### В.И. Соколов, И.М. Ашарчук, С.И. Молчанова, М.М. Назаров, А.В. Нечаев, К.В. Хайдуков

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

# ОПТИЧЕСКИЙ УСИЛИТЕЛЬ ДЛЯ С-ДИАПАЗОНА НА ОСНОВЕ RNHb ПОЛИМЕРНОГО ВОЛНОВОДА С ВНЕДРЕННЫМИ НАНОФОСФОРАМИ, ЛЕГИРОВАННЫМИ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫМИ ЭЛЕМЕНТАМИ

### Введение

Развитие интегральной оптики требует создания компактных волноводных усилителей, работающих в телекоммуникационном С-диапазоне длин волн 1530-1565 нм. Такие усилители могут быть реализованы путем внедрения в волновод ионов эрбия, имеющих широкую полосу фотолюминесценции (ФЛ) вблизи 1532 нм, при возбуждении светом с длиной волны 977 нм [1-6]. Они должны обладать высоким коэффициентом усиления при длине в несколько сантиметров, что значительно меньше длины существующих волоконных эрбиевых усилителей. Значительное усиление сигнала при малой длине требует повышения концентрации ионов эрбия в волноводе. Однако, это приводит к тушению ФЛ на переходах  ${}^{4}I_{13/2} \rightarrow {}^{4}I_{15/2}$  вследствие диполь-дипольного взаи-модействия между ионами Er<sup>3+</sup> и явления апконверсии. Для создания усилителей мы использовали подход, заключающийся во введении в полимерную матрицу наноразмерных фосфоров β-NaLuF<sub>4</sub>, легированных ионами Er<sup>3+</sup>, Yb<sup>3+</sup> и Се<sup>3+</sup>. Изготовлен волноводный усилитель из полимера SU-8 с внедренными нанофосфорами  $\beta$ -NaLuF<sub>4</sub>/Yb<sup>3+</sup>/Er<sup>3+</sup>/Ce<sup>3+</sup>, имеющий коэффициент усиления 1,1 дБ/см на длине волны 1530 нм.

## 1. Синтез нанофосфоров β-NaLuF<sub>4</sub>/Yb<sup>3+</sup>/Er<sup>3+</sup>/Ce<sup>3+</sup>

Нанофосфоры β-NaLuF<sub>4</sub> с ядром, легированным ионами Yb<sup>3+</sup>, Er<sup>3+</sup>, Ce<sup>3+</sup> и оболочкой из нелегированного β-NaLuF<sub>4</sub> были синтезированы по методике, разработанной нами ранее [7]. Диаметр ядра частиц составлял 20 нм, толщина оболочки 5 нм. Концентрация редкоземельных элементов в ядре составляла Lu : Yb : Er : Ce = 76% : 20% : 2% : 2%. Легирование нанофосфоров иттербием обусловлено тем, что они обладают высоким коэффициентом поглощения вблизи 977 нм и способны эффективно передавать энергию ионам Er<sup>3+</sup>, переводя последние на возбужденный уровень <sup>4</sup>I<sub>11/2</sub>. Легирование церием позволяет уменьшить апконверсию в ионах Er<sup>3+</sup> за счет переноса энергии между уровнями  ${}^{4}I_{11/2}$  (Er<sup>3+</sup>) +  ${}^{2}F_{5/2}$  (Ce<sup>3+</sup>)  $\rightarrow$   ${}^{4}I_{13/2}$  (Er<sup>3+</sup>) +  ${}^{2}F_{7/2}$  (Ce<sup>3+</sup>) и тем самым повысить их  $\Phi \Pi$  в С-диапазоне. Энергетическая структура ионов Yb<sup>3+</sup>, Er<sup>3+</sup>, Ce<sup>3+</sup> представлена на рисунке 1.



Рисунок 1 – Схема энергетических уровней ионов Yb<sup>3+</sup>, Er<sup>3+</sup> и Ce<sup>3+</sup>. Перенос энергии между ионами иттербия и эрбия соответствует переходам между уровнями  ${}^{2}F_{5/2}$  (Yb<sup>3+</sup>) +  ${}^{4}I_{15/2}$  (Er<sup>3+</sup>)  $\rightarrow {}^{2}F_{7/2}$  (Yb<sup>3+</sup>) +  ${}^{4}I_{11/2}$  (Er<sup>3+</sup>). Перенос энергии между ионами эрбия и церия соответствует переходам  ${}^{4}I_{11/2}$  (Er<sup>3+</sup>) +  ${}^{2}F_{5/2}$  (Ce<sup>3+</sup>)  $\rightarrow {}^{4}I_{13/2}$  (Er<sup>3+</sup>) +  ${}^{2}F_{7/2}$  (Ce<sup>3+</sup>)



Рисунок 2 – Спектр ФЛ наночастиц β-NaLuF<sub>4</sub>/Yb<sup>3+</sup>/Er<sup>3+</sup>/Ce<sup>3+</sup> со структурой активная сердцевина – инертная оболочка в телекоммуникационном С-диапазоне при накачке излучением диодного лазера с длиной волны 977 нм

На рисунке 2 приведен спектр ФЛ нанофосфоров β-NaLuF<sub>4</sub>/Yb<sup>3+</sup>/Er<sup>3+</sup>/Ce<sup>3+</sup> в С-диапазоне при накачке лазерным излучением с длиной волны 977 нм. Видно, что нанофосфоры имеют интенсивную полосу ФЛ с центром вблизи 1532 нм, обусловленную переходами  ${}^{4}I_{13/2} \rightarrow {}^{4}I_{15/2}$  в ионах  $\mathrm{Er}^{3+}$ . Ширина спектра ФЛ по полувысоте составляет 73 нм, что потенциально позволяет усиливать оптические сигналы во всем С-диапазоне длин волн 1530–1565 нм.

Важной характеристикой нанофосфоров, определяющей их пригодность для создания полимерных волноводных усилителей, является их диспергируемость в полимерной матрице и отсутствие агломерации. Повысить диспергируемость и уменьшить агломерацию можно путем покрытия поверхности нанофосфоров специальными поверхностно-активными веществами. На рисунке 3 приведен нанофосфоров порошка синтезированных спектр поглощения ß-NaLuF<sub>4</sub>/Yb<sup>3+</sup>/Er<sup>3+</sup>/Ce<sup>3+</sup>, измеренный на ФТИР спектрометре. Видно, что нанофосфоры имеют полосу поглощения с центром вблизи 3430 см<sup>-1</sup>, которая соответствует вибрационным колебаниям атомов в группе О-Н олеиновой кислоты, абсорбированной на поверхности наночастиц [7]. Небольшой пик поглощения вблизи 3006 см<sup>-1</sup> связан с колебаниями = С-Н группы этой кислоты. Линии с центрами вблизи 2854 и 2925 см<sup>-1</sup> обусловлены симметричными и асимметричными колебаниями в алифатической группе СН<sub>2</sub> [7]. Таким образом, подтверждено наличие олеиновой кислоты на поверхности нанофосфоров, что обусловливает их хорошее диспергирование в полимерах, в частности в SU-8.



Рисунок 3 – Спектр поглощения нанофосфоров β-NaLuF<sub>4</sub>/Yb<sup>3+</sup>/Er<sup>3+</sup>/Ce<sup>3+</sup>, измеренный на ФТИР спектрометре Shimadzu 8400

### 2. Формирование усилителя и измерение его характеристик

Для создания волноводных оптических усилителей, обладающих высоким коэффициентом усиления при длине в несколько сантиметров, необходимо

обеспечить большую концентрацию нанофосфоров в полимерной матрице. При этом, важное значение имеет также размер нанофосфоров. Действительно, по мере уменьшения диаметра наночастиц улучшается их диспергируемость в полимере, что позволяет повысить концентрацию наночастиц. С другой стороны, нанофосфоры малого размера имеют слабую ФЛ в С-диапазоне вследствие нерадиационного тушения ионов Er<sup>3+</sup>, находящихся в возбужденном метастабильном состоянии <sup>4</sup>I<sub>13/2</sub>, из-за их взаимодействия с органическими группами С-Н и О-Н, локализованными на поверхности фосфора. Для решения этой проблемы мы использовали нанофосфоры со структурой активная сердцевина - инертная оболочка, которая защищает от тушения ФЛ органическими лигандами. Нанофосфоры растворялись в SU-8 с образованием стабильного коллоидного раствора. Раствор обрабатывался ультразвуковой пушкой и центрифугировался для повышения монодисперсности наночастиц. Волноводы формировались методом фотолитографии, в основе которого лежит реакция фотополимеризации SU-8 под действием УФ актинического излучения. На рисунке 4 дана фотография массива волноводов с внедренными нанофосфорами, изготовленных на кремниевой подложке с термически выращенным толстым (3,5 мкм) оксидным слоем. Волноводы имеют ширину 10 мкм, высоту 8 мкм, длину 15 мм.



Рисунок 4 – Фотография волноводов из полимера SU-8 с нанофосфорами β-NaLuF<sub>4</sub>:Yb<sup>3+</sup>:Er<sup>3+</sup>:Ce<sup>3+</sup> на кремниевой подложке.

Вид сверху до закрытия волноводов полимерным покровным слоем

Схема экспериментальной установки для измерения коэффициента усиления оптических сигналов в полимерном волноводном усилителе представлена на рисунке 5. Излучение лазера с перестраиваемой в диапазоне 1520–1560 нм длиной волны (Pure Photonics) и полупроводникового лазера накачки с длиной волны 977 нм объединяется в WDM 980/1550nm мультиплексоре и с помощью одномодового кварцевого волокна 5/125 мкм вводится в торец волновода. Выходящее из волновода излучение собирается волокном 5/125 мкм и подается на вход оптического анализатора спектра Anritsu MS9710B.



Рисунок 6 – Коэффициент усиления в полимерном волноводе с внедренными нанофосфорами β-NaLuF<sub>4</sub>:Yb<sup>3+</sup>:Er<sup>3+</sup>:Ce<sup>3+</sup> на длине волны 1530 нм в зависимости от мощности накачки *P*<sub>pump</sub> излучения с длиной волны 977 нм

Усиление сигнала с длиной волны 1530 нм в волноводе рассчитывалось по формуле

$$Gain = 10\log(P_{out} - P_{ASE}) / P_{in}, \qquad (1)$$

где  $P_{out}$  – интенсивность сигнала на выходе из волновода при включенной накачке,  $P_{ASE}$  – интенсивность сигнала усиленной спонтанной эмиссии (т. е. интенсивность сигнала на длине волны 1530 нм при отсутствии усиливаемого сигнала на входе и включенной накачке),  $P_{in}$  – интенсивность сигнала на входе в волновод. На рисунке 6 представлена измеренная зависимость коэффициента усиления (1) от мощности накачки  $P_{pump}$ . Мощность усиливаемого сигнала составляла 0,5 мВт. Видно, что коэффициент усиления монотонно возрастает

при увеличении мощности накачки. Из рисунка 6 также следует, что максимальный коэффициент усиления в полимерном волноводе длиной 15 мм с внедренными нанофосфорами  $\beta$ -NaLuF<sub>4</sub>:Yb<sup>3+</sup>:Er<sup>3+</sup>:Ce<sup>3+</sup> составил 1,1 дБ/см при мощности накачки 80 мВт.

#### Заключение

Использование нанофосфоров, легированных редкоземельными элементами, является перспективным для формирования интегрально – оптических усилителей. Введение нанофосфоров в способные к УФ фотополимеризации композиции позволяет формировать волноводы хорошо разработанным методом контактной УФ фотолитографии. Достигнут коэффициент усиления 1,1 дБ/см при использовании нанофосфоров β-NaLuF<sub>4</sub>:Yb<sup>3+</sup>:Er<sup>3+</sup>:Ce<sup>3+</sup>. Оценки показывают, что путем оптимизации матрицы нанофосфоров, процентного содержания редкоземельных элементов в ней, можно повысить коэффициент усиления до 15–20 дБ/см, что соответствует требованиям, предъявляемым к волноводным усилителям для C-диапазона.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 14-07-00759 и 16-02-00347 в части синтеза нанофосфоров, № 14-29-08265 и 16-32-00935 в части создания волноводных усилителей для С-диапазона.

## Литература

1. Bradley, J.D.B. Erbium-doped integrated waveguide amplifiers and lasers / J.D.B. Bradley, M. Pollnau // Laser & Photonics Rev. – 2011. – Vol. 5. – P. 368.

2. A compact high-performance optical waveguide amplifier / F.D. Patel [et al.] // IEEE Photonics Technology Letters. – 2004. – Vol. 16. – P. 2607.

3. Polman, A. Broadband sensitizers for erbium-doped planar optical amplifiers: review / A. Polman, F.C.J.M. Veggel // Opt. Soc. Am. B. – Vol. 200421. – P. 871.

4. Rare-earth doped polymers for planar optical amplifiers / L.H. Slooff [et al.] // J. of Applied Physics. -2002. - Vol. 91. - P. 3955.

5. Enhancement of 1,53 μm emission band in NaYF4:Er3+, Yb3+, Ce3+ nanocrystals for polymer-based optical waveguide amplifiers / X. Zhai [et al.] // Optical Materials Express. – 2013. – Vol. 3. – P. 270–277.

6. Optical amplification at 1525 nm in BaYF5: 20% Yb3+, 2% Er3+ nanocrystals doped SU-8 polymer waveguide / P. Zhao [et al.] // Journal of nanomaterials. – 2014. – Vol. 2014. – Article ID 153028.

7. Feasibility study of the optical imaging of a breast cancer lesion labeled with upconversion nanoparticle biocomplexes / E.A. Grebenik [et al.] // Journal of Biomedical Optics. -2013. - Vol. 18 - P. 076004.