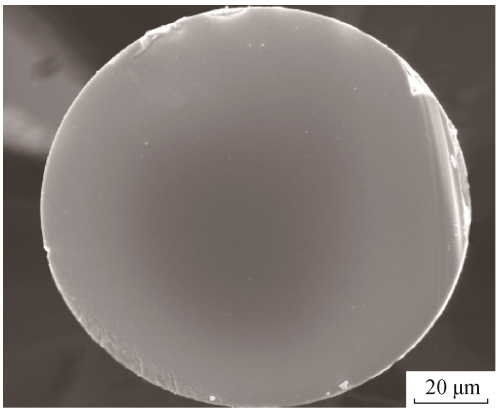


图 5 光纤端面 SEM 照片

Fig. 5 SEM photo of fiber cross-section

界面，无任何空隙缺陷。

图 6 为在 1 550 nm 激光下测量长度为 0.6 m 的拉制的 As_2S_3 光纤的近场光斑输出图及 3D 强度图。光纤近场输出图像表明光束被限制在纤芯中传输，输出光斑近似为圆形光斑，无分裂现象，说明在 1.5 μm 时光纤近似单模传输特性。图 6b 的 3D 强度图显示纤芯处的光场强度远高于包层中的光场强度，表明该光纤具有较好的光场束缚能力。

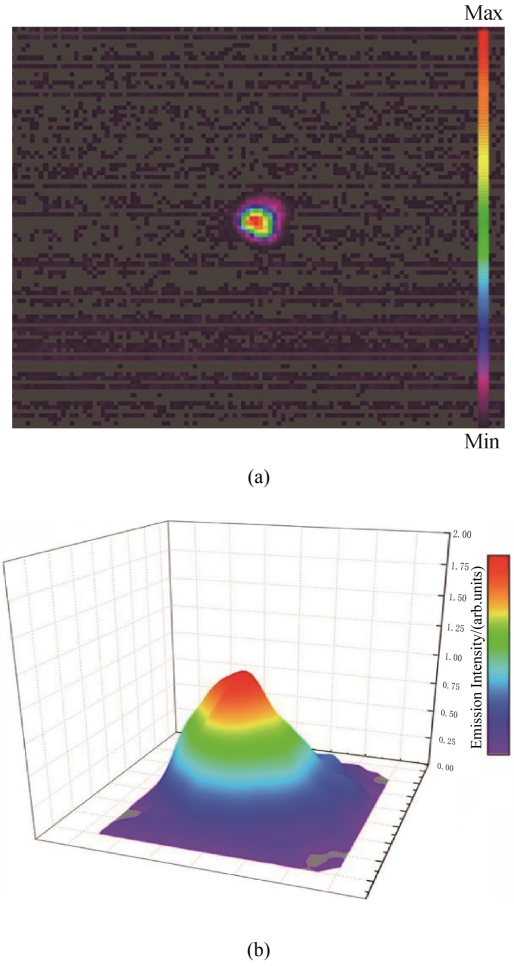


图 6　光纤在 1.5 μm 波段下近场光斑图(a)及近场输出的 3D 光强分布(b)

Fig. 6　Near-field images at 1.5 μm for fiber(a) and near-field intensity distribution of fiber visualized in 3-D(b)

2.3　光纤弯曲损耗

经测量，光纤在 1 550 nm 波长下的损耗约为 1.7 dB/m。此外，还对其弯曲损耗进行了测量。将长度为 100 cm 的光纤围绕不同半径的圆柱体缠绕 3 圈，测试输出光功率与为弯曲时输出功率，其弯曲损耗α的计算公式为：

$$\alpha = 10\lg\frac{P_s}{P_b} \tag{2}$$

其中：P_s 为直光纤的输出功率；P_b 为弯曲光纤的输出功率。

图 7 为 1.55 μm 波长测量下光纤的弯曲损耗α与弯曲半径 R 的变化关系。由图 7 可见：随着弯曲半径逐渐减小，光纤传输能量衰减呈指数分布[27–28]，随着 R 值从 45 mm 逐渐减小至 10 mm 时，弯曲损耗α的值逐步增大；当 R 小于 20 mm 时损耗急剧增加；当 R=10 mm 时，α为 3.9 dB。由于所拉制的 As_2S_3 光纤直径较小且包覆了 PES 塑料层，因此具有较好的弯曲性能。

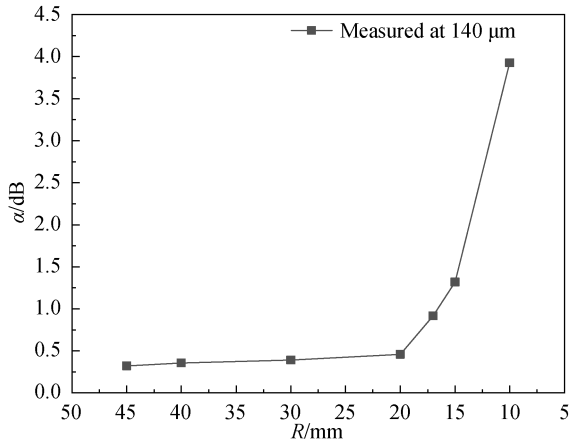


图 7　光纤的弯曲半径(R)与弯曲损耗(a)变化

Fig. 7　Bending loss (R) as function of bending radius (a) for fiber

3　结论

采用数控车床钻孔和二次管棒法制备了纤芯和包层玻璃分别为 $As_{40}S_{60}$ 和 $As_{39}S_{61}$ 单模尺寸的硫系光纤，纤芯和内外包层直径分别为 5、29 μm 和 124 μm，该光纤在 2.5~10 μm 波段内呈单模传输特性，光纤的纤芯和内外包层同心度与界面融合度高，在 1 550 nm 波长下光纤的损耗为 1.7 dB/m。当光纤在弯曲半径达到 20 mm 左右时弯曲损耗急剧增加。本工作验证了二次管棒法制备单模硫系光纤的可行性。

参考文献:

[1] EGGLETON B J, LUTHER-DAVIES B, RICHARDSON K. Chalcogenide photonics[J]. Nat Photon, 2011, 5(3): 141–148.

[2] SHIRYAEV V S, CHURBANOV M F. Trends and prospects for development of chalcogenide fibers for mid-infrared transmission[J]. J Non-Cryst Solids, 2013, 377: 225–230.

[3] KEIRSSE J, BOUSSARD-PLEDEL C, LOREAL O, et al. IR optical fiber sensor for biomedical applications[J]. Vib Spectrosc, 2003, 32(1): 23–32.

[4] PETERSEN C R, PRTLJAGA N, FARRIES M, et al. Mid-infrared multispectral tissue imaging using a chalcogenide fiber supercontinuum source[J]. Opt Lett, 2018, 43(5): 999–1002.

[5] ISRAELSEN N M, PETERSEN C R, BARH A, et al. Real-time high-resolution mid-infrared optical coherence tomography[J]. Light Sci Appl, 2019, 8(1): 11.

[6] BERNIER M, FORTIN V, CARON N, et al. Mid-infrared chalcogenide glass Raman fiber laser[J]. Opt Lett, 2013, 38(2): 127–129.

[7] BUREAU B, MAURUGEON S, CHARPENTIER F, et al. Chalcogenide glass fibers for infrared sensing and space optics[J]. Fiber Integrated Opt, 2009, 28(1): 65–80.

[8] PETERSEN C R, MOLLER U, KUBAT I, et al. Mid-infrared supercontinuum covering the 1.4-13.3 μm molecular fingerprint region using ultra-high N_A chalcogenide step-index fibre[J]. Nat Photon, 2014, 8(11): 830–834.

[9] MOLLER U, YU Y, KUBAT I, et al. Multi-milliwatt mid-infrared supercontinuum generation in a suspended core chalcogenide fiber[J]. Opt Express, 2015, 23(3): 3282–3291.

[10] LIU L, CHENG T L, NAGASAKA K, et al. Coherent mid-infrared supercontinuum generation in all-solid chalcogenide microstructured fibers with all-normal dispersion[J]. Opt Lett, 2016, 41(2): 392–395.

[11] KOBYAKOV A, SAUER M, CHOWDHURY D. Stimulated Brillouin scattering in optical fibers[J]. Adv Opt Photon, 2010, 2(1): 1–59.

[12] EGGLETON B J, POULTON C G, PANT R. Inducing and harnessing stimulated Brillouin scattering in photonic integrated circuits[J]. Adv Opt Photon, 2013, 5(4): 536–587.

[13] MOSSADEGH R, SANGHERA J S, SCHAAFSMA D, et al. Fabrication of single-mode chalcogenide optical fiber[J]. J Lightwave Technol, 1998, 16(2): 214–217.

[14] VáCHA L, GRANBERG M, MARCOLLà P, et al. Manufacture of optical fibres by the double-crucible method[J]. J Non-Cryst Solids, 1980, 38–39: 797–802.

[15] KOBELKE J, KIRCHHOF J, SCHEFFLER M, et al. Chalcogenide glass single mode fibres–preparation and properties[J]. J Non-Cryst Solids, 1999, 256: 226–231.

[16] TAO G M, SHABAHANG S, BANAEI E H, et al. Multimaterial preform coextrusion for robust chalcogenide optical fibers and tapers[J]. Opt Lett, 2012, 37(13): 2751–2753.

[17] LEE E T Y, TAYLOR E R M. Two-die assembly for the extrusion of glasses with dissimilar thermal properties for fibre optic preforms[J]. J Mater Process Technol, 2007, 184(1/3): 325–329.

[18] SUN Y A, DAI S X, ZHANG P Q, et al. Fabrication and characterization of multimaterial chalcogenide glass fiber tapers with high numerical apertures[J]. Opt Express, 2015, 23(18): 23472–21483.

[19] SMEKTALA F, LE FOULGOC K, LE NEINDRE L, et al. TeX-glass infrared optical fibers delivering medium power from a CO_2 laser[J]. Opt Mater, 1999, 13(2): 271–276.

[20] TIAN Y M, SUN L H, CHEN P, et al. Fabrication and Characterization of Three-hole As_2S_3 Suspended-Core Fibers Based on Robust Extrusion[J]. IEEE Access, 2018, 6: 41093–41098.

[21] JIANG S B, LUO T, HWANG B C, et al. Er^{3+}-doped phosphate glasses for fiber amplifiers with high gain per unit length[J]. J Non-Cryst Solids, 2000, 263(1/4): 364–368.

[22] LIAO M S, CHAUDHARI C, QIN G S, et al. Fabrication and characterization of a chalcogenide-tellurite composite microstructure fiber with high nonlinearity[J]. Opt Express, 2009, 17(24): 21608–21614.

[23] SAVAGE S D, MILLER C A, FURNISS D, et al. Extrusion of chalcogenide glass preforms and drawing to multimode optical fibers[J]. J Non-Cryst Solids, 2008, 354(29): 3418–3427.

[24] 聂秋华, 王国祥, 王训四, 等. Ga 对新型远红外 Te 基硫系玻璃光学性能的影响[J]. 2010, 59(11): 7949–7955.
NIE Qiuhua, WANG Guoxiang, WANG Xunsi, et al. Acta Phys Sin(in Chinese), 2010, 59(11): 7949–7955.

[25] JAYASURIYA D, PETERSEN C R, FURNISS D, et al. Mid-IR supercontinuum generation in birefringent, low loss, ultra-high numerical aperture Ge-As-Se-Te chalcogenide step-index fiber[J]. Opt Mater Express, 2019, 9(6): 2617–2629.

[26] 刘硕, 唐俊州, 刘自军, 等. 低损耗硫系玻璃光纤的挤压制备及其性能研究[J]. 光学学报, 2016, 36(10): 39–46.
LIU Shuo, TANG Junzhou, LIU Zijun, et al. Acta Opt Sin (in Chinese), 2016, 36(10): 39–46.

[27] GLOGE D. Bending loss in multimode fibers with graded and ungraded core index[J]. Appl Opt, 1972, 11(11): 2506–2513.

[28] 江丽, 戴世勋, 刘永兴, 等. As_2S_3 硫系玻璃光纤弯曲特性及其对损耗的影响[J]. 硅酸盐学报, 2019, 47(2): 104–108.
JIANG Li, DAI Shixun, LIU Yongxing, et al. J Chin Ceram Soc, 2019, 47(2): 104–108.