

用于红外激光传输及光纤传感应用的 矩形 Y_2O_3 - ZrO_2 单晶光波导^{*}

楼静漪¹⁾ 童利民^{1,2)} 徐云飞¹⁾

¹⁾ 浙江大学物理系光纤电子材料实验室, 浙江大学硅材料国家重点实验室, 浙江, 杭州, 310027;

²⁾ Gordon McKay Lab, Division of Engineering and Applied Science, Harvard University, Cambridge, MA02138, USA)

摘要 通过精确的切割和良好的抛光, 从 Y_2O_3 稳定的 ZrO_2 块状单晶制得可用于红外激光传输及光纤高温传感的高品质 Y_2O_3 - ZrO_2 单晶矩形光波导. 获得的矩形波导截面大于 $1\text{mm} \times 1\text{mm}$, 长度在 $45\text{mm} \sim 65\text{mm}$ 之间. 波导的光学性能比用常规 LHPG 系统生长的 Y_2O_3 - ZrO_2 单晶光纤优越得多. 在 900nm 波长处的光学损耗小于 0.03dB/cm , 对 $1.06\mu\text{m}$ Nd: YAG 激光脉冲的损伤阈值为 0.98MW/cm^2 , 并且能耐受 2300 的高温. 实验结果表明, 这些波导有望在红外激光传输和 2000 以上的高温光纤传感等领域得到应用.

关键词 Y_2O_3 - ZrO_2 单晶, 抛光, 矩形波导, 红外激光传输, 高温光纤传感.

RECTANGULAR Y_2O_3 - ZrO_2 SINGLE CRYSTAL OPTICAL WAVEGUIDES FOR INFRARED LASER DELIVERY AND FIBER-OPTIC SENSING APPLICATIONS^{*}

LOU Jing-Yi¹⁾ TONG Li-Min^{1,2)} XU Yun-Fei¹⁾

¹⁾ Department of Physics, State Key Laboratory of Silicon Materials, Zhejiang University, Hangzhou 310072, China;

²⁾ Gordon McKay Lab, Division of Engineering and Applied Science, Harvard University, Cambridge, MA02138, USA)

Abstract High quality Y_2O_3 - ZrO_2 single crystal rectangular waveguides were fabricated from bulky Y_2O_3 stabilized ZrO_2 single crystal by precise cut and fine polish with cross section larger than $1\text{mm} \times 1\text{mm}$ and length of $45\text{mm} \sim 65\text{mm}$. They show much better optical properties than Y_2O_3 - ZrO_2 single crystal fibers grown by the conventional LHPG system, optical losses of the waveguides are lower than 0.03dB/cm at wavelength of 900nm , the damage thresholds are 0.98MW/cm^2 for $1.06\mu\text{m}$ Nd: YAG laser pulses, and they are able to endure temperature as higher as 2300 . Experimental results show that these waveguides are promising for fiber-optic sensing applications at temperature above 2000 .

Key words Y_2O_3 - ZrO_2 single crystal, polish, rectangular waveguide, infrared laser delivery, high temperature fiber-optic sensing.

前言

蓝宝石 (Al_2O_3) 光纤在光纤高温传感和医用激光能量传输等方面得到了成功和广泛的应用^[1~3]. 但是受其熔点 (2045) 以及高温软化温度 (约为 $1800 \sim 1900$) 的限制^[4], 蓝宝石光纤传感器不能在 1900 以上的温度下使用, 而在航空航天器中广泛使用的涡轮发动机的燃气温度能接近甚至高于 2000 . 另外, 蓝宝石光纤的红外传输截止波长

约 $3.5\mu\text{m}$ ^[5], 难以用于中红外波段的激光能量传输. 所以, 为了扩展红外传输波段以及测量 2000 或更高的温度, 必须使用红外传输波段更宽、熔点更高的光学材料来替代蓝宝石光纤.

根据实验和理论研究^[6,7], 我们选择了 Y_2O_3 - ZrO_2 (Y_2O_3 稳定的 ZrO_3) 立方晶格透明晶体材料来制作光波导. Y_2O_3 - ZrO_2 单晶的红外传输截止波长大于 $5.0\mu\text{m}$ ^[8], 熔点约为 2600 ^[9], 因此, 其红外传输极限及耐高温性能都大大优于蓝宝石光纤. 我们

* 国家自然科学基金 (批准号 59906011) 资助项目
稿件收到日期 2001-12-29, 修改稿收到日期 2002-05-28

* The project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 59906011)
Received 2001-12-29, revised 2002-05-28

在以前的高温传感研究中,已使用过具有圆形截面的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶光纤^[10],传统 LHPG(激光加热基座生长)系统生长的单晶光纤,由于生长中的大温度梯度而引起的残余热应力^[6,11,12]使得到的光纤表现出相对较低的光学和机械性能,从而使得 $Y_2O_3-ZrO_2$ 光纤在激光能量传输和光纤传感等应用中无法达到蓝宝石光纤那样的优秀性能.为了获得光损耗如同蓝宝石光纤一样低的高品质 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶波导,我们通过精细抛光从大块晶体上切割下的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶源棒制得矩形 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶光波导,实验结果表明这些波导的平均光损耗小于 0.03dB/cm ,与高品质的蓝宝石光纤损耗相近,远优于 LHPG 法生长的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶光纤.这些波导有可能在中红外光学传输及 2000 以上的光纤高温传感器中得到应用.

1 $Y_2O_3-ZrO_2$ 矩形波导的制作

$Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶矩形波导制作过程如下:首先,将大块 Y_2O_3 (21.2at %) 稳定的 ZrO_2 立方单晶(采用熔渣法生长)沿着主轴切割成横截面大约为 $1.5\text{mm} \times 1.5\text{mm}$ 的晶体棒,这些晶体棒的长度为 $45 \sim 65\text{mm}$.使用 320 目金刚砂研磨盘精确地打磨晶体棒的所有表面(包括端面),直到磨去所有明显的凹凸不平.然后,依次用粒度分别为 $15\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 、 $1\mu\text{m}$ 和 $0.5\mu\text{m}$ 的金刚石精研膜仔细抛光晶体棒,以获得光学品质表面.最后,用超声清洗机依次用甲苯、酒精和丙酮清除抛光碎屑.制得的 3 根波导的几何参数列于表 1,由数码相机摄得的 2 号样品的照片如图 1 所示.我们通过金相显微镜($500\times$)检查抛光的波导表面,难以发现明显缺陷(见图 2).但在高倍



图 1 2 号 $Y_2O_3-ZrO_2$ 矩形波导的照片

Fig. 1 Photo of $Y_2O_3-ZrO_2$ rectangular waveguide No. 2

($20000\times$)扫描电子显微镜下,仍能发现明显的长条形划痕(见图 3).

2 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶矩形波导的性能

2.1 光损耗

对于激光传输和光纤传感来说,光损耗是光信号传输波导的重要参数.一个高损耗的波导不仅减小了有用信号的强度,还将降低激光损伤阈值,引入噪声信号,降低传感器的性能(例如测温精度、分辨率和工作范围).由于本文所研制的波导相对较短,它们的传输损耗较低而不易检测,为此,我们改进了 FM-1 单晶光纤损耗测量系统^[13],使测量系统的分辨率达到 0.004dB .在 900nm 波长处,对每根波导做了 10 次测量,平均损耗如图 4 所示.为了便于对比,也给出了我们以前用 LHPG 系统生长的蓝宝石光纤和 $Y_2O_3-ZrO_2$ 单晶光纤的光损耗.

图 4 的结果表明,这些 $Y_2O_3-ZrO_2$ 波导在

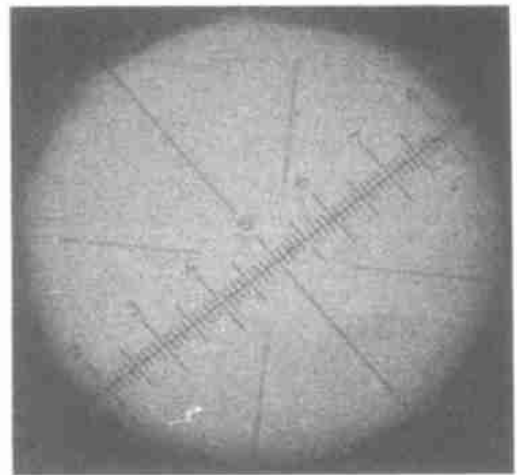


图 2 2 号波导在金相显微镜 ($500\times$) 下的表面

Fig. 2 Surface of waveguide No. 2 under a metalloscope ($500\times$)

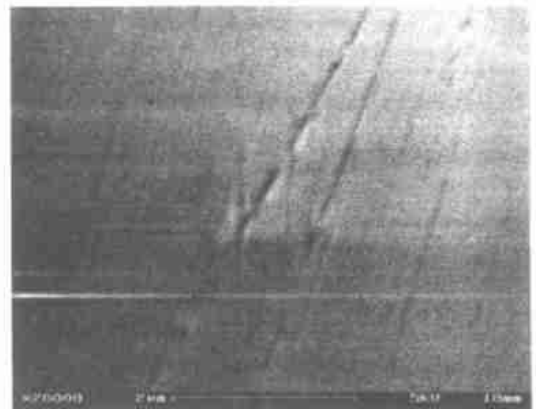


图 3 2 号波导在扫描电子显微镜 ($20000\times$) 下的表面

Fig. 3 Surface of waveguide No. 2 under SEM ($20000\times$)

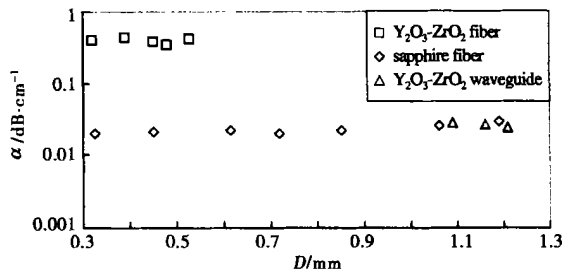


图 4 $Y_2O_3-ZrO_2$ 波导、 $Y_2O_3-ZrO_2$ 光纤和蓝宝石光纤在 900nm 波长处的平均损耗

Fig. 4 Average losses of $Y_2O_3-ZrO_2$ waveguides, $Y_2O_3-ZrO_2$ fibers and sapphire fibers at wavelength of 900nm

900nm 处的平均损耗低于 0.03dB/cm, 远远低于我们以前工作中所获得的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 光纤的损耗(大约 0.4dB/cm), 并与截面相似的蓝宝石光纤的损耗相近(大约 0.03dB/cm). 此外, 在目前条件下, 由于应力引起的碎裂, 直径大于 0.60mm 的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 光纤很难生长, 而大截面的 $Y_2O_3-ZrO_2$ 波导却较易制得. 通常, 在辐射型光纤传感器中, 大截面积有利于传输强的光辐射信号, 这可以降低对光探测器和信号处理系统的苛刻要求, 特别是信号很弱时(即被测温度相对较低时).

2.2 激光损伤阈值

在激光能量传输系统中, 光纤的损伤阈值是一个重要参数, 因为高能量密度的激光可能会引起光纤不可恢复的损伤. 我们使用了一台 Quantar Ray DCR-3 型 Nd:YAG 脉冲激光器(Spectra-Physics 公司产品)测量 $Y_2O_3-ZrO_2$ 矩形波导的激光损伤阈值. 测试所用激光波长为 1.06 μ m, 脉冲宽度为 9ns, 脉冲重复频率为 10Hz, 缓慢增大激光器的输出功率, 直至被测光纤某处出现损伤(此时激光功率计显示的光纤输出功率有明显跃变), 测量系统如图 5 所示. 为准确测量光纤的输入功率, 在光纤输入端面前使用了孔径匹配器(本实验中使用了中间带圆形小孔的金属镍片), 小孔直径为 800 μ m.

我们对 1 号样品进行了测量, 与蓝宝石光纤不

表 1 $Y_2O_3-ZrO_2$ 波导的几何参数

Table 1 Geometric parameters of $Y_2O_3-ZrO_2$ waveguides

样品编号	1	2	3
长度(mm)	45	52	65
截面尺寸(mm \times mm)	1.0 \times 1.1	1.1 \times 1.2	1.2 \times 1.2

同的是, 随着激光功率的增大, $Y_2O_3-ZrO_2$ 矩形波导的激光损伤首先出现在波导内部, 而不是出现在输入端面上^[14]. 实验结果表明, 1 号波导的损伤阈值约为 0.98 MW/cm², 能满足常规医学激光凝结、汽化、炭化等应用所需的典型功率密度(10 ~ 10⁶ W/cm²)^[15], 所以, $Y_2O_3-ZrO_2$ 波导在医用红外激光传输中具有潜在的应用价值.

2.3 高温稳定性

用于高温传感的光波导, 高温稳定性对于重复使用是非常重要的. 在我们的实验中, 2 号样品的高温稳定性依次在高温炉和加氧气的酒精喷灯中加以检验.

首先, 将波导放置于高温炉中的氧化锆陶瓷衬底上, 高温炉保持在 1650 下达 5 h, 波导从炉中取出后, 从外形看未发现任何退化. 然后, 将波导置于加氧气的酒精喷灯中检验其高温稳定性. 固定波导的一端, 将另一端水平放置于火焰中, 并使用一根直径约 1mm、长度 60mm 的蓝宝石光纤并置其中作为参考, 用比色高温计检测波导的末端温度. 火焰的温度可通过氧气流的速率来控制. 开始, 不提供额外的氧气, 在酒精喷灯火焰中波导的末端温度大约为 800. 然后缓慢增加氧气流量, 当温度超过 1900, 作为参考的蓝宝石光纤的端部软化并下垂. 当温度超过 2000, 蓝宝石光纤的端部熔成球形, 实验中获得最高温度约为 2300, 实验后波导没有发现熔化或明显的损伤. 实验结果表明, $Y_2O_3-ZrO_2$ 波导能耐受高达 2300 的高温, 这是其他高温波导(如蓝宝石光纤)所不能实现的.

3 结论

为了研制用于高温传感的高品质波导, 我们从大块 Y_2O_3 稳定的立方 ZrO_2 单晶制得 $Y_2O_3-ZrO_2$ 矩形波导, 其截面约为 1mm \times 1mm, 长度为 45 ~ 65mm. 在 900nm 波长处, 这些波导的平均损耗低于 0.03dB/cm, 与高品质的蓝宝石光纤相近, 激光损伤

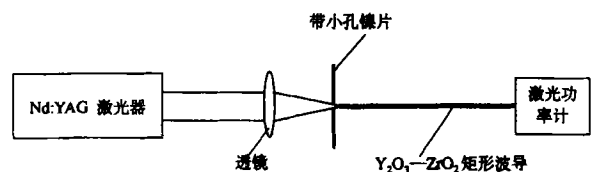


图 5 $Y_2O_3-ZrO_2$ 矩形波导的激光损伤阈值测量系统

Fig. 5 Laser damage threshold measurement system for $Y_2O_3-ZrO_2$ waveguides

阈值高于 0.98 MW/cm^2 . 高温检验表明波导能耐受高于 2300 的温度, 而没有明显的光学性能的退化. 基于该波导令人满意的光学、高温和机械性能, $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 矩形单晶波导有望在红外激光传输和光纤高温传感等领域获得应用.

致谢 感谢 Harvard 大学 Gordon McKay 实验室 Shen Mengyan 博士在扫描电子显微镜测量中给予的帮助.

REFERENCES

- [1] Sanghera Jasbinder S, Aggarwal Ishwar D. Infrared Fiber Optics. New York: CRC Press, 1998
- [2] Dils R R. High temperature optical fiber thermometer. Journal of Applied Physics, 1983, 54:1198
- [3] Waynant R W, Oshry S, Fink M. Infrared measurements of sapphire fibers for medical applications. Applied Optics, 1993, 32:390—392
- [4] Tong Limin, Shen Yonghang, Chen Fangming, et al. Plastic bending of sapphire fibers for infrared sensing and power-delivery applications. Applied Optics, 2000, 39:494—501
- [5] Merberg G N, Harrington J A. Optical and mechanical properties of single-crystal sapphire optical fibers. Applied Optics, 1993, 32:3201—3209
- [6] TONG Li-Min. Study on growth and properties of $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ single-crystal fibers for fiber optic sensors. MS Thesis, Zhejiang University, Hangzhou, China(童利民. 氧化锆高温单晶光纤的生长与测试. 浙江大学硕士学位论文), 1994
- [7] TONG Li-Min. High-temperature single-crystal fibers and fiber optic sensors for high-temperature. PhD Thesis, Zhejiang University, Hangzhou, China(童利民. 高温单晶光纤与光纤高温传感器及其应用. 浙江大学博士学位论文), 1997
- [8] Klocek Paul. Handbook of Infrared Optical Materials. New York: Marcel Dekker Inc., 1991
- [9] Heuer A H, Hobbs L W. Advances in Ceramics. Vol. 3. Columbus, Ohio: The American Ceramic Society, 1981
- [10] Tong Limin, Shen Yonghang, Ye Linhua, et al. A zirconia single-crystal fibre-optic sensor for contact measurement of temperatures above 2000 . Measurement Science and Technology, 1999, 10:607—611
- [11] Tong Limin, Wang Yanqin, Ding Zuchang. Growth and characteristics of Y_2ZrO_2 SCF for high-temperature optic sensors. SPIE, 1994, 2292:429—438
- [12] Tong Limin. Growth of high-quality $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ single-crystal optical fibers for ultra-high-temperature fiber-optic sensors. Journal of Crystal Growth, 2000, 217:281—286
- [13] Dong Mianyu, Tong Limin, Ding Zuchang. Loss measurement for SCF materials. SPIE, 1994, 2290:378—386
- [14] LOU Jing-Yi, TONG Li-Min, HONG De-Fei, et al. Optical properties of plastic bent sapphire fibers. Journal of Optoelectronics Laser(楼静漪, 童利民, 洪德飞, 等. 塑性弯曲蓝宝石单晶光纤的光学特性研究. 光电子·激光), 2001, 12:120—122
- [15] Niemz Markolf H. Laser-Tissue Interactions: Fundamentals and Applications. Berlin: Springer-Verlag, 1996