

低损耗 Ge-As-Se-Te 硫系玻璃远红外光纤的性能分析

赵浙明 吴波 刘雅洁 江岭 密楠 王训四 刘自军 刘硕 潘章豪 聂秋华 戴世勋

Investigation on Ge-As-Se-Te chalcogenide glasses for far-infrared fiber

Zhao Zhe-Ming Wu Bo Liu Ya-Jie Jiang Ling Mi Nan Wang Xun-Si Liu Zi-Jun Liu Shuo Pan Zhang-Hao Nie Qiu-Hua Dai Shi-Xun

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 65, 124205 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.124205

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.124205>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I12>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

[Er³⁺/Yb³⁺ 共掺 NaYF₄/LiYF₄ 微米晶体的上转换荧光特性](#)

[Upconversion fluorescence characteristics of Er³⁺/Yb³⁺ codoped NaYF₄ and LiYF₄ microcrystals](#)

物理学报.2016, 65(8): 084205 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.084205>

[GeS₂-In₂S₃ 硫系玻璃的物化性质与晶化行为研究](#)

[Physiochemical properties and crystallization behavior of GeS₂-In₂S₃ chalcogenide glasses](#)

物理学报.2015, 64(5): 054208 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.054208>

[沉积温度对硫化锌 \(ZnS\) 薄膜的结晶和光学特性影响研究](#)

[Investigation of the crystal and optical properties of ZnS thin films deposited at different temperature](#)

物理学报.2013, 62(21): 214211 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.214211>

[20GeS₂-80Sb₂S₃ 硫系玻璃的析晶行为及动力学机理研究](#)

[Crystallization behavior and kinetics mechanism of 20GeS₂-80Sb₂S₃ chalcogenide glass](#)

物理学报.2013, 62(18): 184211 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.184211>

[GeS₂-Ga₂S₃-CsI 硫系玻璃的析晶行为及其组成依赖研究](#)

[Compositional dependence of crystallization behavior in GeS₂-Ga₂S₃-CsI chalcogenide glass](#)

物理学报.2012, 61(15): 154212 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.154212>

低损耗 Ge-As-Se-Te 硫系玻璃 远红外光纤的性能分析*

赵浙明¹⁾²⁾³⁾ 吴波¹⁾³⁾ 刘雅洁²⁾ 江岭¹⁾³⁾ 密楠¹⁾³⁾ 王训四^{1)3)†}
刘自军¹⁾³⁾ 刘硕¹⁾³⁾ 潘章豪¹⁾³⁾ 聂秋华¹⁾³⁾ 戴世勋¹⁾³⁾

1)(宁波大学信息科学与工程学院, 高等技术研究院, 红外材料与器件实验室, 宁波 315211)

2)(嘉兴学院南湖学院, 嘉兴 314001)

3)(浙江省光电探测材料及器件重点实验室, 宁波 315211)

(2016年2月18日收到; 2016年3月3日收到修改稿)

中、远红外光学领域的发展, 离不开低损耗光波导材料的发展, 因此近年来远红外低损耗光纤一直是光学领域的热点之一. 本论文在国内首次报道了一种基于挤压法的低损耗远红外光纤制备技术, 获得了具有完整结构的远红外光纤, 其损耗为: 0.46 dB/m @8.7 μm , 1.31 dB/m@10.6 μm , 整体低于 1 dB/m@7.2—10.3 μm . 在实验过程中, 首先采用传统的熔融淬冷法和蒸馏纯化工艺制备了 Ge-As-Se-Te 玻璃样品. 利用 X 射线衍射仪和热膨胀仪等测试了玻璃的结构和物理性质, 分析了 Ge 对玻璃热学性质的影响; 利用分光光度计、红外光谱仪等研究了玻璃的光谱性质; 综合比较了还原剂铝、镁的除氧效果. 最后采用挤压法制备了芯包结构光纤. 实验结果表明: 镁的除氧效果佳, 新型挤压制备工艺和有效提纯技术共同推进了硫系光纤损耗的降低, 所获得的 Ge-As-Se-Te 光纤具有远红外广谱应用的潜能 (其透光波长接近 12 μm).

关键词: GeAsSeTe, 硫系玻璃, 远红外光纤, 低损耗

PACS: 42.70.Km, 42.70.-a, 81.05.-t

DOI: 10.7498/aps.65.124205

1 引言

近年来, 由于在中远红外光学材料中的广泛应用^[1-4], 硫系玻璃受到了国内外前所未有的关注. 硫系玻璃是指以元素周期表 VI 主族中 S, Se, Te 为主并引入一定量的其他类金属元素所形成的非晶态无定形材料. 硫系玻璃具有许多优良的特性, 如具有较低的声子能量, 优异的红外传输特性, 极高的线性和非线性折射率等. 其中, S 基玻璃和 Se 基玻璃具有很好的化学稳定性和玻璃形成能力, 拉制成光纤的能力较强. 相比于 S 基和 Se 基玻璃, Te 基玻璃拥有更宽的红外透过范围, 能更好地满足远红外探测. 但是, 由于 Te 的强金属性不能单独构成稳

定的共价键以形成稳定的玻璃态, 热学稳定性差易析晶, 成玻能力弱.

为了得到稳定的 Te 基硫系玻璃, 人们尝试了多种 Te 基玻璃体系^[5-9], 如 Ge-As-Te, Ge-Se-Te, Te-As-Se, Ge-As-Se-Te 等硫系玻璃体系和 Te-X, Ge-Te-AgI 等硫卤玻璃体系. 国内外研究^[10-14]表明 Ge-As-Se-Te (简称 GAST) 四元玻璃体系 T_g 较高, 机械性能较好, 热稳定性高 ($\Delta T > 150$ °C), 抗析晶能力强, 成玻范围宽, 红外透过范围大, 是制备远红外 (8—12 μm) 光纤的首选材料. 目前, GAST 光纤的最低损耗是 1994 年美国海军实验室^[15]制备的 $\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$ 无包层光纤 (0.11 dB/m@6.6 μm , < 1 dB/m@

* 国家自然科学基金 (批准号: 61377099, 61177087, 61307060)、浙江省重中之重学科开放基金 (批准号: xkx11508, xkx11318)、教育部新世纪优秀人才支持计划 (批准号: NCET-10-0976)、浙江省 151 人才第三层次和宁波大学王宽诚幸福基金资助的课题.

† 通信作者. E-mail: wangxunsi@nbu.edu.cn

5.25—9.5 μm , 1.8 dB/m @10.6 μm). 1987年Inagawa等^[11]制备的 $\text{Ge}_{15}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{50}$ 无包层光纤实现了10.6 μm 处的最低损耗(1.5 dB/m). 1989年Nishii等^[16]获得了GAST芯包结构光纤(纤芯 $\text{Ge}_{25}\text{As}_{20}\text{Se}_{25}\text{Te}_{30}$ /包层 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{30}\text{Se}_{30}\text{Te}_{20}$)的最低损耗0.6 dB/m @8.5 μm . 2012年Yang^[17]制备的GAST单模光纤(纤芯 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{16}\text{Te}_{44}$ /包层 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{18}\text{Te}_{42}$)的最低损耗为3—4 dB/m@6—10 μm , 5.5 dB/m @10.6 μm . 到目前为止,国内尚未见低损耗(< 1 dB/m)远红外光纤的报道.

本文对高纯Ge-As-Se-Te玻璃体系的制备工艺进行了研究,分析了 $\text{Ge}_{15}\text{As}_{25}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$, $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 和 $\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$ 这三种组分的红外光学特性,研究了不同还原剂对玻璃红外透过光谱的影响,采用挤压法制备了芯包结构GAST玻璃光纤预制棒,首次在国内实现了具有完整结构的低损耗远红外光纤的突破(0.46 dB/m @8.7 μm).

2 实验

2.1 玻璃样品的制备

使用传统的熔融-淬冷法^[18]制备了高纯GAST玻璃. 选用纯度为5N的Ge, As, Se, Te和Mg或Al为原料,封装用的石英管和蒸馏管先用王水浸泡8 h,然后用去离子水清洗多次干净后置入干燥箱,在160 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥5 h. 将原料按所用的化学配比精确称量后放入预处理过的蒸馏管内抽真空,同时用电加热炉对蒸馏管和石英管加热(120 $^{\circ}\text{C}$)以去除原料表面杂质水,真空低于 10^{-3} Pa时,用炔氧焰封断后放入管式加热炉进行蒸馏. 2 h内升温到1000 $^{\circ}\text{C}$ 并保温5 h,同时对提纯管一端进行冷凝处理,蒸馏完毕后封断提纯管,

放入摇摆炉中进行高温(850 $^{\circ}\text{C}$)熔制20 h以上,蒸馏纯化装置如图1所示. 熔制结束后,将装有玻璃熔体的石英管进行风冷处理后放入退火炉中保温4 h(在成玻温度 T_g 附近)后等12 h降至室温,打破石英管既得所需GAST玻璃锭. 将玻璃锭切割成薄片,双面抛光处理后进行性能测试. 采用挤压法^[19]制备了芯包结构光纤预制棒,在特种拉丝塔上完成光纤拉丝.

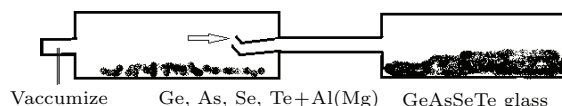


图1 玻璃蒸馏装置示意图

Fig. 1. Schematic of the glass distillation.

2.2 玻璃样品的测试方法

采用德国Bruker D2型X射线衍射仪(XRD)测试玻璃样品的X射线衍射图谱;玻璃样品的近红外光谱用Perkin-Elmer Lambda 950分光光度计测定,测量范围是400—2500 nm;红外透过光谱用Nicoklet 380傅里叶红外光谱仪测定,测量范围是400—4000 cm^{-1} . 玻璃样品的热学参量采用DIL402C型热膨胀仪测试,测试范围是25—1600 $^{\circ}\text{C}$. 光纤的传输损耗测试采用了截断法,测试仪器为Nicoklet 5700红外光谱仪.

3 结果与讨论

3.1 玻璃的物理性质

实验玻璃样品各组分物理参量如表1,从表中可以发现随着Ge元素含量的增加,玻璃样品的 T_g (转变温度)逐渐提高. $\text{Ge}_{15}\text{As}_{25}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 玻璃的 T_g 为187 $^{\circ}\text{C}$, $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 玻璃的 T_g 为203 $^{\circ}\text{C}$, $\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$ 玻璃的 T_g 为272 $^{\circ}\text{C}$.

表1 GAST玻璃样品的组分及参数

Table 1. Composition and parameters of GAST glass samples.

Serial number	Glass sample	$T_g/^{\circ}\text{C}$	$\lambda_{\text{cutoff}}/\mu\text{m}$	Thick /mm	Purified?	Mg /ppm	Al /1000 ppm
G1	$\text{Ge}_{15}\text{As}_{25}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$	187	1.41	3	No	No	No
G2	$\text{Ge}_{15}\text{As}_{25}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$			4	Yes	500	No
G3	$\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$	203		4	Yes	No	Yes
G4	$\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$			6	Yes	400	No
G5	$\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$	272	1.1	2.5	Yes	500	No

图2为典型玻璃样品的XRD粉末衍射分析图,图中没有任何尖锐的析晶峰出现,表现出了典型的非晶态物质晕圈图案。

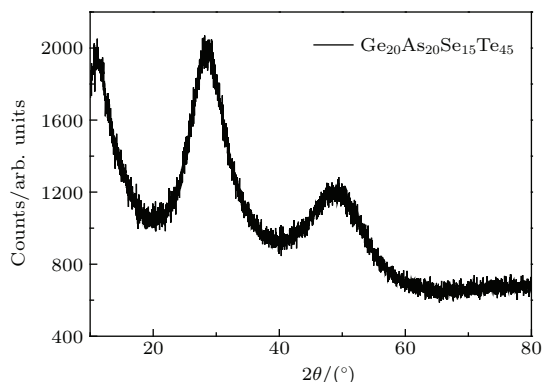


图2 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 玻璃的XRD衍射图
Fig. 2. XRD pattern of $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ glass sample.

图3为GAST玻璃样品的热膨胀系数图,从图中可知,随着Ge含量的增加玻璃的转变温度 T_g 和软化温度都提高, $\text{Ge}_{15}\text{As}_{25}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 玻璃的 T_g 约为 187°C ,软化温度约为 221°C (曲线最高点),而 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 玻璃的 T_g 增大到了 200°C 以上,软化温度约为 244°C , $\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$ 玻璃的 T_g 约为 272°C ,软化温度达到 324°C 。

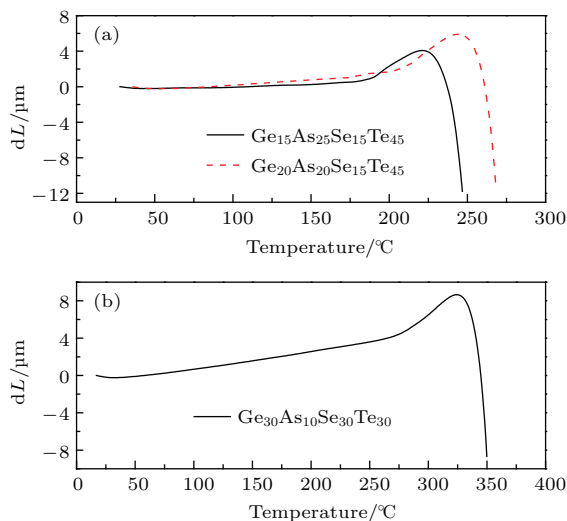


图3 GAST玻璃的热膨胀曲线
Fig. 3. Thermal expansion curves of GAST glass samples.

3.2 玻璃的红外透过光谱分析

图4为 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 和 $\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$ 玻璃的的红外透过光谱.其中 $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ 近红外截止波长在 1410 nm 附近,Se/Te比例的提高使得玻璃的短波截止波长发生了蓝

移, $\text{Ge}_{30}\text{As}_{10}\text{Se}_{30}\text{Te}_{30}$ 玻璃的近红外截止波长在 1100 nm 附近,该体系玻璃具有良好的红外透过性能,其远红外透过波长达到了 $22\text{ }\mu\text{m}$ 以上,透过率在45%以上,在 $11\text{ }\mu\text{m}$ 附近透射率达到了最大值,透过率的差异源于两个玻璃样品的厚度(2.5/6 mm)和表面抛光程度的差异.该玻璃体系在 $15\text{ }\mu\text{m}$ 之后的透过率迅速下降是由于Se-Se的多声子吸收引起。

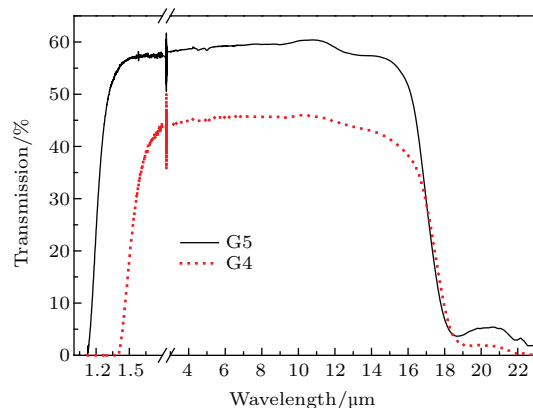


图4 GAST玻璃的红外透过光谱
Fig. 4. Transmission of GAST bulk glasses.

3.3 还原剂对玻璃红外透过光谱的影响

图5给出了玻璃样品提纯前后的红外光谱图.未提纯的玻璃样品在红外透过光谱上存在几个较明显的杂质吸收峰和一个强吸收带: 2.9 和 $6.3\text{ }\mu\text{m}$ 处OH键振动引起的吸收峰, $4.5\text{ }\mu\text{m}$ 处的Se—H键振动引起的吸收峰, $8.1\text{ }\mu\text{m}$ 处的Ge—O键振动引起的吸收峰, 8.9 和 $15.4\text{ }\mu\text{m}$ 处的As—O键振动引起的吸收峰,以及 $13\text{ }\mu\text{m}$ 处的As—O, Ge—O, Se—O和Te—O键等组成的复合吸收带[9].通过抽

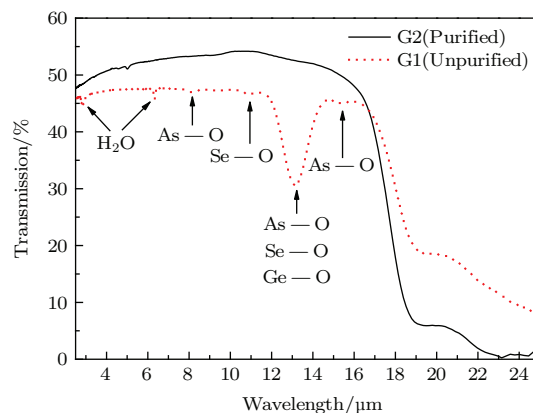


图5 GAST玻璃样品的红外透过光谱(提纯前后对比)
Fig. 5. Transmission of GAST glass bulk (purified and un-purified).

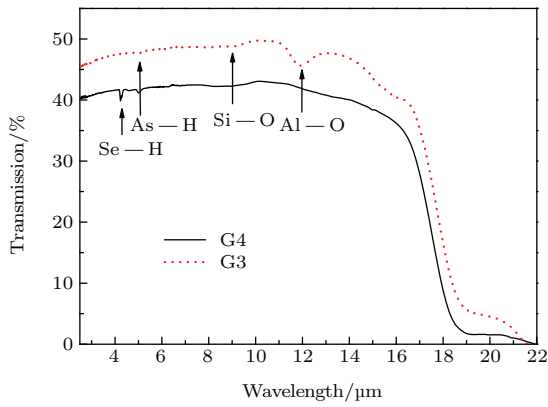


图6 Al和Mg还原剂对GAST玻璃红外透过光谱的影响
Fig. 6. Transmission of GAST glass bulk with different oxygen-getter.

真空过程中加热去除容易挥发的氧化物杂质以及添加Mg或Al等金属还原剂,然后将玻璃原料整体蒸馏纯化,基本消除了上述几个杂质吸收峰(如图6所示),10—14 μm之间的复合氧峰吸收带完全被消除从而获得平坦的透过率曲线.

图6给出了还原剂铝条和镁条的不同效果:镁条会加强Se—H键(4.5 μm处)和As—H(5 μm处)

键的吸收峰,原因是金属镁的强还原性和原料中的杂质水分子发生了反应,额外产生了H⁺导致—H的增加;而铝条做还原剂,则会引入Al—O杂质吸收带(玻璃光谱12 μm附近),剂量的控制需精确.另外,在高温条件下铝液和石英还原剂管壁发生反应生成新的Al/Al₂O₃复合杂质,这层残留在石英管壁的灰黑色物质很难清洗,在污染了石英玻璃蒸馏管的同时也减少了蒸馏管的重复使用次数.这也是玻璃熔制中需要考虑的经济问题.因此需要综合筛选还原剂的种类和剂量.

3.4 光纤结构参数及损耗图

所制备出的远红外光纤的包/芯直径比例为5 : 1,纤芯组分Ge₂₀As₂₀Se₁₅Te₄₅,包层Ge₂₀As₂₀Se₁₇Te₄₃,具体参数见表2.根据 $NA = \sqrt{n_{core}^2 - n_{clad}^2}$ 和 $V = \frac{\pi d}{\lambda} NA$ (d为纤芯直径),当 $d = 130 \mu\text{m}$, $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$ 时,计算可得 $V \approx 5.37$,该光纤支持多模模式传输.

表2 光纤参数表

Table 2. Parameters of the optical fiber.

Glass system Core /Cladding	$D_{core}/\mu\text{m}$	$D_{cladding}/\mu\text{m}$	$n_{cladding}$ at 10.6 μm	n_{core} at 10.6 μm	Δ	NA
Ge ₂₀ As ₂₀ Se ₁₅ Te ₄₅ / Ge ₂₀ As ₂₀ Se ₁₇ Te ₄₃	130	650	3.115*	3.126	0.011	0.068651

注: $n_{cladding}$ 是根据 n_{core} (实际测量值) 和玻璃组分比例换算而得.



图7 GAST光纤端面图(500×)

Fig. 7. Cross-section of GAST fiber (500×).

图7为GAST芯包结构光纤的端面图,放大倍率为500倍(VHX-1000E,日本Keyence).由于挤压模具的加工精度偏低导致纤芯略有变形.图8为所测得的光纤损耗图.从图中可见,该光纤的工作波段可达5—12 μm,其中4.5—5.0 μm处由于存在Se—H和As—H键的吸收峰而影响了光纤在

中红外波段的透过性能,由于Se原子的本征声子振动引起的多声子吸收严重限制了12 μm以外的远红外透过.除此之外,几乎没有其他杂质吸收峰,也没有石英管壁带来的Si—O问题,其最低损耗

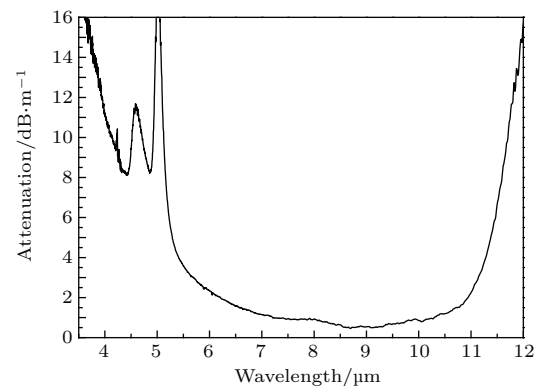


图8 GAST光纤损耗图(芯Ge₂₀As₂₀Se₁₅Te₄₅/包Ge₂₀As₂₀Se₁₇Te₄₃)

Fig. 8. Attenuation of GAST fiber (core Ge₂₀As₂₀Se₁₅Te₄₅/ cladding Ge₂₀As₂₀Se₁₇Te₄₃).

为0.46 dB/m(8.7 μm), 整体损耗 < 1 dB/m (7.2—10.3 μm), 在 CO_2 激光波长处损耗为1.31 dB/m (10.6 μm), 这是目前为止国内外公开报道的GAST芯包结构远红外光纤的最低损耗, 同时也再次验证了Inagawa等^[1]的结论——40%—50%的Te含量能使光纤实现10.6 μm 处的低损耗.

4 结 论

通过制备不同组分的GAST硫系玻璃, 发现了该玻璃体系具有非常宽的红外透过窗口(1.1—22 μm)和较高的透过率, 是中远红外(5—12 μm)工作波段的理想光纤材料. 然后, 研究了O和H等杂质对玻璃的透射和光纤的损耗影响, 开发出适合低损耗远红外硫系玻璃制备的方法和工艺, 通过真空动态蒸馏和玻璃整体蒸馏等提纯处理, 获得了低杂质含量的GAST硫系玻璃. 最后采用了硫系玻璃的有效挤压工艺, 实现了低损耗且具有完整结构的远红外光纤制备, 其损耗为: 0.46 dB/m @8.7 μm , 1.31 dB/m @10.6 μm , 整体低于1 dB/m @7.2—10.3 μm . 此外, 随着玻璃提纯工艺的进步和光纤制备工艺的进一步改善, GAST光纤的损耗有望进一步降低, 从而为低损耗远红外单模或新型结构远红外光纤开发以及 CO_2 激光的高效传能等应用奠定坚实的材料和技术基础.

参考文献

- [1] Schliesser A, Picque N, Haensch T W 2012 *Nat. Photonics* **6** 440
- [2] Barh A, Ghosh S, Varshney R K, Pal B P 2013 *Opt. Express* **21** 9547
- [3] Sun J, Nie Q H, Wang G X, Wang X S, Dai S X, Zhang W, Song B A, Shen X, Xu T F 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 351 (in Chinese) [孙杰, 聂秋华, 王国祥, 王训四, 戴世勋, 张巍, 宋宝安, 沈祥, 徐铁峰 2011 物理学报 **60** 351]
- [4] Song R, Lei C M, Chen S P, Wang Z F, Hou J 2015 *Chin. Phys. B* **24** 351
- [5] Nie Q H, Wang G X, Wang X S, Dai S X, Deng S W, Xu T F, Shen X 2010 *Opt. Commun.* **283** 4004
- [6] Wang X S, Nie Q H, Wang G X, Sun J, Song B A, Dai S X, Zhang X H, Bureau B, Boussard C, Conseil C, Ma H L 2012 *Spectrochim. Acta Part A* **86** 586
- [7] Xu H J, He Y J, Wang X S, Nie Q H, Zhang P Q, Xu T F, Dai S X, Zhang X H, Tao G M 2014 *Infrared Phys. Technol.* **65** 77
- [8] Cheng C, Wang X S, Xu T F, Sun L H, Zhu Q D, Pan Z H, Nie Q H, Zhang P Q, Wu Y H, Dai S X, Shen X, Zhang X H 2015 *Infrared Phys. Technol.* **72** 148
- [9] Li C R, Dai S X, Zhang Q Y, Shen X, Wang X S, Zhang P Q, Lu L W, Wu Y H, Lv S Q 2015 *Chin. Phys. B* **24** 241
- [10] Tikhomirov V K, Furniss D, Seddon A B, Savage J A, Mason P D, Orchard D A, Lewis K L 2004 *Infrared Phys. Technol.* **45** 115
- [11] Inagawa I, Iizuka R, Yamagishi T, Yokota R 1987 *J. Non-Cryst. Solids* **95–96** 801
- [12] Savage J A, Webber P J, Pitt A M 1980 *Infrared Phys. Technol.* **20** 313
- [13] Katsuyama T, Matsumura H 1986 *Appl. Phys. Lett.* **49** 22
- [14] Flank A M, Bazin D, Dexpert H, Lagarde P, Hervo C, Barraud J Y 1987 *J. Non-Cryst. Solids* **91** 306
- [15] Sanghera J S, Nguyen V Q, Pureza P C, Kung F H, Miklos R, Aggarwal I D 1994 *J. Lightwave Technol.* **12** 737
- [16] Nishii J, Yamashita T, Yamagishi T 1989 *Appl. Opt.* **28** 5122
- [17] Yang Z Y, Luo T, Jiang S B, Geng J H, Lucas P 2010 *Opt. Lett.* **35** 3360
- [18] Nie Q H, Wang G X, Wang X S, Xu T F, Dai S X, Shen X 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 7949 (in Chinese) [聂秋华, 王国祥, 王训四, 徐铁峰, 戴世勋, 沈祥 2010 物理学报 **59** 7949]
- [19] Zhu M M, Wang X S, Pan Z H, Cheng C, Zhu Q D, Jiang C, Nie Q H, Zhang P Q, Wu Y H, Dai S X, Xu T F, Tao G M, Zhang X H 2015 *Appl. Phys. A-Mater.* **119** 455

Investigation on Ge-As-Se-Te chalcogenide glasses for far-infrared fiber*

Zhao Zhe-Ming¹⁾²⁾³⁾ Wu Bo¹⁾³⁾ Liu Ya-Jie²⁾ Jiang Ling¹⁾³⁾ Mi Nan¹⁾³⁾ Wang Xun-Si¹⁾³⁾†
Liu Zi-Jun¹⁾³⁾ Liu Shuo¹⁾³⁾ Pan Zhang-Hao¹⁾³⁾ Nie Qiu-Hua¹⁾³⁾ Dai Shi-Xun¹⁾³⁾

1) (*Laboratory of Infrared Material and Devices, The Research Institute of Advanced Technologies, College of Information Science and Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China*)

2) (*Nanhu College, Jiaxing University, Jiaxing 314001, China*)

3) (*Key Laboratory of Photoelectric Materials and Devices of Zhejiang Province, Ningbo 315211, China*)

(Received 18 February 2016; revised manuscript received 3 March 2016)

Abstract

With the development of infrared optics, low-loss waveguide materials are required. Especially, low-loss optical fiber development for far-infrared application has become a focus. Chalcogenide Ge-As-Se-Te(GAST) glasses and fibers for far-infrared light are prepared and investigated in this paper. The thermal properties and the infrared transmissions are reported. The influences of oxygen and hydrogen on the glass transmission and fiber attenuation are discussed. Low-loss GAST fiber with a structure of fine core/cladding is reported by a novel extrusion method (0.46 dB/m at 8.7 μm , 1.31 dB/m at 10.6 μm , base loss being under 1 dB/m from 7.2 to 10.3 μm). Here, the glasses are prepared by traditional vacuum melt-quenching and vapor distillation method. Structure and physical properties of GAST glass system are studied with X ray diffractions and thermal expansion instrument. Optical spectra of GAST glass system are obtained by spectrophotometer and infrared spectrometer. Main purification processes with different oxygen-getters (magnesium and aluminum) are disclosed. The fiber attenuation is measured by the cut-back method with an Fourier transform infrared spectroscopy spectrometer. The lowest loss of this fiber can be reduced to 1.32 dB/m at 10.6 μm , as it has a structure of $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{15}\text{Te}_{45}$ core and $\text{Ge}_{20}\text{As}_{20}\text{Se}_{17}\text{Te}_{43}$ cladding. The results show that these glasses are well transparent in a wide infrared window from 1.1 to 22 μm , and these glass fibers can transmit far-infrared light up to 12 μm , thus the GAST glass system is one of good candidates for far-infrared transparent materials. The fiber attenuation can be reduced effectively by the reasonable purification and novel extruded-processing. These fibers are suited for the power delivery of CO_2 laser.

Keywords: GeAsSeTe, chalcogenide glass, far-infrared, low-loss

PACS: 42.70.Km, 42.70.-a, 81.05.-t

DOI: 10.7498/aps.65.124205

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 61377099, 61177087, 61307060), the Opened Key-Subject Construction Fund of Zhejiang Province, China (Grant Nos. xkxl1508, xkxl1318), the Program for New Century Excellent Talents in University of Ministry of Education of China (Grant No. NCET-10-0976), the 151 Talents in Zhejiang Province, China, and the K. C. Wong Magna Fund of Ningbo University, China.

† Corresponding author. E-mail: wangxunsi@nbu.edu.cn