

行政院國家科學委員會補助專題研究計畫 成果報告
 期中進度報告

空心蕊光子晶體光纖之製作(2/2)

計畫類別： 個別型計畫 整合型計畫

計畫編號：NSC 93-2215-E-216-001

執行期間：93年08月01日至94年07月31日

計畫主持人：馬廣仁

共同主持人：

計畫參與人員：楊勝程、王信偉

成果報告類型(依經費核定清單規定繳交)： 精簡報告 完整報告

本成果報告包括以下應繳交之附件：

赴國外出差或研習心得報告一份

赴大陸地區出差或研習心得報告一份

出席國際學術會議心得報告及發表之論文各一份

國際合作研究計畫國外研究報告書一份

處理方式：除產學合作研究計畫、提升產業技術及人才培育研究計畫、
列管計畫及下列情形者外，得立即公開查詢

涉及專利或其他智慧財產權， 一年 二年後可公開查詢

執行單位：中華大學機械系

中華民國九十四年十月二十五日

中文摘要

以高分子聚合物為材料的微結構光纖由於其製作成本低、具機械可撓曲性等優點，其優勢更超越傳統的熔石英光纖，未來極有潛力應用在許多相關的生醫領域如生化感測器、微流道、及生物分離系統等。過去我們已抽製出纖芯實心、孔洞直徑約 2~8 μm 的高分子微結構光纖。

本研究之目的在以堆疊抽製法製作纖芯空心的高分子光子晶體光纖。文中探討了製程參數，包括預型體燒結溫度、時間及抽製光纖時的溫度、速度等對高分子光子晶體光纖微結構的影響，並找出較佳的製程參數。目前在空氣比例 55% 的 PMMA 光子晶體光纖上已觀察到空氣蕊導光的現象。我們對光子晶體光纖之微結構對其機械性能的影響也做了詳細的研究。實驗結果發現 PMMA 微結構光纖的最大抗拉強度會隨著空孔率的增加而增加，且微結構光纖的機械強度皆大於傳統 PMMA 光纖，其主要原因為引入許多的胞狀界面，會使破裂產生轉向之現象，因此提高了微結構光纖機械強度。

關鍵字:微結構光纖、PMMA、抗拉強度

Abstract

The polymer based microstructured optical fibers with low-cost manufacturability and the mechanical flexibility offer key advantages over conventional silica based microstructured optical fibers. The polymer based microstructured fiber is also promising in various biomedical applications, such as biochemical sensor, microfluid and bioseparation system. The microstructured polymer optical crystal fiber with 2~8 μm periodical air holes was successfully fabricated. This study aims to the fabrication of air-core polymer photonic crystal fiber by stack and draw process. The effects of drawing parameters including the temperature and time duration of sintering as well as the drawing temperature and speed on the microstructure of polymer photonic crystal fiber are discussed. The optimum conditions for the fabrication of high quality photonic crystal fiber are also investigated. The air core guiding phenomena was observed in air-core PMMA photonic crystal fiber with air fraction of 55%. The effects of microstructure on the mechanical properties of polymer photonic crystal fibers are also studied. The results showing the ultimate tensile strength of PMMA microstructured optical fiber increases with increasing the air-hole fraction. All the microstructured optical fibers with mechanical strength is higher than that of traditional PMMA fibers. This can be attributed to the introduction of more cellular interfaces which allow cracks to be deflected and hence improving the mechanical strength.

Keywords: microstructured optical fiber, PMMA, mechanical strength

目錄

| | |
|---------------|-----|
| 中文摘要..... | I |
| Abstract..... | II |
| 目錄..... | III |
| 圖錄..... | IV |
| 一、前言與目的..... | 1 |
| 二、研究方法..... | 3 |
| 三、結果與討論..... | 4 |
| 四、結論與建議..... | 6 |
| 五、計畫成果自評..... | 7 |
| 六、參考文獻..... | 8 |

圖錄

| | |
|-------------------------------------|----|
| 圖一、塑膠光子晶體光纖纖蕊擴孔的顯微組織····· | 10 |
| 圖二、空孔率達 80%的塑膠光子晶體光纖顯微組織····· | 10 |
| 圖三、抽製溫度對空心蕊光子晶體光纖微結構的影響····· | 11 |
| 圖四、毛細管大小/空孔比例不同對光纖預型體燒結持溫時間的影響····· | 11 |
| 圖五、空心蕊光子晶體光纖光學特性量測結果可觀察到空氣心蕊導光現象·· | 12 |
| 圖六、空心蕊光纖在不同空孔率之最大抗拉強度····· | 12 |
| 圖七、不同結構之最大抗拉強度····· | 13 |

一、前言與目的

具週期性空孔結構的光子晶體光纖是在 1996 年由英國 Bath 大學 Russel 教授[1]發所展出來的，其原理是藉著纖殼的低有效折射率或週期性空孔結構引起的光能隙效應，可強迫光子沿著纖蕊缺陷傳輸。光子晶體光纖一併解決了傳統光纖的色散、能量損耗等問題，其優點與應用綜整如下[2~11]：

- (1)即使入射角很大，也可容易將光耦合進入光纖。
- (2)在很寬的波長範圍內(458~1550nm)仍可維持單模行為。
- (3)即使受到彎曲或扭曲仍可保持其相位及原始的偏振特性。
- (4)藉由非線性效應可產生白光雷射
- (5)空心蕊光子晶體光纖可避免傳統光纖纖蕊的吸收或非線性效應。
- (6)空心蕊光子晶體光纖可用於高能光束及 UV 雷射光波導。
- (7)可應用於氣體或生醫感測器

雖光子晶體光纖在光通訊及許多領域都極具發展潛力，但由於抽製光子晶體光纖需特殊的技巧與設備，所以目前除了 Bath 大學 Russell 教授成功的抽製出來這種真正的光能隙光子晶體光纖，其他少數幾個研究群大以都發展對週期孔洞及缺陷結構要求較不嚴苛、屬全反射機制的空氣/SiO₂微結構光纖為主要發展方向。

事實上光子晶體光纖的材料選擇並不僅限於熔石英，Eijkelenborg 等人 [16]以 PMMA 為材料也成功的製作出纖蕊實心的光子晶體光纖，但目前因材料純度及製程缺陷等問題，導致光傳輸的能量損失較大。基本上以高分子聚合

物做為光子晶體光纖材料，不僅原料較低廉、製程設備較簡單，光纖的後續連接耦合及撓曲損失的問題也較易解決，是值得發展的方向。雖然近幾年來塑膠微結構光纖雖已被成功地製作出來，但對於其相關機械性能之研究仍十分缺乏。

過去我們已可抽製出空孔比率已可達 65% 以上纖芯實心的塑膠光子晶體光纖，以不同的波長的雷射光 ($\lambda = 632.8 \text{ nm} \sim 1550 \text{ nm}$) 射入光纖時，可看到光被侷限在纖芯傳播並維持單模行為。本研究中我們嘗試抽製難度較高、纖芯空心的塑膠光子晶體光纖，並探討相關的製程參數對微結構的影響。我們對光子晶體光纖之微結構對其機械性能的影響也做了詳細的研究。

二、研究方法

1. 預形體的製作

先將外徑 10 mm、內徑 8 mm 的 PMMA 毛細管裁切所需之長度後，將各單管以最密堆積方式堆疊，並在外層以適當方式緊束，以防止光子晶體光纖預型體鬆脫。中心的毛細管可於堆疊時移除，以形成纖蕊空心的塑膠光子晶體光纖預型體。

2. 預形體的燒結

將預型體放置燒結爐內，以 0.5°C/min 升溫至 110°C，於 110°C 持溫 3hr 去水氣，再升溫至 140°C 進行燒結 3.5hr。

3. 光纖抽製

將預型體置入管形爐內，以 0.5°C/min 升溫至 110°C，於 110°C 持溫 3hr 去水氣，再升溫至 170°C 持溫 1.5 hr 進行抽製；先抽製成外徑 1cm 的初步預型體，取出並裁切公分長度後再置入管形爐內進行最後的抽絲，抽製溫度設在 160~175°C，持溫時間 1.0 hr。預型體抽製速度初期為每分鐘 3-4 公分，直到頸縮的預形體外徑為 1cm，再調整速度為每分鐘 8-12 公分，即可獲得外徑為 1mm 預形體。最後光纖絲抽製速度設定為每分鐘 12-15 公分，即可獲得外徑為 80-250 μm 之光子晶體光纖。

4. 試片觀查

為了避免冷鑲埋後，試片研磨時磨屑堵塞空孔妨礙觀察，所以直接以薄刀刃切斷。最後置入 SEM 中觀察其斷面微結構。實驗中也做了系統的機械特性量測，以確保光子晶體光纖品質。

三、結果與討論

1. 水氣對預形體的影響

製作過程當中應保持 PMMA 毛細管表面清潔，避免灰塵污染或水氣吸附，以免 P C F 預型體於高溫燒結時受 OH 基吸附或其他雜質與預型體反應，導致預型體光學性質改變。接著進行預形體預熱處理以去除水氣避免製程中氣泡的產生，並且可以防止預型體結構開裂。預型體施以 110 °C 持溫 3 hr 的預熱燒結，可有效去除水氣的吸附。

2. 溫度分佈對預形體微結構的影響

由於空心的微結構形成熱絕緣層，導致熱不易傳導到纖蕊，實驗中測得預形體欲達到內外均溫所需時間為 90 分鐘。若是預形體的內外溫度不均時進行抽製會造成微結構內的空孔直徑大小不均現象。

3 製程設計的影響

將預型體置入管形爐內進行抽製過程中，若空心纖蕊兩端受堵塞，在製程中預型體空心纖蕊內空氣受熱膨脹，易造成擴孔現象（圖一）。上端以 5 cm 空心毛細管，下端以 8 cm 的實心毛細管替換纖蕊毛細管，擴孔及缺陷情形可獲改善。實驗並發現應以垂直燒結法取代水平燒結法，以避免因重力或毛細管間不均勻的表面張力，造成光子晶體光纖預型體的扭曲變形，且可利用自體重量垂直校正。

4. 燒結時間對預形體微結構的影響

為增進毛細管的堆積密度及消除間隙，對預形體施以 140°C 的燒結處

理。擴散燒結的時間對各毛細管間的縫隙大小有極大的影響，經過 3.5 小時的燒結處理，當時間不足或是溫度未達 140°C ，抽製出的預型體將造成開裂。為確保毛細管間結合強度及抽製品質，實驗中也嘗試了兩段製程，先以 155°C 進行 9 小時預形體之燒結，再降溫至 $145^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ 進行預形體之抽製，可獲得空孔比率較大 ($> 80\%$) 的光子晶體光纖，如(圖二)。

4. 抽拉溫度對光子晶體光纖微結構的影響

抽製溫度對於微結構光子晶體光纖中的空孔所佔比率有很大影響，當抽製溫度達 220°C 時，空孔比率約佔 50% ；抽製溫度為 180°C 時，空孔比率可達 $66\sim 70\%$ 以上，空孔比率隨著抽製溫度的增加而降低(圖三)。

5. 不同管徑毛細管堆疊成的預型體，其空孔比率亦不同；空孔所佔比率愈大的預型體，燒結時纖蕊較快達到設定溫度，主要是因空氣所佔的比例高且熱容量較小升溫速度較快(圖四)。

6. 目前所製作的高分子空心蕊光子晶體光纖即使彎曲至曲率半徑 5 mm 仍可維持極佳的機械強度。

7. 空心蕊光子晶體光纖光學特性量測結果可觀察到空氣心蕊導光現象(圖五)，若出現缺陷，則心蕊導光強度明顯減弱。

8. PMMA 微結構光纖的最大抗拉強度會隨著空孔率的增加而增加，且微結構光纖的機械強度皆大於傳統 PMMA 光纖(圖六)，其主要原因為引入許多的胞狀界面，會使破裂產生轉向之現象，因此提高了微結構光纖機械強度。此外，PMMA 微結構光纖的塑變延展性會隨空孔率的增加而減少。

9. 由圖七可發現實心蕊和空心蕊微結構光纖之抗拉強度皆遠大於傳統 PMMA 纖維。由於週期性空孔結構類似蜂巢狀結構，因此當施加一外力作用時，在縱向拉伸及壓縮應力上都有很優秀的抵抗能力。而蜂巢狀結構之機械強度取決於其結構密度。在相同單位面積下，實心蕊之密度大於空心蕊微結構光纖。因此實心蕊微結構光纖的機械強度大於空心蕊微結構光纖。由於實心棒材抽製出的實心光纖並不具有胞狀的界面，裂痕傳播快速，因此其最大抗拉強度較低。

四、結論與建議

本研究以傳統的塑膠管堆疊及抽製法製作纖芯空心的塑膠光子晶體光纖，其中爐溫分佈、燒結溫度及時間，抽製溫度及速度等對微結構光纖的顯微組織有顯著的影響。實驗發現以兩段製程，先以 155°C 進行 9 小時預形體之燒結，再降溫至 145°C~150°C 進行預形體之抽製，可獲得空孔比率較大(> 80%) 的光子晶體光纖，但太低溫抽製之塑膠光子晶體光纖較易脆裂，應避免之。目前纖芯空心的塑膠光子晶體光纖已可觀察到空氣蕊導光現象，但長距離均勻性及材料本身吸收造成能量損失等問題仍待解決。

五、計畫成果自評

抽製光子晶體光纖需特殊的技巧與設備，經過多年的努力，我們已成功可抽製出纖芯實心的塑膠光子晶體光纖，空孔比率已可達 65% 以上，以不同的波長的雷射光 ($\lambda = 632.8 \text{ nm} \sim 1550 \text{ nm}$) 射入光纖時，可看到光被侷限在纖芯傳播並維持單模行為。本研究中我們嘗試抽製難度較高、纖芯空心的塑膠光子晶體光纖，目前已抽製出空孔比率高達 80% 的光子晶體光纖，就塑膠光子晶體光纖而言，該結果已屬世界第一，但空孔形貌及尺寸均勻性仍有很大的改善空間。下階段將嘗試利用空心蕊光子晶體光纖製作生物感測器。

六、参考文献

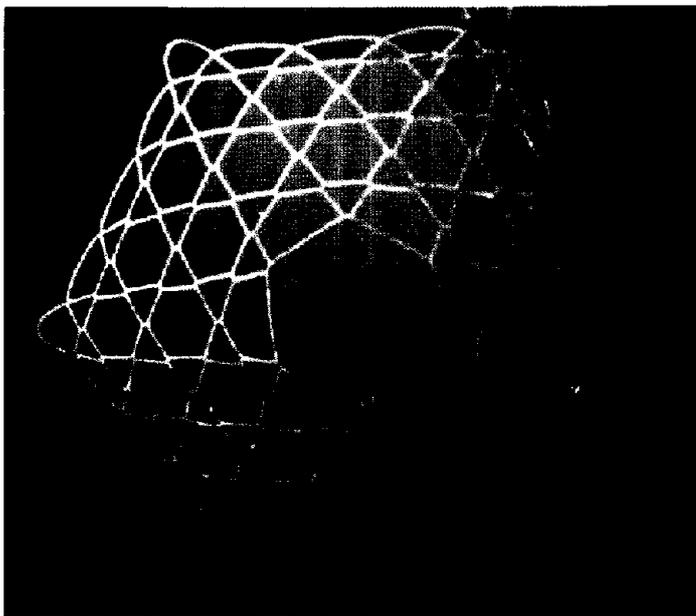
1. J. C. Knight, T. A. Birks, P. St. J. Russell, D. M. Atkin, *Opt. Lett.* 21, 1547, 1996; Erratum, *ibid.* 22, 484, 1997.
2. T. A. Birks, J. C. Knight, and P. St. J. Russell, "Endlessly single-mode photonic crystal fiber", *Opt. Lett.*, 22, 961, 1997.
3. P. St. J. Russell, T. A. Birks, F. D. Lloyd-Lucas, in *Confined Electrons and Photons: New Physics and Application*, E. Burstein and C. Weisbuch, Eds. (Plenum, New York, 1995), pp. 585-633.
4. J. C. Knight, J. Broeng, T. A. Birks, P. St. J. Russell "Photonic Band Gap Guidance in Optical Fibers", *Science*, 282, 1476, 1998.
5. R. F. Cregan, B. J. Mangan, J. C. Knight, T. A. Birks, P. St. J. Russell, P. J. Roberts, D. C. Allan, "Single-mode photonic band gap guidance of light in air", *Science*, 285, 1537, 1999.
6. J.C. Knight, P. St. J. Russell, "Photonic Crystal Fibers: New Ways to Guide Light," *Science*, 296, 276, 2002.
7. J.C. Knight, T.A. Birks, B.J. Mangan, P. St. J. Russell, "Photonic crystal fibers: New solutions in fiber optics," *Optics and Photonics News*, 13 (26-30) 2002.
8. J. Herrmann, U. Griebner, N. Zhavoronkov, A. Husakou, D. Nickel, J.C. Knight, W.J. Wadsworth, P. St. J. Russell, G. Korn, "Experimental evidence for supercontinuum generation by fission of higher-order solitons in photonic fibers," *Phys. Rev. Lett.*, 88, 173901, 2002.
9. T. T. Larsen A. Bjarklev, D. S. Hermann and J. Broeng, "Optical devices based on liquid crystal photonic bandgap fibers", *Optics Express*, 11, 2589, 2003.
10. F. Benabid, J. C. Knight, G. Antonopoulos, P. St. J. Russell, "Stimulated raman scattering in hydrogen-filled hollow-core photonic crystal fiber", *Science*, 298.399, 2003.
11. C. M. Smith, N. Venkataraman, M. T. Gallagher, D. Müller, J. A. West, N. F. Borrelli, D. C. Allan, K. W. Koch. "Low-loss hollow-core silica/air photonic bandgap fibre" *Nature*, 424, 657, 2003.
12. Ihtesham H. Chowdhury, "Photonic Crystal Fiber: A new Host for Nonlinear Optical Phenomena", ECE695S Class Presentation-12/09/2004, Purdue University.
13. T. Ritari, J. Tuominen, H. Ludvigsen, J. C. Petersen, T. Sørensen, T. P. Hansen, and H. R. Simonsen, "Gas sensing using air-guiding photonic bandgap fibers", *Optics Express* 12, 4080, 2004.
14. Hoo YL, Jin W, Shi C, Ho HL, Wang DN, Ruan SC., "Design and modeling of a

photonic crystal fiber gas sensor,”, *Appl Opt.* 42, 3509, 2003.

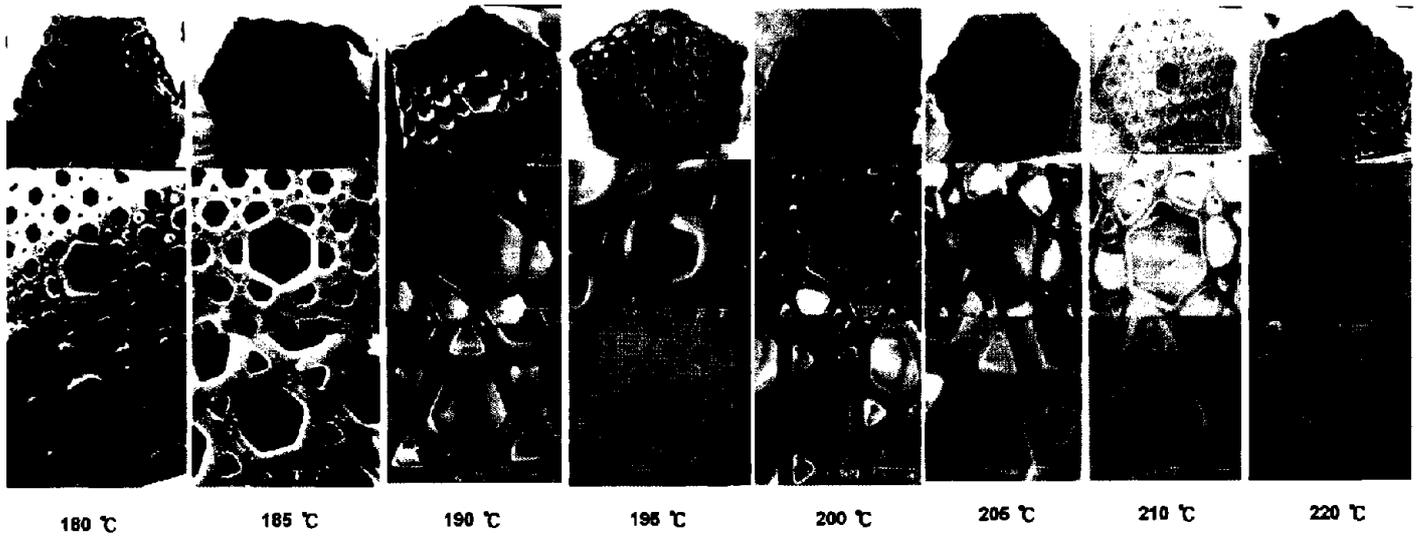
15. Jesper B. Jensen, Lars H. Pedersen, Poul E. Hoiby, Lars B. Nielsen, T. P. Hansen, J. R. Folkenberg, J. Riishede, Danny Noordegraaf, Kristian Nielsen, A. Carlsen, A. Bjarklev,” Photonic crystal fiber based evanescent-wave sensor for detection of biomolecules in aqueous solutions”, *Optics Letters*, 29, 1974, 2004.
16. M. A. van Eijkelenborg, M. C. J. Large, A. Argyros, J. Zagari, S. Manos, N. A. Issa, I. Bassett, S. Fleming, R. C. Mcphedran, C. de Sterke and N. A. P. Nicorovici, “Microstructured polymer optical fibres”, *Optics express*, Vol.7, No.7, pp.319-327, 2001.



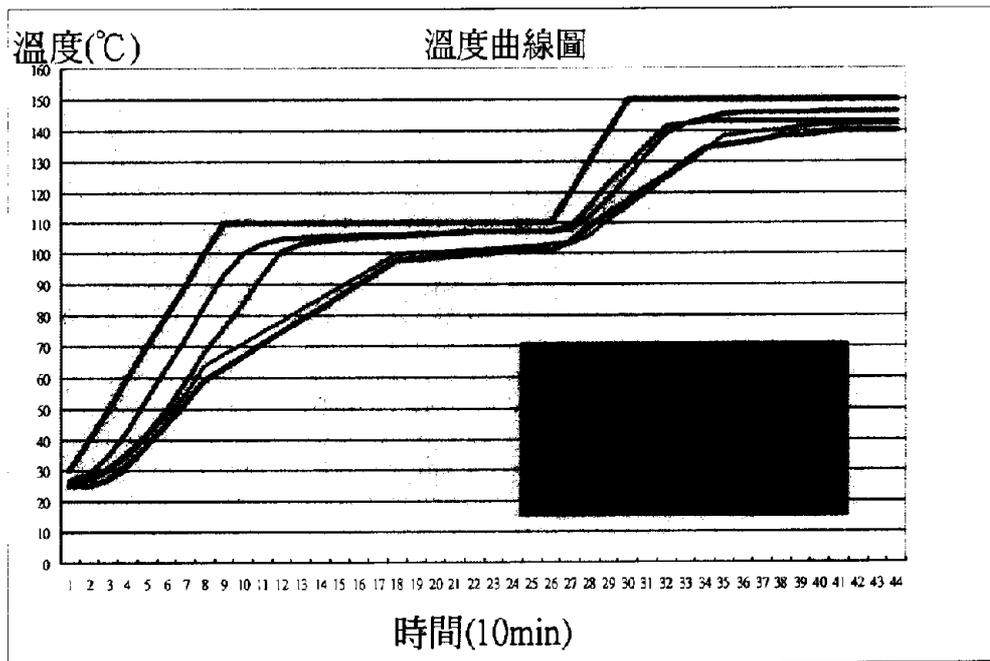
圖一、塑膠光子晶體光纖纖蕊擴孔的顯微組織



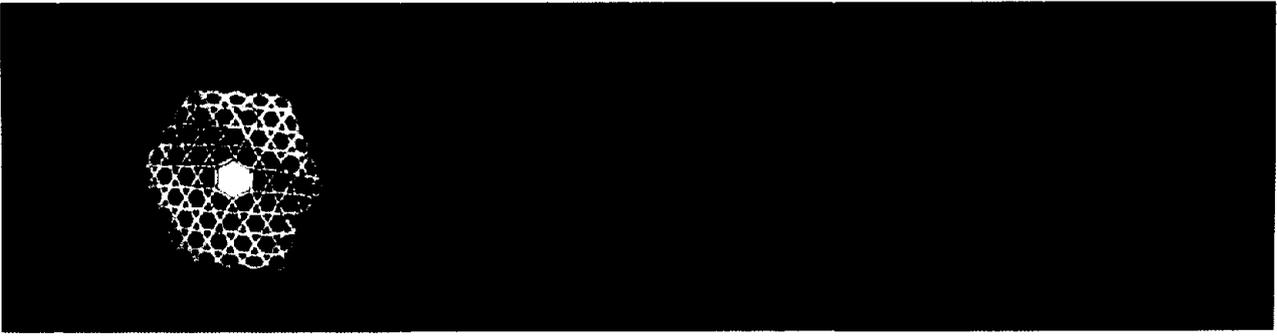
圖二、空孔率達80%的塑膠光子晶體光纖顯微組織。



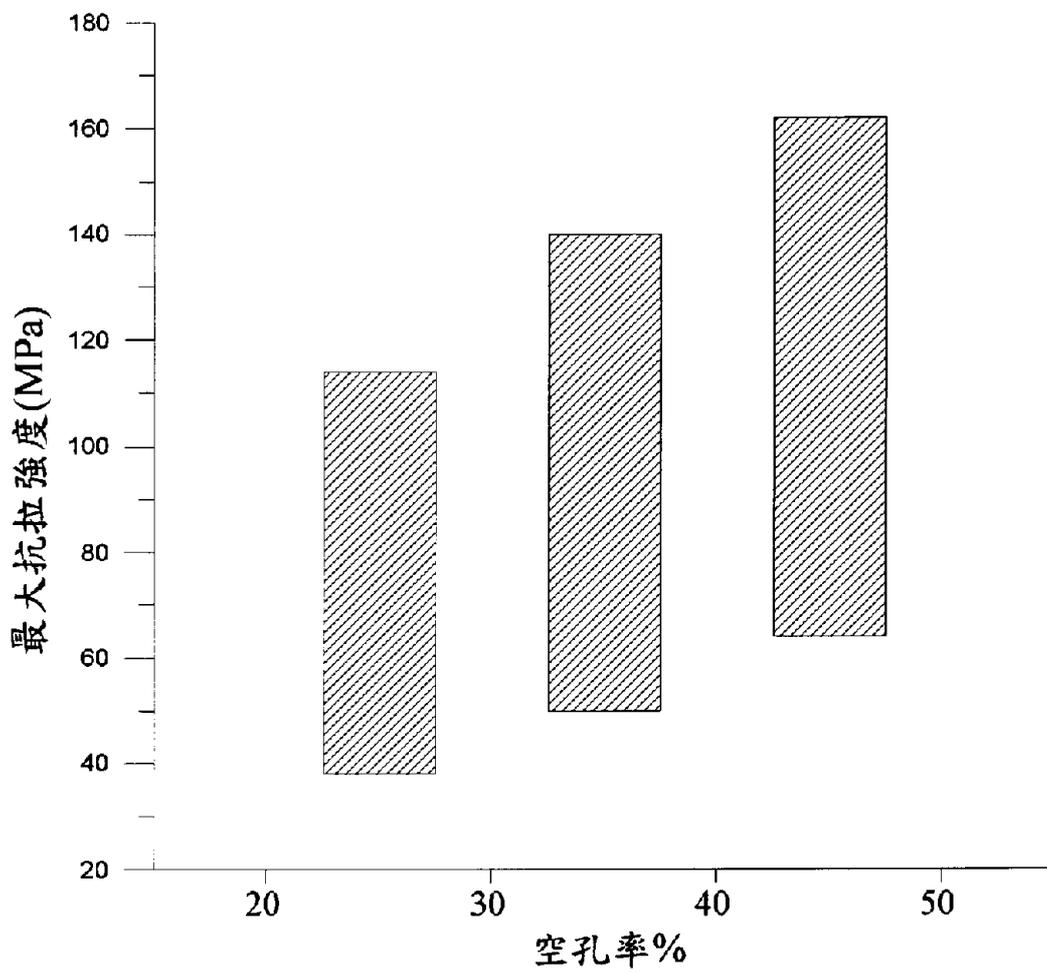
圖三、抽製溫度對空心蕊光子晶體光纖微結構的影響。



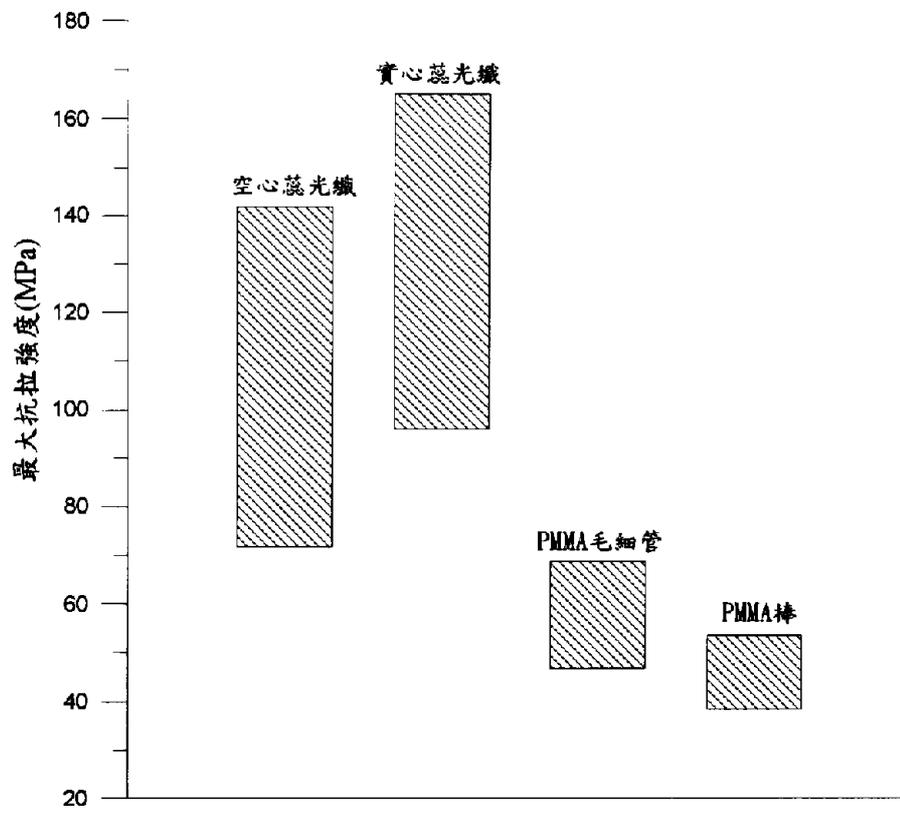
圖四、毛細管大小/空孔比例不同對光纖預型體燒結持溫時間的影響。



圖五、空心蕊光子晶體光纖光學特性量測結果可觀察到空氣心蕊導光現象。



圖六、空心蕊光纖在不同空孔率之最大抗拉強度。



圖七、不同結構之最大抗拉強度。