



005047242

На правах рукописи

*Попов*

Попов Сергей Михайлович

**ВЛИЯНИЕ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУР  
НА ОПТИЧЕСКИЕ ПОТЕРИ В ВОЛОКОННЫХ СВЕТОВОДАХ  
С МЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ПОКРЫТИЯМИ**

Специальность 01.04.21 – лазерная физика

АВТОРЕФЕРАТ

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

20 СЕН 2012

Москва - 2012 г.

Работа выполнена в Фрязинском филиале Федерального Государственного бюджетного учреждения науки Института радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова Российской академии наук

**Научный руководитель:** **Чаморовский Юрий Константинович**  
кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник,  
ведущий научный сотрудник ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН

**Официальные оппоненты:** **Семенов Сергей Львович**  
доктор физико-математических наук,  
зав. лабораторией специальных волоконных световодов  
Научный центр волоконной оптики РАН

**Бутов Олег Владиславович**  
кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник  
Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН

**Ведущая организация:** **ОАО Центральный научно-исследовательский  
технологический институт "Техномаш"**

Защита состоится 01 октября 2012 г. в 15 час на заседании диссертационного совета Д002.063.03 при ИОФ РАН по адресу г. Москва 119991, ул. Вавилова, 38.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИОФ РАН

Автореферат разослан «21» августа 2012 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета

/Г.Б. Воляк/

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы

Последнее время появилась потребность в волоконно-оптических датчиках (ВОД) температуры и давления, которые должны функционировать в диапазоне от  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , что необходимо для распределённых систем мониторинга температуры и жизнеобеспечения человека. Ключевым элементом таких ВОД являются оптические волокна (ОВ), которые способны работать при повышенных температурах. Хорошо известно, что «обычные» ОВ могут работать лишь при температурах до  $85\text{ }^{\circ}\text{C}$  [1, 2] из-за деградации покрытия при повышенных температурах, что объясняется свойствами материалов (полимеров), покрывающих незащищенное ОВ. Поэтому обычные ОВ с покрытием из полимера не годятся для построения высокотемпературных ВОД. Решением этой проблемы является использование различных металлов (медь, алюминий и сплавы на их основе) [3, 4] в качестве внешнего покрытия ОВ. На данный момент работы по созданию металлизированных ОВ ведутся как в России (ИЦВО РАН, ГОИ им. С.И. Вавилова, ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН), так и за рубежом (Silicon Lightwave Technology, Moritex Optocom Company, Fiberguide Industry).

При высокотемпературном применении металлизированных ОВ в них происходят различные процессы, которые приводят к изменению спектрального пропускания таких ОВ. Изучение оптических свойств металлизированных ОВ и процессов, протекающих в них при нагреве, необходимо для выбора оптимальной конструкции металлизированного ОВ, которое сможет работать при высоких температурах с минимальными оптическими потерями. На момент начала работы над данной диссертацией уже были известны основные причины увеличения потерь излучения в металлизированных ОВ с покрытием из меди и алюминия. Оптические потери (на ОН-группах, микроизгибные потери, УФ-поглощение) были исследованы достаточно подробно лишь в области температур от  $-60$  до  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  [4-6]. Однако, как зависит уровень микроизгибных оптических потерь при высоких температурах от параметров структуры (внешнего диаметра, состава покрытия, разности показателей преломления (ПП) сердцевина-оболочка,  $\Delta n$ ), так и не было представлено. Кроме того, в работе [4, 6] прямо указывалось, что при температурах  $t > 300\text{ }^{\circ}\text{C}$  наблюдается необратимое увеличение оптических потерь, что требует дальнейших исследований.

В ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН освоена технология производства металлизированных ОВ длиной до нескольких километров с приемлемым уровнем оптических потерь ( $<3$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  и  $1550$  нм при  $t = 20$  °С). Данные ОВ являются перспективными и могут практически использоваться в распределённых системах мониторинга температуры и давления с рабочими длинами несколько километров. Такие длины определяют основную задачу исследования, а именно уменьшение величины оптических потерь в длинных металлизированных ОВ при высоких температурах. Известно, например, что оптические потери прямо влияют на рабочую длину и точность измерения температуры в системах распределённого измерения температуры.

В данной работе используются как многомодовые (ММ) ОВ с градиентным профилем показателя преломления (ППП) световедущей сердцевиной, легированной  $\text{GeO}_2 + \text{SiO}_2$  (для измерительных систем на основе комбинационного рассеяния), так и одномодовые (SM) ОВ для измерительных систем на основе рассеяния Мандельштама–Бриллюэна. Для вытяжки металлизированных ОВ использованы заготовки, изготовленные методом MCVD с германо-силикатной ( $\text{SiO}_2 + \text{GeO}_2$ ) и германо-силикатно-фосфатной ( $\text{SiO}_2 + \text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$ ) сердцевиной с применением как кислородно-водородной горелки (технология MCVD), так и электропечи (технология FCVD). В качестве металлических покрытий ОВ использовались медь, алюминий и сплавы на их основе.

### Цель работы

Целью настоящей работы являлось изучение дополнительных оптических потерь в металлизированных ОВ при их нагреве, а также поиск путей их снижения. Для достижения поставленной цели были определены следующие задачи:

1. Анализ дополнительных оптических потерь, обусловленных поглощением на гидроксильных ОН-группах, потерь на микроизгибах и потерь, связанных с коротковолновым поглощением в металлизированных ОВ при их нагреве.
2. Исследование влияния характеристик металлизированного ОВ (внешний диаметр, тип покрытия, материал световедущей сердцевины, разность ПП сердцевина–оболочка, влияние внешней среды) на прирост оптических потерь при нагреве.
3. Определение предельной температуры, времени эксплуатации и величины оптических потерь, при которой ещё сохраняется работоспособность металлизированных ОВ.

## Научная новизна

Впервые проведены исследования характера и причин увеличения оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах выше 300 °С на основе современных материалов (стекло Heraeus F-300) с применением MCVD и FCVD метода изготовления заготовок с низким начальным содержанием ОН-групп. До этого времени основное внимание в работах уделялось лишь прочности металлизированных ОВ, а оптические потери изучались лишь при температурах до 300 °С.

Показано, что на величину оптических потерь в металлизированных ОВ влияет как материал покрытия (медь или алюминий) и материал сердцевины ( $\text{SiO}_2 + \text{GeO}_2$  или  $\text{SiO}_2 + \text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$ ), так и среда, в которой происходит нагрев волокна.

Экспериментально получены температурные границы обратимости и необратимости величины дополнительных микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах. Дано объяснение такого поведения металлизированных ОВ с точки зрения упругой и неупругой деформации металлов.

Показано влияние различных параметров металлизированного ОВ: разницы ПП сердцевина-оболочка, диаметра ОВ, толщины металлического покрытия и состава покрытия на величину прироста микроизгибных потерь.

Впервые получены прямые экспериментальные данные увеличения сигнала рассеяния Рэлея при экстремально высоких температурах до 1000 °С в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава.

Экспериментально достигнут температурный предел (950 °С) работоспособности металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава. При превышении этого предела ОВ механически разрушаются.

## Практическая ценность

Получены экспериментальные зависимости влияния различных параметров ОВ (разность ПП сердцевина-оболочка, диаметр ОВ) на величину микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при температурах до 700 °С.

На основе экспериментальных результатов даны практические рекомендации для создания металлизированных ОВ, способных работать при высоких температурах.

Экспериментально показана возможность долгосрочного использования металлизированных ОВ при температурах более 300 °С с приемлемым уровнем оптических потерь (до 7 дБ/км на  $\lambda = 1550$  нм).

Полученные экспериментальные результаты позволили создать металлизированное ОВ, которое после выдержки при температуре 700 °С в течение 7 час имело оптические потери 2–3 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. В настоящее время по разработанной технологии данные металлизированные ОВ могут быть использованы в системах жизнеобеспечения для мониторинга пожаров.

#### Защищаемые положения

- В ОВ с покрытием из алюминия при нагреве на воздухе до температур выше 300 °С наблюдается рост оптических потерь, связанных с поглощением света молекулами водорода на длине волны  $\lambda = 1240$  нм и гидроксильными ионами на длинах волн  $\lambda = 950, 1240, 1389$  нм. В ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при тех же условиях подобное увеличение оптических потерь не наблюдается. При одинаковых условиях нагрева различие оптических потерь для указанных покрытий достигает величины 80–90 дБ/км на длине волны  $\lambda = 1389$  нм.
- Использование в качестве металлического покрытия ОВ медно-алюминиевого сплава вместо чистой меди в 5–10 раз уменьшает дополнительные потери, связанные с окислением покрытия, и приводит к сдвигу температурной области минимума дополнительных микроизгибных оптических потерь с  $t = 200$ –250 °С до  $t = 600$ –700 °С.
- Добавление алюминия к медному покрытию ОВ приводит к увеличению уровня микроизгибных потерь на длине волны  $\lambda = 1300$  нм с  $\alpha < 10$  дБ/км до  $\alpha = 50$ –100 дБ/км при термоциклировании ОВ в интервале температур  $t = 20$ –400 °С.
- ОВ с германо-силикатной сердцевиной и с покрытием из медно-алюминиевого сплава сохраняют свою работоспособность до температуры  $t = 950$  °С в течение 10 мин с уровнем оптических потерь  $\alpha < 10$  дБ/км в диапазоне длин волн  $\lambda = 800$ –1600 нм.

#### Апробация работы

Материалы диссертации были представлены в 11 публикациях, из них 5 входящих в перечень ВАК. Основные результаты диссертационной работа были представлены на Всероссийской конференции по волоконной оптике г. Пермь 2009 и 2011 гг.

и на конференции молодых учёных им. И. В. Аписимкина г. Москва в 2008 и 2009 гг. Была получена грамота за лучший доклад на конференции молодых учёных г. Фрязино 2010 г. Работа апробировалась на конференции общества Попова в 2010 г. и на международной конференции “Квантовая электроника” г. Минск. В 2011 г. работа докладывалась на международной конференции “Лазеры измерения информация” г. Санкт-Петербург.

#### Личный вклад автора

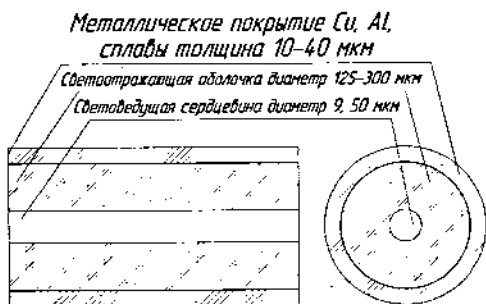
Диссертационная работа представляет собой обобщение работ автора, выполненных совместно с сотрудниками лаборатории №226 ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН. В работах, включённых в диссертацию, автор участвовал в сборке экспериментальной установки, проводил основной объём экспериментов, осуществлял анализ, обобщал результаты и формулировал выводы на их основе. Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены и разработаны лично автором или при его непосредственном участии. Все экспериментальные образцы, которые исследовались в работе, изготавливались сотрудниками лаборатории.

#### Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, четырёх глав, заключения и списка литературы. Общий объём работы составляет 148 страниц печатного текста, содержит 56 рисунков, 46 формул, 5 таблиц. Список цитируемой литературы включает 131 ссылку.

#### ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **Введении** обоснована актуальность темы, сформулирована цель работы и её



научная новизна. Кратко изложено основное содержание диссертации по главам. Освещена апробация работы.

**Первая глава** диссертации посвящена истории создания металлизированных ОБ (рис. 1), а также в ней рассмотрены ранее известные механизмы оптических потерь в ме-

Рис. 1 Структура металлизированного ОБ

таллизованных ОВ при высоких температурах. На основании литературного обзора следует что:

- В литературных источниках очень мало систематизированной информации об оптических потерях в металлизированных ОВ при температурах  $t > 300$  °С. Исследования в основном касались ОВ с покрытиями из полимеров. Однако, опираясь на литературный обзор, можно предположить, что основными механизмами поглощения излучения в металлизированных ОВ при высоких температурах ( $t > 300$  °С) следующие: микроизгибные оптические потери, поглощение на ОН-группах, поглощение на молекулярном водороде.
- Отсутствует информация о влиянии среды, в которой производится нагрев металлизированных ОВ, на величину оптических потерь при высоких температурах.
- Отсутствует информация о влиянии параметров волноводной структуры ОВ (разность ПП сердцевина–оболочка, диаметр ОВ, толщина материала покрытия) на величину микроизгибных оптических потерь при высоких температурах в металлизированных ОВ.
- В работе [4] утверждается, что в ОВ с покрытием из металла рост оптических потерь при температурах  $t > 300$  °С имеет необратимый характер и нуждается в проверке.

Вторая глава диссертации посвящена экспериментальному исследованию оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах до  $t = 400$  °С. Для исследований была собрана установка, которая состояла из спектр-анализатора YORK S15 (600–1650 нм со встроенным источником излучения и синхроусилителем), оптического рефлектометра (OTDR) (850, 1300, 1550 нм) и электропечи с электронным управлением температурой  $t_{\text{max}} = 1100$  °С (точность  $\sim 0.2$  °С). Производился нагрев двух многомодовых металлизированных ОВ с различным металлом покрытия (покрытие из медно-алюминиевого сплава и чистого алюминия) при температурах до  $t = 400$  °С, с внешним диаметром 200 мкм, изготовленные MCVД методом с применением кислородно-водородной горелки.

Впервые обнаружено, что ОВ с покрытием из алюминия характеризуются большим ростом оптических потерь на ОН-группах ( $\Delta\alpha = 18$  дБ/км на  $\lambda = 1.24$  мкм и  $\Delta\alpha = 90$  дБ/км на  $\lambda = 1.39$  мкм), чем в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава ( $\Delta\alpha = 6$  дБ/км на  $\lambda = 1.39$  мкм) при  $t > 300$  °С в среде воздуха. Кроме того, в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия наблюдается значительный рост оптических



потерь, обусловленных поглощением на молекулярном водороде ( $\lambda = 1.24$  мкм) в сердцевине световода вследствие окисления алюминиевой оболочки согласно химической реакции



Данное явление было показано через соотношение

$$\Delta\alpha = \alpha_{1240} - \frac{\alpha_{1389}}{23}, \quad (3)$$

где  $\Delta\alpha$  – величина отклонения соотношений линий поглощения на  $\lambda = 1240$  и  $1389$  нм, дБ/км;  $\alpha_{1240}$  и  $\alpha_{1389}$  – оптические потери на 1240 и 1389 нм. Тогда в случае поглощения только ОН-группами получим  $\Delta\alpha \sim 0$ , а при наличии к тому же вклада молекулярного водорода  $\Delta\alpha > 0$ . Результат расчётов приведён на рис. 2. Подобный эффект выделения

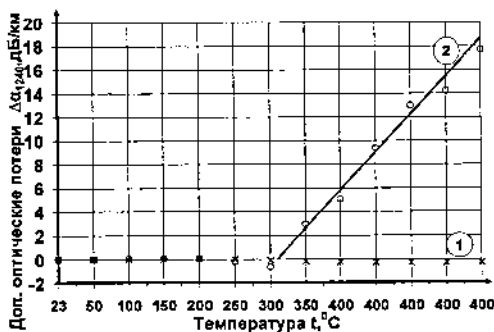


Рис. 2. Изменение отклонения оптических потерь  $\Delta\alpha = \alpha_{1240} - \alpha_{1389}/23$  ОВ в зависимости от типа металлического покрытия: медно-алюминиевый сплав (1), алюминиевое (2).

молекулярного водорода наблюдается лишь в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия. В металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава происходит лишь окисление металлического покрытия. Поэтому в качестве покрытия для металлизированных ОВ следует использовать медь и другие металлы, находящиеся в правой части электрохимического ряда напряжения материалов.

Также было обнаружено, что в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия наблюдается рост оптических потерь в коротковолновой области (от 800 до 1100 нм), который отсутствует у волокон с покрытием из медно-алюминиевого сплава. Данное явление не объясняется ростом рассеяния Рэлея. Предполагается, что это вызвано образованием электронных переходов в сердцевине световода из-за наличия молекулярного водорода.

В дальнейшем было выполнено исследование влияния материала легирования сердцевины на оптические потери на ОН-группах при  $t = 400$  °C (рис. 3) в металлизированных

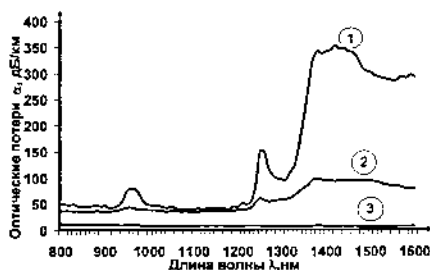


Рис. 3. Оптические потери после цикла нагрев-охлаждения ОВ с покрытием из алюминия в зависимости от вещества легирования: 1 –  $\text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$ , 2 –  $\text{GeO}_2$ , 3 – начальные потери в ОВ с покрытием из алюминия легированного  $\text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$

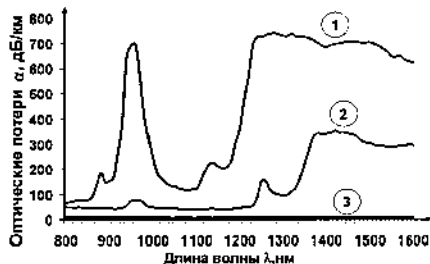


Рис. 4. Оптические потери ОВ с покрытием из алюминия с сердцевинной, легированной  $\text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$ , цикла нагрев-охлаждение ОВ в среде: 1 – аргона; 2 – воздуха. 3 – исходно

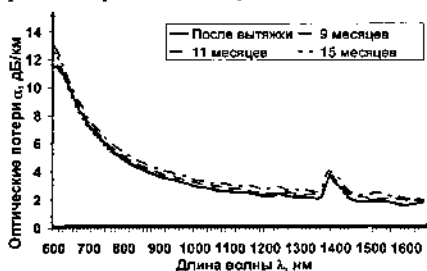


Рис. 5. Изменение оптических потерь в металлизированном ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава после хранения в течение 15 месяцев. FCVD технология, стекло F-300. Диаметр сердцевины / светоотражающей оболочки 50/230 мкм. Толщина покрытия 20 мкм.

рованных ОВ с покрытием из алюминия диаметром 125 мкм с применением электропечи вместо кислородно-водородной горелки и использовании кварцевого стекла Heraeus F-300 [7].

Было обнаружено, что величина оптических потерь на ОН-группах зависит от типа легирующей примеси сердцевинны (у сердцевинны легированной  $\text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$  она больше, чем у сердцевинны легированной  $\text{GeO}_2$ ), что объясняется большей скоростью образования ОН-групп [8].

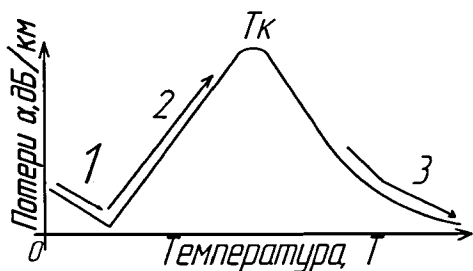
Было исследовано влияние среды (аргон или воздух), в которой производился нагрев металлизированного ОВ с покрытием из алюминия, на оптические потери на ОН-группах при  $t > 300^\circ\text{C}$  (рис. 4). Обнаружено, что в инертной среде рост оптических потерь значительно выше, чем при нагреве в воздушной среде, что объясняется образованием в среде воздуха герметичной плёнки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Кроме того, исследована стабильность величины оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и алюминия при выдерживании последних при комнатной температуре в течение продолжительного времени. Показано, что металлизированное ОВ с покрытием из

медно-алюминиевого сплава при выдерживании в течение 15 месяцев при комнатной температуре характеризуется стабильностью оптических потерь на микроизгибах и ОН-группах (рис. 5) в отличие от ОВ с покрытием из алюминия.

В ходе исследований было обнаружено, что зависимость микроизгибных потерь в металлизированных ОВ от температуры изменяется различным образом для ОВ с разным типом покрытия (медь или алюминий) и отличается от экспериментальных результатов, показанных в литературном обзоре, что потребовало исследований, выполненных в третьей главе.

**Третья глава** диссертации посвящена исследованию микроизгибных потерь. Показан общий характер изменения величины микроизгибных потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и алюминия при их нагреве в



зависимости от температуры. Показано, что изменение оптических потерь на микроизгибах происходит двумя механизмами (рис. 6). В областях 1, 2 происходит механическое изгибание покрытия вследствие неравенства коэффициентов линейного температурного расширения (КЛТР) кварцевого стекла и металлического покрытия. В области 1 (рис. 6 поз. 1) происходит компенсация начальной

Рис 6. Зависимость микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ от температуры нагрева: (1) уменьшение потерь (2) увеличение потерь, (3) снижение потерь (отжиг);  $T_k$  — критическая температура.

усадки металлического покрытия (после вытяжки) и снижение потерь. Затем происходит накопление механической энергии при деформации ОВ, его изгибе и росту потерь излучения (рис. 6 поз. 2) [4, 9]. При достижении критической температуры  $T_k$  и дальнейшем нагреве происходит процесс **рекристаллизационного отжига покрытия** [4, 9] (рис. 6 поз. 3), который приводит к высвобождению механической энергии деформации, накопленной в температурной области 2. Процесс отжига приводит к снижению концентрации избыточных точечных дефектов и искажений кристаллической решетки. Это приводит к выпрямлению металлизированного ОВ и снижению оптических потерь излучения за счёт микроизгибов. Величины температур отжига металлических покрытий ОВ показаны в таблице.

Таблица. Температура отжига металлических покрытий ОВ.

Материал покрытия	Температура отжига покрытия, °С	
	НЦВО [4]	Данная работа
Алюминий	200–250	300–400, $T_x=120$ °С
Медно-алюминиевый сплав	200 (медь)	600–700, $T_x=400$ °С

Факторы, влияющие на процесс отжига (высвобождения энергии):

- температура отжига,
- чистота металла,
- предварительная деформация.

Температура отжига влияет на скорость процесса и времени  $t$ , за которое напряжения снимаются полностью, которое определяется зависимостью

$$\frac{1}{t} = A \cdot \exp\left(\frac{-E}{R \cdot T}\right), \quad (4)$$

где  $A$  – некоторый коэффициент, сек<sup>-1</sup>;  $E$  – энергия активации данного процесса отжига, Дж·моль<sup>-1</sup>;  $R=8.31$  Дж·К<sup>-1</sup>·моль<sup>-1</sup> – универсальная газовая постоянная;  $T$  – термодинамическая температура, К;  $t$  – время процесса отжига, сек.

Известно [9], что у меди чистой 99.999% температура отжига находится в области температур 200–250 °С (против 600–700 °С, полученных для покрытий из медно-алюминиевого сплава), что экспериментально было показано в работе [4]. Это говорит об исключительной чистоте используемых НЦВО РАН материалов, а не сплавов, как в данной работе. При снижении степени чистоты материала до величины 99.998% температура начала отжига увеличивается до величины 300 °С. Предварительная деформация также влияет на процесс отжига.

Кроме того, были показаны закономерности в изменениях микроизгибных потерь при термоциклировании металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава (рис. 7): участок I (20–200 °С), на котором микроизгибные потери уменьшаются при увеличении температуры; участок II (200–350 °С), на котором микроизгибные потери увеличиваются при росте температуры; участок III (350–400 °С), на котором микроизгибные потери уменьшаются (область отжига металла покрытия). Как видно из рис. 7, после вытяжки ( $t = 20$  °С) уровень оптических потерь в металлизированном ОВ имеет минимальную величину  $\alpha \sim 1.2$  дБ/км на  $\lambda=1300$  нм.

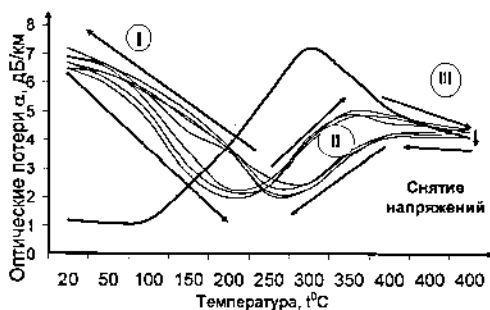


Рис 7. Температурные области изменения величины оптических потерь в зависимости от температуры 20–400 °С на  $\lambda = 1550$  нм для металлизированного ОВ с покрытием из меди. Диаметр ОВ 200 мкм,  $\Delta l = 0.008$ , SM рефлектометр Agriitsu 9076B1

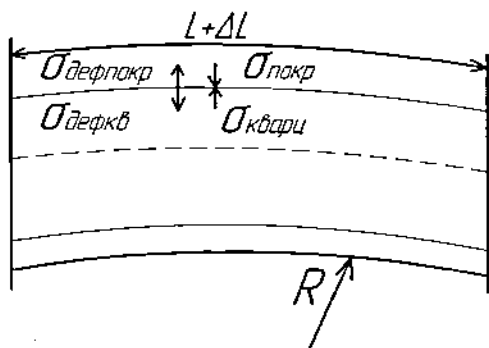


Рис. 8. Расширение при нагреве металлического покрытия металлизированного ОВ.

металл–кварц должны быть уравновешены и удовлетворять уравнению

$$\sigma_{кв} - \sigma_{покр} + \sigma_{деф_покр} - \sigma_{деф_кв} = 0, \quad (5)$$

где  $\sigma_{кв}$  – напряжения расширения кварцевого стекла, Па;  $\sigma_{покр}$  – напряжения расширения покрытия, Па;  $\sigma_{деф_покр}$  – напряжения расширения кварцевого стекла, Па;  $\sigma_{деф_кв}$  – напряжения расширения покрытия, Па.

Напряжения расширения кварцевого стекла  $\sigma_{кв}$  и покрытия  $\sigma_{покр}$  при изменении температуры  $\Delta t$ , °С определим как

Кроме того, видно различное поведение величины микроизгибных оптических потерь в металлизированном ОВ при первом и последующих циклах нагрев–охлаждение. Данные различия объясняются через расчёты областей упругой и неупругой деформации.

Для изучения микроизгибных потерь ОВ с покрытием из металла была выбрана модель деформации покрытия (рис. 8). После вытяжки металлизированного ОВ не испытывает изгиба, т.е.  $R$  радиус изгиба бесконечен. При нагреве металлизированное ОВ испытывает удлинение  $\Delta L$ , которое приводит к изгибу металлизированного ОВ и деформации покрытия. Механические напряжения в поперечном направлении на границе метал-

$$\sigma_{кс} = \alpha_{кс} E_{кс} \Delta t, \quad (6)$$

где  $\alpha_{кс}$  – КЛТР кварцевого стекла,  $0,57 \cdot 10^{-6} (^{\circ}C)^{-1}$  [10];  $E_{кс}$  – модуль Юнга кварцевого стекла,  $75 \cdot 10^9 \text{ Па}$  [11];

$$\sigma_{покр} = \alpha_{покр} E_{покр} \Delta t, \quad (7)$$

где  $\alpha_{покр}$  – КЛТР покрытия,  $17 \cdot 10^{-6} (^{\circ}C)^{-1}$  [12];  $E_{покр}$  – модуль Юнга покрытия,  $10^{11} \text{ Па}$  [12];

При этом пренебрегаем деформацией кварцевого стекла  $\sigma_{деффкс}$  из-за её малой величины 10–20 МПа [10]. Считаем, что деформация металлизированного ОВ происходит лишь за счёт деформации металлического покрытия  $\sigma_{деффпокр}$ . Металлическое покрытие ОВ будет находиться в пределах упругой деформации лишь при условии  $\sigma_{деффпокр} \leq \sigma_{упр}$ . При превышении этого предела наблюдается пластическая деформация покрытия. Предел упругости металлического покрытия для покрытий из медно-алюминиевого сплава, которые используются в данной работе, составляет величину  $\sigma_{упр} = 0,3 \text{ ГПа}$  [12]. Подставим формулы (6, 7) в (5) и определим изменение температуры  $\Delta t$ , при котором покрытие из медно-алюминиевого сплава будет находиться в области упругой деформации:

$$\Delta t = \frac{\sigma_{упр}}{E_{покр} \alpha_{покр} - E_{кс} \alpha_{кс}} \quad (8)$$

Подставив данные в формулу (8), получим, что для того, чтобы преодолеть предел

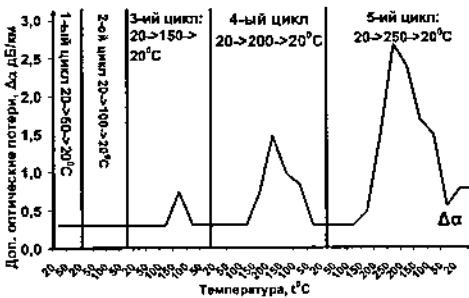


Рис. 9. Влияние максимальной температуры нагрева на обратимость оптических потерь при циклах нагрев-охлаждение.

упругости металлического покрытия, необходимо металлизированное ОВ нагреть на  $\Delta t = 181^{\circ}C$ , т.е. до величины порядка 200 °C. Для подтверждения этого был проведён эксперимент (см. рис. 9). Были выполнены температурные испытания путём термощиклирования многомодового металлизированного ОВ диаметром 230 мкм (см. рис. 5) с покрытием из медно-алюминиевого

сплава в области температур от 20 до 250 °С. Оптические потери контролировались на  $\lambda=1300$  нм с помощью рефлектометра. На рис. 9 видно, что при температуре нагрева более 200 °С у данного металлизированного ОБ отсутствует обратимость оптических потерь при термоциклировании. Это происходит по тому, что при охлаждении оптические потери в ОБ не вернулись к “нулевому уровню” вследствие преодоления предела упругой деформации металлического покрытия и появлению остаточных микроизгибных оптических потерь  $\Delta\alpha$ . При дальнейшем нагревании (при температуре  $t = 100$  °С) будет наблюдаться минимум микроизгибных оптических потерь. Для исследования того, как влияет конструкция металлизированного ОБ на величину микроизгибных оптических потерь, было оценено влияние различных параметров металлизированного ОБ (разницы ПП, внешнего диаметра, состава покрытия) на величину прироста микроизгибных потерь при нагреве.

Экспериментально показано, что:

- Увеличение внешнего диаметра ОБ решает проблему микроизгибных потерь лишь в нормальных условиях  $t = 20$  °С.

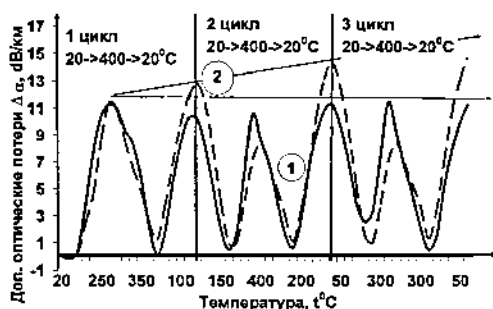


Рис.10 Температурные зависимости прироста микроизгибных потерь при термоциклировании образцов с покрытием на основе меди в течение 3-х циклов термоциклирования для образцов с внешним диаметром 125 мкм (1), 200 мкм (2),  $\Delta l=0.005$ . SM Рефлектометр Anritsu MW98A,  $\lambda=1.3$  мкм

- Величина микроизгибных потерь в металлизированных ОБ при  $t=20$  °С зависит степенным образом от диаметра ОБ:  $\Delta\alpha \sim d^{-3}$ . Напротив, при  $t=100-400$  °С (рис. 10) диаметр ОБ незначительно влияет на величину микроизгибных потерь. Это прямо противоречит ранее полученным результатам для ОБ с полимерным покрытием и может быть объяснено близостью значений модулей Юнга для кварцевого стекла и металлического покрытия.

- Основной параметр, влияющий на рост микроизгибных потерь при нагреве ОБ, – разность ПП сердцевина–оболочка (рис. 11). Величина микроизгибных оптических потерь зависит от разности ПП степенным образом с эмпирическим параметром  $p$ :

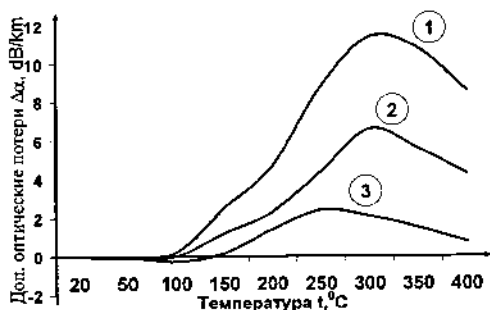


Рис. 11. Влияние разности ПП в области температур 20–400 $^\circ\text{C}$  на величину прироста микроизгибных потерь ОВ с покрытием из меди (диаметр 125 мкм),  $\lambda=1300$  нм (1 -  $\Delta n=0.005$ ; 2 -  $\Delta n=0.008$ ; 3 -  $\Delta n=0.020$ ), SM рефлектометр Anritsu 9076B1

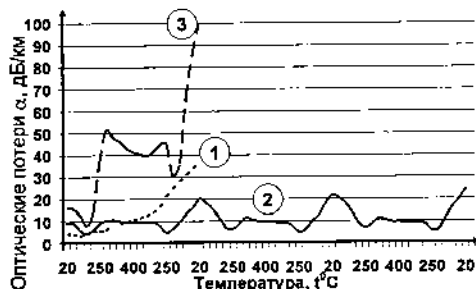


Рис. 12. Температурные зависимости оптических потерь в металлизированных ОВ с медно-алюминиевыми покрытиями, при термоциклировании: (1) покрытие из чистой меди; (2) покрытие из меди с небольшим содержанием алюминия; (3) покрытием из меди со значительным содержанием алюминия. MM рефлектометр Anritsu MW98A,  $\lambda=1300$  нм.

$\Delta\alpha \sim \Delta n^p$ . Эмпирический параметр  $p$  для многомодовых ОВ составляет величину  $\sim 3$ . Для одномодовых ОВ параметр  $p \sim 2$  на  $\lambda=1300$  нм и  $p \sim 2.5$  на  $\lambda=1550$  нм. Это укладывается в ранее полученные данные для ОВ с полимерным покрытием.

- Покрытия из медно-алюминиевого сплава оказывают сильное влияние на микроизгибные оптические потери ОВ. Для уменьшения величины микроизгибных оптических потерь медно-алюминиевое покрытие металлизированного ОВ должно содержать небольшую концентрацию легирующей примеси алюминия. Увеличение концентрации легирующей примеси алюминия увеличивает уровень микроизгибных оптических потерь с менее 10 до 50–100 дБ/км на  $\lambda=1300$  нм в области температур  $t=100$ –400  $^\circ\text{C}$  (см. рис. 12).

**Четвёртая глава** диссертации посвящена исследованию работоспособности металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при экстремально высоких температурах (более 600  $^\circ\text{C}$ ). Исследовано влияние механизмов оптических потерь, которые наблюдаются лишь при экстремально высоких температурах. Для этого исследовались многомодовые металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и диаметром кварцевой оболочки 200–300 мкм.



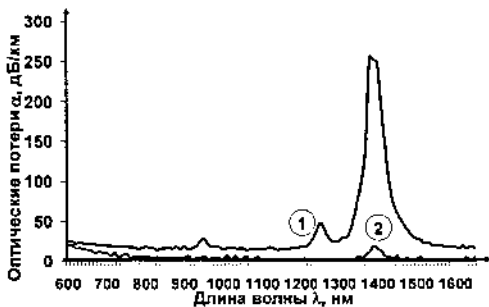


Рис. 13. Спектральные зависимости потерь металлизированных ОВ при температуре 700 °С: (1) – ОВ с высоким содержанием ОН – групп во внешней кварцевой оболочке, (2) – ОВ с низким содержанием ОН-групп во внешней кварцевой оболочке.

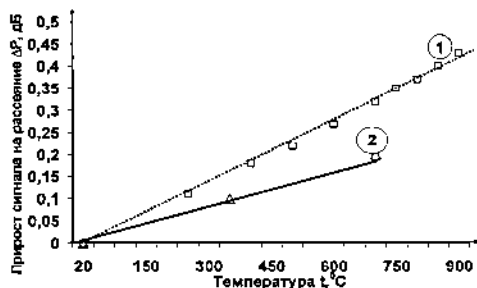


Рис. 14. Температурная зависимость величины прироста сигнала обратного рассеяния в металлизированных ОВ с содержанием  $\text{GeO}_2$  в сердцевине: (1) 18 моль % ( $\Delta n=0.026$ ), (2) 13 моль % ( $\Delta n=0.020$ ) ММ рефлектометр Anritsu MW98A,  $\lambda=1.3$  мкм.

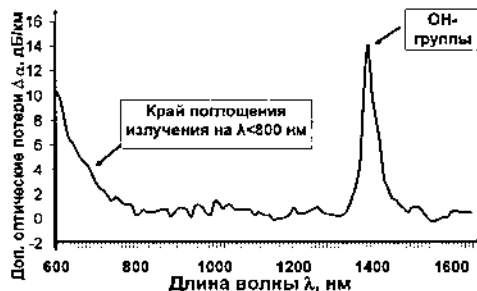


Рис. 15. Приращение оптических потерь в металлизированном ОВ с внешним диаметром 230 мкм при его нагреве от 20 до 700 °С.

Было показано, что при температурах  $t > 600$  °С значительно ускоряется процесс диффузии ОН-групп из светоотражающей оболочки (рис. 13). По этой причине в качестве опорной трубы следует использовать стекла с низким начальным содержанием ОН-групп (Heraeus F-300), а также производить жакетирование заготовок с использованием электропечи.

В металлизированных ОВ при высоких температурах наблюдался прирост сигнала обратного рассеяния [5, 13] (рис. 14). Величина прироста сигнала обратного рассеяния в металлизированном ОВ зависит как от температуры, так и концентрации легирующей примеси в сердцевине световода. Так, в металлизированном ОВ с  $\Delta n=0.026$  в области нагрева при температуре  $t=950$  °С наблюдается увеличение сигнала обратного рассеяния величиной  $\Delta P=0.45$  дБ на  $\lambda=1300$  нм по сравнению с областью, которая не подвергается нагреву. Обнаружено, что у оптических волокон с покрытием из металла при их нагреве до 700 °С наблюдается рост потерь в области спектра

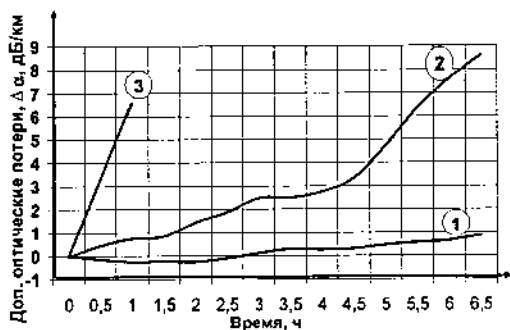


Рис. 16. Зависимость дополнительных оптических потерь на  $\lambda=1300$  нм в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава от времени выдержки при температуре  $700^{\circ}\text{C}$ : (1) диаметр 300 мкм (толщина покрытия 40 мкм); (2) диаметр 230 мкм (толщина покрытия 20 мкм); (3) диаметр 200 мкм, (толщина покрытия 25 мкм); ММ рефлектометр,  $\lambda=1,3$  мкм.

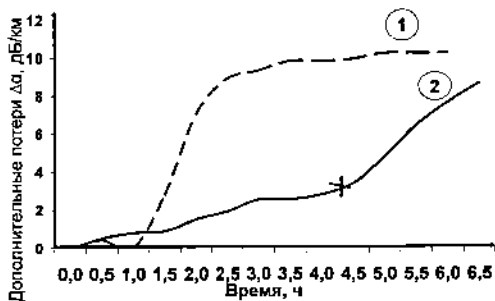


Рис. 17. Зависимости величины дополнительных потерь на  $\lambda=1300$  нм от времени выдержки при различных температурах: (1)  $800^{\circ}\text{C}$ ; (2)  $700^{\circ}\text{C}$ . X — характерное время выдержки, после которой наблюдалось заметное увеличение дополнительных потерь на ОН-группах ( $\lambda=1,39$  мкм); ММ рефлектометр,  $\lambda=1300$  нм.

диаметр, так и температура, при которой эксплуатируется металлизированное ОВ (см. рис. 16, 17). Дальнейшее охлаждение металлизированных ОВ, которые исследовались в данной работе, с  $t=700-800^{\circ}\text{C}$  до  $t=400^{\circ}\text{C}$  в течение одного часа приводят к катастрофическому увеличению микроизгибных оптических потерь до  $\alpha>40$  дБ/км на  $\lambda=1300$  нм, а также разрушению металлизированных ОВ диаметром менее 300 мкм.

$\lambda < 800$  нм, потери на микроизгибах, а также увеличение оптических потерь на ОН-группах (см. рис. 15).

Показано, что рост потерь в области спектра  $\lambda<800$  нм частично вызван ростом оптических потерь излучения на рассеянии Рэлея. Это подтверждается увеличением сигнала обратного рассеяния в металлизированном ОВ при его нагреве. Экспериментально показано, что металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава могут эксплуатироваться при температурах  $t=700-800^{\circ}\text{C}$ . При этом продолжительность эксплуатации ограничивается скоростью окисления металлического покрытия, которое вызывает увеличение покрытия в размерах и приводит к увеличению микроизгибных оптических потерь. На работоспособность металлизированных ОВ при высоких температурах влияет как

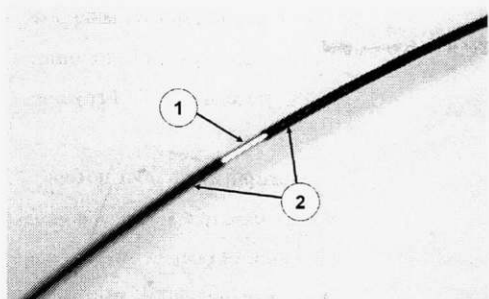
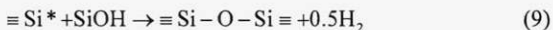


Рис. 18. Фотография внешнего вида металлизированного ОВ с покрытием из медного сплава подвергнутое нагреву до 700 °С в течение 7 час со светоотражающей оболочкой диаметром 300 мкм: (1) ОВ с углеродным подслоем (покрытие удалено после термоиспытания), (2) окислившаяся оболочка из медного сплава.

Фотография отрезка металлизированного ОВ диаметром 300 мкм и толщиной покрытия 40 мкм, после выдерживания в течение 6.5 час при температуре 700 °С представлена на рис. 18. Данное ОВ после термического испытания не разрушилось в отличие от ОВ диаметром 230 мкм и толщиной металлического покрытия 25 мкм и в этом ОВ сохранился углеродный подслоем толщиной 20 нм (рис. 18, поз. 1).

Кроме того, было обнаружено, что в металлизированных ОВ при температурах  $t > 800$  °С отсутствует значительное увеличение оптических потерь на ОН-группах (см. рис. 17). Установлено, что при  $t > 800$  °С уровень дополнительных оптических потерь на Si-OH составлял ~20 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм, хотя при  $t = 700$  °С, уровень оптических потерь составлял величину ~120 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм за то же время экспозиции. Предполагается, что это происходит вследствие химической реакции удаления ОН-групп [14]:



Реакция (9) может протекать лишь при достаточно высоком количестве  $\text{E}'$ -центров, которые образуются при высокой температуре. Для  $\text{E}'$ -центров (связи  $\equiv \text{Si}^*$ ) характерно поглощение на длинах волн  $\lambda = 212$  и 450 нм. Об образовании  $\text{E}'$ -центров может свидетельствовать рост оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах  $t > 700$  °С в области длин волн  $\lambda < 800$  нм, который был показан на рис. 15, о чём прямо указывается в работе [5].

Также выполнялся нагрев многомодового металлизированного диаметром 230 мкм с 700 до 950 °С (рис. 19). Шаг нагрева 50 °С, время шага нагрева 10 мин, время выдержки при заданной температуре 10 мин. Начальные потери для данного ОВ при  $t = 20$  °С показаны на рис. 5. В данных условиях металлизированное ОВ выстояло при температуре 950 °С в течение 10 мин. При этом уровень оптических потерь составлял величину  $\alpha < 10$  дБ/км в области  $\lambda = 800 - 1600$  нм. Кроме того при  $t > 700$  °С не наблю-

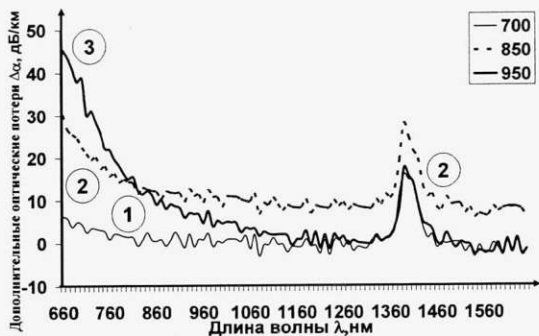


Рис. 19. Спектральные зависимости дополнительных оптических потерь (относительно  $20^{\circ}\text{C}$ ) при (1)  $700^{\circ}\text{C}$ , (2)  $850^{\circ}\text{C}$  (3)  $950^{\circ}\text{C}$  в металлизированном ОВ диаметром 230 мкм. Спектраллизатор YORK S15

дается увеличение оптических потерь на ОН-группах. При дальнейшем нагреве металлизированное ОВ разрушилось.

В заключение было показано, что применение металлизированных ОВ типа кварц-кварц при высоких температурах ограничивается фоновым тепловым излучением [15], которое может

влиять на измерение полезного сигнала и должно учитываться при измерениях. Этот эффект наиболее заметен при температурах  $t > 800^{\circ}\text{C}$  в металлизированных ОВ с большой площадью сердцевины. Однако этот эффект может быть применено для высокотемпературных ВОД антенного типа, которые позволяют измерять температуру в области  $t = 300\text{--}1200^{\circ}\text{C}$  с точностью 1% [16].

## ВЫВОДЫ

1. Впервые показано, что в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия при нагреве в воздухе при  $t > 300^{\circ}\text{C}$  происходит заметное увеличение потерь на ОН-группах (90 дБ/км на  $\lambda = 1.389$  мкм) и молекулярном водороде (18 дБ/км на  $\lambda = 1.24$  мкм). Напротив, в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава уровень дополнительных потерь при тех же условиях составляет величину 6 дБ/км на  $\lambda = 1.389$  мкм. Причина такого отличия — генерация молекулярного водорода в процессе окисления алюминиевого покрытия в парах воды из воздушной среды с последующей диффузией молекулярного водорода в световедущую сердцевину ОВ. В случае использования ОВ с покрытием из алюминия при высоких температурах ( $t > 250^{\circ}\text{C}$ ) следует выбирать рабочую длину волны излучения, лежащую вне спектра ОН-групп, или использовать металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава.
2. Показано, что при изготовлении металлизированных ОВ с покрытием из алюминия следует отказаться от использования примеси  $\text{P}_2\text{O}_5$  для легирования световедущей сердцевины ОВ.

3. Установлено, что для минимизации микроизгибных потерь в металлизированных ОВ из-за окисления металлического покрытия ОВ при его нагреве в качестве покрытий ОВ необходимо использовать медно-алюминиевый сплав вместо чистой меди. Кроме того, разность ПП сердцевина-оболочка ( $\Delta n$ ) должна составлять величину  $\Delta n \geq 0.03$ , а толщина ОВ должна находиться в диапазоне значений 230–300 мкм.
4. Показано, что для создания металлизированных ОВ следует использовать современные кварцевые стекла с низким начальным уровнем концентрации примесей ОН-групп (Heraeus F-300, -500), а также использовать электропечь вместо кислородно-водородной горелки для жакетирования исходной кварцевой заготовки.
5. Экспериментально установлено, что металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и германо-силикатной сердцевиной могут эксплуатироваться при температурах 700–800 °С до 8 час с уровнем оптических потерь  $\alpha < 10$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. Данные ОВ пригодны для практического применения в системах жизнеобеспечения.

Автор благодарит коллектив лаборатории №226 ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН и лично зав. лаборатории №226 д.х.н. Г.А. Иванова и с.н.с. И.Л. Воробьева за изготовленные и предоставленные для исследования образцы металлизированных оптических волокон, а также Borut Lenardic из OptaCore d.o.o., Люблина, Словения за изготовление ряда экспериментальных заготовок.

#### СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. А.В. Листвиц, В.Н. Листвиц. Оптические световоды для линий связи. М.: Лесарарт, 2003, 288с.
2. В.Д. Бурков, Г.А. Ивалов. Физико-технологические основы волоконно-оптической техники. М.: МГУЛ, 2007.
3. Robert W. Filas. Metallization of silica optical fibers. Materials Research Society Symposium Proceedings, 1998, vol. 531, pp. 263-272.
4. Alexis Mendez, T.F.Morse. Specialty Optical Fibres Handbook. Academic Press, 2007, 841 p.
5. Takao Shiota, Hiroshi Hidaka, Osamu Fukuda, Koichi Inada. High Temperature Effects of Aluminum-Coated Fibers. J. Lightwave Techn., 1986, Vol. 4, No. 8., pp. 1151-1156.
6. V.A. Bogatyryov, E.M.Dianov, A.S. Biriukov, A.S. Sysoliatin, A.A. Voronov, V.V. Khitun, A.G. Mun Hyun Do, Jin Han Kim. Performance of high-strength Cu-coated fibers at high temperatures. Opt. Fiber Commun. OFC 97. 16-21 Feb 1997, pp. 182-183.
7. Б. Ленардич, В.А. Исаев. О параметрах современных световодов, изготовленных по технологии MCVD. Фотон-Экспресс, 2005, т.48, №8, стр. 30.
8. А.Ф. Косолапов, С.Л. Семенов. Работоспособность волоконных световодов в экстремальных условиях эксплуатации. Препринт ИЦВО РАН, 2006, №12.
9. Р. Хоникомб. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972, 408 с.
10. Лекко В.К. Мазурин О.В. Свойства кварцевого стекла. Л.: Наука, 1985, 166 с.

11. Б.С. Лунин, С.Н. Торбин. О температурной зависимости модуля Юнга чистых кварцевых стекол. Вестник Моск. университета, Сер. 2. Химия. 2000. Т. 41. № 3, стр. 172-173.
12. Смирягин А.П. Промышленные цветные металлы и сплавы. М.: Металлургиздат, 1956, 561 с.
13. Фабелинский И.Л. Молекулярное рассеяние света. М.: Наука, 1965.
14. Богданова О.Ю., Ерошян М.А., Кондрачев Ю.Н. Влияние водородсодержащих примесей в исходных материалах на оптическое поглощение кварцевых световодов. Физика и химия стекла, 1989, т.15, № 6, с. 895.
15. Матвеев А.Н. Оптика. М.: Высшая школа, 1985. 351 с.
16. Окоси Т., Окамото К., Оду М., Нисихара Х., Кюма К., Хататэ К. Волоконно-оптические датчики. Пер. с япон.- Л: Энергоатомиздат, 1990, 256 стр.

### ПУБЛИКАЦИИ

1. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский. Влияние металлического покрытия на оптические потери при отжиге волоконных световодов. Письма в ЖТФ, 2009, том 35, вып. №8 стр. 41-47.
2. Попов С.М. Влияние металлического покрытия на оптические потери при отжиге волоконных световодов. Нелинейный мир, 2009, том 7, вып. №7, стр. 184-185.
3. Попов С.М. Оптические потери световодов с покрытием из меди или алюминия при высоких температурах. Нелинейный мир, 2010, том 8, вып. №2, стр. 87-88
4. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Б. Ленардич, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский. Потери на поглощении света при высоких температурах в оптических волокнах с покрытием из алюминия или меди. Радиотехника и электроника, 2011, том 56, вып. №1, стр. 103-110.
5. S.M. Popov, V.V. Voloshin, I.L. Vorobyov, G.A. Ivanov, A.O. Kolosovskii, V.A. Isaev, Y.K. Chamorovskii. Optical loss of metal coated optical fibers at temperatures up to 800 °C. Optical Memory and Neural Networks (Information Optics), 2012, Vol. 21, No. 1, pp. 45-51
6. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Б. Ленардич, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский. Потери на поглощении света при высоких температурах в оптических волокнах. Спецвыпуск "Фотон-экспресс" Наука. Тезисы докладов Всероссийской конференции по волоконной оптике, г. Пермь, 8-9 октября 2009 г., стр. 15-16
7. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Б. Ленардич, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский. Высокотемпературное металлизированное оптическое волокно. Москва: Труды РНТОРЭС им. А.С. Попова, 2010, стр. 152-154.
8. С.М. Попов, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Ю.К. Чаморовский. Высокотемпературные оптические волокна с покрытием из металла. Минск: Материалы VIII Международной научно-технической конференции «Квантовая электроника», 2010, стр. 122-124
9. С.М. Попов, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Ю.К. Чаморовский. Оптические потери металлизированных оптических волокон при температурах до 800 °С. Санкт-Петербург: Тезисы докладов конференции «Лазеры, измерения, информация». 7-9 июня 2011 г., 2011, стр. 15-16.
10. С.М. Попов, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Ю.К. Чаморовский. Оптические потери металлизированных оптических волокон при температурах до 800 °С. Сборник докладов 21 Международной конференции «Лазеры, измерения, информация». Санкт-Петербург, 7-9 июня 2011 г., 2011, том 2, стр. 235-249.
11. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Б. Ленардич, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский. Высокотемпературные оптические волокна с покрытием из меди. Спецвыпуск «Фотон-экспресс» Наука. Тезисы докладов Всероссийской конференции по волоконной оптике. г. Пермь 12-14 октября 2011 г., стр. 191-192.

Подписано в печать: 23.08.2012  
Объем: 1,0 усл.п.л.  
Тираж: 100 экз. Заказ № 607  
Отпечатано в типографии «Реглет»  
119526, г. Москва, ул. Рождественка, д. 5/7, стр. 1  
(495) 623-93-06; [www.reglet.ru](http://www.reglet.ru)