

Фрязинский филиал Федерального Государственного бюджетного  
учреждения науки Института радиотехники и электроники  
им. В.А. Котельникова Российской академии наук

На правах рукописи

Попов Сергей Михайлович

**Влияние высоких температур на оптические потери в  
волоконных световодах с металлическими покрытиями**

Специальность 01.04.21 – лазерная физика

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель  
Кандидат физико-математических наук  
Старший научный сотрудник  
Ю.К. Чаморовский

Москва - 2012 г.

## Список условных сокращений:

ВОД – волоконно-оптический датчик

ВОЛС – волоконно-оптическая линия связи

ВП – высокотемпературная печь

КЛТР – коэффициент линейного температурного расширения

ОВ – оптическое волокно

ОП – оптический переключатель

ОР (OTDR) - оптический рефлектометр

ППП – профиль показателя преломления

разность ПП ( $\Delta n$ ) – разность показателей преломления

СА – спектр-анализатор

СВ – стыковочное волокно

DTS – распределённая система измерения температуры

FCVD – модифицированное химическое осаждение с применением электропечи

MCVD – модифицированное химическое осаждение с применением кислородно-водородной горелки

ММ (G.651) – многомодовое оптическое волокно

ОН-группы – гидроксильные ионы

ppm – миллионная доля (единица измерения)

SM (G.652) – одномодовое оптическое волокно

SWE – край коротковолнового поглощения

## Содержание:

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1. Литературный обзор.....	17
§ 1.1 Оптические потери в металлизированных ОВ при высокой температуре.....	20
§ 1.2 Микроизгибные потери в металлизированных ОВ.....	21
§ 1.3 Оптические потери в ОВ вследствие насыщения световедущей сердцевины ОВ молекулярным водородом.....	30
§ 1.4 Другие механизмы изменения оптических параметров в ОВ при высоких температурах.....	36
§ 1.5 Выводы.....	40
ГЛАВА 2. Оптические потери металлизированных ОВ при температурах до 400 °С.....	41
§ 2.1. Влияние вида металлического покрытия (медь, алюминий) на оптические потери в металлизированных ОВ.....	42
§ 2.2. Край коротковолнового поглощения в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия.....	51
§ 2.3. Влияние среды, в которой производится нагрев, на рост оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия.....	53
§ 2.4 Стабильность во времени оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия и меди.....	58
2.5 Результаты и выводы.....	64
ГЛАВА 3. Оптические потери, связанные с микроизгибами ОВ.....	66
§ 3.1. Изменение микроизгибных оптических потерь при нагреве металлизированных ОВ с покрытием из меди и алюминия.....	66
§ 3.2. Зависимость величины прироста микроизгибных оптических потерь от температуры и термоциклирования.....	72
§ 3.3 Исследование причин необратимого роста оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из меди.....	75

§ 3.4 Моделирование характера изменения микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах.....	80
§ 3.5 Способы уменьшения уровня микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ.....	83
3.5.1 Влияние диаметра кварцевой оболочки ОВ на начальные потери в металлизированных ОВ (при комнатной температуре).....	84
3.5.2 Влияние диаметра кварцевой оболочки ОВ металлизированным покрытием на прирост микроизгибных потерь (при их нагреве).....	87
3.5.3. Влияние разности показателя преломления сердцевины и кварцевой оболочки на прирост микроизгибных потерь в металлизированных ОВ.....	91
3.5.4 Влияние состава металлического покрытия на прирост микроизгибных потерь при нагреве металлизированных ОВ.....	95
3.5.5. Влияние толщины металлического покрытия на микроизгибные потери при нагреве металлизированных ОВ.....	100
§ 3.6. Результаты и выводы.....	102
ГЛАВА 4. Оптические потери в металлизированных ОВ при температурах 500-950 °С.....	104
§ 4.1 Диффузия ОН-групп при температурах 500-700 °С.....	104
§ 4.2 Исследование величины оптических потерь в металлизированных ОВ при температуре 700 °С.....	108
§ 4.3 Исследование величины оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах более 700 °С.....	117
§ 4.4 Исследование величины сигнала обратного рассеяния в металлизированных ОВ при температурах до 950 °С.....	121
§ 4.5 Влияние теплового фона на измерение оптических потерь при высоких температурах.....	125
§ 4.6 Результаты и выводы.....	129
Заключение.....	131
Список используемой литературы.....	135

## Введение

За последние десятилетия волоконная оптика получила очень широкое распространение в различных областях науки и техники: телекоммуникациях, системах контроля и мониторинга, лазерной технике. В ряде важных применений оптических волокон, таких, например, как измерение и контроль при высоких температурах, системы жизнеобеспечения, передача высокой оптической мощности, ключевую роль начинают играть изменения их характеристик при повышенных температурах. Хорошо известно, что «обычные» оптические волокна (ОВ) предназначены для работы до 85 °С, при большей температуре происходит разрушение внешнего синтетического покрытия и, как следствие, самого ОВ. В тоже время от волоконно-оптических датчиков (ВОД) часто требуется измерять температуру в диапазоне от –100 °С до 1000 °С. Это необходимо потребителям в химической, нефтяной промышленности (т.н. “интеллектуальные” нефтяные скважины в рамках проектов фирм Schlumberger, Verrilon, Shell-Sensonet), ядерной промышленности, авиапромышленности, металлургии, геофизики (геотермальные скважины глубиной несколько километров, например Кольская сверхглубокая скважина для исследования литосферы земли), системах противопожарной безопасности (противопожарные системы Lios Technology) [1-3]. Но реально, в большинстве случаев максимальное значение измеряемых температур ограничивается до 400 °С. Это объясняется свойствами материалов (полимеров) покрывающих незащищенное ОВ. В результате этого обычные ОВ с покрытием из полимера не годятся для построения высокотемпературных ВОД [4, 5]. Кроме того, потребителям химической и нефтяной промышленности требуется устойчивость к воздействиям агрессивных сред при значительных температурах 300...500 °С. Решением этой проблемы является использование различных металлов (медь, алюминий, золото) [6] в качестве внешнего покрытия ОВ. Металлизированные ОВ способны не только работать

при высоких температурах, но обладают и другими полезными качествами такими как [7]:

- Герметичность, что позволяет достичь прочности ОВ близкой к предельной (~14 ГПа). Кроме того, считается, ввиду герметичности покрытия, что такие ОВ должны быть способны работать в среде с высокой концентрацией влаги (водяного пара) и газов, таких как водород, метан и т.д.
- Металлизированные ОВ могут быть полезны при передаче высокой мощности лазерного излучения (обычное полимерное покрытие может разрушаться и даже гореть при большой мощности передаваемого света вследствие рассеяния). Металлизированные волокна проще охлаждать в силу высокой теплопроводности металлических покрытий.
- Такие ОВ могут быть стерилизованы различными методами, например: паром, или гамма излучением.
- Их можно паять, что необходимо при фиксации волокна или при сопряжении (“пигтелировании”) волокна с другими оптическими элементами при высоком вакууме.
- Они могут работать в жестких условиях, таких как высокотемпературные среды, при ионизирующем излучении, в некоторых химически активных средах.
- Могут использоваться для обеспечения безопасности волоконно-оптических линий связи (ВОЛС). Использование в качестве ВОЛС металлизированного ОВ не позволяет осуществить съём передаваемой информации методом изгиба ОВ (“метод прищепки”- tapping method).

Коммерческие предложения в области металлизированных ОВ на рынке представлены фирмами Silicon Lightwave Technology Inc. (покрытия типа Ni/Au Pt/Au) и Moritex Optocom Company Corporation. При этом длина продаваемых ими металлизированных ОВ всего около одного метра и уровень ослабления сигнала ~ 0.2 дБ/м (200 дБ/км), что не пригодно, например, для построения распределённых длинных датчиков температуры. Ограничение на длину образцов вызвано особенностью технологии нанесения металлического

покрытия (напыления). Более длинные образцы, можно получить с помощью метода намораживания (протаскивания ОВ сразу после вытяжки, через металлический расплав). Образцы металлизированных ОВ, изготовленные по этой методике, предлагала фирма Fiberguide Industry. В качестве покрытия используется алюминий и золото с максимальной рабочей температурой 400 °С и 700 °С, соответственно. При этом длина образцов составляла величину 30-40 метров с уровнем оптических потерь 30...40 дБ/км на длине волны света  $\lambda = 1300$  нм. Однако к моменту начала данных исследований подробная информация об этих волокнах была вообще снята с интернет – сайта компании. В России металлизированные ОВ экспериментально производятся в Научном Центре Волоконной Оптики (НЦВО) РАН (покрытия: медь, алюминий, олово) а также в Государственном Оптическом Институте (ГОИ) им. С.И. Вавилова (покрытие из олова) - уровень оптических потерь 8-10 дБ/км на  $\lambda = 850$  нм. Однако подробной информации о затухании света в таких ОВ при высоких температурах не опубликовано.

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 распределённых системах измерения температуры (DTS системах).

При высокотемпературном применении металлизированных ОВ в них происходят различные процессы, которые приводят к изменению спектрального пропускания такого ОВ. Изучение оптических свойств металлизированных ОВ, 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  $t = -60...300$  °С [7]. Было показано, что основной вклад в оптические потери в металлизированных ОВ дают микроизгибные потери. Однако, как зависит уровень микроизгибных оптических потерь при высоких температурах от параметров структуры (внешнего диаметра, разность показателей преломления (ПП) сердцевина-оболочка, состав покрытия) не было представлено. Кроме того, в работе [7] прямо указывалось, что при температурах  $t > 300$  °С, наблюдается необратимое увеличение оптических потерь, что требует дальнейших исследований.

Оптические свойства металлизированных ОВ при более высоких температурах  $t > 300...400$  °С были представлены лишь двумя работами, одна из которых была сделана в 1986 г. [8] и касалась ОВ с покрытием из алюминия. Было показано, что у ОВ с покрытием из алюминия при высоких температурах наблюдается рост поглощения излучений в УФ - области спектра вследствие образования E'-центров окраски. Кроме того, данные ОВ характеризовались высоким начальным уровнем оптических потерь на ОН-группах (~100...1000 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм), что могло быть объяснено применением доступных в то время технологий изготовления заготовок из кварцевых стекол.

В другой работе (сделанной в 1997 г.) [9] экспериментально было показано, что ОВ с покрытием из меди (при температурах 700...800 °С) могут работать лишь в течение нескольких минут, ввиду быстрого роста оптических потерь (~70 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм). Однако объяснения этому явлению не было представлено. Таким образом, можно заключить, что на момент начала работы над диссертацией задача исследования дополнительных оптических потерь в

металлизированных ОВ при высоких температурах и путей их снижения не была полностью решена, и проблема оставалась открытой.

В данной работе используются как многомодовые (ММ) ОВ с градиентным профилем показателя преломления (ППП) и 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, так и электропечи. В качестве металлических покрытий ОВ использовались медь, алюминий и сплавы на их основе, которые могут быть дешёвой альтернативой золоту. Отдельно нужно отметить, что золото благодаря своим свойствам (пластичности, химической стойкости к окислению), является интересным материалом для покрытия ОВ. Однако из-за его дороговизны, технологических трудностей нанесения и плохой адгезии к поверхности ОВ, использование его в качестве защитного металлического покрытия затруднительно.

### **Цель данной 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 производится 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, толщина 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 изготовления 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 часов 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 свыше 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  $t = 200\text{--}250$  °С до  $t = 600\text{--}700$  °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  $\alpha = 50\text{--}100$  дБ/км при термоциклировании ОВ в интервале температур  $t = 20\text{--}400$  °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  $\lambda = 800\text{--}1600$  нм.

### **Апробация работы**

Основные материалы данной работы были представлены в следующих публикациях:

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**

Основные результаты диссертационной работа были представлены на Всероссийской конференции по волоконной оптике г. Пермь 2009 и 2011 г., конференции молодых учёных им. Анисимкина г. Москва в 2008 и 2009 г. 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.

1. 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 поглощения света при высоких температурах в оптических волокнах”, Спецвыпуск “Фотон-экспресс” наука: Тезисы докладов Всероссийской конференции по волоконной оптике 8-9 октября 2009 г, стр. 15-16
2. 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
3. С.М. Попов, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Ю.К. Чаморовский “ высокотемпературные оптические волокна с покрытием из металла”. Минск:

Материалы 8 Международной научно-технической конференции Квантовая Электроника, 2010, стр. 122-124

4. 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, стр. 15-16

5. 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: Сборник докладов 21-й международной конференции “Лазеры измерения информация 7-9 июня 2011 г.”, 2011, том 2, стр. 235-249

6. 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 12-14 октября 2011 г, стр. 191-192

#### **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 объем диссертации

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

В первой главе представлен обзор литературы, посвящённый как истории создания металлизированных волокон, так и исследованию различных механизмов увеличения оптических потерь в металлизированных ОВ. Рассмотрены фундаментальные механизмы оптических потерь: микроизгибные потери, потери на гидроксильных (ОН-) группах вследствие насыщения молекулярным водородом, рассеяние Рэлея, УФ - поглощение.

Вторая глава диссертации посвящена экспериментальному исследованию оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах до  $t = 400$  °С. Исследовано влияние типа покрытия (медно-алюминиевого сплава или чистого алюминия) на прирост оптических потерь ОН-групп при нагреве металлизированных ОВ до температуры  $t = 400$  °С. Также было исследовано влияние материала легирования сердцевины и среды, в которой производится отжиг, на величину оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия. Исследована стабильность величины оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и алюминия при выдерживании при комнатной температуре в течение 15 месяцев после вытяжки ОВ.

Третья глава посвящена исследованию микроизгибных оптических потерь в зависимости от температуры. Показан общий характер температурного изменения величины микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и алюминия (область увеличения,  $t = 20...400$  °С и уменьшения,  $t = 400...700$  °С микроизгибных потерь при нагреве). При термоциклировании металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава выделены температурные области обратимых ( $t = 20...200$  °С) и необратимых ( $t > 200$  °С) наведённых

микроизгибных оптических потерь. Данные области обратимых и необратимых оптических потерь, наведенных металлизацией, были объяснены с помощью расчётов пределов упругой и неупругой деформации металла покрытия. Произведена оценка влияния различных параметров металлизированного ОВ (разницы показателя преломления, внешнего диаметра, материала покрытия, толщины покрытия) на величину прироста микроизгибных оптических потерь при нагреве.

Четвёртая глава посвящена исследованию работоспособности металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при экстремально высоких температурах (более 600 °С). Исследовано влияние механизмов оптических потерь, которые становятся существенными лишь при экстремально высоких температурах. К таким механизмам относятся: диффузия ОН-групп из светоотражающей оболочки, окисление покрытия (приводящее к росту микроизгибных оптических потерь), рост рассеяния Рэлея, коротковолновое поглощение. Показано влияние высокотемпературного теплового фона на работоспособность измерительных систем построенных с применением металлизированных ОВ.

В заключении представлены основные результаты работы.

## Глава 1. Литературный обзор

Оптические волокна (ОВ) используются для передачи информации в волоконно-оптических линиях связи (ВОЛС), для получения информации в волоконно-оптических датчиках так и для передачи излучения от источника света к измерительной аппаратуре [4, 5]. Обычные ОВ с полимерным покрытием из уретанакрилатов позволяют работать лишь в сравнительно узком диапазоне температур  $-50...85$  °С [4, 5]. Использование ОВ в качестве соединительных линий для ВОД температуры требует рабочих температур до  $1000$  °С [5]. Оптические волокна с покрытиями из УФ - отверждаемых композиций позволяют расширить температурный диапазон до  $200$  °С [10]. Дальнейшее расширение температурного диапазона до  $400$  °С обеспечивают покрытия из высокотемпературных полимеров, что может быть недостаточно для некоторых областей использования таких ОВ. Кроме того, ОВ с полимерными покрытиями характеризуются недостаточной герметичностью. В качестве покрытий также предлагались ОВ с покрытием из силикона и эпоксиакрилата [11], однако такие покрытия способны работать при температурах не более  $200$  °С ввиду того, что при больших температурах происходит изменение в материале покрытия (отверждение) и наблюдается рост потерь в ИК-области спектра [12]. Поэтому для работы в условиях высоких температур было предложено использование металлов в качестве материалов для покрытий.

Существуют различные методы нанесения покрытий [6]:

1. Метод намораживания. Это способ, при котором вытягиваемое ОВ пропускают через ёмкость с жидким металлом. ОВ, проходя через жидкий металл, покрывается тонким ( $10-50$  микрон) слоем металла, который быстро охлаждается, образуя тонкую герметичную защитную плёнку.

2. Метод распыления в вакууме. Вытяжка и осаждение металлического покрытия осуществляется в изолированной вакуумной камере, где располагается нагретый источник металла. При этом скорость осаждения

достигает 0.6 мкм/мин, а толщина покрытия 0.01-0.5 мкм (в зависимости от металла).

3. Осаждение плазмой ионов – это процесс осаждения покрытия на ОВ в вакууме посредством пучка ионов. При этом первоначально вытягиваемое ОВ покрывается углеродом толщиной 0.06 мкм, а затем покрывается металлом (индий, олово) толщиной до 2 мкм. После этого вытягивается при скоростях до 8 метров/минуту.

4. Химическое нанесение осаждением из паров (CVD метод). В этом способе возможно нанесение покрытия во время процесса вытяжки. Для этого используется температурное разложение соединения, например  $Ni(CO)_4$ . В результате после вытяжки, получается покрытие толщиной до 3-5 мкм.

В настоящее время, по мнению автора, для нанесения металлического покрытия, наиболее перспективным является метод намораживания. Математическая модель процесса нанесения металлического покрытия представлена в работах [7, 13, 14], где показано, что толщина наносимого покрытия зависит от диаметра ОВ. Внешний вид конструкции металлизированного ОВ представлен на рис. 1:

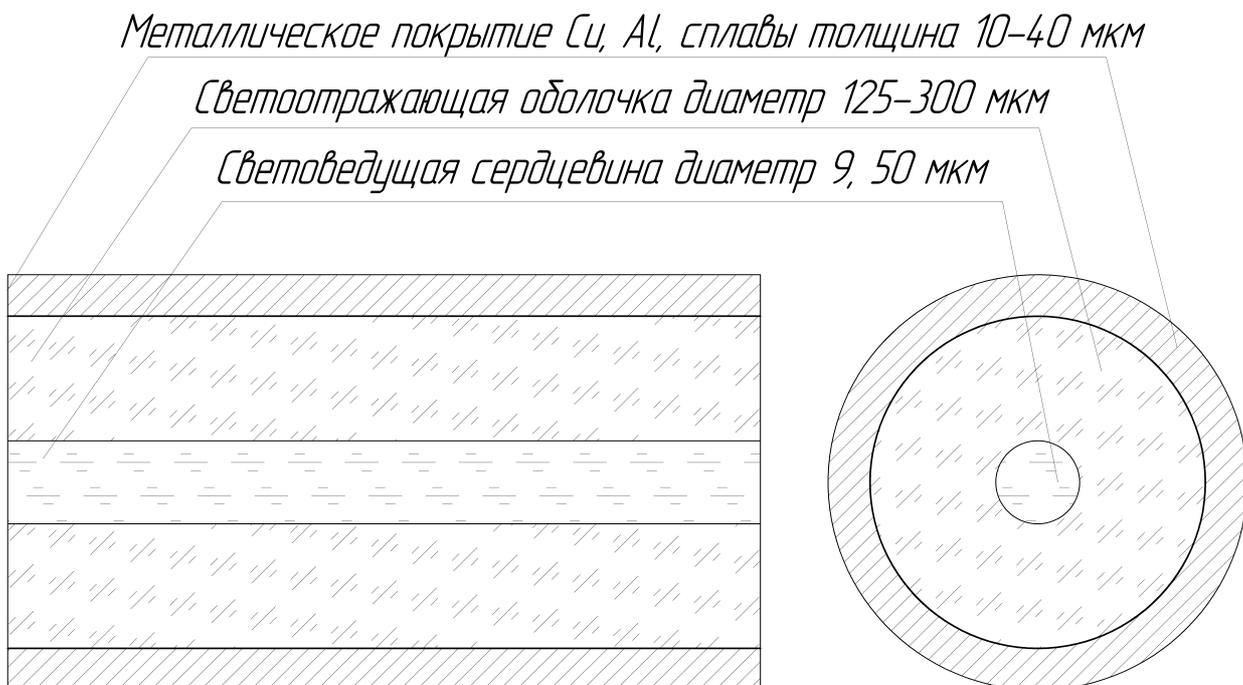


Рис. 1. Схема конструкции металлизированного ОВ

В качестве покрытий в этом методе могут быть использованы металлы с температурой плавления менее 1500 °С [7] т.е. в качестве покрытий могут быть использованы такие металлы как медь, серебро, золото, алюминий, олово, индий, никель или соответствующие сплавы. Впервые применение металлических покрытий стеклянных волокон с целью увеличения их прочности для строительного применения было предложено в 1964 г. [15]. Применение металлического покрытия из алюминия для ОВ относится к началу 80-х годов, однако такие ОВ имели меньшую прочность, чем ОВ с покрытием из полимера [9], что было обусловлено взаимодействием алюминиевого покрытия ОВ с кварцевым стеклом, согласно химической реакции (1) [16]:



Лишь в 1988 году. В ИОФАН были получены ОВ с покрытием из алюминия с прочностью 12-14 ГПа, что превышает прочность ОВ с покрытием из полимеров. Такой рост прочности ОВ был получен пиролитическим методом нанесением подслоя углерода под металлическое покрытие [7]. В работах [17 - 20] было проведено исследование прочности ОВ с покрытием из алюминия, как при стандартных условиях, так и при высоких температурах. В работах [7, 21, 22] была показана высокая устойчивость ОВ с покрытием из алюминия к ионизирующему излучению.

Первое металлизированное ОВ с покрытием из меди было изготовлено в ИОФ РАН в 1993 году [23]. Кроме меди в качестве покрытий применялись никель [24, 25] и олово [6, 26] а также благородные металлы [6, 7]. Исследование их надёжности представлено в работе [27]. Следует отметить, что у ОВ с покрытием из меди снижение прочности было вызвано интенсивным окислением покрытия при температурах более 300 °С, что требует его защиты от внешнего окисления. Кроме того, у ОВ с покрытием из меди при температурах более 800 °С наблюдается образование дефектов кварцевого стекла в результате кристаллизации стекла. Более того, имеет место

образование медных кластеров из-за диффузий ионов меди из медного покрытия ОВ в светоотражающую оболочку ОВ, что тоже ведёт к падению прочности ОВ с покрытием из меди [9]. Данный механизм уменьшения прочности металлизированного ОВ с покрытием из меди отличается от механизма уменьшения прочности металлизированных ОВ с покрытием из алюминия. В работе [28, 29] рассмотрены вопросы надёжности ОВ с покрытием из меди и никеля при высоких температурах порядка (600 °С). Было обнаружено, что при температурах в районе 600 °С наблюдается падение прочности металлизированных ОВ из-за процесса кристаллизации на границе кварцевого ОВ и металлического покрытия [28]. Кроме того, наблюдалось изменение во времени прочности металлизированных ОВ при нормальных условиях ( $t = 20$  °С) вследствие изменения механических свойств металлического покрытия, что отмечено в работе [30].

### **§ 1.1 Оптические потери в металлизированных ОВ при высокой температуре**

В металлизированном ОВ, работающем при высоких температурах, оптические потери можно разделить на следующие составляющие (2) [7, 8, 30]:

$$\alpha = \alpha_R + \alpha_{кв} + \alpha_{ик} + \alpha_{сер} + \alpha_{ми} + \alpha_{ОН} + \alpha_{пр} + \alpha_{вд} + \alpha_{Ge} + \alpha_{кр}, \quad (2)$$

где  $\alpha_R$  – рассеивание Рэлея, которое характеризуется зависимостью  $\sim \lambda^{-4}$ , дБ/км;  $\alpha_{кв}$  – коротковолновое (УФ) поглощение, дБ/км;  $\alpha_{ик}$  – инфракрасное поглощение, дБ/км;  $\alpha_{ми}$  – микроизгибное рассеяние, дБ/км;  $\alpha_{ОН}$  – поглощение излучения на ОН группах, дБ/км;  $\alpha_{пр}$  – поглощение излучения на различных красящих примесях, дБ/км;  $\alpha_{сер}$  – “серые потери” излучения, дБ/км;  $\alpha_{вд}$  – поглощение излучения на молекулярном водороде;  $\alpha_{Ge}$  – оптические потери от диффузии  $GeO_2$  в кварцевую оболочку, дБ/км;  $\alpha_{кр}$  – оптические потери на рассеяние вследствие кристаллизации кварцевого стекла, дБ/км.

Из ранее выполненных исследований известно, что основные составляющие роста потерь в металлизированных ОВ при их нагреве – микроизгибные потери, потери на ОН-группах и поглощение на молекулярном водороде [7, 8, 31].

## § 1.2 Микроизгибные потери в металлизированных ОВ

Сразу же после изготовления металлизированных ОВ методом намораживания было обнаружено, что ОВ с покрытием из металла имеют оптические потери значительно превышающие (более чем 100 дБ/км в области длин волн 800...1600 нм для металлизированных ОВ внешним диаметром 125 мкм) потери ОВ с полимерным покрытием [7, 8].

Почти сразу стало понятно, что причиной этого являются микроизгибные оптические потери, ввиду усадки металлического покрытия при его охлаждении от точки плавления до комнатной температуры. Причиной микроизгибных потерь являются следующие факторы: температурный коэффициент линейного расширения (КЛТР) металлов (медь  $16.5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ , алюминий  $23.03 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ ) значительно больше, чем у кварцевого стекла ( $0.57 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ ). Охлаждение металлизированного ОВ приводит к множественным изгибам оси ОВ с различными периодами  $\Lambda_1 \dots \Lambda_2$ . В ОВ с градиентным ППП, моды сердцевин (низких порядков – характеризующиеся малыми оптическими потерями) связываются между собой [32, 33], образуя геометрическое колебание с периодом  $\Lambda$ . Пространственная частота  $\Omega$  этого колебания определяется как разность констант распространения соседних мод ОВ:

$$\Omega = \beta_m - \beta_{m+1}, \quad (3)$$

где  $m$  – номер моды.

С точки зрения геометрической оптики периода колебания  $\Lambda$  – это расстояние между двумя последовательными точками полного внутреннего отражения конкретной моды.

В случае попадания периода колебания  $\Lambda$  в диапазон периодов колебаний  $\Lambda_1 \dots \Lambda_2$  оси ОВ, происходит высвечивание мод сердцевины (низких порядков) в моды оболочки (высоких порядков), которые характеризуются более высокими оптическими потерями. Это происходит вследствие того, что в месте изгиба изменяется угол наклона оси волокна к направлению волнового вектора.

Степень перекрытия спектров связи мод, в ОВ (период  $\Lambda$ ) и спектров периодов изгиба оси металлизированного ОВ (диапазон периодов  $\Lambda_1 \dots \Lambda_2$ ) определяет уровень микроизгибных оптических потерь в металлизированном ОВ (см. рис. 2).

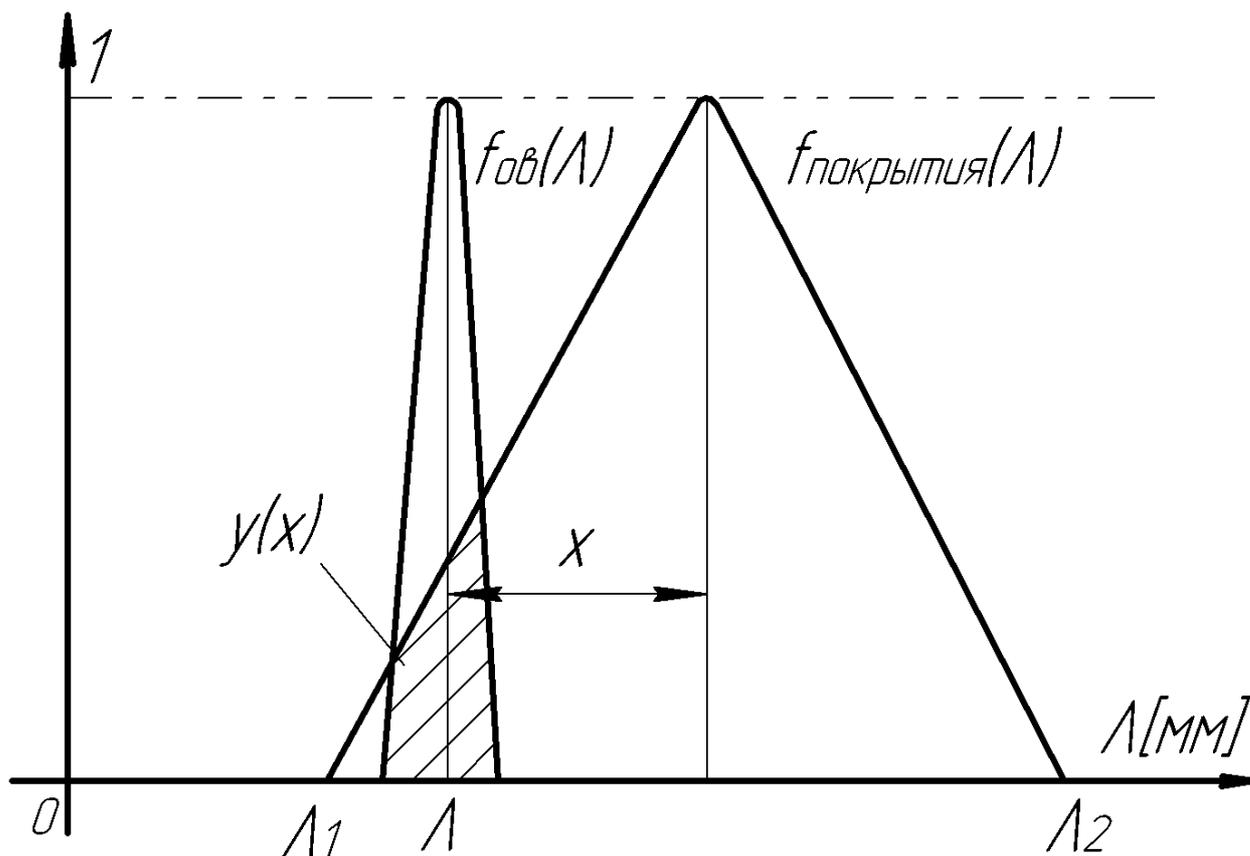


Рис. 2. Взаимодействие спектров связи мод  $\Lambda$  и покрытия металлизированного ОВ  $\Lambda_1 \dots \Lambda_2$ . (спектры нормированы к единице относительно наиболее вероятной величины).

Коэффициент перекрытия  $y(x)$  спектров связи мод  $\Lambda$  и периодов изгиба оси металлизированного ОВ  $\Lambda_1 \dots \Lambda_2$ , может быть представлен в виде свёртки функции:

$$y(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} f_{ov}(\Lambda) f_n(x - \Lambda) d\Lambda, \quad (4)$$

где  $f_{ov}$  – функция распределения периода связи мод, в сердцевине ОВ с градиентным ППП;  $f_n$  – функция распределения, периода изгибов оси металлизированного ОВ;  $x$  – расстояние между максимумами спектров, мм;  $L$  – период колебания, мм;

В работе [34] представлен расчёт длины связи мод у многомодовых ОВ с градиентным ППП, которой можно оценить по формуле (5):

$$\Lambda = \frac{2\pi a}{\sqrt{2\Delta n}}, \quad (5)$$

где  $L$  – расстояние между местами с одинаковым фазами, мкм;  $a$  – радиус сердцевины многомодового ОВ, мкм;  $\Delta n$  – разность п. п. сердцевины и оболочки ОВ.

Подставив данные,  $a = 25$  мкм и  $\Delta n = 0.014$ , в формулу (5) получим, что период связи мод составляет около 2 мм. При совпадении периодов изгибов и длины связи мод ОВ наблюдается резкое падение интенсивности излучения, что было продемонстрировано в работе [31].

Таким образом, можно заключить, что для уменьшения микроизгибных оптических потерь необходимо:

1. Не допускать наложение периодов связи мод (оптимизировать волноводные свойства металлизированного ОВ).
2. Минимизировать сами изгибы оси металлизированного ОВ (оптимизировать механические свойства покрытия металлизированного ОВ) (рис. 2), т.е. поддерживать параметр  $x$  в формуле (4) максимальным.

Оптимизация волноводных свойств достигается путём уменьшения величины  $\Lambda$ , что достигается с помощью:

- Уменьшения диаметра сердцевины металлизированного ОВ;
- Увеличения разности ПП сердцевина-оболочка  $\Delta n$ ;
- Подбора специального ППП;
- Уменьшение интеграла пространственного перекрытия площадей мод, что особенно важно в случае одномодовых ОВ (моды  $LP_{0,1}$  и  $LP_{1,1}$ );

Оптимизирование механических свойств покрытия достигается путём:

- Увеличения внешнего диаметра ОВ, который приводит к большей жесткости ОВ (увеличение радиуса изгиба оси ОВ);
- Специального покрытия у которого КЛТР и модуль Юнга максимально близки к кварцевому стеклу;

Следует отметить, что микроизгибные оптические потери также наблюдаются при охлаждении ОВ с покрытием из полимера, что было показано в работах [35-38].

Известно, что для многомодовых ОВ величины микроизгибных оптических потерь  $a_{\text{микро}}$  выражаются следующей зависимостью [5, 39, 40], полученной эмпирическим путём:

$$a_{\text{микро}} \sim c \frac{a^4}{b^6 \Delta n^{(2...3)}}, \quad (6)$$

где  $a$  – диаметр сердцевины ОВ, мкм;  $b$  – диаметр светотражающей оболочки ОВ, мкм;  $\Delta n$  – разность п. п. сердцевины и оболочки;  $c$  – масштабный коэффициент, дБ·м.

Как видно из (6), величина микроизгибных оптических потерь  $a_{\text{микро}}$  уменьшается при уменьшении диаметра световедущей сердцевины, увеличении диаметра светотражающей оболочки, а также при увеличении разницы

показателя преломления  $\Delta n$ . Уменьшение диаметра световедущей сердцевины приводит к уменьшению количества мод ОВ, что может быть неприемлемо для применения такого ОВ.

В работе [41] была представлена математическая модель, описывающая микроизгибные потери у ОВ с градиентным и W - образным ППП. Микроизгибные потери в многомодовых ОВ характеризуется равномерным распределением по спектру (т.н. “модовый шум” [5, 31, 42]) потерь [43].

В случае одномодовых ОВ – реализуется связь LP<sub>0,1</sub> и LP<sub>1,1</sub> мод. При этом оптические потери увеличиваются экспоненциально с длиной волны проходящего излучения [44]. В работе [45] рассмотрены основные параметры влияющие на микроизгибные потери  $\alpha_{\text{микр}}(\lambda)$  одномодового ОВ, и было показано, что основное влияние на величину микроизгибных потерь оказывает диаметр пятна поля моды (7) [4].

$$w = \frac{0.83\lambda}{\sqrt{2n\Delta n}}, \quad (7)$$

где  $\lambda$  – длина волны, нм; показатель преломления кварцевого стекла,  $n=1.458$ ;  $\Delta n$  – разность п. п. сердцевины и оболочки ОВ;

Спектральное изменение оптических потерь в одномодовом ОВ может быть представлено зависимостью (8):

$$\alpha_{\text{ми}}(\lambda) = a \exp(bw), \quad (8)$$

где  $\alpha_{\text{микр}}(\lambda)$  – микроизгибные потери, дБ/км;  $a$  - масштабный коэффициент, дБ/км;  $b$  - масштабный коэффициент, м<sup>-1</sup>;  $w$  – размер пятна моды, определяемой по формуле (7), м;

Физические причины микроизгибных оптических потерь следующие [7]:

- Высокие величины модулей Юнга металлов, близкие к кварцевому стеклу;
- Большая величина разности коэффициентов линейного температурного расширения (КЛТР) кварцевого стекла и металлического покрытия;
- Низкий предел пластической деформации чистых металлов (<10 МПа);

В работе [7] было показано, как на микроизгибные потери влияет внешний диаметр ОВ. Путём увеличения диаметра с 125 до 200 мкм в ОВ с покрытием из алюминия и апертурой  $NA = 0.2$  удалось снизить микроизгибные оптические потери с 20...100 дБ/км на 1300 нм до 8-10 дБ/км при температуре 20 °С (см. рисунок 3). В случае увеличения диаметра ОВ до 250 мкм потери более, нескольких дБ/км наблюдались лишь при температуре менее -30 °С. Кроме того, из (6) видно, что микроизгибные оптические потери зависят от разности ПП –  $\Delta n$ , т.е. числовой апертуры ОВ, которая записывается как:

$$NA = \sqrt{(n_{cp}^2 - n_{os}^2)} \approx \sqrt{2n\Delta n} \quad (9)$$

В работе [7] отмечается, что высокоапертурные ОВ практически не проявляют чрезмерных оптических потерь из-за микроизгибов. Однако, увеличение разницы показателей преломления (ПП) сердцевины и оболочки в случае легирования световедущей сердцевины приводит к росту рассеяния Рэлея из-за случайных флуктуаций концентрации на этой границе, что выражается в росте общего уровня потерь ОВ [5, 42].

В работах [46, 47] была предложена математическая модель, где выяснялось оптимальное соотношение толщин, коэффициентов линейного температурного расширения и модулей Юнга металлических покрытий с целью минимизации микроизгибных потерь в металлизированных ОВ. В работе [48] была предложена конструкция покрытия металлизированного ОВ, в котором металлическое покрытие было нанесено на буферный слой. Такая конструкция

ОВ с металлическим покрытием характеризовалась отсутствием микроизгибных потерь при температуре  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Другим способом снижения микроизгибных потерь является применение (в качестве покрытий металлизированных ОВ) благородных металлов в частности – золото, обладающее высокой пластичностью. Это позволяет компенсировать разность КЛТР в металлизированных ОВ и создавать ОВ, которые могут работать при температурах до  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Однако такие покрытия слишком дороги при производстве волокон больших длин и поэтому не исследовались в данной работе.

В работе [49] приведен результат влияния внешнего диаметра и ППП на микроизгибные потери. Показано, что наименьшие потери испытывает ОВ с прямоугольным ППП, т.н. “ступенька”. Однако применение прямоугольного ППП не всегда удобно, т.к. может сократиться полоса пропускания ОВ из-за увеличения волноводной дисперсии [4, 5]. Интересной работой с точки зрения уменьшения макро и микроизгибных потерь у ОВ является работа [50]. В этой работе, с помощью выбора специального ППП ОВ, удалось минимизировать макро и микроизгибные потери до приемлемого уровня, без сокращения полосы пропускания ОВ с полимерным покрытием.

Кроме зависимости микроизгибных потерь от волноводной структуры, микроизгибные потери в металлизированных ОВ сложным образом зависят от условий работы, а также от определённых температурных воздействий на металлизированное ОВ [7]. Например, перемотка металлизированного ОВ с одной катушки на другую может как увеличить, так и уменьшить дополнительные потери, в зависимости от условий перемотки (нагрузка при перемотке, диаметр роликов, диаметр катушки). Сообщается, что правильно выбранные режимы температурного циклирования в диапазоне от  $-20$  до  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  привели к сокращению микроизгибных потерь до  $0.1\text{ дБ/км}$  в многомодовом ОВ с алюминиевым покрытием (диаметр оболочки  $125\text{ мкм}$ ,  $NA = 0.2$ ). Дальнейшее температурное воздействие на это ОВ в диапазоне от  $5$  до  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$

дало дополнительные потери не более 0.2 дБ/км. Также сообщается, что дополнительные потери могут сильно зависеть от температурной предыстории.

Температурная область работы для каждого типа металлизированного ОВ может быть грубо разделена на три области [7, 51] (рис. 3):

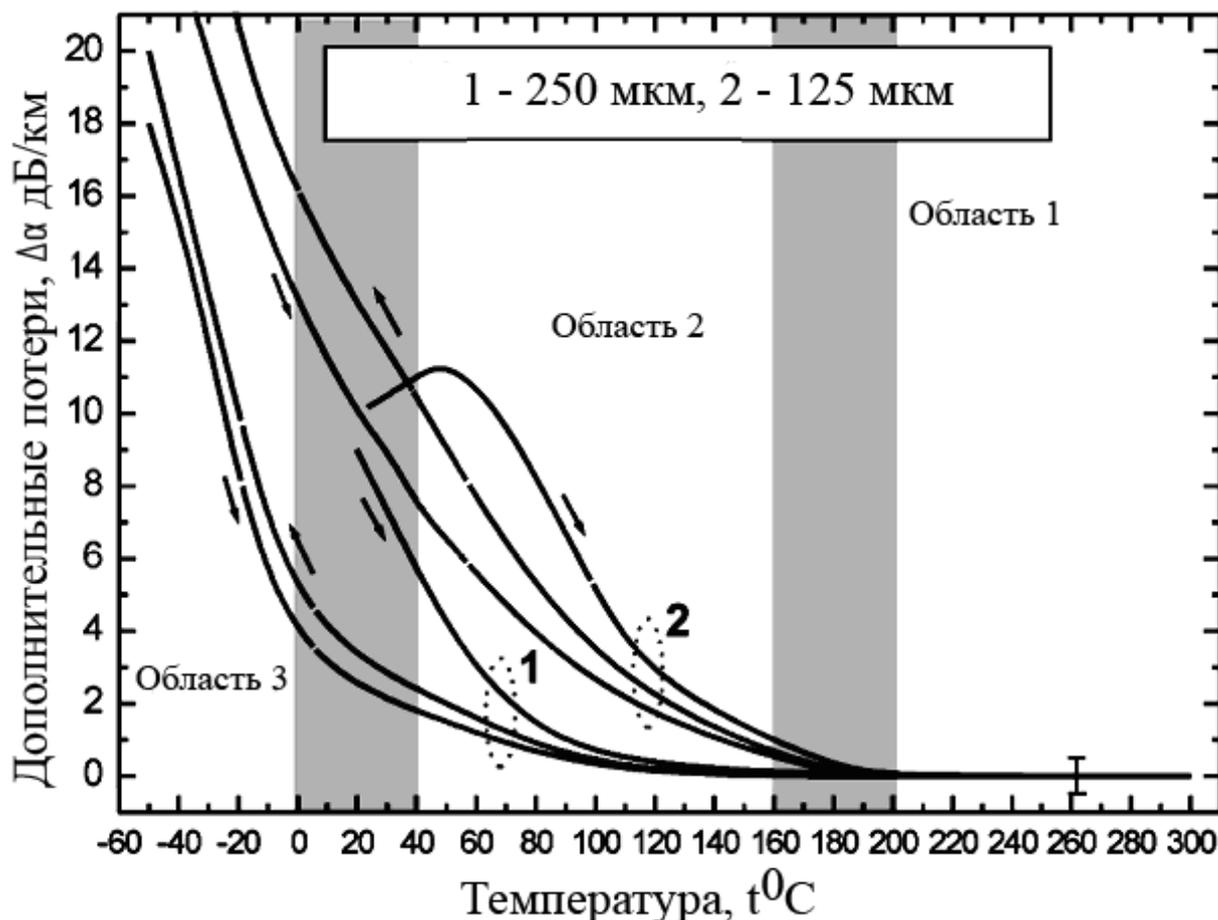


Рис. 3. Изменение величины микроизгибных оптических потерь в ОВ с покрытием из металла, в зависимости от температуры [7] с внешним диаметром: 1 – 250 мкм; 2 – 125 мкм

Область 1. Микроизгибные оптические потери в этой области не зависят от температурной предыстории и не превышают нескольких дБ/км для ряда металлов: Sn:  $t > 20$  °C; Pb:  $t > -10$  °C; Al  $t > 200$  °C; Cu:  $t > 200...250$  °C; Au:  $t > 150$  °C;

Область 2. Микроизгибные оптические потери зависят от температуры и температурной предыстории сложным способом. Потери уменьшаются до нескольких дБ/км (за время от одного часа и до одного месяца) для ряда металлов: Sn:  $t = -70 \dots -20$  °C; Pb:  $t = -50$  до  $-10$  °C; Al:  $t = 20 \dots 200$  °C; Cu:  $t = 20 \dots 250$  °C; Au:  $t = 20 \dots 150$  °C

Область 3. Уровень микроизгибных оптических потерь высок ( $>20-40$  дБ/км) и не меняется в ходе температурного отжига.

Из работы [7] следует, что границы области 2 хорошо согласуются с температурой рекристаллизации металлов Al:  $130 \dots 200$  °C, Cu:  $200 \dots 250$  °C, Au:  $160 \dots 200$  °C.

**Рекристаллизация** – термически активированный процесс, при котором происходит устранение дефектов структуры металла покрытия вследствие движений дислокаций (дефектов структуры) при нагреве, что приводит к их уничтожению. Кроме того, происходит миграция зёрен и восстановление их структуры. В результате появляется новая структура металла с очень низкой плотностью дислокаций, минимальными остаточными механическими напряжениями и минимальными микроизгибными потерями в ОБ [7].

Таким образом, уменьшение оптических потерь в области I (рис. 3) является следствием рекристаллизации материала покрытий. Температура рекристаллизации и скорость, с которой она происходит, сильно меняется в зависимости от определённой кристаллической структуры металла, композиции примесей, степени деформации и формы образца. Кроме того, температура рекристаллизации уменьшается с увеличением времени отжига. Также сообщается, что ОБ с поликристаллической структурой металлического покрытия имеют достаточно высокие потери и уменьшение их не так эффективно. По этой причине желательно покрывать ОБ монокристаллической структурой.

Кроме того, следует отметить экспериментальные результаты работы [52], полученные при отработке технологии получения металлизированных ОБ с покрытием из олова. Было замечено, что в получаемых образцах

металлизированных ОВ оптические потери тем меньше, чем выше степень равномерности покрытия и меньше его толщина. Пример, при снижении толщины покрытия ОВ с 3 мкм до 5 мкм начальные потери в многомодовом металлизированном ОВ упали с 10 до 4 дБ/км на  $\lambda = 850$  нм. Данное уменьшение толщины покрытия может быть достигнуто как увеличением температуры ОВ на входе в расплав, так и увеличением температуры расплава.

### **§ 1.3 Оптические потери в ОВ вследствие насыщения световедущей сердцевины ОВ молекулярным водородом**

Молекулярный водород является одним из основных источников роста оптических потерь в ОВ, при их эксплуатации при высоких температурах. Причиной этого является малый размер молекул водорода и, как следствие, высокий коэффициент диффузии в кварцевое стекло при значительных температурах (более 200 °С).

Впервые о росте потерь, обусловленным молекулярным водородом, сообщается в работе [33], где описывается установленная в 1979 году волоконно-оптическая линия связи. Обнаружено, что через два года в линии выросли оптические потери на длинах волн 1.24 и 1.39 мкм, причём на других длинах волн подобный рост потерь отсутствовал. Авторы работы связали этот факт с появлением в материале ОВ молекулярного водорода, ссылаясь при этом на работы [53, 54].

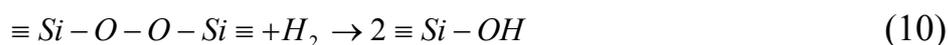
Основные линии поглощения молекулярного водорода на длинах волн  $\lambda = 1.083$  мкм,  $\lambda = 1.17$  мкм,  $\lambda = 1.24$  мкм [55-57] и  $\lambda = 2.42$  мкм, а также поглощение на длинах волн более 1550 нм. Длина волны поглощения 1.083 мкм неприятна тем, что она находится вблизи рабочей длины ( $\lambda = 1.06$  мкм) устройств имеющих в себе источник излучения на основе неодимового или иттербиевого волоконных лазеров. В частности, в распределённых системах измерения температуры (DTS), работающих на  $\lambda = 1.06$  мкм, линия поглощения

в  $\lambda = 1.083$  мкм попадает в область стоксовой и антистоксовой компоненты [58, 59] излучения DTS систем.

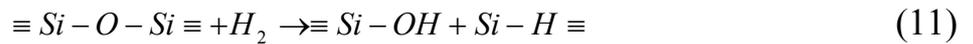
В работах [56, 60-62, 63 - 66] представлены результаты исследования оптических потерь в ОВ в среде водорода при высоких температурах. Из работ [56, 62] видно, что диффузия молекулярного водорода в кварцевое стекло сильно зависит от температуры. Время выравнивания концентрации молекулярного водорода по сечению ОВ падает с 36 дней при температуре 20 °С до 40 секунд при температуре 400 °С. В работе [64] отмечается, что оптические потери на молекулярном водороде обратимы, т.е. при удалении водорода оптические потери пропадают. Работа [67] посвящена взаимодействию водорода и его изотопа (дейтерия) с кварцевым стеклом, где приведены некоторые рекомендации по конструкции кабеля, устойчивого к проникновению молекулярного водорода.

При насыщении ОВ без покрытия молекулярный водород диффундирует в ОВ до световедущей сердцевины [60, 61, 68-71]. Активно взаимодействует с ней при температурах более 150 °С, образуя Si-OH связи (гидроксильные OH-группы) с длинами волн поглощения: 0.95, 1.24, 1.39 мкм) [72-75] и Ge-OH связи (рост поглощения на 1.41 мкм, что отмечено в работах [76, 77]). В случае легирования сердцевины световода азотом наблюдается рост оптических потерь на длине волны 1.505 мкм на N-H группах [71, 72]. В работе [76] исследована интенсивность взаимодействия водорода с сердцевиной, легированной GeO<sub>2</sub> при высокой степени легирования.

В работе [60] показано, что существуют два механизма образования гидроксильных (Si-OH) групп на пероксидных дефектах:



При отсутствии дефектов молекулярный водород соединяется непосредственно с решеткой кварцевого стекла согласно реакции (11) [60]:



Легирование сердцевины ОВ германием приводит к образованию связей Ge-OH и росту оптических потерь на длине волны 1.41 мкм [68]:



Кроме того, в работе [62] отмечается, что при насыщении водородом ОВ со световедущей сердцевиной, легированной германием, и воздействии высоких температур также появляется наведённое поглощение, простирающееся от УФ-области спектра до  $\lambda = 1000$  нм.

В работе [7] показано, что наличие примесей щелочных металлов (в основном ионов  $Na^+$  и  $K^+$ ) в ОВ, которое подвергается насыщению молекулярным водородом, приводит к увеличению оптических потерь в области длин волн более 1350 нм [7] по реакции (12).

В работах [63, 69, 79] было показано, что хорошей защитой от роста оптических потерь на ОН-группах в ОВ, работающих при высокой температуре, является отказ от использования легирующей примеси  $P_2O_5$  из-за большой скорости химической реакции между кварцевым стеклом и молекулярным водородом, если  $P_2O_5$  присутствует в световедущей сердцевине ОВ.

В работе [63] показано, что наиболее оптимальным решением получения ОВ с низкими потерями на ОН группах является ОВ с сердцевиной из чистого кварцевого стекла и с фторсиликатной светоотражающей оболочкой.

В ОВ с покрытием из силикона в нагреваемой воздушной атмосфере при температурах более 200 °С наблюдался рост потерь на ОН-связях, который был показан в работах [7, 54, 80, 81]. Кроме того, образование молекулярного водорода также наблюдалось и при нормальных условиях ( $t = 20$  °С) при взаимодействии полимерного покрытия ОВ с  $H_2O$ , что было показано в работах [82-84].

В работах [8, 31] было впервые показано увеличение оптических потерь на ОН- группах ( $\lambda = 950$  нм), в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия (при температурах до  $t = 600$  °С), изготовленного из осушенного кварцевого стекла с фторсиликатной оболочкой и внешним диаметром 125 мкм. Однако, что является источником молекулярного водорода, который вызывает поглощение на ОН- группах, так и не было указано.

В работах [63, 85-88] было показано, что хорошей защитой ОВ с полимерным покрытием от процесса диффузии молекулярного водорода является нанесение на кварцевое стекло дополнительного покрытия из углерода. Такое покрытие используется в качестве технологического для нанесения внешнего металлического покрытия с целью увеличения прочности.

В работе [89] приведены результаты исследования различных покрытий (металл, силикон, углерод) показывающие, что для применения при температурах 200 °С в среде с высокой концентрацией молекулярного водорода наиболее подходит металлизированное ОВ с покрытием из углерода. Однако прочность таких волокон падает с 9 ГПа (после вытяжки ОВ) до 1 ГПа (в течение нескольких часов, при  $t > 400$  °С). Причина этого процесса - взаимодействие углеродного покрытия с кварцевым стеклом ОВ [90] с образованием карбида кремния, по реакции (13):



что делает невозможным применения таких ОВ при высоких температурах.

В работе [91] впервые исследованы оптические свойства металлизированных ОВ с покрытием из алюминия в среде водорода. В работе [64] сообщается, что металлизированные ОВ с покрытием из алюминия характеризуются очень высокой сопротивляемостью к водороду. Вследствие образования очень герметичной плёнки оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Показано, что никакого заметного роста оптических потерь связанных с молекулярным водородом (при температуре  $t = 300$  °С и давлении 20 атмосфер) в течение 5

дней нет. Металлизированные ОВ с покрытием из меди показали крайне низкую стойкость к молекулярному водороду. Время выравнивания концентрации молекулярного водорода в ОВ для температуры  $t = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  составило 2 часа и 15 минут, соответственно.

Герметичные покрытия также необходимы для активных (легированных различными редкоземельными металлами) ОВ, которые должны быть как прочны механически, так и быть надёжно защищены от водорода [92].

Помимо внешних источников увеличения оптических потерь на ОН группах, следует назвать внутренние источники потерь у ОВ. Основные технологические причины роста потерь на ОН-группах (применительно к MCVD технологии) следующие [5, 68]:

1. Диффузия паров воды из атмосферы в газовую систему в случае ее негерметичности;
2. Диффузия паров воды и молекулярного водорода из пламени кислородно-водородной горелки в опорную кварцевую трубку;
3. Диффузия гидроксильных групп, содержащихся в кварцевой трубке, в светоотражающую оболочку и сердцевину;
4. наличие водородсодержащих веществ, находящихся в исходных галогенидах и кислороде, поступающих в трубку.

Из вышесказанного можно сделать следующий вывод, что для создания металлизированных ОВ должны быть использованы технологии, вносящие минимальное количество ОН-групп и молекулярного водорода на этапе изготовления заготовок. К таким относятся OVD, VAD [4,5] и SPCVD [93] технологии. Технология MCVD может применяться лишь при условии использования электропечи [94], вместо кислородно-водородной горелки. В качестве опорных труб должны использоваться трубы с минимальным начальным содержанием ОН групп. В работе [95] сообщается о технологии

изготовления кварцевого стекла с количеством ОН-групп менее 0.1 ppm. В частности, может быть использовано стекло Heraeus F-300 (500).

Кроме того, на величину начальных потерь сильно влияет влажность среды, в которой происходит вытяжка металлизированных ОВ. В работе [52] показано, что металлизированные ОВ, вытянутые в среде инертного газа, характеризуются меньшим уровнем начальных потерь на ОН- группах, чем металлизированные ОВ, вытянутые в воздушной среде.

Стоит отметить, что при введении в стекло ряда переходных металлов (т.н. “красящих примесей”), таких как Fe, Cu, Ni, Cr, V, Mn и Co, появляются полосы поглощения, расположенные от ближней ИК-области спектра (около 1 мкм) до ультрафиолетовой области спектра (около 0.35 мкм). Необходимо, чтобы содержание этих примесей в ОВ не превышало  $10^{-7}$  -  $10^{-8}$  масс. % [5]. Кроме того, насыщение ОВ молекулярным водородом приводит к восстановлению примесей и изменению их валентностей, что может привести к появлению новых спектральных линий поглощения металлов.

В заключении следует сказать, что насыщение ОВ молекулярным водородом имеет и положительную сторону. ОВ, насыщенное водородом, применяется в оптоволоконных датчиках. На их основе изготавливаются волоконные брегговские решётки [96]. Их периодическая структура создаётся путём облучения УФ лазером с предварительным насыщением ОВ молекулярным водородом [97]. Насыщение ОВ молекулярным водородом значительно повышает их фото-чувствительность в процессе записи брегговских решёток [98]. В работе [99] показана возможность покрытия ОВ (с записанными брегговскими решётками внутри) металлическим слоем, создавая тем самым герметичные оптоволоконные датчики, способные работать при температурах более 500 °С.

## § 1.4 Другие механизмы изменения оптических параметров в ОВ при высоких температурах

Помимо увеличения оптических потерь в ОВ при высоких температурах, из-за микроизгибов, металлического покрытия и диффузии молекулярного водорода, в ОВ с покрытием из алюминия, также наблюдалось увеличение сигнала обратного рассеяния [8, 31].

Было показано, что в ОВ с покрытием из алюминия хотя и наблюдалось увеличение сигнала обратного рассеяния, но его величина при температуре 600 °С составила всего лишь 0.3 дБ (рефлектометрический метод измерения,  $\lambda = 780$  нм), что показано на рис. 4. Обнаружено, что увеличение концентрации  $\text{GeO}_2$  приводит к нарастанию сигнала обратного рассеяния.

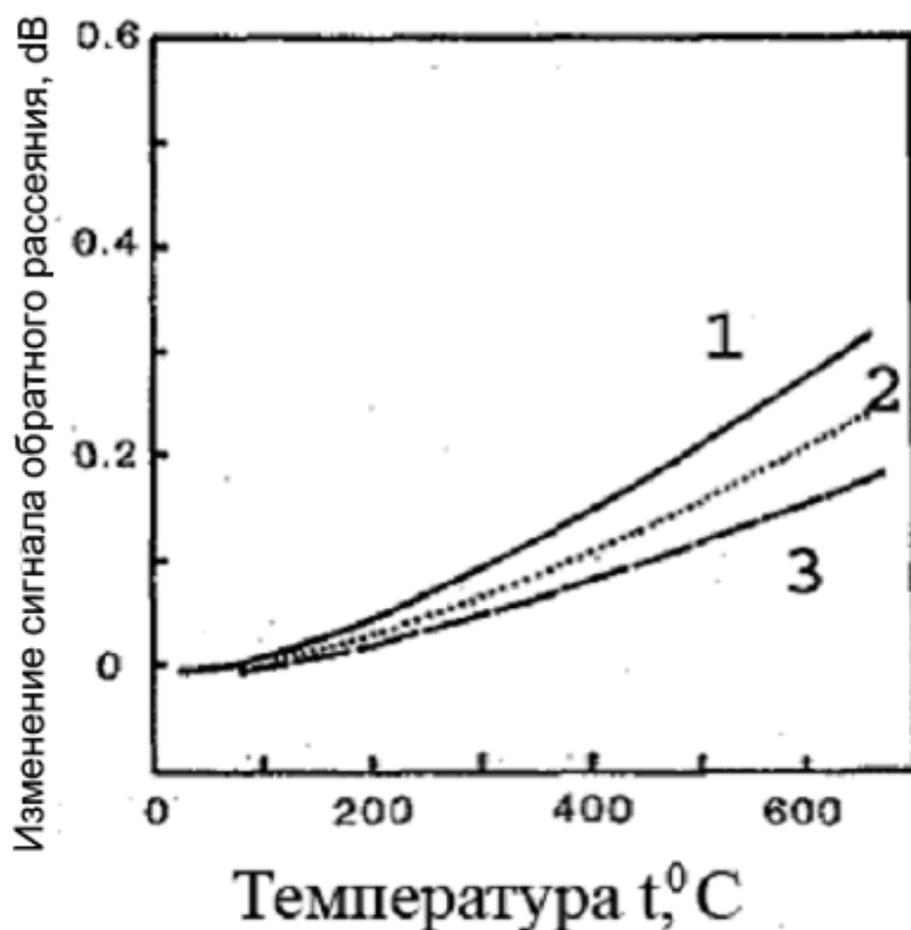


Рис. 4. Изменение сигнала обратного рассеяния в зависимости от температуры и материала сердцевины ОВ с покрытием из алюминия.

1 – 15%  $\text{GeO}_2$ ; 2 – 10%  $\text{GeO}_2$ , 3 - чистый кварц,  $\lambda = 780$  нм

Кроме того, в работах [8, 31] в ОВ с покрытием из алюминия при высоких температурах отмечалось поглощение излучения в коротковолновой области спектра. Было показано, что интенсивность данного поглощения зависит как от температуры нагрева ОВ, так и концентрации примеси  $\text{GeO}_2$  в световедущей сердцевине ОВ. Рост потерь в коротковолновой области спектра является результатом образования дефектных  $E'$  центров в сердцевине кварцевого стекла. На рис. 5 показана спектральная зависимость коротковолнового поглощения от концентрации примеси  $\text{GeO}_2$  при  $t = 340^\circ\text{C}$  [8, 31]. При этом данное увеличение оптических потерь отсутствовало в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия, со световедущей сердцевиной из чистого кварцевого стекла.

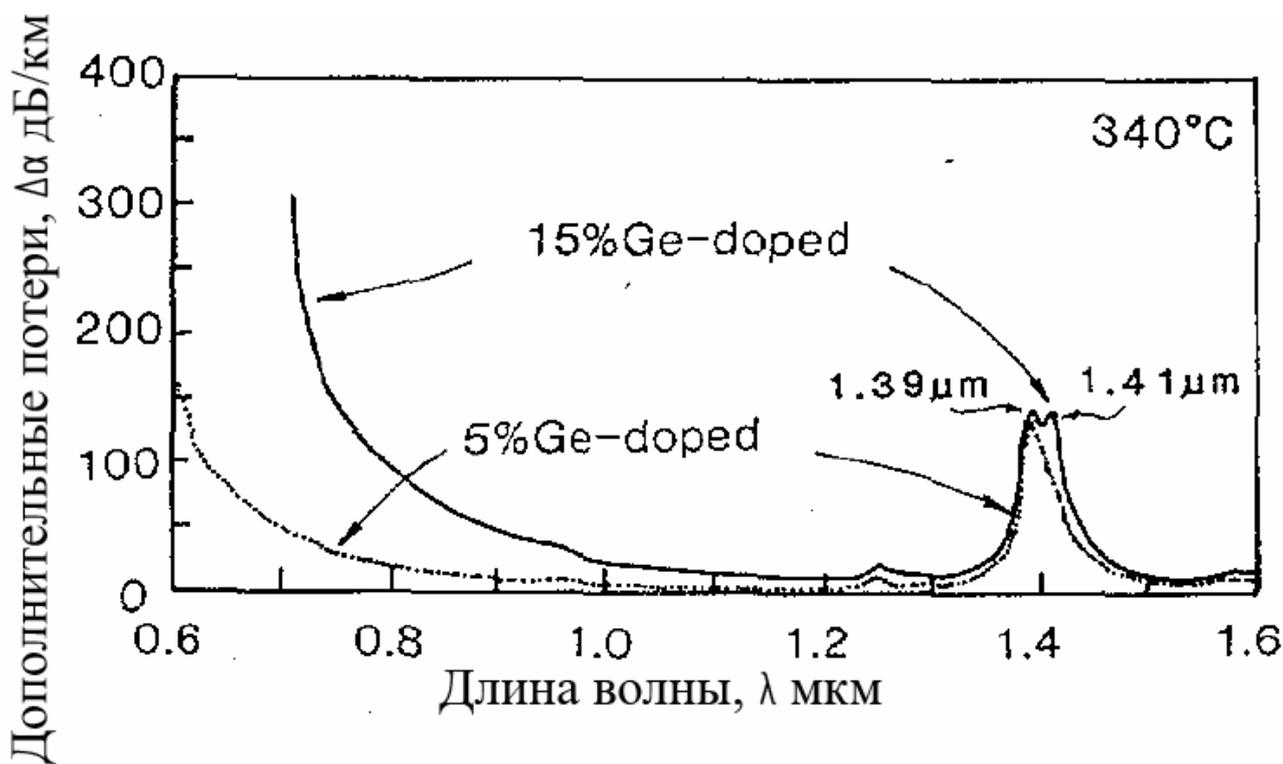


Рис. 5. Спектральная зависимость дополнительного поглощения в коротковолновой области от концентрации  $\text{GeO}_2$  при  $t = 340^\circ\text{C}$  ОВ с покрытием из алюминия [8, 31].

Достаточно хорошо известно [100, 101], что легирующая примесь  $\text{GeO}_2$ , хорошо диффундирует в кварцевом стекле при температурах  $t = 1500 \dots 2000$  °С. Коэффициент диффузии  $\text{GeO}_2$  в кварцевом стекле составляет величину:

$$D = A \exp\left(\frac{-E}{RT}\right), \quad (14)$$

где  $E=300$  кДж·моль<sup>-1</sup> – энергия активации процесса;  $A=2.4 \cdot 10^{-6}$  м<sup>2</sup>/сек масштабный коэффициент;  $T$  – температура, К;  $R=8.31441$  Дж·К<sup>-1</sup>·моль<sup>-1</sup> – универсальная газовая постоянная;

Влияние диффузии на ППП можно рассчитать по зависимости [100]:

$$N(r,t) = \operatorname{erf}\left(\frac{h+r}{2\sqrt{Dt}}\right) - \operatorname{erf}\left(\frac{r}{2\sqrt{Dt}}\right), \quad (15)$$

где  $\operatorname{erf}$  – математическая функция ошибки;  $h$  – диаметр ОВ, м;  $D$  – коэффициент диффузии, м<sup>2</sup>/сек,  $r$ – расстояние от сердцевины, м;  $t$ – время, сек.

Согласно (14) коэффициент диффузии при температурах  $t = 400 \dots 1000$  °С составляет величину  $D=10^{-22}-10^{-30}$  м<sup>2</sup>/сек. Подставив диаметр сердцевины ОВ, исследуемых в нашей работе, в (15) получим, что диффузия  $\text{GeO}_2$  при температурах  $t < 1000$  °С и времени 10 часов будет составлять менее 0.2 мкм, что находится в пределах точности изготовления световедущей сердцевины металлизированного ОВ.

Диффузия металла покрытия внешней оболочки в кварц, маловероятна из-за низкого коэффициента диффузии этих металлов, за исключением лишь некоторых щелочноземельных металлов, таких как Na и K и составляет величину  $D = 10^{-22} \dots 10^{-24}$  м<sup>2</sup> / сек, да и то при температурах  $t \sim 1000$  °С [102].

Кристаллизация кварцевого стекла также должна оказывать влияние на уровень оптических потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах. Причиной этого является переход кварцевого стекла из

аморфной структуры в кристаллическую структуру, что должно приводить к увеличению рассеяния света. Однако, этот процесс происходит лишь при температурах  $t > 1000$  °С, значительном времени выдержки (несколько часов), и происходит лишь на поверхности кварцевого стекла [28, 102].

В работах [8, 31, 103] отмечается интересный эффект в ОВ с покрытием из алюминия с низким содержанием ОН-групп и сердцевиной из чистого кварцевого стекла. Длина волны поглощения  $\lambda = 0.63$  мкм, присущая ОВ с полиамидным покрытием и обусловленная дефектами решетки кварцевого стекла, пропадает, из-за высокотемпературного отжига в металлизаторе и залечивания дефектов световедущей сердцевины ОВ.

В работе [104] изучались ОВ в условиях нагрева их до 1000 °С. Во время отжига ОВ при температуре 1000 °С, из-за ликвации и кристаллизации стекла наблюдалось увеличение деполяризации света. Это явление может быть использовано для создания деполяризующих ОВ. Кроме того, у ОВ подвергнутых нагреву, наблюдался рост фото-чувствительности при нанесении волоконных брегговских решёток.

## § 1.5 Выводы

1.1. В литературных источниках 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 проведенный литературный обзор можно предположить, что основными механизмами поглощения излучения в металлизированных ОВ, при высоких температурах ( $t > 300$  °С), будут следующие: микроизгибные оптические потери, поглощение на ОН-группах, поглощение на молекулярном водороде.

1.2. Отсутствует информация о влиянии среды, в которой производится нагрев металлизированных ОВ, на величину оптических потерь при высоких температурах.

1.3. 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.

1.4. В работе [7] утверждается, что для ОВ с покрытием из металла рост оптических потерь, при температурах  $t > 300$  °С, имеет необратимый характер и нуждается в проверке.

## Глава 2. Оптические потери металлизированных ОВ при температурах до 400 °С

В этой главе диссертации экспериментально исследовано влияние типа металла покрытия на прирост оптических потерь на ОН-группах при нагреве металлизированных ОВ до температуры  $t = 400$  °С. Также было исследовано влияние материала легирования сердцевины и среды, в которой производится нагрев, на величину оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из чистого алюминия. Кроме того, была 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. Для проведения измерений была собрана экспериментальная установка, схема которой приведена на рис. 6.

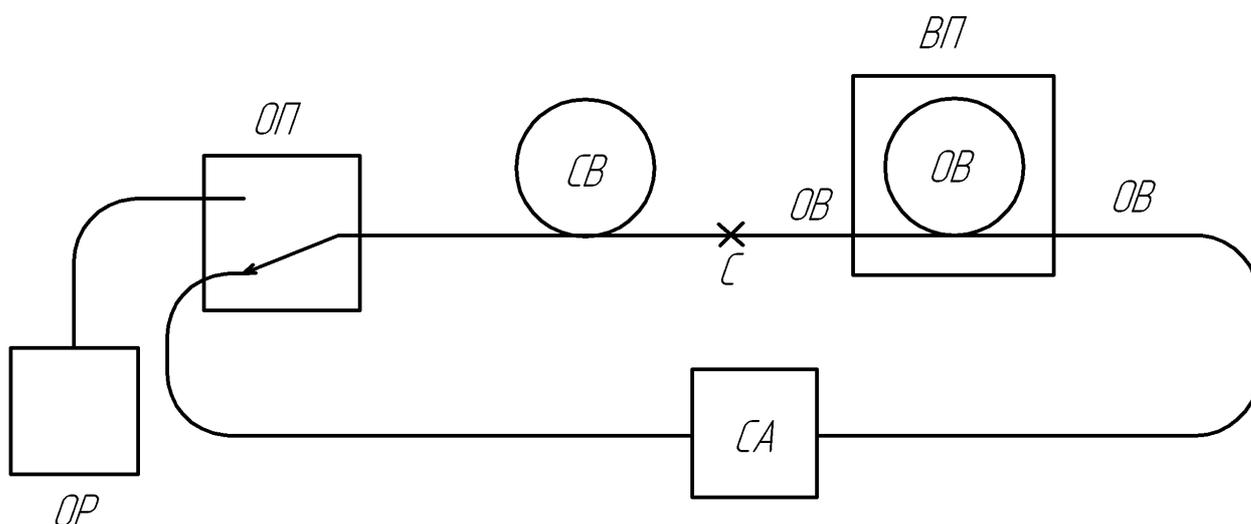


Рис. 6. Блок-схема установки для измерения оптических потерь в металлизированных ОВ при высокой температуре.

Металлизированное ОВ (ОВ), было помещено в высокотемпературную печь (ВП). ОВ сваривалось в точке (С) с дополнительной катушкой стыковочного волокна (СВ) типа G.651 или G.652 (многомодовое или одномодовое ОВ - в зависимости от типа исследуемого металлизированного

ОВ) с целью получения стационарного модового состава излучения и корректности измерений. Сварка двух данных волокон выполнялась несколько раз с целью получения минимальных оптических потерь ( $<0.1$  дБ), вносимым данным процессом сварки ОВ. Оптические потери контролировались как с помощью спектр - анализатора (СА) (S15 YORK TECHNOLOGY) в диапазоне длин волн 600...1650 нм, так и с помощью оптического рефлектометра (ОР) (в зависимости от необходимости таких измерений на длинах волн 850, 1300 и 1550 нм). Спектр анализатор имел встроенный источник излучения: монохроматор с галогенной лампой и дифракционной решеткой. Динамический диапазон установки составлял величину 30...40 дБ. Выбор метода измерения (рефлектометрический или спектральный) осуществлялся с помощью оптического переключателя (ОП). Высокотемпературная печь ВП (фирмы “Термокерамика”) была оборудована контроллером температуры с обратной связью от датчика в виде термопары. Максимальная рабочая температура печи –  $t_{max}=1100$  °С. Точность поддержания температуры контроллером электропечи  $\sim 0.2$  °С. Размер области нагрева 350x350x350 мм. Перед термоиспытаниями металлизированные ОВ (длиной 100-250 метров) перематывались с катушек в бухты, а затем свободно лежащие бухты, диаметром 200 мм, помещали в электрическую печь для термоиспытаний.

## **§ 2.1 Влияние вида металлического покрытия (медь, алюминий) на оптические потери в металлизированных ОВ**

Для того чтобы исследовать, как тип металлического покрытия влияет на оптические потери ОВ, был проведен следующий эксперимент. Взяли опорную кварцевую трубу марки КУВИ, производство завода им. Дзержинского г. Гусь-Хрустальный, с высоким содержанием ОН-групп (200...400 ppm) [68]. В ней методом MCVD формировалась германо-силикатная световедущая сердцевина с градиентным ППП. Затем, внешний диаметр данной заготовки был увеличен путем “жакетирования” (обжимания заготовки трубкой) марки КУВИ, которая также содержала большое количество ОН-групп. Полученная заготовка имела

числовую апертуру  $NA = 0.2$  и разность показателей преломления сердцевины и оболочки  $\Delta n = 0.014$ . Из данной заготовки вытягивали два многомодовых ОВ длиной по 240 метров. В процессе вытяжки ОВ сначала методом пиролиза наносили подслой углерода толщиной 20 нм, а затем методом “намораживания”- металлическое покрытие: из алюминия или медно-алюминиевого сплава. Толщина металлического покрытия составляла 25 мкм, внешний диаметр кварцевого ОВ - 200 мкм. Диаметр световедущей сердцевины 50 мкм. Термоиспытания обоих ОВ производили в диапазоне температур 20...400 °С с шагом нагрева 50 °С через каждые 15 мин. При достижении температуры 400 °С, ОВ выдерживали в течение 1 часа при этой температуре (4 измерения). Начальные потери в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава составляли величину 2.4 дБ/км на длине волны 1300 нм, а в ОВ с покрытием из алюминия, - 3.5 дБ/км. Величина потерь на ОН-группах для ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и алюминия составляла величину ~ 6 дБ/км на длине волны  $\lambda = 1389$  нм.

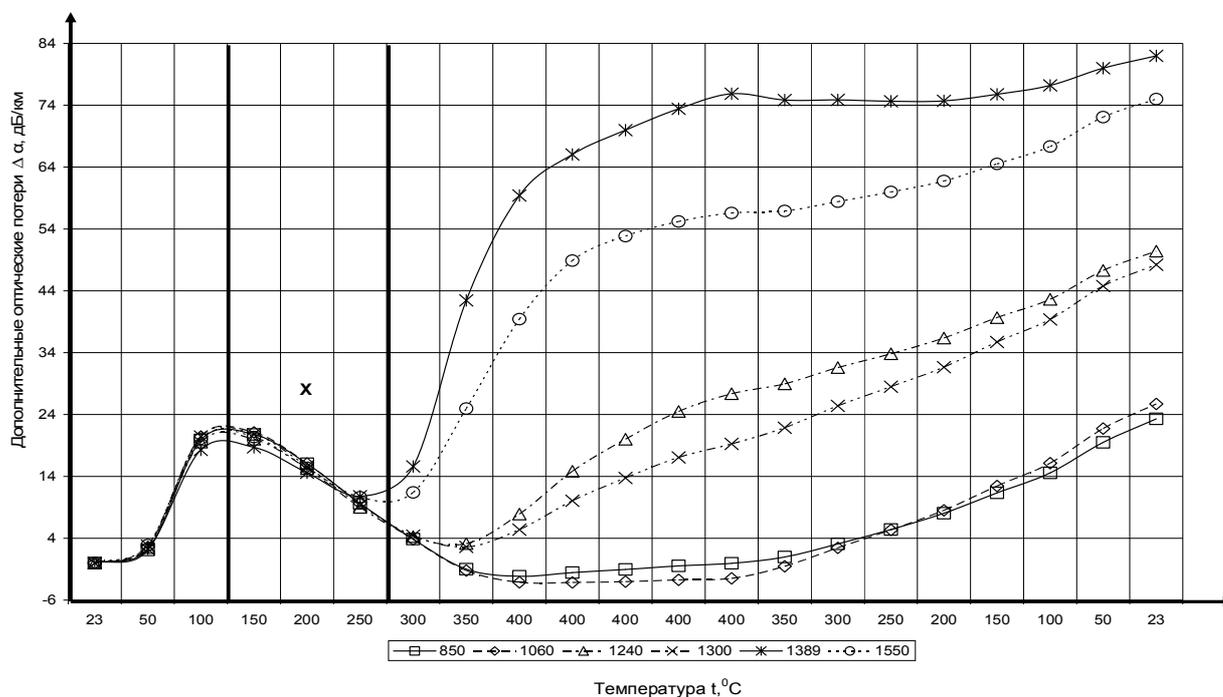


Рис. 7. Диаграммы приращений оптических потерь в ОВ с покрытием из алюминия, в зависимости от температуры и времени выдержки (одно деление 15 минут) во время цикла нагрев-охлаждение на различных длинах волн; X - характерная температурная область.

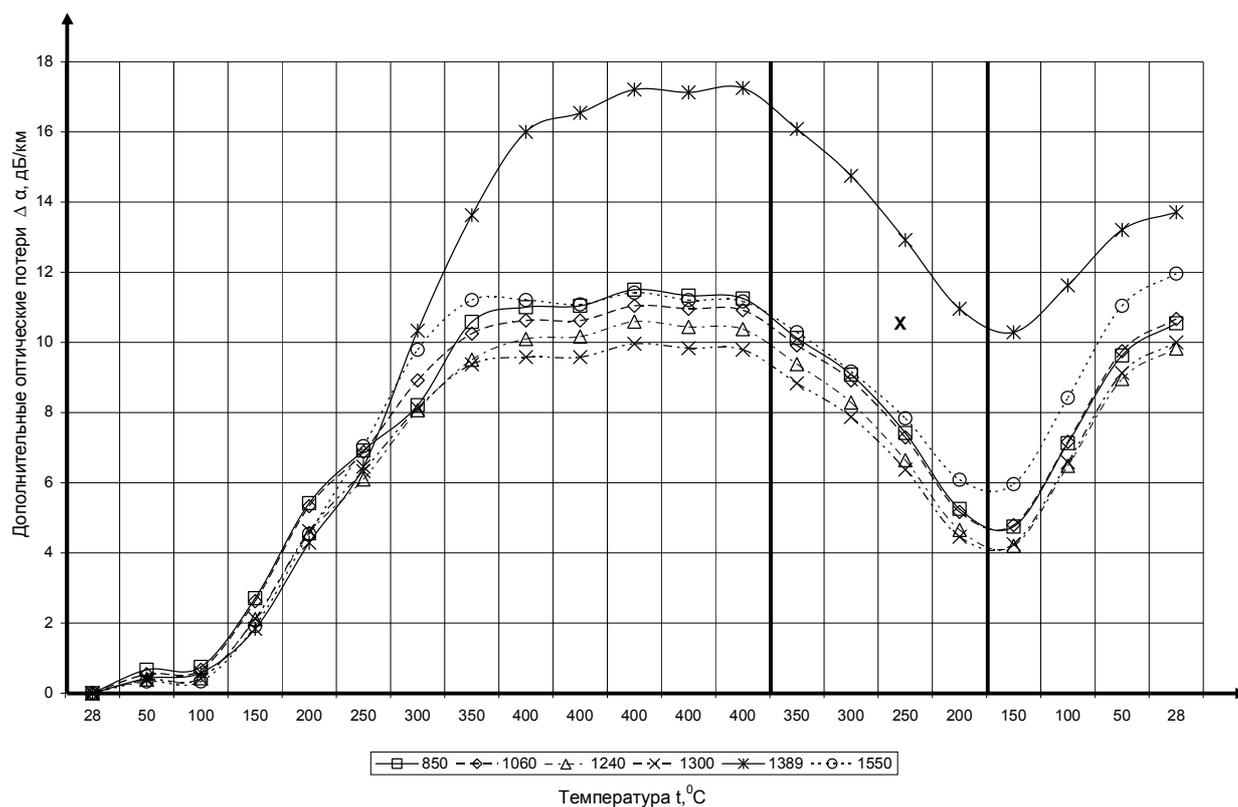


Рис. 8. Диаграммы приращений оптических потерь в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, в зависимости от температуры и времени выдержки (одно деление 15 минут). Во время цикла нагрев-охлаждение на различных длинах волн. X - характерная температурная область.

На рис. 7 и 8, приведены зависимости дополнительных оптических потерь от температуры ОВ с алюминиевым покрытием (рис. 7) и покрытием из медно-алюминиевого сплава (рис. 8) на разных длинах волн. Из рис. 7 видно, что при нагреве ОВ с алюминиевым покрытием до температуры  $\sim 300$  °C наблюдается одинаковое изменение потерь на разных длинах волн, что является характерным для микроизгибных потерь [8, 31, 56]. Уменьшение потерь в области 150...250 °C наблюдалось и ранее, например [8, 31]. Известно, что эта область температур является областью рекристаллизации алюминия [7]. Данная температурная область будет исследована далее, в главе 3.

При температуре выше 300 °C, ОВ с покрытием из алюминия показывает, преимущественно, увеличение оптических потерь, обусловленных ОН-группами ( $\lambda = 1389$  нм, 1240 нм), до величины 75 дБ/км на 1389 нм, причём

‘хвост’ полосы поглощения на 1389 нм вызывает рост потерь и на длинах волн 1240, 1300 и 1550 нм. Об уменьшении величины микроизгибных потерь, при  $t = 400$  °С, можно судить по потерям на длине волны 1060 нм, которая лежит вне полос поглощения ОН-групп ( $\Delta\alpha_{1060} = -3$  дБ/км).

Примерно одинаковый рост потерь при охлаждении ОВ до 20 °С на всех длинах волн, вероятно, обусловлен дополнительным ростом микроизгибных потерь за счёт большего сжатия металла по отношению к кварцевому стеклу (КЛТР алюминия значительно больше КЛТР кварцевого стекла).

При нагреве ОВ до 400 °С с покрытием из медно-алюминиевого сплава (рис. 8) изменение потерь происходит в основном за счёт микроизгибных потерь, поскольку увеличение потерь на разных длинах волн (850 нм, 1060 нм, 1240 нм и 1550 нм) происходит на одинаковую величину. Увеличение оптических потерь на  $\sim 6$  дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм, обусловлено поглощением ОН-группами, что значительно меньше, чем для ОВ с покрытием из алюминия ( $\sim 70$  дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм). Охлаждение образца ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, до  $\sim 200$  °С приводит к снижению оптических потерь (характерная точка X). Как было сказано ранее, данная температурная область будет изучаться далее, в главе 3.

При температуре более 300 °С также возрастают потери излучения в спектральной области поглощения ОН-групп ( $\lambda = 1389$  нм), и при температуре 400 °С они достигают относительной величины 18 дБ/км (с учётом микроизгибных потерь). Величину микроизгибных потерь можно оценить по изменению оптических потерь на длинах волн 1060, 1300, 1550 нм. Они составляют величину ( $\Delta\alpha_{\text{микр}} = 8-10$  дБ/км)

При сравнении рис. 7 и рис. 8 видно, что на длине волны  $\lambda = 1389$  нм рост потерь, обусловленный примесями ОН-групп, в ОВ с алюминиевым покрытием более сильный (более 70 дБ/км), чем в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава ( $\sim 6$  дБ/км).

Для определения причин поведения ОВ с покрытием из алюминия был проведён сравнительный анализ данных (рис. 7 и рис. 8) на длинах волн 1240 и

1389 нм. Известно [72], что интенсивности величин потерь на длинах волн 1389 и 1240 нм, обусловленные поглощением ОН - групп, соотносятся как 23:1, и пик поглощения, связанный с присутствием молекулярного водорода, также находится на  $\lambda = 1240$  нм [56, 70]. Поэтому, если экспериментальные данные (рис. 7 и рис. 8) пересчитать по формуле:

$$\Delta\alpha = \alpha_{1240} - \frac{\alpha_{1389}}{23}, \quad (16)$$

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), то в случае поглощения только гидроксильными группами получим  $\Delta\alpha \sim 0$ , а при наличии к тому же вклада молекулярного водорода -  $\Delta\alpha > 0$ . Результат расчётов приведён на рис. 9.

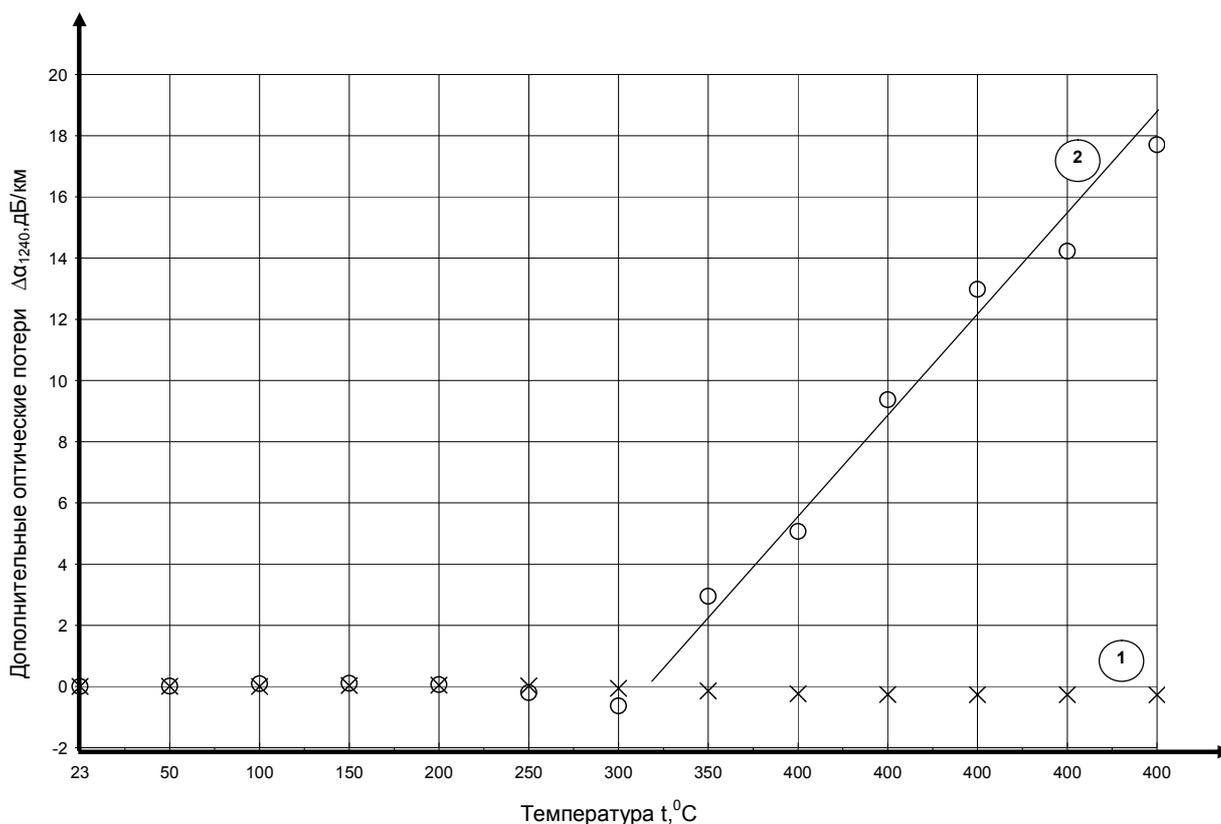


Рис. 9. Изменение отклонения оптических потерь  $\Delta\alpha = \alpha_{1240} - \frac{\alpha_{1389}}{23}$  ОВ в зависимости от типа металлического покрытия: медное (1), алюминиевое (2).

Видно, что для ОВ с медным покрытием действительно величина  $\Delta\alpha \sim 0$  в области температур 20...400 °С, а для ОВ с алюминиевым покрытием наблюдается рост  $\Delta\alpha$  при температуре выше 350 °С. Это свидетельствует об увеличении количества молекулярного водорода в световедущей сердцевине, металлизированного ОВ с покрытием из алюминия.

Оценить количество молекулярного водорода можно на основе данных работ [56, 62, 63], в которых исследовалась зависимость дополнительных потерь в ОВ при его насыщении водородом от внешнего давления водорода в камере и температуры нагрева ОВ:

$$\Delta\alpha(H_2) = A(\lambda) \exp\left(\frac{8670 \text{ Дж/моль}}{RT}\right), \quad (17)$$

где  $\Delta\alpha(H_2)$  – дополнительные потери, обусловленные молекулярным водородом,  $A(\lambda)$  – спектральная зависимость этих потерь,  $R$  – универсальная газовая постоянная  $8.31 \frac{\text{Дж}}{\text{моль} \cdot \text{К}}$ . На длине волны  $\lambda = 1240$  нм коэффициент  $A(1.24)$  равен 0.27 дБ/(км×атм), при температуре 400 °С  $\Delta\alpha = 1.27$  дБ/(км×атм). Поскольку в нашем случае дополнительные потери составляют величину  $\sim 19$  дБ/км (см. рис. 9), то эквивалентное внешнее давление, при котором достигается такой же уровень дополнительных потерь ( $\sim 17$  дБ/км на  $\lambda = 1240$  нм) должно составлять величину  $\sim 15$  атм. В этом случае, согласно зависимости оптических потерь от концентрации молекулярного водорода [56], концентрация молекулярного водорода будет составлять величину  $\sim 7.5 \cdot 10^{18} \frac{\text{молекул}}{\text{см}^3}$  или  $\sim 2800$  ppm, что значительно больше концентрации гидроксильных ионов в объеме опорной трубки исходной заготовки (200...400 ppm). Данный эффект наблюдался для многих образцов (было испытано двадцать образцов металлизированных ОВ: десять с покрытием из медно-алюминиевого сплава и десять с покрытием из алюминия). Также исследовалось металлизированное ОВ с покрытием из алюминия без

углеродного подслоя, которое показало такой же результат, как и металлизированные ОВ с покрытием из алюминия и углеродным подслоем.

Причину такого поведения ОВ с покрытием из алюминия можно объяснить следующим образом [51, 105, 106]: Известно, что взаимодействие паров воды с алюминиевым покрытием согласно химической реакции



вызывает появление молекулярного водорода. Это вызвано тем, что алюминий в электрохимическом ряду напряжений металлов находится левее водорода, т.е. такие металлы могут расщеплять пары воды с выделением молекулярного водорода [107] (см. рис. 10).

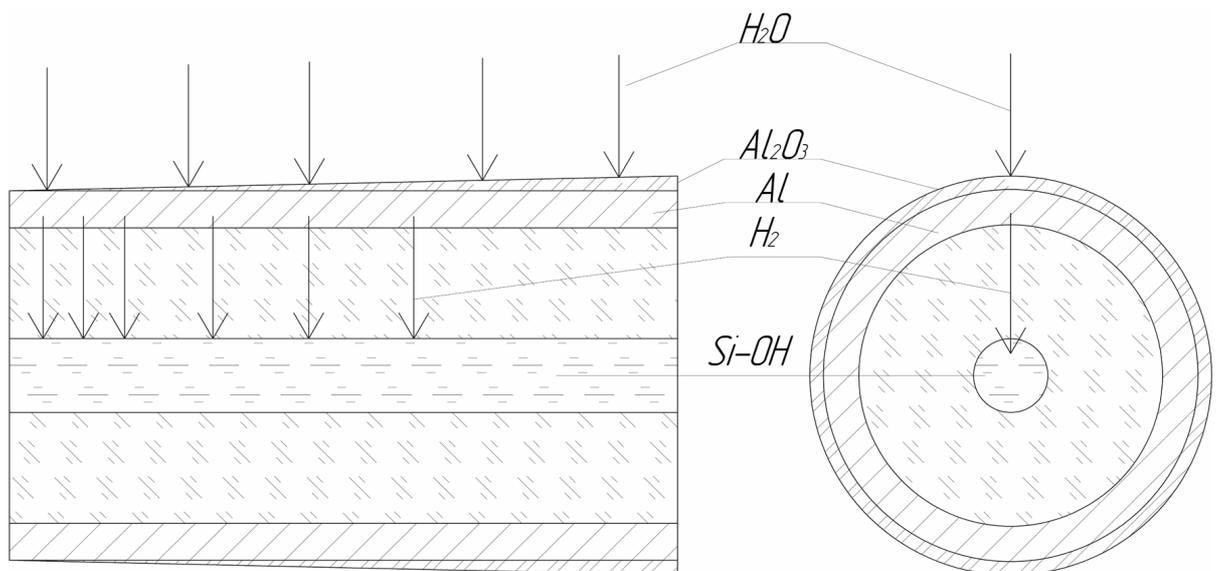


Рис. 10. Процесс расщепления паров воды с выделением молекулярного водорода, который насыщает световедущую сердцевину. Увеличение толщины плёнки  $Al_2O_3$  в зависимости от времени и температуры представлено в виде конусности покрытия (см. раздел 2.3).

Молекулярный водород проникает через алюминиевое покрытие и углеродный подслой, который, как известно [63], при высоких температурах не

является для него барьером. Водород, достигая сердцевины ОВ, вызывает рост потерь на длине волны 1240 нм и взаимодействует с атомарными дефектами и примесями в решётке кварцевого стекла. Молекулярный водород вызывает образование ОН-групп, вызывая появление дополнительных оптических потерь на длинах волн  $\lambda = 1389$  нм и  $\lambda = 1.41$  мкм согласно соотношениям (10) и (12), соответственно [60, 68].

Наличие двух линий поглощения (1389 и 1410 нм) [70] видны у ОВ с покрытием из алюминия (рис. 11).

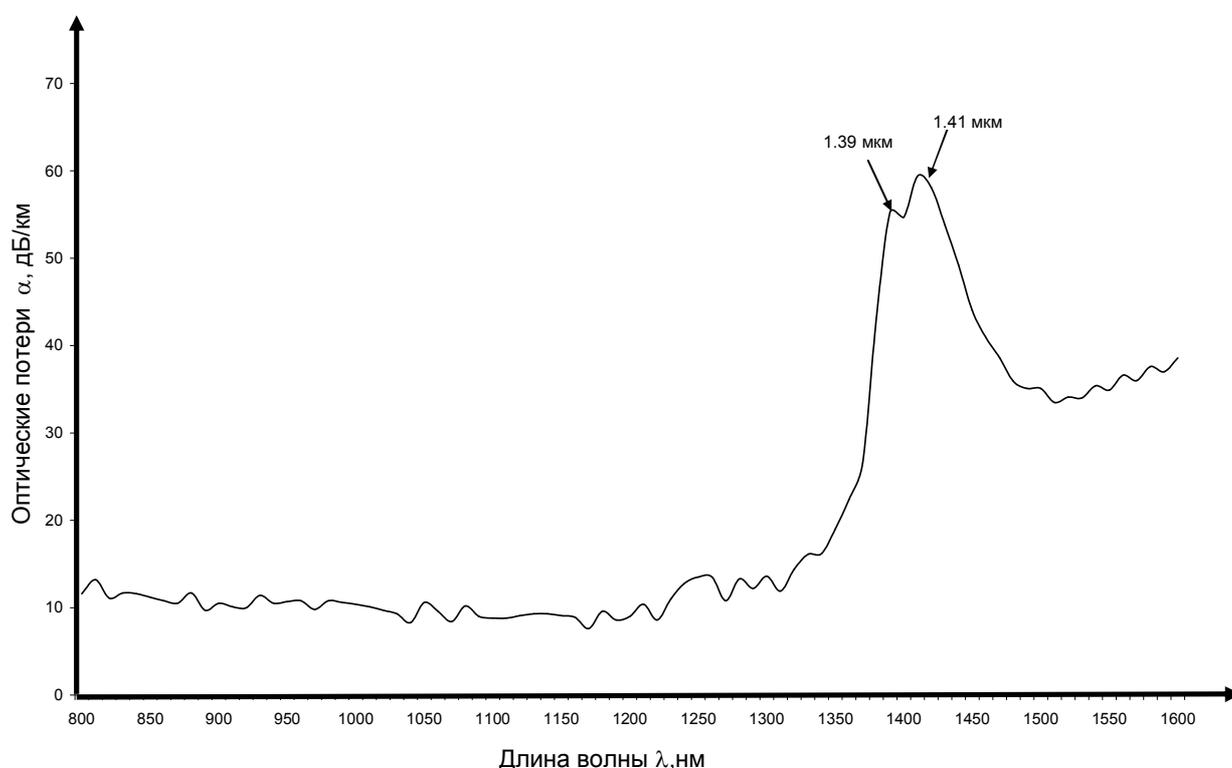


Рис. 11. Оптические потери в ОВ с покрытием из алюминия, при температуре 350 °С.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что у ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, в области температур 20...400 °С, наблюдается увеличение микроизгибных оптических потерь. Рост потерь излучения на гидроксильных группах при температуре более 250 °С незначителен.

В ОВ с покрытием из алюминия, при температурах 20...250 °С, изменение оптических потерь также происходит вследствие микроизгибных оптических потерь. В области температур более 250 °С происходит насыщение световедущей сердцевины молекулярным водородом. Такое насыщение приводит к взаимодействию со световедущей сердцевиной и необратимому увеличению оптических потерь на гидроксильных группах.

Для применения в качестве покрытия высокотемпературных ОВ следует использовать медь и другие металлы, которые в электрохимическом ряду активности металлов находятся правее водорода.

## **§ 2.2. Край коротковолнового поглощения в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия**

При обработке результатов эксперимента было замечено, что в коротковолновой области спектра у ОВ с покрытием из алюминия также возрастают оптические потери, а у ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава такой эффект отсутствует (рис. 12). Предполагалось, что причиной этого является рост потерь рассеяния Рэлея. Собственные потери на рассеяние Рэлея у подобных многомодовых ОВ составляет величину 2 дБ/км на  $\lambda = 850$  нм. При нагреве величина оптических потерь увеличивалась до 5.5 дБ/км на  $\lambda = 850$  нм, что эквивалентно повышению сигнала обратного рассеяния на  $\Delta P \sim 3.5$  дБ.

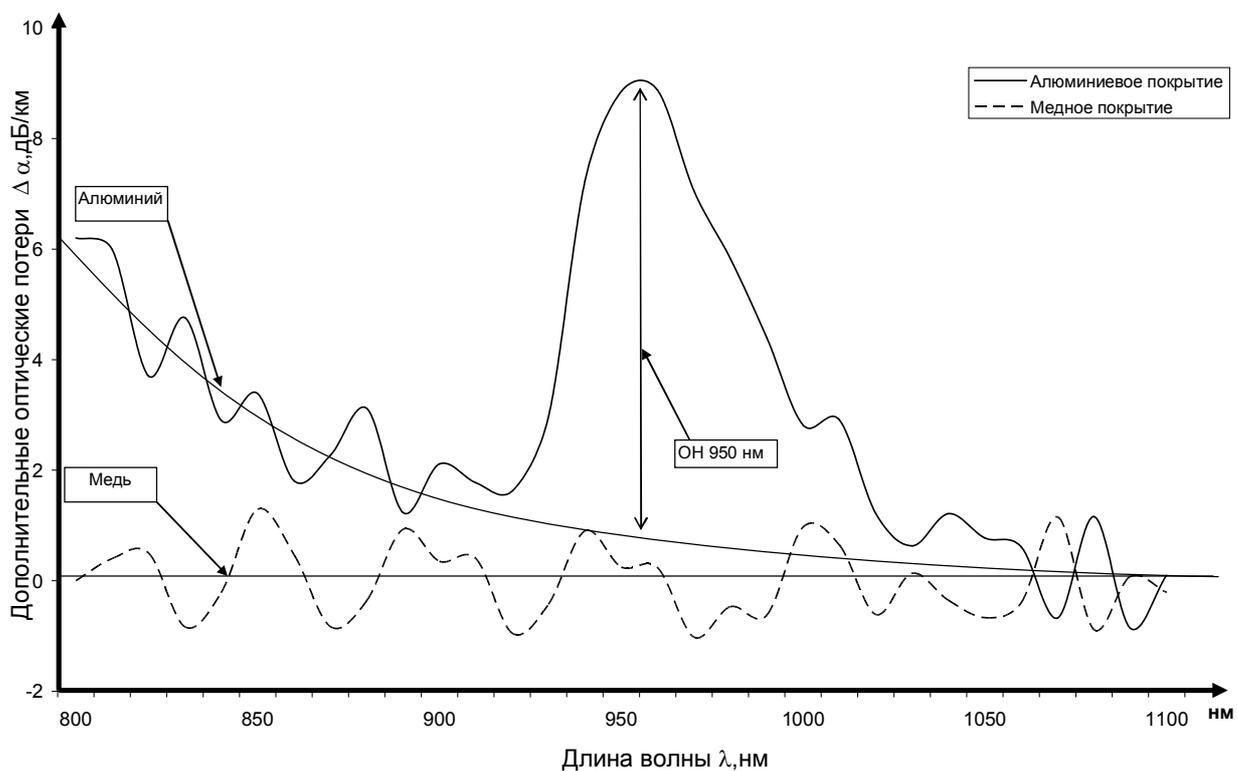


Рис. 12. Спектральная зависимость дополнительных потерь у ОВ с покрытием из алюминия и медно-алюминиевого сплава при температуре  $t = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$  (без учёта микроизгибных оптических потерь).

Для проверки этого был проведен дополнительный эксперимент (см. рис. 13). Для этого исходная схема измерения была немного изменена: одна часть ОВ с покрытием из алюминия находилась при температуре  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , а другая часть нагревалась до температуры  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  по методике описанной ранее. Оптические потери фиксировались рефлектометром Anritsu MW98A на длине волны  $850\text{ нм}$  [106, 111].

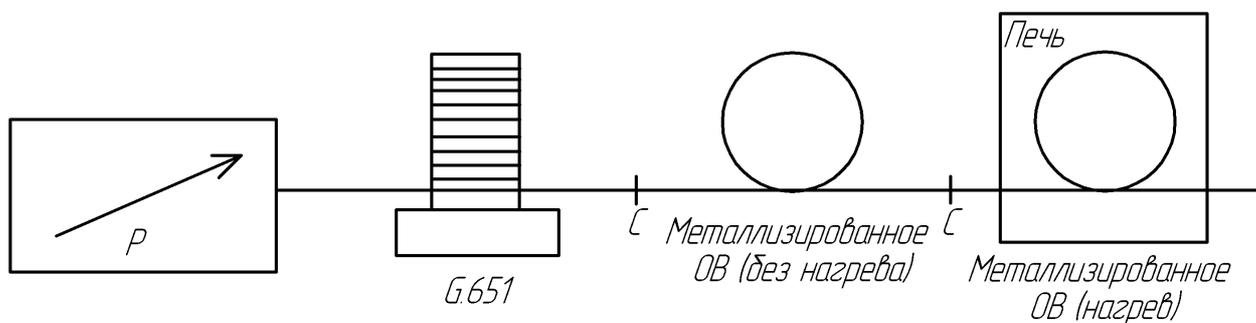


Рис. 13. Схема измерения сигнала обратного рассеяния в зависимости от температуры.

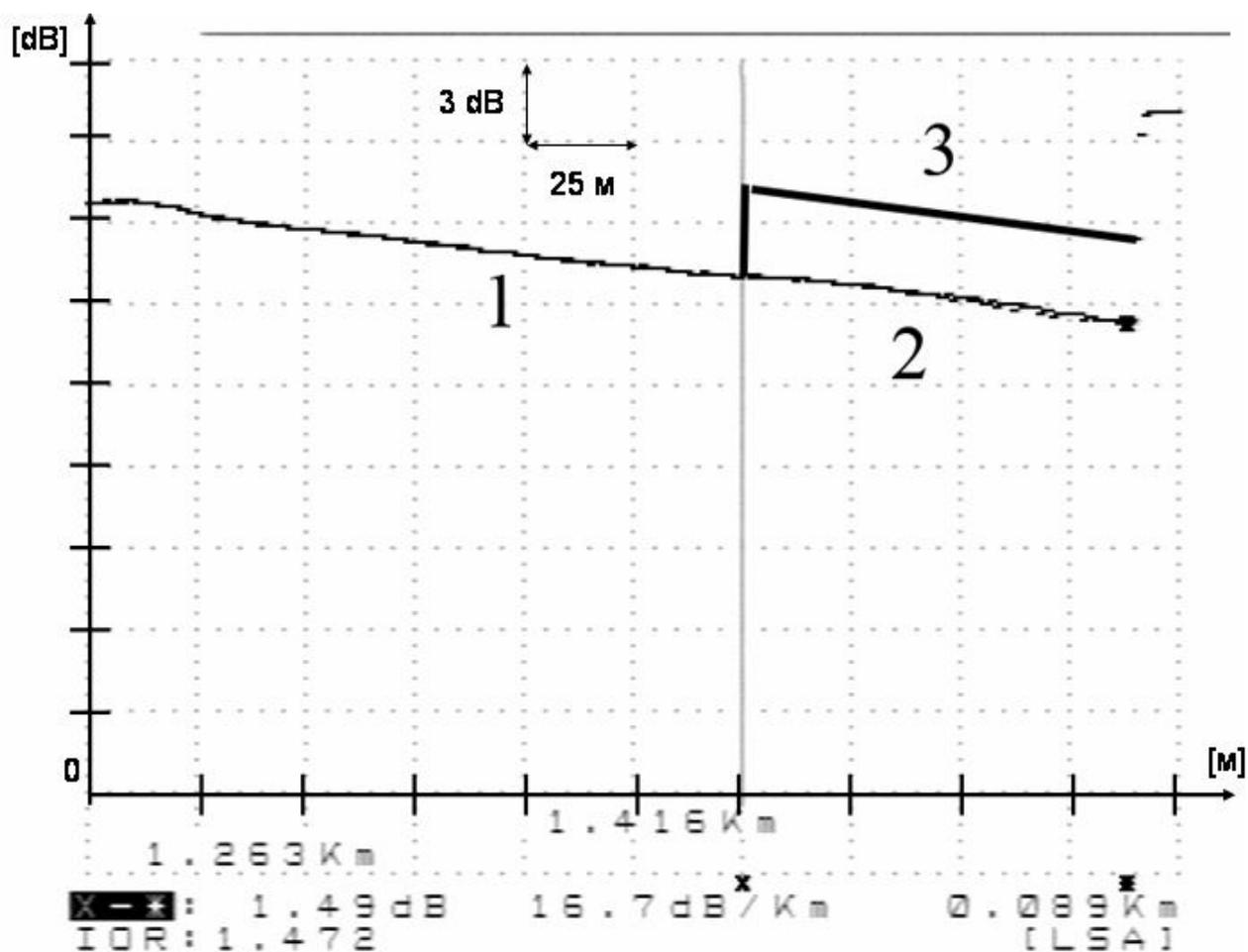


Рис. 14. Рефлектограммы оптических потерь в ОВ с покрытием из алюминия на длине волны 850 нм: 1 - при комнатной температуре 20 °С, 2 – с участком ОВ нагретом при 400 °С (после выдержки в течение 15 минут) (2); 3 - гипотетический вид кривой при увеличении сигнала рассеяния Рэлея в нагретом участке ОВ.

Наличие на графике характерной “ступеньки” свидетельствовало бы о том, что на границе температур происходит увеличение рассеяния Рэлея (рис. 14) поз 3. Однако такая характерная “ступенька”, в пределах ошибки измерения, отсутствовала (см. рис. 14 1-2). Это позволило сделать вывод о том, что потери в коротковолновой области вызваны не ростом рассеяния Рэлея, а являются следствием насыщения световедущей сердцевины молекулярным водородом [106, 111] (край коротковолнового поглощения - SWE), что это вызвано образованием электронных переходов “дефектов” в световедущей сердцевине металлизированного ОВ [108].

### **§ 2.3. Влияние легирующего материала сердцевины и среды, в которой производится нагрев на рост оптических потерь на ОН-группах в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия**

Для изучения того, как влияет материал легирования сердцевины ( $GeO_2+P_2O_5$  или  $GeO_2$ ), а также среда (аргон или воздух), в которой производится нагрев, из заготовки было вытянуто еще одно ОВ с нанесенным покрытием из алюминия по описанной выше технологии [106, 108]. Заготовка изготовлена методом MCVD при использовании опорной трубки из стекла Suprasil F-300 (концентрация ОН-групп  $< 1$  ppm [68]), при этом кислородно-водородная горелка была заменена электрической печью с целью уменьшения количества гидроксильных групп и водорода, вносимых горелкой [94]. Сердцевина ОВ была легирована  $GeO_2 + P_2O_5$ . Диаметр ОВ (по кварцу) составлял 125 мкм. Внешний диаметр ОВ (с покрытием) составлял 168 мкм. Начальные потери данного ОВ составляли величину 3 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм и дополнительные потери на гидроксильных группах  $< 1$  дБ/км  $\lambda = 1389$  нм. Данное ОВ было подвергнуто высокотемпературному нагреву по описанной выше методике.

Результат эксперимента представлен (рис. 15). У ОВ с покрытием из алюминия и легированным  $GeO_2+P_2O_5$ , наблюдается больший рост оптических потерь на ОН-группах (950, 1240 и 1390 нм) рис. 15 (кривая 1), чем у ОВ легированного только  $GeO_2$  (кривая 2) (для сравнения там же представлен спектр оптических потерь в исходном ОВ, кривая 3). Рост потерь объясняется тем, что наличие  $GeO_2+P_2O_5$  увеличивает скорость реакции водорода с кварцевым стеклом [68], поскольку легирование  $GeO_2+P_2O_5$  приводит к большему количеству разрывов решетки кварцевого стекла [63]. О величине микроизгибных потерь можно судить по величине оптических потерь на длине волны 1060 нм.



Рис. 15. Оптические потери после цикла нагрев-охлаждение ОВ с покрытием из алюминия, в зависимости от вещества легирования: 1 -  $\text{GeO}_2+\text{P}_2\text{O}_5$  (125 мкм), 2 -  $\text{GeO}_2$  (200 мкм), 3 – начальные потери в ОВ с покрытием из алюминия легированного  $\text{GeO}_2+\text{P}_2\text{O}_5$ .

Дальнейшие исследования были направлены на изучение того, как среда, в которой производится нагрев, влияет на рост оптических потерь. Для этого был выполнен дополнительный нагрев ОВ ещё одного образца металлизированного ОВ с покрытием из алюминия в среде аргона и сердцевинной, легированной  $\text{GeO}_2+\text{P}_2\text{O}_5$  (рис. 16).

Из рис. 16 видно, что у ОВ с покрытием из алюминия при нагреве в атмосфере аргона (кривая 1) в несколько раз больший рост оптических потерь на ОН-группах (950, 1240, 1390 нм), чем при нагреве в среде воздуха (кривая 2). Для сравнения на рис. 16 (кривая 3) представлены начальные потери ОВ с покрытием из алюминия, легированного  $\text{GeO}_2+\text{P}_2\text{O}_5$  (до нагрева).

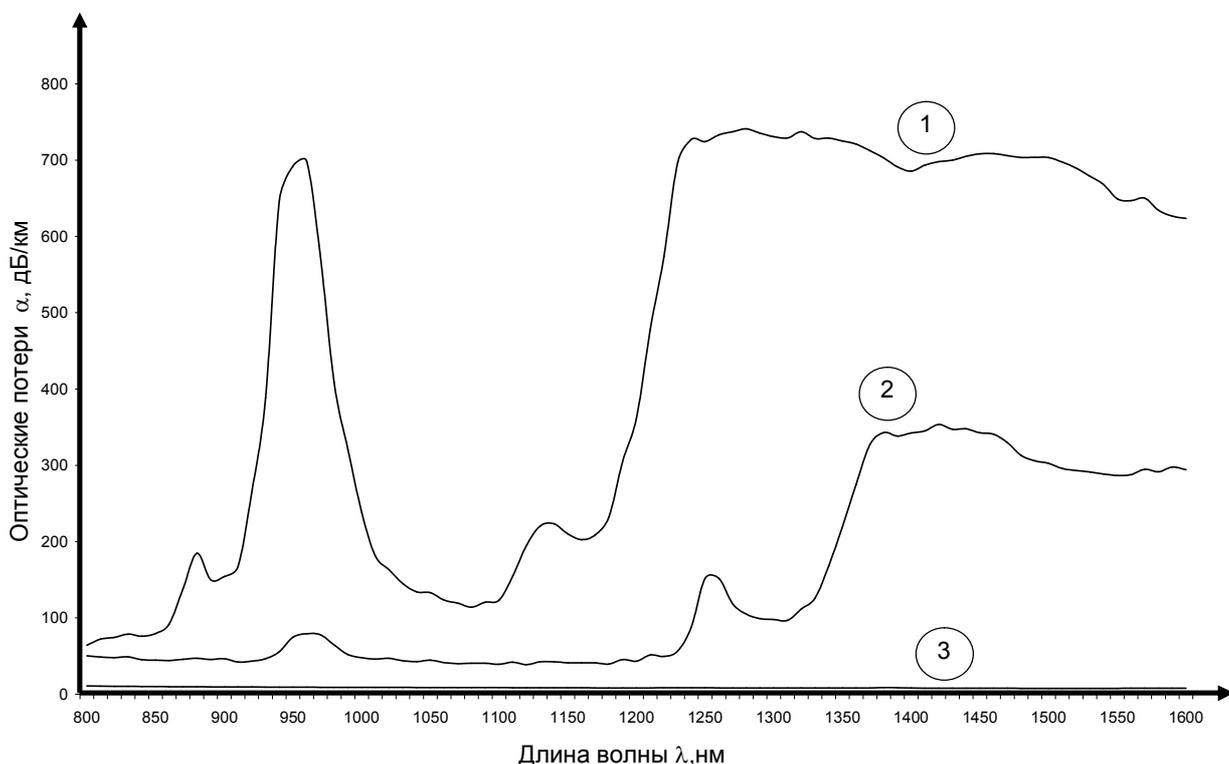


Рис. 16. Оптические потери ОВ с покрытием из алюминия с сердцевинной, легированной  $\text{GeO}_2+\text{P}_2\text{O}_5$ , после цикла отжига в среде: 1 – аргона; 2 – воздуха. (3 – начальные потери).

Такое поведение ОВ при его нагреве в среде аргона можно объяснить следующим: На рис. 10, при нагреве ОВ с покрытием из алюминия, также происходит рост оксидной плёнки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . При достижении некой величины толщины плёнки  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ввиду герметичности последней, доступ паров воды к алюминию прекращается [109]. В инертной среде, ввиду отсутствия кислорода, рост плёнки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  замедляется и зависит лишь от концентрации паров воды в среде (влажности атмосферы), которая и определяют скорость окисления покрытия. В аргоне, вследствие несовершенства технологии его изготовления, всегда есть пары воды, содержание которых может достигать 0.009% [110]. Эти пары взаимодействуют с алюминиевым покрытием, что и ведёт к образованию молекулярного водорода по реакции (18).

По мнению автора, наличие плёнки  $\text{Al}_2\text{O}_3$  приводит к дополнительной герметизации металлизированного ОВ с покрытием из алюминия, что уменьшает потери на ОН-группах.

К сожалению, из-за наличия цепочки химических реакций (окисление алюминиевого покрытия, диффузия молекулярного водорода в световедущую сердцевину, его взаимодействие с дефектами в сердцевине с образованием Si-OH связей) трудно произвести количественную оценку увеличения оптических потерь на OH - группах в зависимости от концентрации паров воды среды (аргона), в которой производится нагрев. Оценим коэффициент диффузии молекулярного водорода через плёнку  $Al_2O_3$ . Температурная зависимость коэффициента диффузии молекулярного водорода в кварце ( $SiO_2$ ) следующая,  $\frac{см^2}{сек}$  [62, 63]:

$$D_{H_2-SiO_2} = 2.83 \cdot 10^{-4} * \exp\left(\frac{-40.19 кДж \cdot моль^{-1}}{RT}\right) \quad (19)$$

где  $R=8.31441$  Дж·К<sup>-1</sup>·моль<sup>-1</sup> универсальная газовая постоянная,  $T$  - температура, К.

Температурная зависимость коэффициента диффузии молекулярного водорода в  $Al_2O_3$  следующая составляет,  $\frac{см^2}{сек}$  [112]:

$$D_{H_2-Al_2O_3} = 21.7 \cdot 10^{-8} * \exp\left(\frac{-96.3 кДж \cdot моль^{-1}}{RT}\right) \quad (20)$$

Подставив значение температуры в формулы (19) и (20), можно получить, что при  $T = 673$  К коэффициент диффузии молекулярного водорода в кварцевом стекле по сравнению с коэффициентом диффузии  $Al_2O_3$  больше в  $3 \cdot 10^7$  раз.

Концентрация молекулярного водорода достигает значения 95% от равновесной концентрации по сечению за время равное [62, 63]:

$$t_{0.95} = \frac{0.2S}{D_{H_2}}, \quad (21)$$

где  $S$  – площадь сечения среды, в которой происходит диффузия,  $см^2$ ;  $D_{H_2}$  – коэффициент диффузии молекулярного водорода в среде,  $\frac{см^2}{сек}$ .

Рассчитаем время диффузии молекулярного водорода по торцу ОВ с внешним диаметром 200 мкм при температуре 400 °С: Площадь сечения такого ОВ будет составлять величину  $3.142 \cdot 10^{-4} см^2$ . Время диффузии составит  $\sim 300 сек = 5 мин$ .

Согласно [109] толщина плёнки  $Al_2O_3$  при окислении при 400 °С составит 20 нм. Площадь сечения плёнки  $Al_2O_3$  по торцу ОВ составит величину  $6.2 \cdot 10^{-8} см^2$ . Время диффузии водорода по уровню 95% составит около 20 дней. Следует отметить, что если плёнка  $Al_2O_3$  образуется при температуре 500-600 °С, то толщина плёнки составит до 200 нм, при этом время диффузии по уровню 95%, будет составлять около 200 дней.

Напротив, при нормальных условиях, толщина оксидной плёнки составляет величину всего 2-3 нм [109]. При такой толщине оксидная плёнка очень хрупкая и разрушается при нагреве до  $t = 200-300$  °С. Это объясняет причину окисления алюминиевого ОВ при нагреве в среде воздуха и приводит к образованию молекулярного водорода (см. рис. 10).

Таким образом можно предположить, что металлизированные ОВ с покрытием из алюминия при высоких температурах в воздухе должны характеризоваться повышенной герметичностью по отношению к водороду по сравнению с металлизированными ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава.

## § 2.4 Стабильность во времени оптических потерь металлизированных ОВ с покрытием из алюминия и меди

Для исследования того, насколько стабильны оптические потери в металлизированных ОВ на ОН-группах, металлизированное ОВ, которое исследовалось в разделе 2.3, выдерживалось при комнатной температуре ( $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) в течение 15 месяцев. Изменение оптических потерь за данный период представлено на рис. 17.

Из рис. 17 видно, что у ОВ с покрытием из алюминия оптические потери увеличивались как на длине волны  $\lambda = 1.41\text{ мкм}$ , так и в длинноволновой области спектра на длинах волн  $\lambda > 1300\text{ нм}$ .



Рис. 17. Изменение оптических потерь в металлизированном ОВ с покрытием из алюминия после 15 месяцев хранения при температуре  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

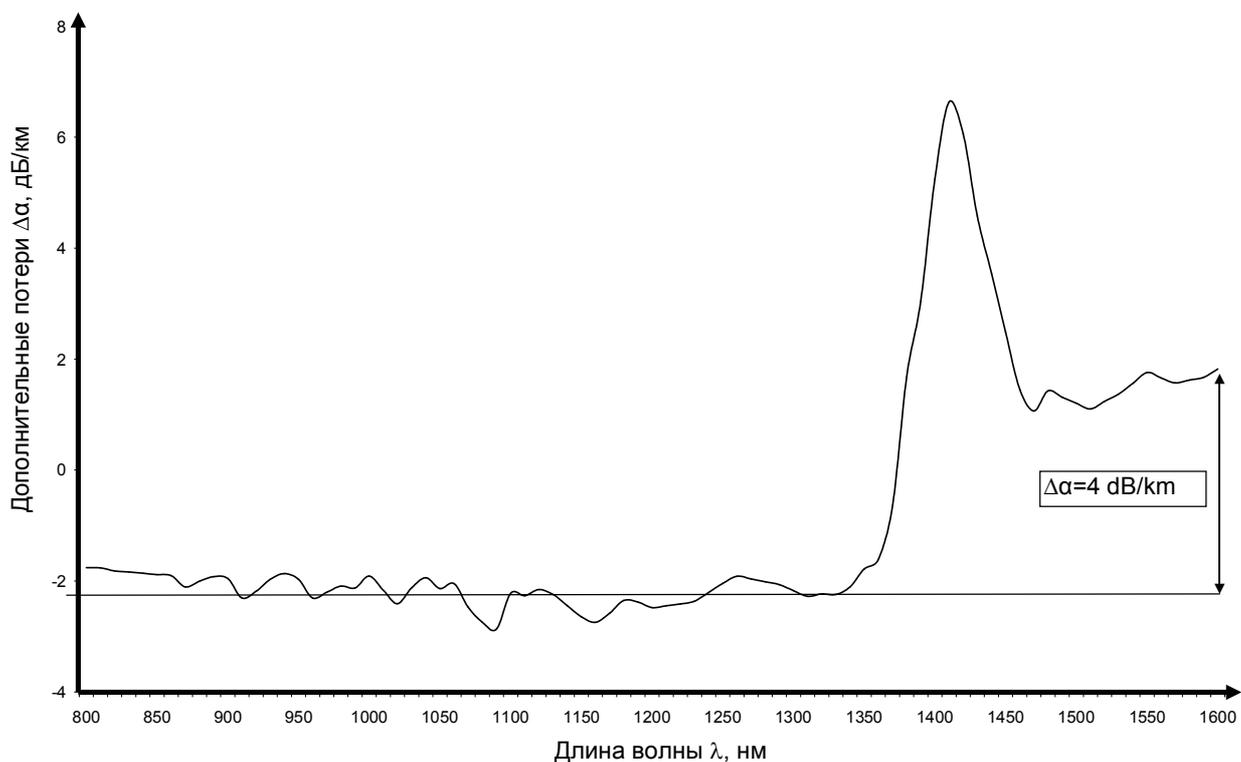


Рис. 18. Изменение оптических потерь в ОВ, с покрытием из алюминия при температуре 200 °С (время нагрева от комнатной температуры – 1 час).

Кроме того, было вытянуто ещё одно ОВ, которое было подвергнуто плавному нагреву по методике, описанной ранее (см. рис. 18).

Из рис. 18 видно, что при нагреве ОВ с покрытием из алюминия оптические потери увеличивались подобно тому, как при выдержке металлизированного ОВ при комнатной температуре. Оптические потери увеличивались на длине волны 1410 нм, в длинноволновой области спектра (более 1300 нм) и достигли величины 4 дБ/км на  $\lambda = 1600$  нм через 1 час при плавном нагреве от 20 до 200 °С. Кроме того, для данных двух образцов ОВ с покрытием из алюминия наблюдалось снижение микроизгибных потерь на 1-2 дБ/км.

Определим энергию активации процесса, который вызвал рост оптических потерь в длинноволновой области спектра. Для этого сравним процессы увеличения потерь на  $\lambda = 1600$  нм по уровню  $\Delta\alpha = 4$  дБ/км. Предполагается, что

данный процесс может быть описан с помощью экспоненциальной зависимости:

$$\frac{t_2}{t_1} = \frac{\exp\left(\frac{-E}{RT_2}\right)}{\exp\left(\frac{-E}{RT_1}\right)} \quad (22)$$

где  $R$  – универсальная газовая постоянная  $8.31 \frac{\text{Дж}}{\text{К} * \text{моль}}$ ;  $t_2$  – время достижения определённого уровня потерь при температуре  $T_2$ ;  $t_1$  – время достижения определённого уровня потерь при температуре  $T_1$

Поскольку, металлизированное ОВ нагревалось, рассчитаем (22) в области температур  $T_1 - T_2 = 20 \dots 200 \text{ }^\circ\text{C} = 293 \dots 473 \text{ К}$ :

$$\frac{t_2}{t_1} = \frac{\exp\left(\frac{-E}{RT_2}\right) - \exp\left(\frac{-E}{RT_1}\right)}{\exp\left(\frac{-E}{RT_1}\right)} \quad (23)$$

Решим уравнение (23) на основе параметров представленных в таблице 1:

Таблица 1 – параметры термоиспытаний металлизированных ОВ

Материал покрытия	Алюминий
Период времени $t_2$	15 месяцев = 10800 часов
Период времени $t_1$	1 час
Температура $T_1$	293 К
Температура $T_2$	473 К
Изменение оптических потерь в диапазоне 1300-1600 нм	4 дБ/км

Энергия активации данного процесса составляет величину 59 кДж. Из литературных источников [113] видно, что подобную энергию активации процесса ( $61 \pm 10$  кДж·моль<sup>-1</sup>) имеет химическая реакция окисление алюминия (18).

Таким образом, можно предположить, что причиной роста потерь как в области длин волн 1410 нм, так и в длинноволновой области  $\lambda > 1300$  нм является химическая реакция расщепления паров воды покрытием из алюминия с образованием молекулярного водорода. Молекулярный водород достигает световедущей легированной сердцевины ОВ, взаимодействует с ней и приводит к т.н. “водородному старению” ОВ. Рост потерь на длине волны 1410 нм объясняется образованием Ge-OH связей.

Рост потерь в длинноволновой области спектра (более 1300 нм) можно объяснить присутствием примесей ионов щелочных металлов (Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>), которые привносятся в заготовку ОВ при её изготовлении и вытяжке, вследствие несовершенства технологии [7]. При насыщении ОВ молекулярным водородом (вследствие окисления алюминиевого покрытия) ионы (Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>) превращаются в молекулы (Na, K), которые имеют поглощение в длинноволновой области спектра. Кроме того, легирование P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, также даёт поглощение в длинноволновой области спектра [63] у ОВ при насыщении молекулярным водородом. Следует отметить, что при исследовании ОВ с сердцевиной, легированной GeO<sub>2</sub> и с покрытием из алюминия при высоких температурах (раздел 2.1, рис. 11) также наблюдается увеличение оптических потерь в длинноволновой области спектра ( $\lambda > 1300$  нм). По мнению автора, это говорит о требованиях, к чистоте материалов и технологий изготовления заготовок, используемых для создания металлизированных ОВ с покрытием из алюминия.

Для сравнения, на рис. 19 представлена спектральная зависимость оптических потерь у многомодового металлизированного ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, которое также выдерживалось в течение 15 месяцев. Заготовка была изготовлена на основе стекла F-300 с применение

электropечи. Диаметр сердцевины / светоотражающей оболочки ОВ – 50/230 мкм, толщина покрытия – 20 мкм. Металлизированное ОВ имело градиентный ППП, разность максимального ПП сердцевины и оболочки:  $\Delta n = 0.026$ .

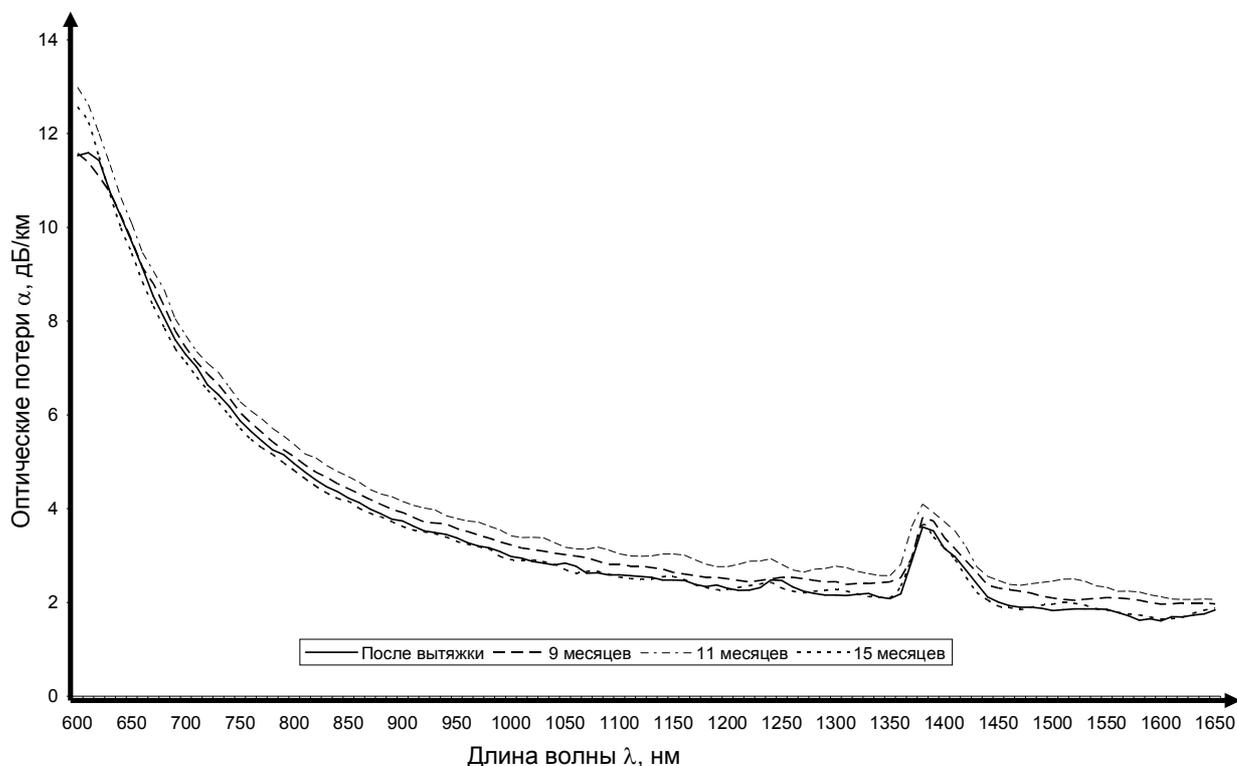


Рис. 19. Изменение оптических потерь в металлизированном ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава после хранения в течение 15 месяцев.

Как видно из рис. 19 – металлизированное ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава не показало существенного изменения оптических потерь в течение 15 месяцев измерения. Некоторое изменение оптических потерь может объясняться погрешностями измерений.

Поскольку данное металлизированное ОВ показало низкий уровень оптических потерь как после вытяжки, так и во времени, оно было исследовано далее в разделах 3.1, 3.3 и главе 4.

Полученные результаты говорят о том, что металлизированное ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава характеризуется стабильностью величины оптических потерь при нормальных условиях. Напротив,

металлизированные ОВ с покрытием из алюминия при нормальных условиях характеризуется дополнительным ростом потерь, что необходимо учитывать при построении измерительных систем с применением металлизированных ОВ с покрытием из алюминия.

## § 2.5 Результаты и выводы

2.1 Впервые показано, что металлизированное ОВ с покрытием из алюминия при нагреве в воздухе до температур более 300 °С проявляет заметное увеличение потерь на ОН-группах (100 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 потерь составляет величину 6 дБ/км на  $\lambda = 1.389$  мкм. Причина этого - генерация молекулярного водорода в процессе окисления алюминиевого покрытия в парах воды из воздушной среды.

2.2 Металлизированное ОВ с покрытием из алюминия при  $t > 300$  °С характеризуются дополнительным поглощением в области спектра  $\lambda < 900$  нм (~5.5 дБ/км на  $\lambda = 850$  нм при  $t = 400$  °С) из-за воздействия молекулярного водорода на германо-силикатную сердцевину.

2.3 Материал легирования световедущей сердцевины заготовки оказывает влияние на уровень оптических потерь на ОН- группах в ОВ с покрытием из алюминия при его нагреве  $t > 300$  °С. Величина прироста оптических потерь на ОН-группах в ОВ с покрытием из алюминия, легированного  $\text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$ , значительно больше (более 350 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм), чем в ОВ, легированного  $\text{GeO}_2$  (100 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм), из-за большей скорости химической реакции образования ОН-групп при высоких температурах.

2.4 Обнаружено, что в нейтральной среде инертного газа (аргона) уровень оптических потерь на ОН-группах у ОВ с покрытием из алюминия значительно выше (800 дБ/км на  $\lambda = 950$  нм), чем в воздушной среде (20 дБ/км на  $\lambda = 950$  нм), при  $t > 300$  °С. Это объясняется тем, что в воздушной среде из-за наличия кислорода образуется плёнка  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , герметизирующая металлическое покрытие, защищая от внешних воздействий среды.

2.5 Металлизированные ОВ с покрытием из алюминия при длительном хранении (15 месяцев) в нормальных условиях характеризуются “водородным старением” из-за генерации молекулярного водорода в процессе естественного

окисления алюминиевого покрытия в парах воды из воздушной среды, в отличие от ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава.

### **Практические выводы**

Первоначально ожидалось, что металлизированные ОВ с покрытием из алюминия должны быть пассивны к воздействию внешней среды ввиду наличия плёнки  $Al_2O_3$ , которая должна отделять покрытие ОВ от взаимодействия с внешней средой. В ходе экспериментов было установлено, что ввиду хрупкости плёнки  $Al_2O_3$  и активности покрытия из алюминия, наблюдается взаимодействие алюминиевого покрытия с внешней средой. Это взаимодействие проявляется как при нагреве в воздушной и нейтральной среде, так и при долгосрочном выдерживании при комнатной температуре.

Образование молекулярного водорода вызывает значительный рост оптического поглощения, как непосредственно на обертоном молекулярного водорода ( $\lambda = 1240$  нм), так и на обертоном его производных ОН-групп (длины волн  $\lambda = 950$  нм, 1240 нм, 1389 нм, 1410 нм), а также на длинах волн  $\lambda < 900$  нм, в ОВ с германо-силикатной сердцевиной.

При изготовлении металлизированных ОВ с покрытием из алюминия следует отказаться от использования примеси  $P_2O_5$  для легирования световедущей сердцевины.

Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, напротив, характеризуются отсутствием поглощения на молекулярном водороде и его производных. Основное поглощение в таких ОВ – потери на микроизгибах при его нагреве. По этой причине металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава более предпочтительны для долгосрочного применения в нормальных условиях.

Исследование этого поглощения, а также способы его уменьшения в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при высоких температурах описано в следующей главе.

## Глава 3. Оптические потери, связанные с микроизгибами ОВ

Данная глава посвящена исследованию микроизгибных потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах.

В главе 1 и 2 было показано, что при нагреве металлизированных ОВ до температуры  $t = 400$  °С основное влияние оказывают два механизма потерь: потери излучения на микроизгибах ОВ и потери излучения на гидроксильных ионах, которые имеют два сильных пика поглощения на длинах волн  $\lambda = 1240$  нм и  $\lambda = 1389$  нм. Металлизированные ОВ с покрытием из алюминия характеризуются большим избыточным поглощением излучения на гидроксильных группах, чем металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава. Это не позволяет использовать **рефлектометрический** метод для измерения микроизгибных оптических потерь на  $\lambda = 1300$  нм и  $\lambda = 1550$  нм ввиду сильного влияния линии поглощения на  $\lambda = 1389$  нм. По этой причине для измерения микроизгибных оптических потерь в ОВ с покрытием из алюминия использовался **спектральный** метод на  $\lambda = 1060$  нм. Поэтому основное внимание в данной главе уделено металлизированным ОВ с покрытием из меди, в которых поглощение на гидроксильных группах даёт незначительный вклад в общие потери излучения.

### § 3.1 Изменение оптических потерь при нагреве металлизированных ОВ с покрытием из меди или алюминия

В данном разделе исследовались многомодовые металлизированные ОВ с градиентным ППП параметры которых представлены в таблице 2.

Таблица 2 – параметры металлизированных ОВ

Материал покрытия	Разница ПП	Диаметр оболочки, мкм	Толщина покрытия, мкм
Алюминий	0,014	200	25
Медно-алюминиевый сплав	0,026	230	20

Оптические потери в ОВ с покрытием из алюминия были измерены на длине волны  $\lambda = 1060$  нм, а у ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава на длине волны  $\lambda = 1300$  нм. Поскольку микроизгибные потери в многомодовых ОВ не зависят от длины волны [8, 31, 40], то возможно сравнение величины и характера изменения оптических потерь для разных ОВ с разными металлами покрытий на длинах волн  $\lambda = 1060$  нм и  $\lambda = 1300$  нм. Изменение оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия и медно-алюминиевого сплава представлено на рис. 20 и 21, соответственно.

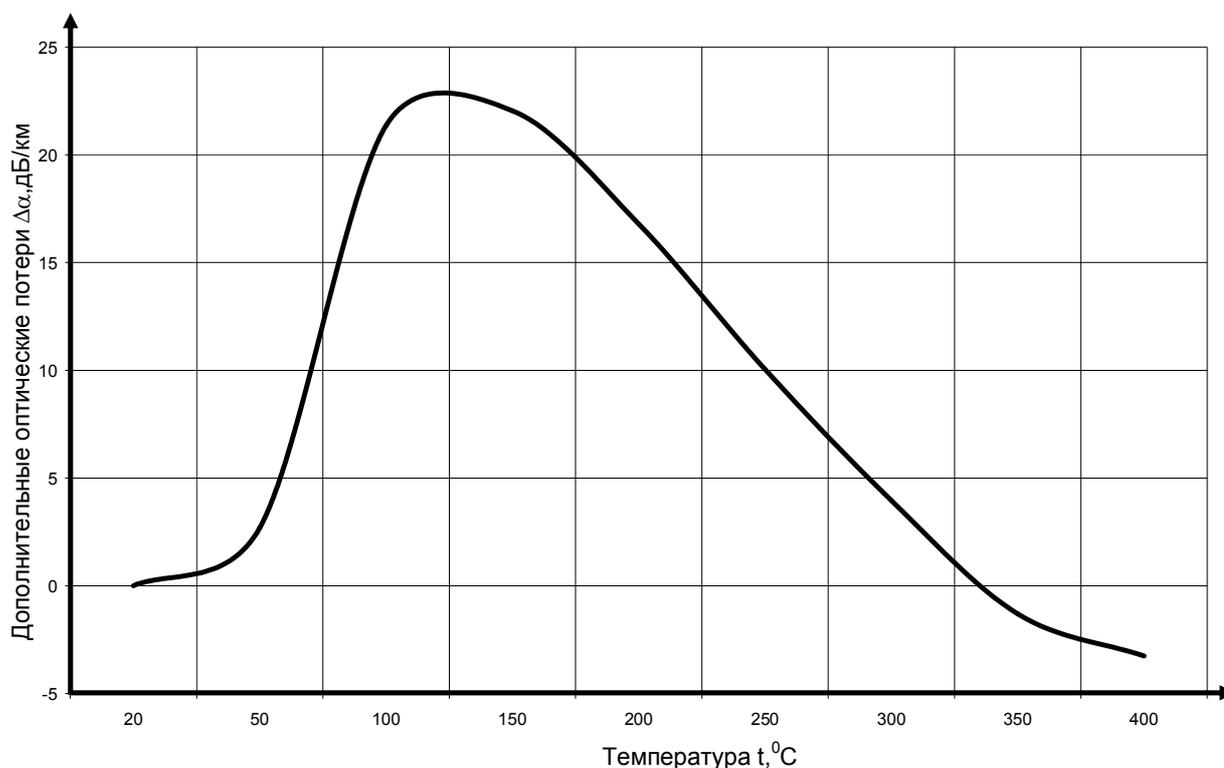


Рис. 20. Изменение оптических потерь в ОВ с покрытием из алюминия при его нагреве в области температур 20...400 °C на  $\lambda = 1060$  нм [105, 106].

Из рис. 20 видно, что в ОВ с покрытием из алюминия оптические потери в области температур 20...150 °C увеличиваются. Максимум микроизгибных потерь находится в области температур 125...175 °C. В области температур 200...400 °C наблюдается снижение микроизгибных потерь.

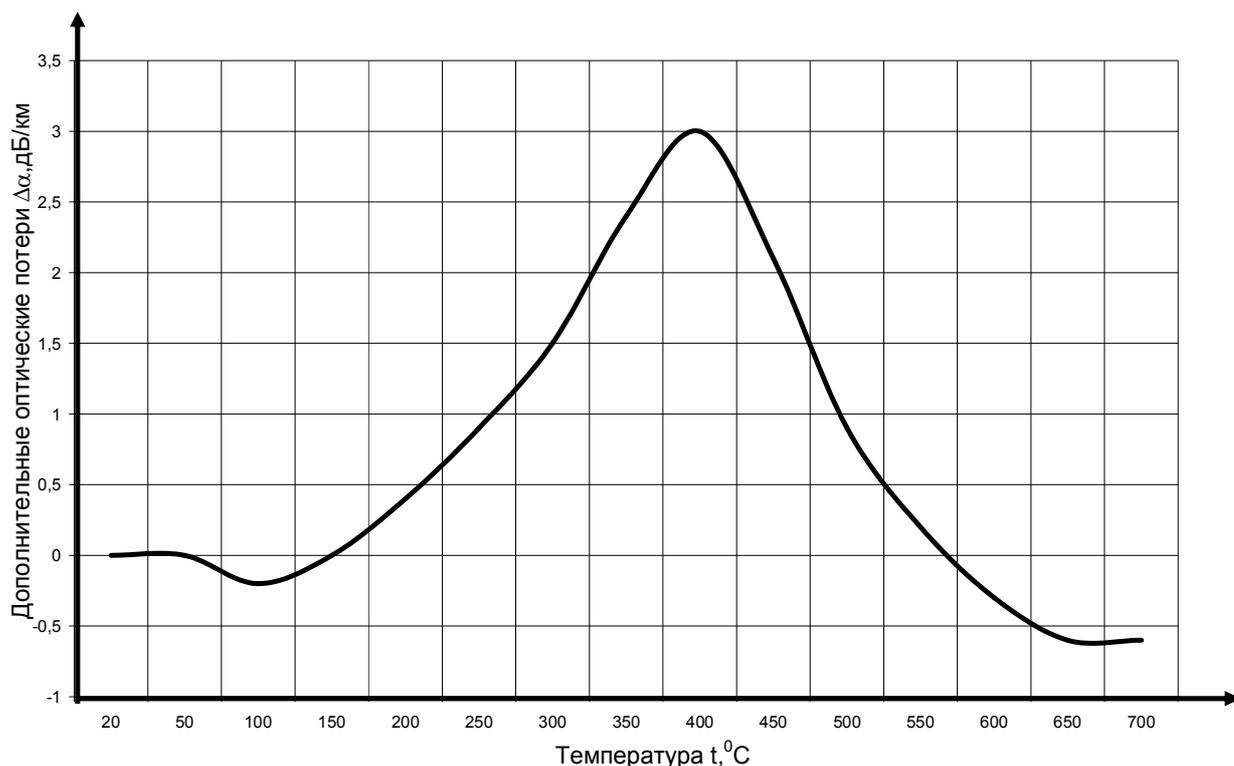


Рис. 21. Изменение оптических потерь в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при его нагреве в области температур 20...700 °С на  $\lambda = 1300$  нм [114].

В ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава (рис. 21) в области температур 20...100 °С микроизгибные оптические потери уменьшались вследствие температурного расширения металлического покрытия ОВ, что приводит к компенсации усадки материала металлического покрытия, которая возникла в ОВ после процесса металлизации [7]. В области температур 100...400 °С микроизгибные потери увеличиваются. Максимум микроизгибных потерь наблюдается в области температуры 400 °С. В области температур 400...650 °С наблюдается снижение микроизгибных оптических потерь [114].

Как видно из рис. 20 и 21 изменение оптических потерь в ОВ с покрытием из алюминия и медно-алюминиевого сплава состоит из двух областей. Области роста потерь 20...150 °С (алюминий) и 100...400 °С (покрытие из медно-алюминиевого сплава) и области уменьшения потерь - 200...400 °С (алюминий) и 400...650 °С (для меди). В ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава

также есть участок от 20 до 100 °С, где происходит снижение микроизгибных оптических потерь. В ОВ с покрытием из алюминия данный участок практически не заметен. Характеры изменения потерь в ОВ с покрытием из алюминия и медно-алюминиевого сплава подобны, они различаются лишь температурой, при которой находится максимум потерь излучения на микроизгибах. Обобщенная зависимость микроизгибных потерь в металлизированных ОВ от температуры нагрева показана на рис. 22:

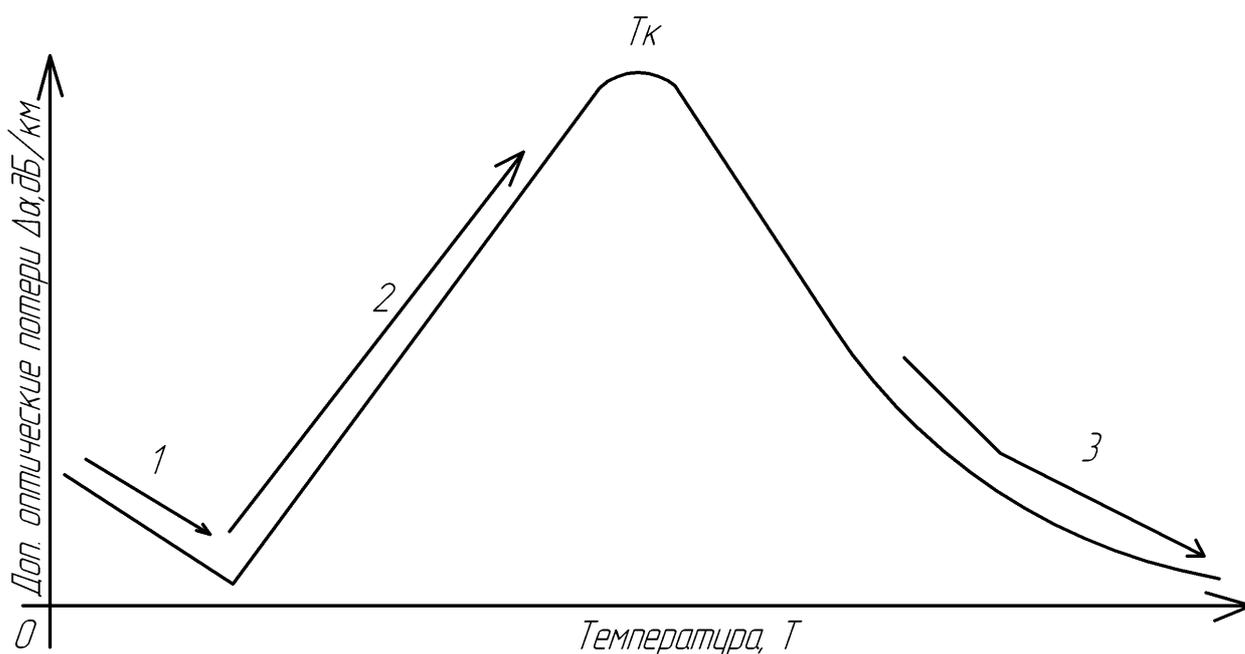


Рис. 22. - Зависимость оптических потерь в металлизированных ОВ от температуры (1) – уменьшение потерь, (2) – увеличение потерь, (3) – уменьшение потерь (рекристаллизационный отжиг);  $T_k$  – критическая температура.

Согласно [7, 115], характер изменения потерь в металлизированных ОВ может быть объяснён следующим образом. Изменение оптических потерь в начале нагрева вызван микроизгибами вследствие неравенства КЛТР кварцевого стекла и металлического покрытия, что приводит сначала к компенсации начальной усадки покрытия после вытяжки (рис. 22 позиция 1), а затем к накоплению механической энергии упругой деформации, которая

соответственно и приводит к изгибу ОВ и потерям излучения (рис. 22 позиция 2).

При достижении критической температуры  $T_k$  и дальнейшем нагреве происходит процесс отжига покрытия (рис. 22 позиция 3), который приводит к высвобождению механической энергии упругой деформации, накопленной в температурной области (рис. 22 позиция 2). Кроме того, процесс отжига приводит к снижению концентрации избыточных точечных дефектов, искажений кристаллической решетки, зарождению новых зерен и к выпрямлению оси ОВ и следовательно, снижению микроизгибных оптических потерь излучения.

Согласно литературным источникам [115, 116], температура отжига для алюминия – 350...400 °С. Температура отжига для меди – 500...700 °С (0.5-0.7 от температуры плавления – 1083 °С). При температуре 150 °С начинается отпуск алюминия, снижающий его прочность и повышающий пластичность металла. Полученные результаты обобщены в таблице 3:

Таблица 3 – Температура отжига металлических покрытий ОВ.

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

Факторы, влияющие на процесс отжига (высвобождения энергии) [115]:

- Температура отжига;
- Чистота металла;
- Предварительная деформация;

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

$$\frac{1}{t} = A \exp\left(\frac{-E}{RT}\right), \quad (24)$$

где  $A$  – некоторый коэффициент,  $\text{сек}^{-1}$ ;  $E$  – энергия активации данного процесса отжига,  $\text{Дж}\cdot\text{моль}^{-1}$ ;  $R=8.3144 \text{ Дж}\cdot\text{К}^{-1}\cdot\text{моль}^{-1}$  – универсальная газовая постоянная;  $T$  – термодинамическая температура,  $\text{К}$ ;  $t$  - время процесса отжига,  $\text{сек}$ ;

Известно [115], что у чистой меди (99.999%) температура отжига находится в области температур 100...200 °С. При снижении степени чистоты материала до величины всего на 0,001% до величины 99.998% приводит к изменению температуры начала отжига до величины 300 °С.

В работе [7] было показано, что минимум микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из меди вследствие рекристаллизации наблюдался в области температур 200...250 °С (см. рис. 3). Такая разница температур ещё раз подчёркивает то, как сильно чистота металлического покрытия влияет на температуру рекристаллизации и можно предположить, что в работе [7] в качестве металлического покрытия ОВ использовались очень чистые материалы, а не сплавы как в данной работе.

Предварительная деформация также влияет на процесс отжига. В работе [115] было показано, что изменение предварительной деформации с 1.9% до 5% у алюминия при температуре 350 °С изменяет кинетику рекристаллизации в 10-20 раз.

Из всего вышесказанного можно сделать вывод, что кинетика рекристаллизации сильно зависит от условий эксперимента. По этой причине измерение энергий активации процессов отжига сложно осуществить в рамках данной работы.

### **§ 3.2 Зависимость величины прироста микроизгибных оптических потерь от температуры и термоциклирования**

Для подробного изучения того, что происходит с микроизгибными потерями в металлизированных ОВ в области температур 20...400 °С, был проведен следующий эксперимент. Было взято одномодовое, металлизированное ОВ с германо-силикатной сердцевиной и с покрытием из медно-алюминиевого сплава. Разность ПП сердцевина – оболочка  $\Delta n = 0.008$ . Диаметр светоотражающей оболочки 200 мкм. Данное ОВ было подвергнуто нагреву в области температур 20...400 °С. На каждом шаге температура увеличивалась на 50 °С в течение 15 минут и выдерживалось при данной температуре в течение 2 минут для проведения измерения потерь. При достижении температуры 400 °С ОВ выдерживалось при данной температуре в течение 1 часа. Затем оно охлаждалось с 400 °С до 20 °С по аналогичной методике. Всего было выполнено 4 цикла нагрев-охлаждение. Оптические потери измерялись с помощью одномодового рефлектометра Anritsu 9076B1, работающего на  $\lambda = 1300$  и 1550 нм. Начальные оптические потери составляли величину  $\alpha = 1.2$  дБ/км на  $\lambda = 1550$  нм. Длина волны  $\lambda = 1550$  нм была выбрана как наиболее чувствительная к микроизгибным потерям в одномодовых ОВ из-за большего размера поля пятна моды. На рис. 23 показана зависимость изменения потерь от температуры:

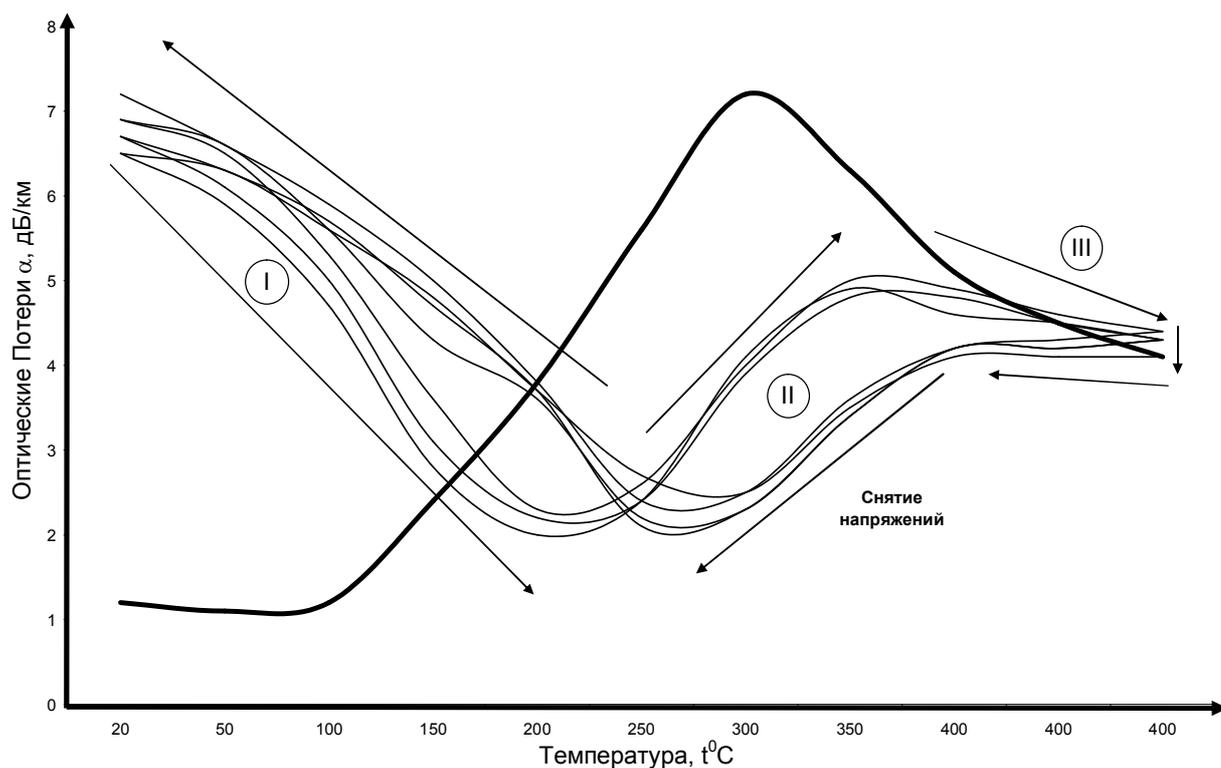


Рис. 23. Температурные области прироста величины оптических потерь в зависимости от температуры 20...400 °С на  $\lambda = 1550$  нм.

При первоначальном нагреве (толстая линия) оптические потери выросли на 6 дБ/км на  $\lambda = 1550$  нм при температуре 300 °С. При дальнейшем увеличении температуры до 400 °С оптические потери стали уменьшаться. При этом на кривых рис. 23 можно выделить три характерные температурные области:

- 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.

Следует также отметить участок начала нагрева при первом цикле в области 20...100 °С, когда происходит компенсация усадки металлического покрытия, которое произошло после процесса нанесения металлического покрытия на ОВ и его последующего охлаждения. Низкий начальный уровень

микроизгибных потерь может быть объяснён оптимальными условиями нанесения металлического покрытия на ОВ.

Для наглядного представления изгибов покрытия в металлизированном ОВ при его термоциклировании автором предлагается графическая модель, представленная на рис. 24.

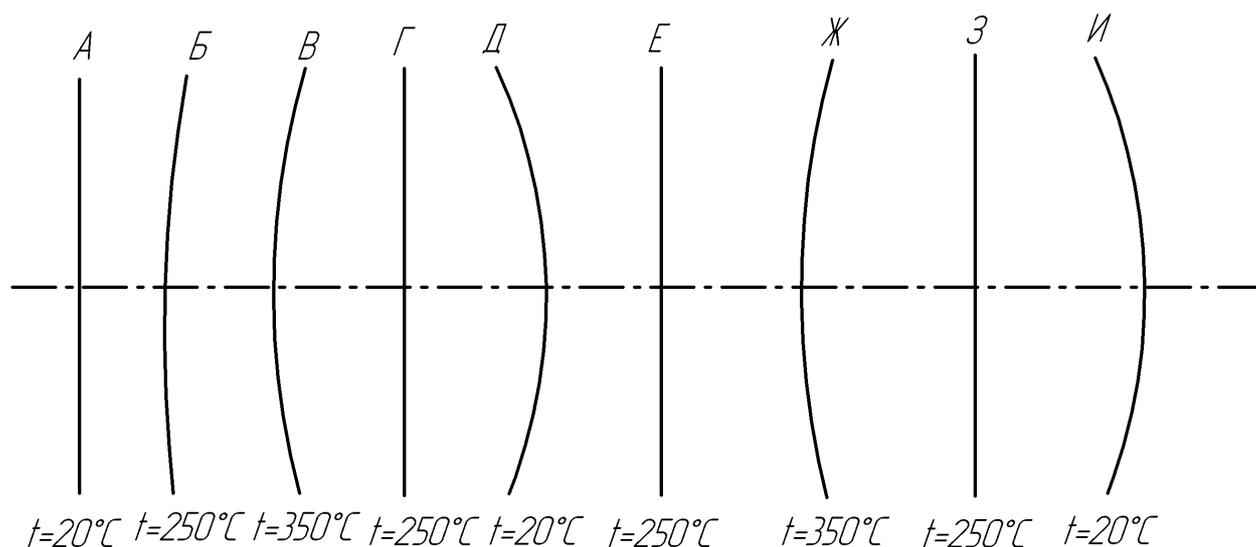


Рис. 24. Графическая модель зависимости оптических потерь в металлизированном ОВ (изгиба ОВ) от температуры.

На рис. 24 представлено графическая модель изгиба металлизированного ОВ за два цикла нагрев-охлаждение. Видно, что первый цикл нагрев-охлаждение (рис. 24 А, Б, В, Г,Д) отличается от второго цикла “нагрев-охлаждение” (рис. 24 Д, Е, Ж, З, И). При нагреве металлизированного ОВ выше 200 °С и последующему охлаждению до температуры 20 °С приводит смещению точки устойчивости (с 20 до 250 °С см. рис. 24 А, Д), которая характеризуется минимумом микроизгибных оптических потерь. Смещение точки устойчивости в цикле “нагрев-охлаждение” в области температур  $t = 20...350...20$  °С показано по изменению направления изгиба оси ОВ, т.е. после первого цикла охлаждения ОВ изгибается в противоположную сторону.

После смещения температурной точки устойчивости металлизированного ОВ нагрев в области I (рис. 23) (20...200 °С) приводит к выпрямлению ОВ и обратной зависимости прироста оптических потерь от температуры (рис. 24 Д, Е и З, И). В области II (рис. 23) (200...350 °С) нагрев ОВ приводит к изгибу металлизированного ОВ и прямой зависимости прироста оптических потерь от температуры (см. рис. 24 Е, Ж и Ж, З).

Участок III (рис. 23) (350...400 °С), при котором микроизгибные потери перестают расти и даже уменьшаются, объясняется отжигом металлического покрытия, при котором начинаются процессы рекристаллизации и высвобождении запасённой энергии деформации.

В заключение следует отметить, что данная модель упрощена, т.е. изгиб металлизированного ОВ происходит не строго по одному радиусу  $R$ , а изгиб имеет некоторый спектр  $R_1...R_2$  с наиболее вероятным радиусом  $R$  изгиба, который находится границах этого диапазона (см. раздел 1.2).

### **§ 3.3 Исследования причины необратимого роста потерь в металлизированных ОВ с покрытием из меди**

Ранее было обнаружено, что в металлизированных ОВ после термоциклирования оптические потери увеличиваются. Оптические потери увеличивается как за счёт роста потерь на ОН группах, так и увеличения микроизгибных потерь. Для изучения микроизгибных потерь ОВ с покрытием из металла была выбрана модель деформации:

Предположим, что в начале металлизированный ОВ не испытывает изгиба, т.е.  $R$  радиус изгиба бесконечен. При нагреве металлизированное ОВ испытывает удлинение  $\Delta L$ , которое приводит к появлению деформации покрытия (см. рис. 25).

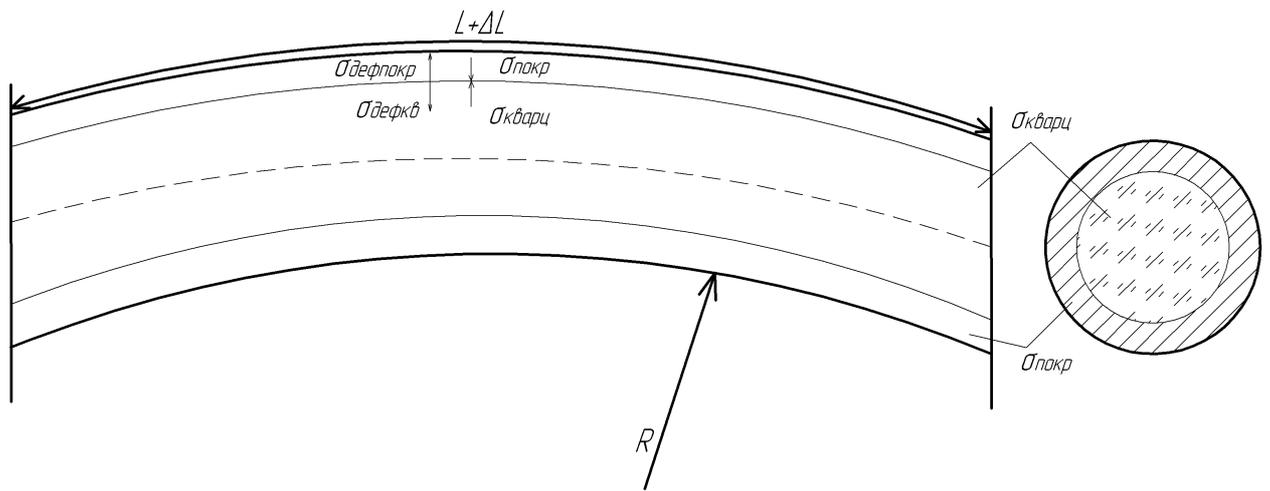


Рис. 25. Расширение металлического покрытия при нагреве.

Механические напряжения в поперечном направлении на границе кварц-металл должны быть уравновешены согласно выражению:

$$\sigma_{кв} - \sigma_{покр} + \sigma_{дефпокр} - \sigma_{дефкв} = 0, \quad (25)$$

где  $\sigma_{кв}$  - напряжения создаваемые кварцевым стеклом, Па;  $\sigma_{кв}$  - напряжения создаваемые металлическим покрытием, Па;  $\sigma_{дефпокр}$  - напряжение деформации покрытия, Па;  $\sigma_{дефкв}$  - напряжение деформации кварцевого стекла, Па;

Механические напряжения в кварцевом стекле  $\sigma_{кв}$  и покрытии  $\sigma_{покр}$  при нагреве на величину  $\Delta t$  составляют величину:

$$\sigma_{кв,покр} = \Delta t \alpha_{кв,покр} E_{кв,покр}, \quad (26)$$

где  $\Delta t$  - изменение температуры при нагреве, °С;  $\alpha$  - температурный коэффициент линейного расширения (для кварцевого стекла  $\alpha_{кв}$  или металлического покрытия  $\alpha_{покр}$ ),  $\frac{1}{0C}$ ;  $E$  - модуль Юнга материала (для кварцевого стекла  $E_{кв}$  или металлического покрытия  $E_{покр}$ ), Па

Предел упругой деформации кварцевого стекла  $\sigma_{\text{дефкв}}$  незначителен и имеет величину 10-20 МПа, что объясняется хрупкостью кварцевого стекла [102]. Считаем, что деформация металлизированного ОВ происходит лишь за счёт металлического покрытия  $\sigma_{\text{дефпокр}}$ . Металлическое покрытие ОВ будет находиться в пределах упругой деформации лишь при условии  $\sigma_{\text{дефпокр}} \leq \sigma_{\text{упр}}$ . Предел упругости металлического покрытия для покрытий из медно-алюминиевого сплава, которые используются в данной работе, составляет величину  $\sigma_{\text{упр}} = 0.3 \text{ ГПа}$  [116]. Подставим значения напряжений для кварцевого стекла и покрытия полученные из (26) в (25) и определим максимальное изменение температуры, при котором покрытие из медно-алюминиевого сплава находится в области упругой деформации:

$$\Delta t = \frac{\sigma_{\text{упр}}}{E_{\text{покр}} \alpha_{\text{покр}} - E_{\text{кв}} \alpha_{\text{кв}}}, \quad (27)$$

Модуль Юнга и ТКЛР для подобного медного покрытия составляет величину  $E_{\text{покр}} = 100 \text{ ГПа}$  и  $\alpha_{\text{покр}} = 17 * 10^{-6} \frac{1}{\text{°C}}$ , соответственно [116]. Для кварцевого стекла Модуль Юнга и КЛТР составляет величину  $E_{\text{кв}} = 75 \text{ ГПа}$  [117] и  $\alpha_{\text{кв}} = 0.57 * 10^{-6} \frac{1}{\text{°C}}$  [102].

Подставив данные в (27) получим, что для того, чтобы преодолеть предел упругости металлического покрытия, необходимо металлизированное ОВ нагреть на  $\Delta t = 181 \text{ °C}$ , т.е. до величины порядка 200 °C. Для подтверждения этого был проведён эксперимент.

Были выполнены температурные испытания путём термоциклирования металлизированного ОВ, которое исследовалось в разделах 2.4 и 3.1, с покрытием из медно-алюминиевого сплава в области температур от 20 до 250 °C. Оптические потери контролировались на длине волны 1300 нм с помощью рефлектометра.

Как можно видеть (рис. 26) при термоциклировании обратимость оптических потерь наблюдалась лишь при температурах нагрева до 200 °С. При нагреве до температуры 250 °С и последующем охлаждении оптические потери в ОВ не вернулись к “нулевому уровню”, что говорит о необратимых процессах, произошедших в покрытии. Причиной этого является следующее: при температурах более 200 °С напряжение в металлическом покрытии преодолевает предел напряжения для упругого растяжения и достигает области неупругого растяжения, при котором в металлическом покрытии ОВ появляются остаточные напряжения после охлаждения до 20 °С.

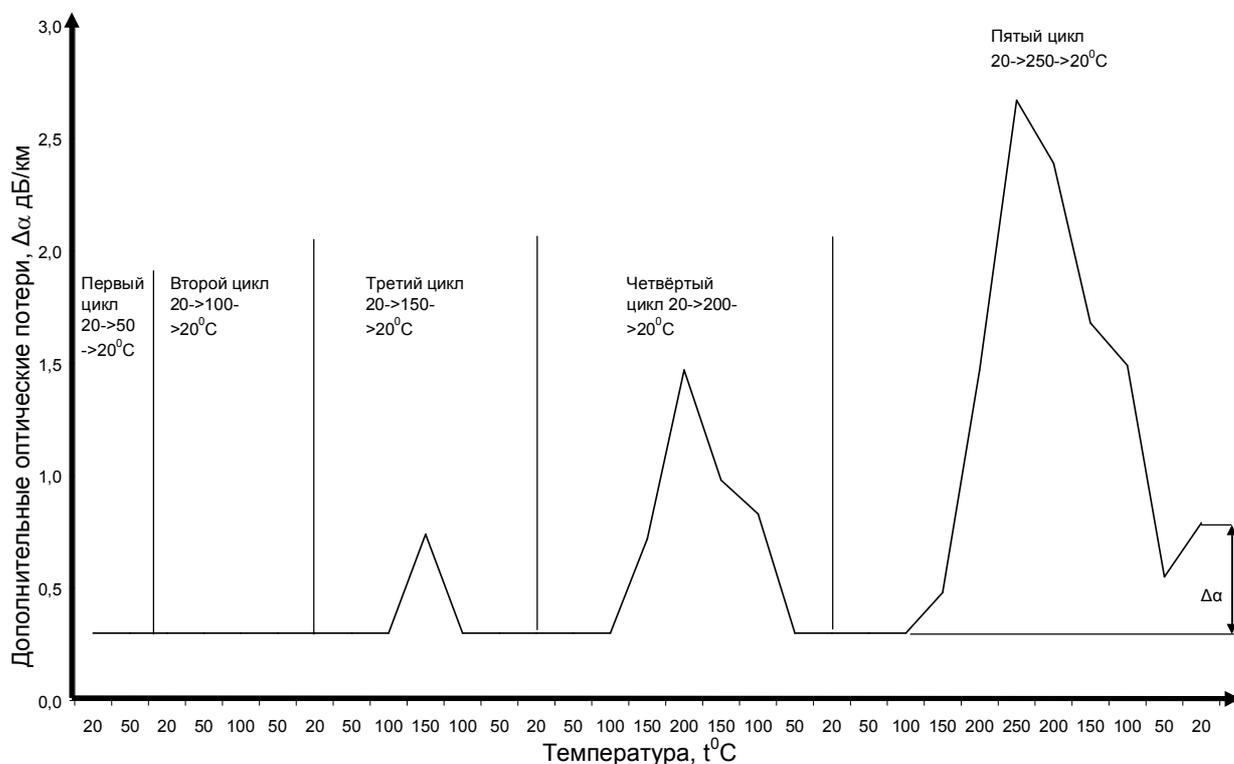


Рис. 26. Влияние максимальной температуры нагрева на обратимость оптических потерь прироста оптических потерь “ $\Delta\alpha$ ” при циклах нагрев-охлаждение.

Далее через некоторое время был выполнен повторный нагрев металлизированного ОВ. Как можно видеть из рис. 27, при нагреве металлизированного ОВ при температуре 100 °С оптические потери

уменьшались до уровня начальных потерь ОВ до термоциклирования. При последующем охлаждении данного металлизированного ОВ оптические потери вернулись к исходным значениям потерь (см. рис. 26 -  $\Delta\alpha$ ).

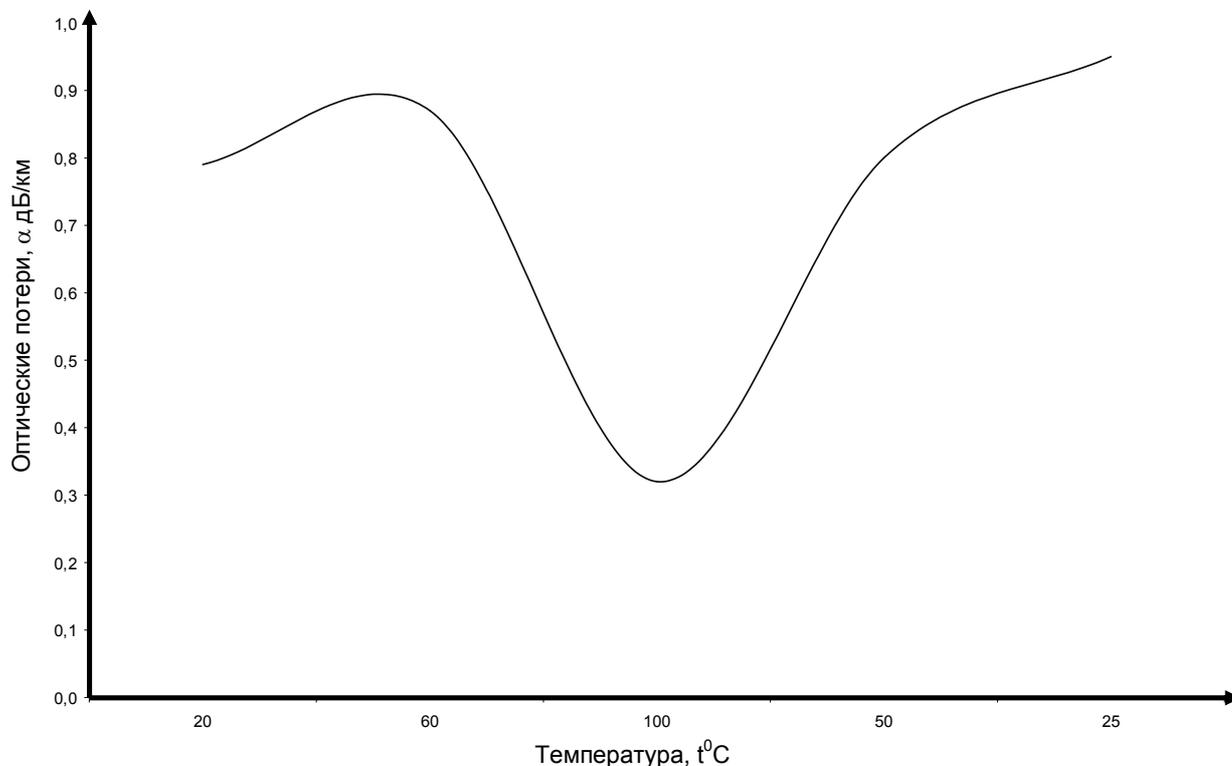


Рис. 27. Зависимость величины потерь в металлизированных ОВ после неупругой деформации покрытия.

Результаты эксперимента подтверждают, что у ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава в области температур 20...200 °C происходит упругая деформация металлического покрытия, которая приводит к увеличению кривизны оси ОВ и, следовательно, к росту оптических потерь.

При выходе из области этих температур, т.е. более 200 °C, происходит пластическая деформация, которая приводит к остаточным напряжениям и, соответственно, оптическим потерям после охлаждения металлизированного ОВ.

### § 3.4 Моделирование характера изменения микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах

Смоделируем процесс образования микроизгибов в металлизированном ОВ. Если нанесенное на волокно покрытие не концентрично (рис. 28 а), (вследствие несовершенства процесса нанесения металлического покрытия), за счет усадки покрытия при его отверждении волокно изогнется. Изгиб происходит выпуклостью в направлении смещения волокна относительно оси покрытия (рис. 28, б). Последующий анализ проведем, следуя работе [118], где рассмотрена задача об изгибе биметаллической пластинки.

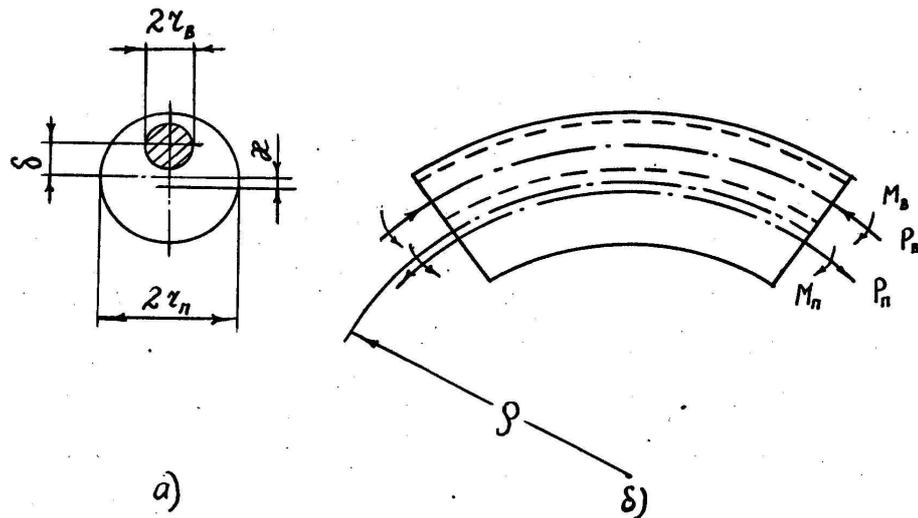


Рис. 28. Геометрия поперечного сечения (а) и схема изгиба волокна с неконцентричным покрытием (б).

Введем обозначения [119] (рис. 28, а):  $\varepsilon$  - усадка материала покрытия при его отверждении;  $r_s$  и  $r_n$  - радиусы поперечных сечений волокна и покрытия;  $\delta$  - эксцентриситет покрытия (смещение оси волокна относительно оси покрытия);  $\chi$  - расстояние между центрами тяжести исходного круга радиуса  $r_n$  и «выколотого» круга того же радиуса;  $J_s$  и  $J_n$  - моменты инерции поперечных сечений волокна и покрытия;  $\rho$  - радиус изгиба волокна с покрытием.

Все силы, возникшие в поперечном сечении волокна, могут быть представлены (рис. 28, б) осевой сжимающей силой  $P_с$  и изгибающим моментом  $M_с$  (касательными напряжениями в поперечном сечении пренебрегаем). В поперечном сечении покрытия эти силы сводятся соответственно к растягивающей силе  $P_n$  и изгибающему моменту  $M_n$ .

Вследствие того, что к волокну с покрытием не приложено внешних нагрузок, возникающие внутренние силы должны быть самоуравновешенными. Поэтому можно записать:

$$P_с = P_n = P \quad (28)$$

$$P(\chi + \delta) = M_с + M_n \quad (29)$$

Т.к.  $M_с = E_с J_с / \rho$  и  $M_n = E_n J_n / \rho$ , где  $E_с$  и  $E_n$  - модули Юнга материалов ОВ и металлического покрытия. После подстановки в (29) получим:

$$P(\chi + \delta) = (E_с J_с + E_n J_n) / \rho \quad (30)$$

Другое уравнение, для  $\rho$  и  $P$ , можно получить, предположив равенство продольных деформаций ОВ и покрытия на поверхности волокна. Деформация покрытия складывается из усадки при отверждении  $\varepsilon$ , растяжения за счет силы  $P_n$  и нормальных изгибных деформаций; деформации волокна - соответственно из-за его сжатия за счет силы  $P_с$ , нормальных изгибных деформаций, вследствие нагрева ОВ  $\alpha_с * \Delta t$  и покрытия  $\alpha_n * \Delta t$ . Для упрощения анализа предположим, что равенство деформаций находится на оси волокна:

$$\alpha_с * \Delta t - \frac{P}{\pi r_с^2 E_с} = \frac{\delta + \chi}{\rho} + \frac{P}{\pi (r_n^2 - r_с^2) E_n} - \varepsilon + \alpha_n * \Delta t \quad (31)$$

Подставив в систему (30), (31) выражения  $\chi = \delta r_e^2 / (r_n^2 - r_e^2)$ ,  $J_e = \pi r_e^4 / 4$ ,  $J_n = \pi (r_n^4 - r_e^4) / 4 - \pi \delta^2 r_e^2 r_n^2 / (r_n^2 - r_e^2)$ , получим следующее выражение для  $\rho$ :

$$\rho = \frac{1}{\varepsilon - (\alpha_n - \alpha_e) \Delta t} \left( \delta + \chi + \frac{E_e J_e + E_n J_n}{(\chi + \delta) \pi (r_n^2 - r_e^2) E_n} + \frac{E_e J_e + E_n J_n}{(\chi + \delta) \pi r_e^2 E_n} \right) \quad (32)$$

Предполагая, что оптические потери  $(A, \frac{\partial B}{\partial \rho})$  зависят от радиуса изгиба через зависимость:  $A \sim f(\frac{1}{\rho})$ , где  $f$  - некоторая функция. При этом должно выполняться, если  $\rho \rightarrow \infty$ , то  $A \rightarrow 0$ . Уравнение (32) возьмём по модулю т.к. знак минус говорит об изменении направления изгиба ОВ:

$$A \sim f \left( \left| (\varepsilon - (\alpha_n + \alpha_e)) \Delta t \left( \delta + \chi + \frac{E_e J_e + E_n J_n}{(\chi + \delta) \pi (r_n^2 - r_e^2) E_n} + \frac{E_e J_e + E_n J_n}{(\chi + \delta) \pi r_e^2 E_n} \right)^{-1} \right| \right) \quad (33)$$

Рассчитаем зависимость оптических потерь от температуры при следующих параметрах:  $r_b = 115 \cdot 10^{-6}$  м,  $r_n = 135 \cdot 10^{-6}$  м,  $\delta = 1 \cdot 10^{-6}$  м,  $\varepsilon = 0,00145$ ,  $(\alpha_n - \alpha_e) = 16,5 \cdot 10^{-6} \frac{1}{^\circ C}$ . Для простоты расчётов в качестве функции  $f$  используем масштабный коэффициент.

Как видно из рис. 29, в области изменения температур 20...80 °С оптические потери уменьшаются ввиду компенсации усадки металлического покрытия расширением материалов кварцевого ОВ и его металлического покрытия при нагреве:  $\varepsilon - (\alpha_n - \alpha_e) \Delta t \sim 0$ . При этом радиус изгиба ( $\rho$ ) стремится к бесконечности (ОВ выпрямляется), что видно по минимуму оптических потерь на микроизгибах (см. рис. 21). В дальнейшем это экспериментально также будет показано на рис. 38.

В области температур  $t > 100$  °С, где  $|\varepsilon - (\alpha_n - \alpha_e) \Delta t| > 0$ , величина оптических потерь пропорциональна произведению  $(\alpha_n - \alpha_e) \Delta t$  и при нагреве оптические потери увеличиваются. Следует отметить, что данная модель

действует лишь в области упругой деформации металла, т.е. в области температур  $t = 20 \dots 250 \text{ }^\circ\text{C}$ .

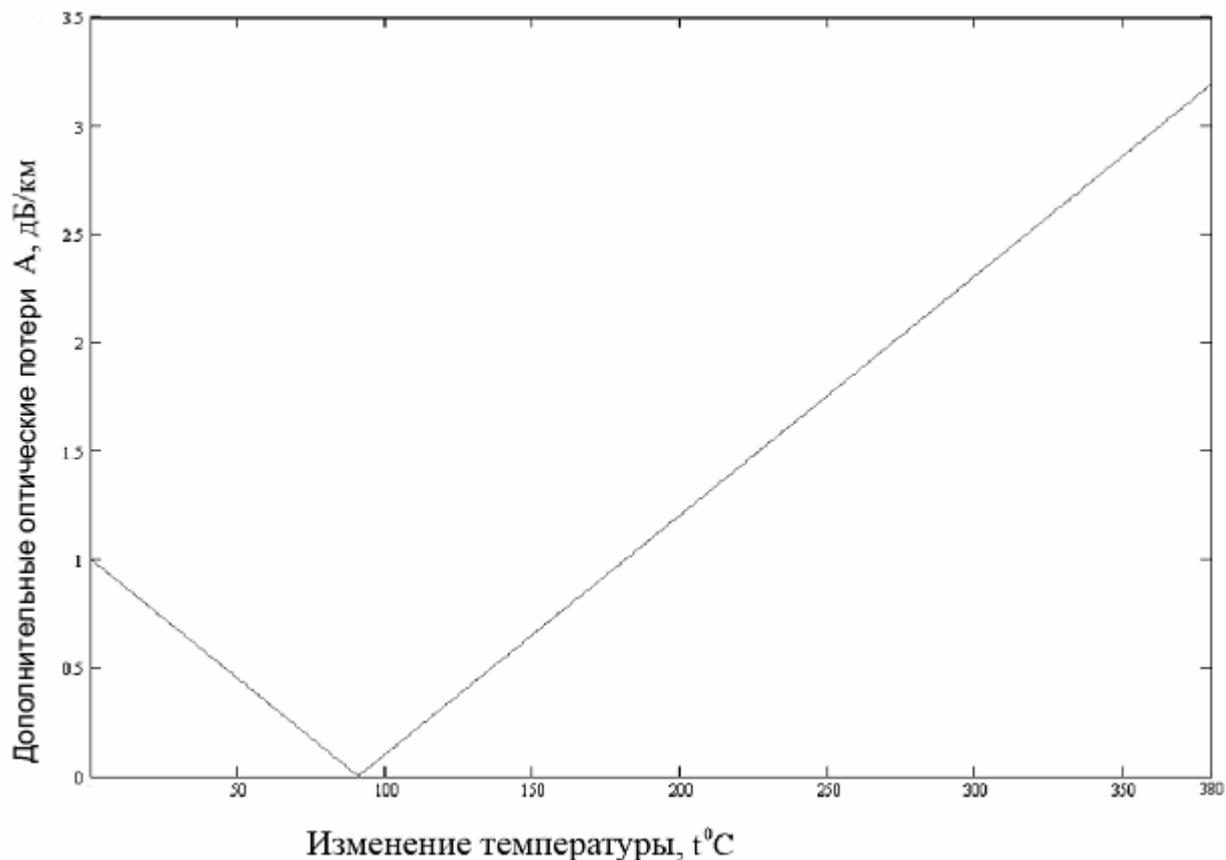


Рис. 29. Расчетная температурная зависимость оптических потерь.

При больших температурах наблюдается неупругая (пластическая) деформация металла покрытия металлизированного ОВ, которая приводит к внесению дополнительных напряжений усадки и, следовательно, ведёт к большим оптическим потерям на микроизгибах, как это было показано в разделах 3.2-3.3.

### **§ 3.5 Способы уменьшения уровня микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ**

В главе 1 было показано, что причиной микроизгибных потерь излучения в металлизированных ОВ является наложение периодов геометрического

колебания волны в сердцевине ОВ и периодов изгибов металлизированного покрытия. Для того, чтобы уменьшить влияние микроизгибных потерь в металлизированных ОВ, следует минимизировать такое “наложение” с помощью “раздвигания” этих периодов друг относительно друга. Это возможно как с помощью изменения разницы ПП материала сердцевина – оболочка (изменение волноводной структуры металлизированного ОВ), так и за счёт изменения геометрии образцов – изменение внешнего диаметра ОВ, толщины покрытия, состава покрытия. В данном разделе будет показано, как это практически влияет на величину микроизгибных потерь в металлизированных ОВ как при нормальных условиях, так и при высоких температурах.

### **3.5.1 Влияние диаметра кварцевой оболочки ОВ на начальные потери в металлизированных ОВ (при комнатной температуре)**

В работах [39, 40] эмпирически было показано, что микроизгибные оптические потери в ОВ с полимерными покрытиями зависят от диаметра ОВ в соответствии с (34):

$$\alpha_{\text{микр}} \sim \frac{\text{const}}{b^p}, \quad (34)$$

где  $\alpha_{\text{микр}}$  – величина микроизгибных оптических потерь, дБ/км;  $b$  – диаметр светоотражающей оболочки ОВ, мкм;  $p$  – эмпирический параметр, равный 6 для ОВ с полимерным покрытием.

Из формулы (34) следует, что при увеличении внешнего диаметра с 125 до 200 мкм микроизгибные потери должны уменьшиться в 16 раз. Таким образом, для уменьшения величины начальных микроизгибных потерь следует увеличивать внешний диаметр ОВ. Попробуем теперь оценить величины начальных микроизгибных потерь в металлизированных ОВ в зависимости от

внешнего диаметра ОВ. Для этого были измерены начальные потери в 40-ка металлизированных ОВ (одномодовых и многомодовых) с различными металлами покрытия (алюминий и покрытия из медно-алюминиевого сплава) с внешним диаметром 125 и 200 мкм. Оптические потери измерялись с помощью рефлектометра на  $\lambda = 1300$  нм. Результаты представлены на рис. 30.

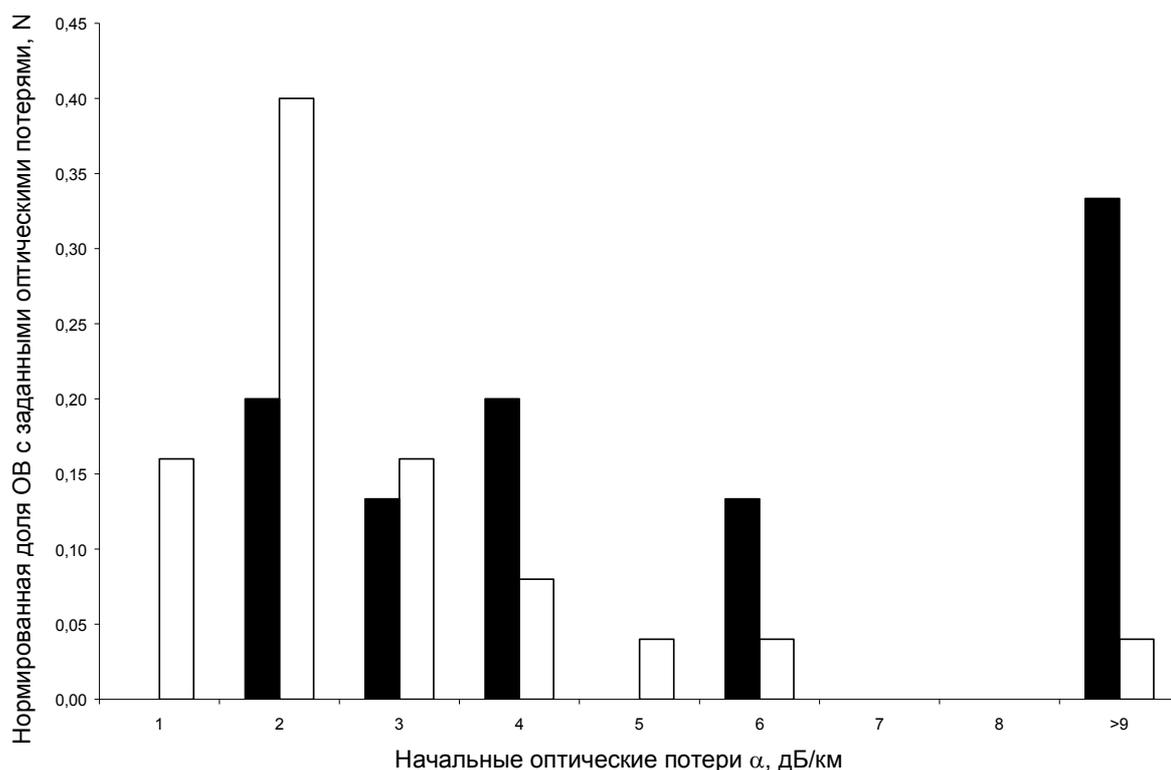


Рис. 30. Гистограммы уровня микроизгибных потерь в металлизированных ОВ:  $N_i = Q_i / Q_{общ}$  – нормированная доля металлизированных ОВ в выборке, удовлетворяющей величине микроизгибных оптических потерь  $\alpha_i$ ; черные столбики – 125 мкм, белые – 200 мкм.

Как видно из рис. 30, в металлизированных ОВ диаметром 125 и 200 мкм величина микроизгибных потерь лежит в области от 2 до 10 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. При этом в ОВ диаметром 200 мкм наиболее повторяющаяся величина потерь составляет 2 дБ/км, а в ОВ диаметром 125 мкм – 12.5 дБ/км.

Оценим величину эмпирического параметра  $p$  для металлизированных ОВ. Из формулы (34) можно получить соотношение (35):

$$\frac{\alpha_{125}}{\alpha_{200}} = \left(\frac{200}{125}\right)^p, \quad (35)$$

где  $\alpha_{125}$ ,  $\alpha_{200}$  - оптические потери в металлизированных ОВ с внешними диаметрами 125 и 200 мкм, соответственно.

Подставив значения  $\alpha_{125}$ ,  $\alpha_{200}$  в формулу (35), получим  $p \sim 3 \dots 3.5$  (против  $p=6$  для ОВ с полимерными покрытиями). Данное соотношение может быть объяснено через момент сопротивления круга (термин из теоретической механики), который может быть рассчитан по формуле [120] (36):

$$W = \frac{\pi d^3}{32}, \quad (36)$$

где  $d$  – диаметр круга, м,

Как видно из формулы (36), момент сопротивления круга  $W$  зависит от диаметра в 3 степени. Из этого можно заключить, что увеличение внешнего диаметра металлизированного ОВ с 125 мкм до 200 мкм приводит к снижению начальных микроизгибных потерь и уменьшению вероятности появления огромных микроизгибных потерь ( $>10$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм) в металлизированных ОВ.

Как было показано выше, среди металлизированных ОВ с внешним диаметром 125 мкм есть значительная часть волокон ( $\sim 50\%$ ) с относительно небольшими микроизгибными потерями 2.5...4.5 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм, что сопоставимо с оптическими потерями металлизированных ОВ диаметром 200 мкм. Такая величина потерь в металлизированных ОВ диаметром 125 мкм может быть объяснена оптимальной технологией металлизации, выбором температуры, при которой наносится металл, скоростью вытяжки и типа наносимого покрытия. Изучение их не входит в рамки данной работы.

Следует отметить, что наименьшие величины микроизгибных потерь в металлизированных ОВ были достигнуты на образцах с внешним диаметрами 230 и 300 мкм, которые составляли 1- 1.2 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм.

Таким образом, можно заключить, что при увеличении внешнего диаметра кварцевого ОВ с металлическим покрытием, микроизгибные потери уменьшаются вследствие увеличения изгибной жёсткости ОВ. Зависимость начальных потерь от диаметра ОВ, может быть описана степенной зависимостью с эмпирическим параметром  $p \sim 3..3.5$ , что меньше полученного ранее для ОВ с полимерным покрытием ( $p \sim 6$ ).

### **3.5.2 Влияние диаметра кварцевой оболочки ОВ с металлическим покрытием на прирост микроизгибных потерь (при их нагреве)**

Для исследования влияния диаметра кварцевого ОВ на оптические потери металлизированных ОВ при их нагреве было отобрано два образца одномодовых ОВ с металлическим покрытием из медно-алюминиевого сплава и внешними диаметрами 125 и 200 мкм. Для каждого из образцов ОВ было проведено по 3 цикла нагрев-охлаждение. Начальные потери составляли величину  $\sim 2.5$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм для обоих образцов, разность ПП сердцевина-оболочка  $\Delta n = 0.005$ . На рис. 31 показаны результаты экспериментов. Из рис. 31 видно, что характер поведения микроизгибных потерь практически не зависит от внешнего диаметра кварцевого ОВ.

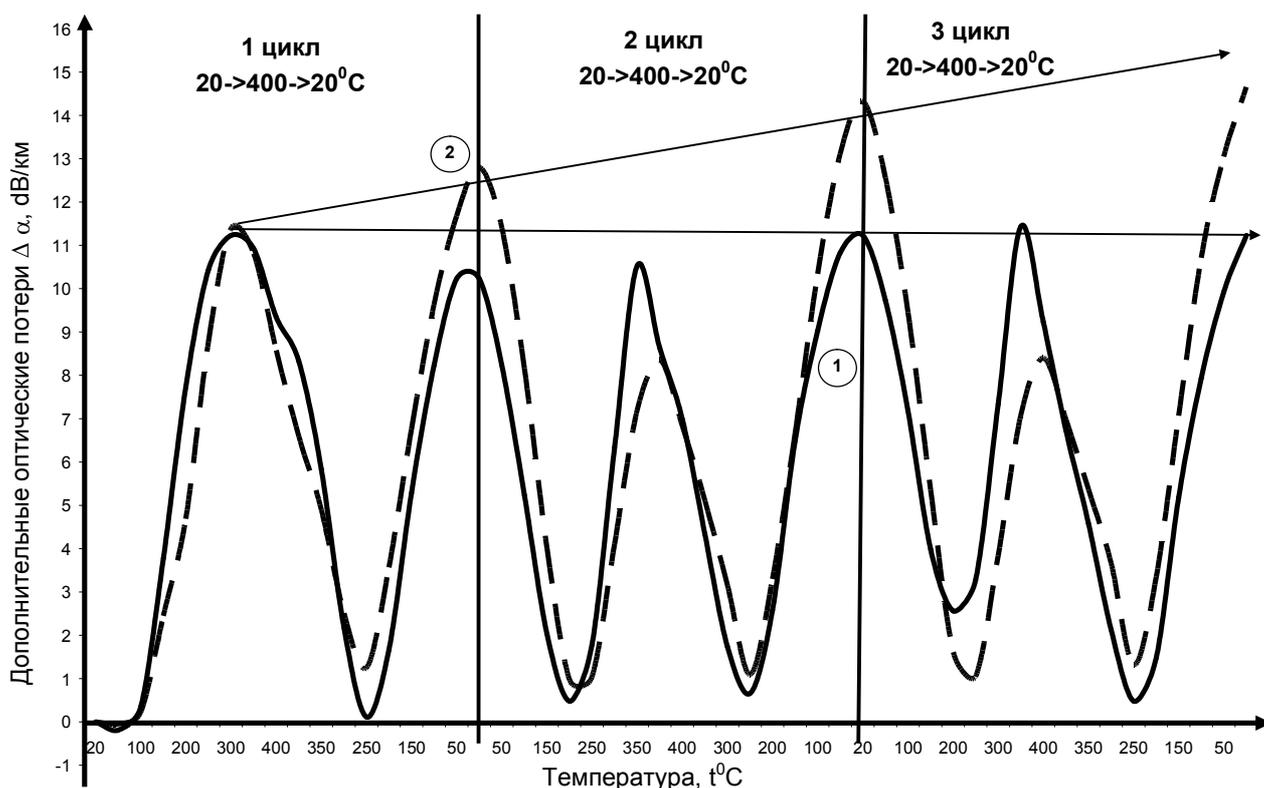


Рис. 31. Зависимости прироста микроизгибных потерь при термоциклировании образцов с покрытием из медно-алюминиевого сплава в течение 3-х циклов термоциклирования для образцов с внешним диаметром 125 мкм (1) 200 мкм (2).

Также было исследовано влияние диаметра многомодового ОВ с градиентным ППП на микроизгибные оптические потери при термоциклировании в области температур  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 400\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  с выдержкой при температуре  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа. Начальные потери ОВ с внешним диаметром 125 и 200 мкм на  $\lambda = 1300\text{ нм}$  составляли величину 8 дБ/км и 2.4 дБ/км, соответственно. Разница ПП сердцевина – оболочка составляла  $\Delta n = 0.02$  для обоих образцов. На рис. 32 приведены полученные зависимости. Из рисунка видно, что для обоих образцов температурные изменения микроизгибных оптических потерь примерно одинаковы и колеблются в пределах 2.4...12 дБ/км на  $\lambda = 1300\text{ нм}$ .

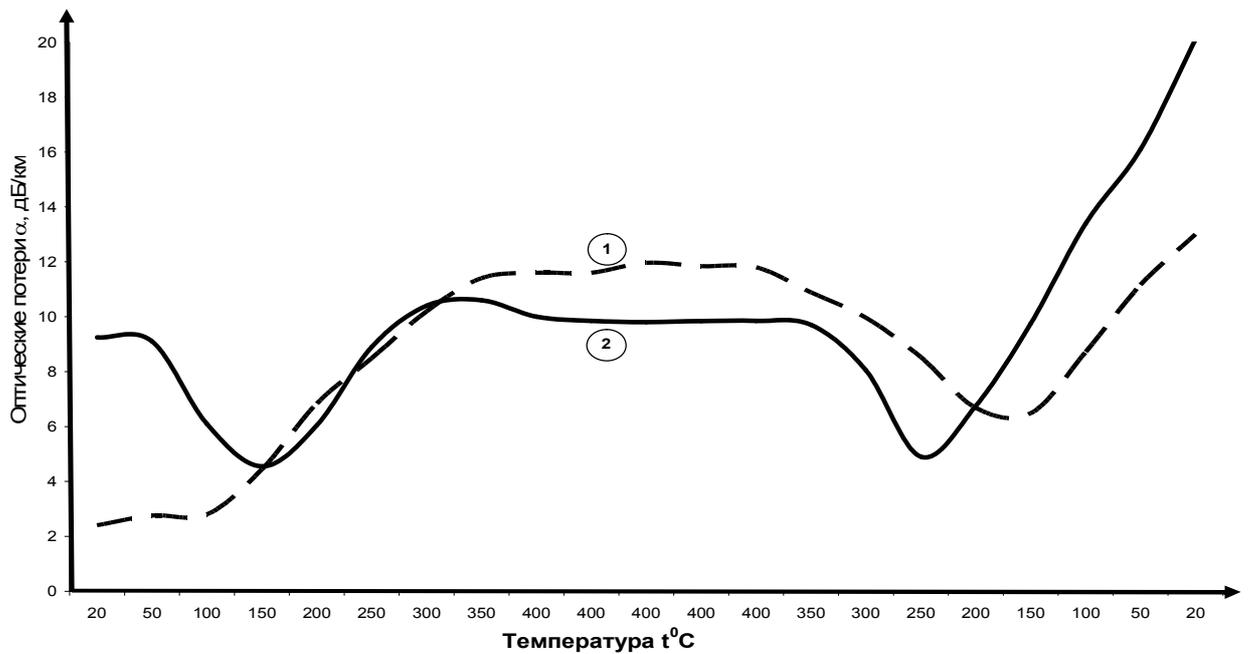


Рис. 32. Температурные зависимости прироста микроизгибных потерь для двух образцов многомодовых ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава в течение одного цикла термоциклирования (выдержка на каждом интервале 15 мин). Внешний диаметр ОВ: 200 мкм (1) 125 мкм (2).

Также были исследованы два образца многомодовых ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава внешним диаметром 200 и 300 мкм и разностью ПП сердцевина – оболочка  $\Delta n = 0.02$ ; диаметр световедущей сердцевины 50 мкм, градиентный ППП Начальные потери в ОВ диаметром 200 мкм и 300 мкм составляли величины  $\alpha_{1300}=2.4$  дБ/км и  $\alpha_{1300}=1$  дБ/км, соответственно. Экспериментальные зависимости приведены на рис. 33:

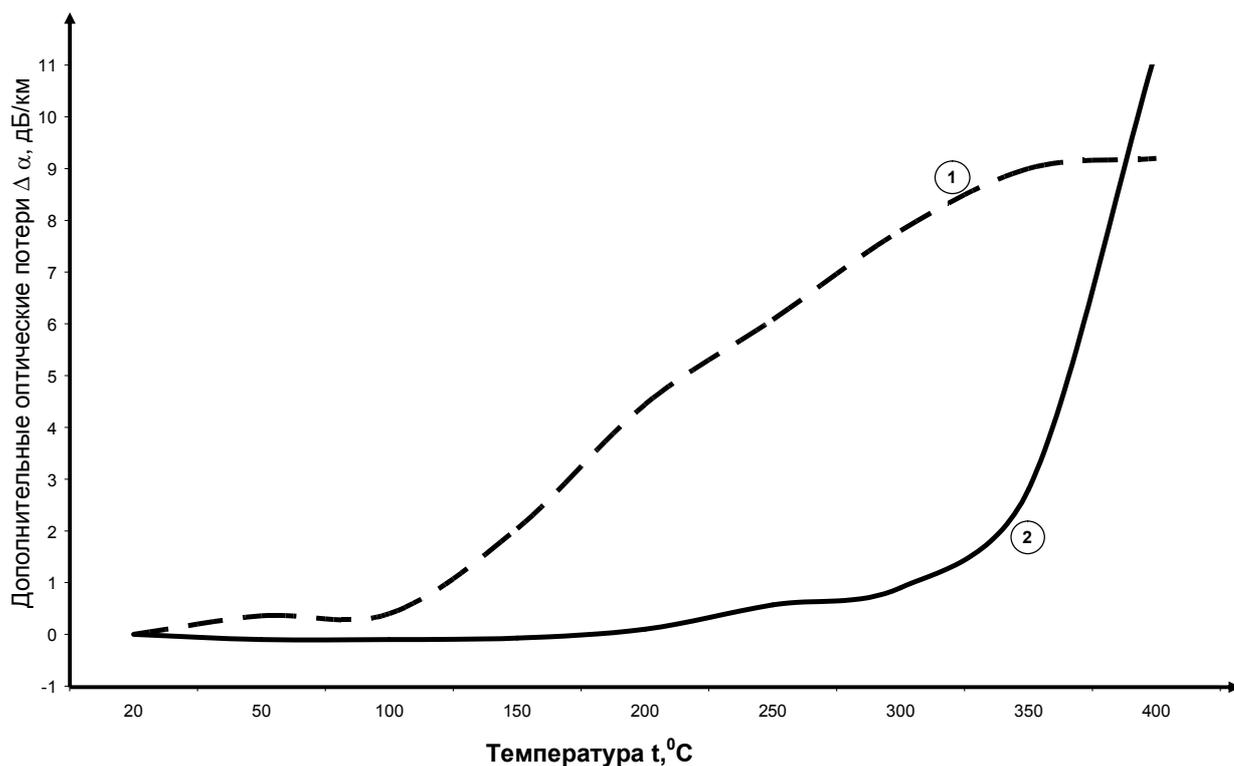


Рис. 33. Температурные зависимости дополнительных микроизгибных оптических потерь от диаметра оптического ОВ при нагреве в области температур 20...400 °С (1 - 200 мкм, 2 – 300 мкм),  $\lambda = 1300$  нм.

Как видно из рис. 33, при увеличении температуры до величины порядка  $t = 400$  °С оптические потери в обоих образцах сравнялись, хотя при меньших температурах величины потерь в образцах были различными. Это можно объяснить следствием пластической деформации металлических покрытий.

Из полученных результатов можно заключить следующее: в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава не наблюдается сильного влияния диаметра ОВ на величину прироста микроизгибных оптических потерь в области температур 100...400 °С. Это объясняется близостью модулей Юнга материалов кварцевого стекла и металлического покрытия, что отмечается в работе [7].

### 3.5.3. Влияние разности показателя преломления сердцевины и кварцевой оболочки на прирост микроизгибных потерь в металлизированных ОВ

Для выяснения того, как влияет разность п. п. сердцевина – оболочка в одномодовых ОВ с металлическим покрытием на величину дополнительных микроизгибных оптических потерь, были проведены термоиспытания трёх типов таких ОВ с различной величиной разности ПП сердцевина – оболочка. Данные ОВ имели диаметр сердцевины 10 мкм, диаметр светотражающей оболочки 125 мкм и полный диаметр покрытия 168 мкм. Результаты представлены на рис. 34:

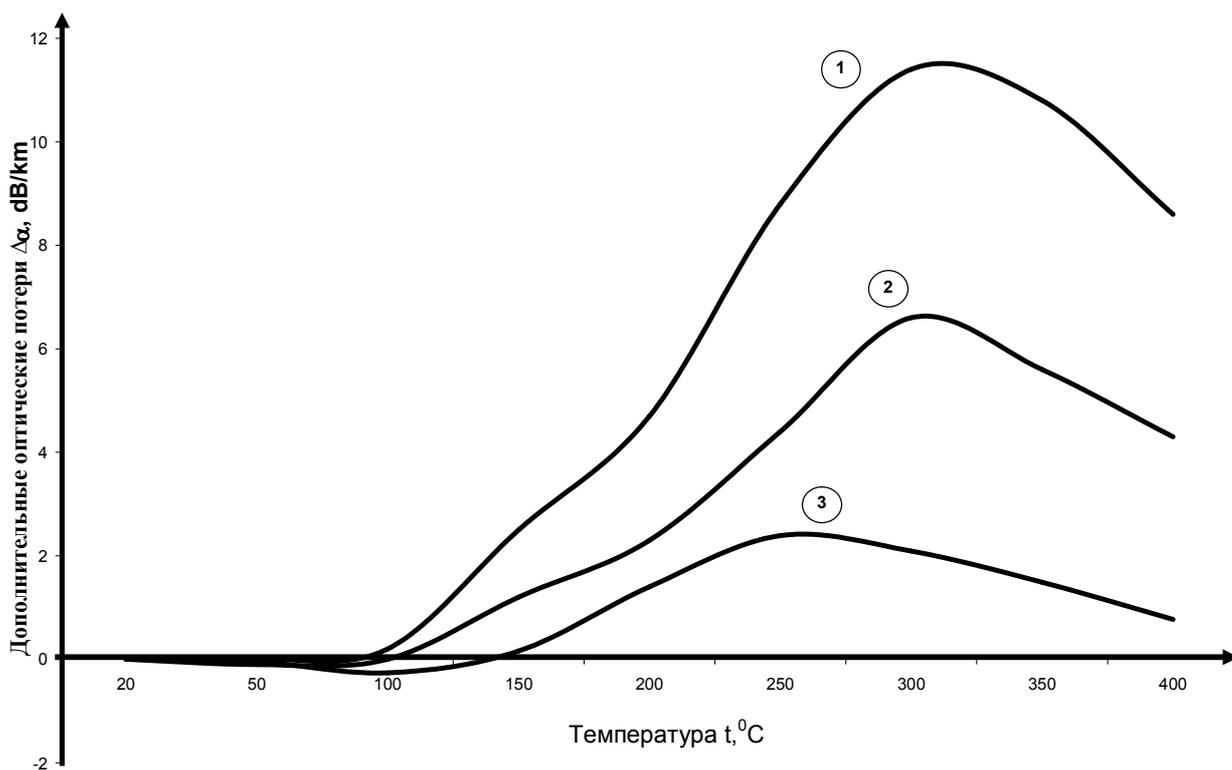


Рис. 34. Кривые, иллюстрирующие влияние разности показателей преломления на величину прироста микроизгибных потерь в интервале температур 20 °C ... 400 °C на  $\lambda = 1300$  нм: (1) -  $\Delta n = 0.005$ ; (2) -  $\Delta n = 0.008$ ; (3) -  $\Delta n = 0.020$ )

Из рис. 34 видно, что с увеличением разности показателей преломления сердцевина-оболочка величина микроизгибных оптических потерь уменьшается.

Согласно литературным источникам прирост микроизгибных потерь в одномодовых ОВ может быть описан следующей зависимостью [44]:

$$\Delta\alpha = \frac{const}{\Delta n^p}, \quad (37)$$

где  $const$  – некоторая постоянная величина, зависящая при фиксированном диаметре ОВ от волнового числа  $V$ ;  $\Delta n$  – разность ПП сердцевина-оболочка;  $p$  – некоторый эмпирический параметр.

Преобразуем (37) следующим образом:

$$\frac{\Delta\alpha_2}{\Delta\alpha_1} = \left(\frac{\Delta n_1}{\Delta n_2}\right)^p, \quad (38)$$

где нижние индексы 1 и 2 обозначают два различных образца.

Определим эмпирический параметр  $p$  для одномодовых волокон. Для этого были проведены эксперименты, в которых нагревались два одномодовых ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, диаметром сердцевины 10 мкм и внешним диаметром 200 мкм. У первого образца ОВ  $\Delta n = 0.008$ , у второго  $\Delta n = 0.005$ . Оптические потери измерялись одномодовым рефлектометром Anritsu MW9076B, работающим на двух длинах волн  $\lambda = 1300$  и 1550 нм. Нагрев производился по методике, описанной выше.

Результаты измерений величины дополнительных оптических потерь были обработаны в соответствии с (38). Рассчитанные значения эмпирического параметра  $p$  приведены на рис. 35.

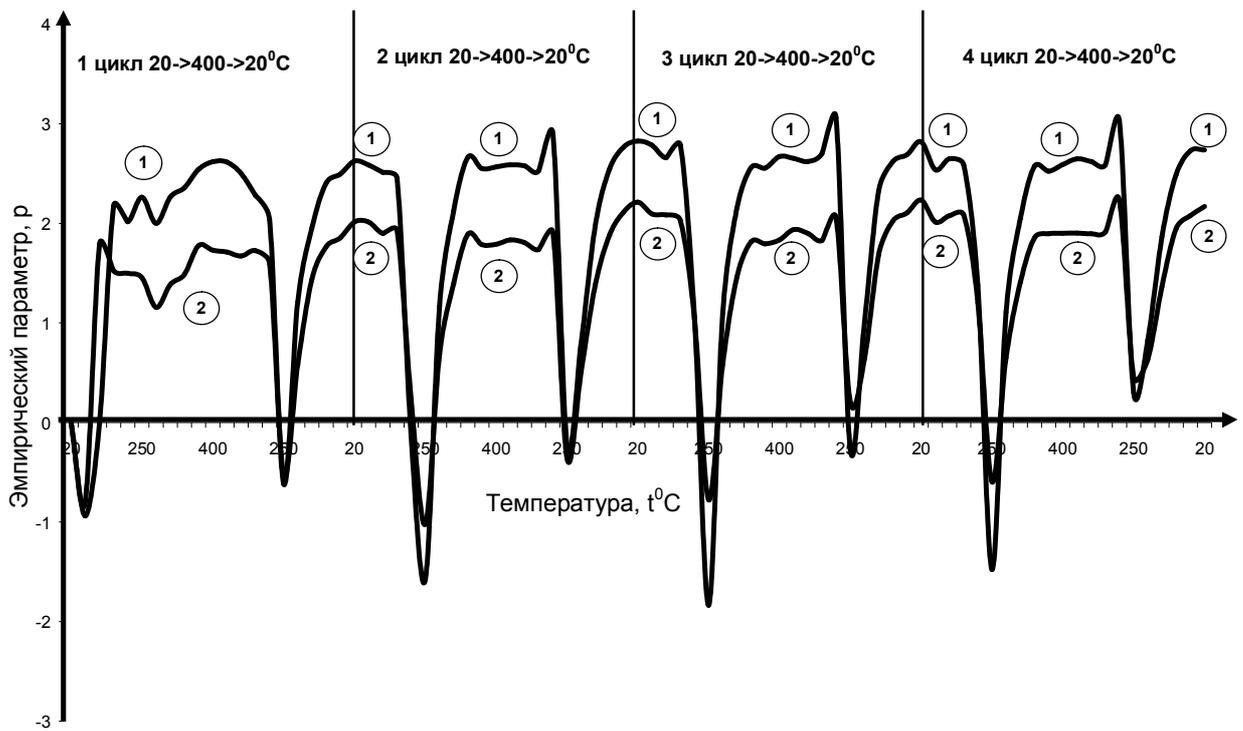


Рис. 35. Температурные зависимости эмпирического параметра  $p$  для металлизированных одномодовых ОВ, полученные из измерений дополнительных потерь на  $\lambda = 1550$  нм (1),  $\lambda = 1310$  нм (2). Результаты приведены для четырёх циклов нагрев-охлаждение  $t = 20 \dots 400$  °С.

Как видно из рис. 35 для длин волн  $\lambda = 1300$  нм и  $\lambda = 1550$  нм в области  $t = 20 \dots 400$  °С эмпирический параметр  $p$  составляет величину 2 и 2,5, соответственно.

Попробуем оценить влияние разности ПП на дополнительные микроизгибные оптические потери в многомодовых ОВ. Для этого были измерены дополнительные потери в двух образцах металлизированных ОВ с градиентным ППП, в области температур  $20 \dots 400$  °С. Микроизгибные оптические потери контролировались оптическим рефлектометром на  $\lambda = 1300$  нм.

Из рис. 36 видно, что прирост потерь в металлизированном ОВ с  $\Delta n = 0.026$  ~ в 3 раза меньше, чем в металлизированном ОВ с  $\Delta n = 0.018$ . Попробуем определить параметр  $p$  для многомодового ОВ по формуле (38). Подставив данные в формулу (38) и получим значение коэффициента  $p \sim 3$ .

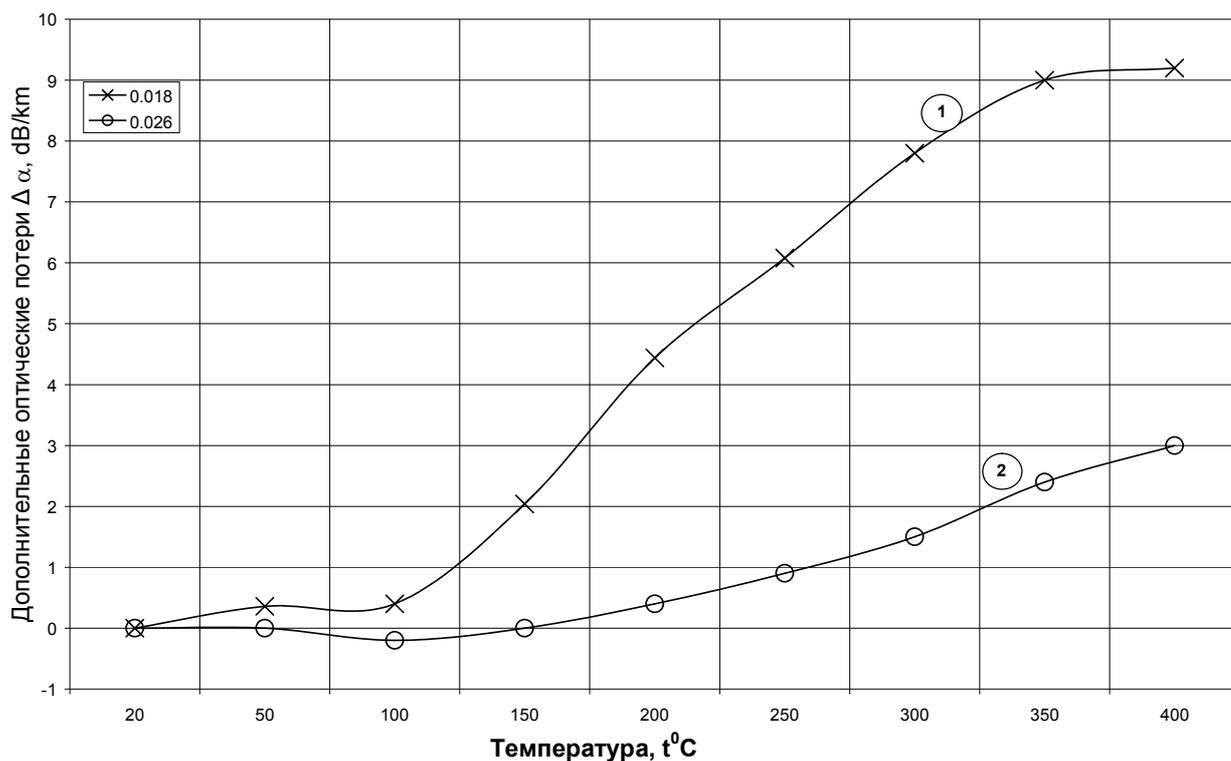


Рис. 36. Температурные кривые, иллюстрирующие влияние разности показателей преломления на прирост микроизгибных оптических потерь в многомодовых градиентных ОВ с металлизированным покрытием:  $\Delta n = 0.018$  (1);  $\Delta n = 0.026$  (2).

Таким образом, экспериментально установлено, что эмпирический параметр  $p$ , характеризующий дополнительные микроизгибные оптические потери в металлизированных одномодовых ОВ в зависимости от разности ПП равен  $p \approx 2$  для  $\lambda = 1300$  нм и  $p \approx 2.5$  для  $\lambda = 1550$  нм. Для многомодовых металлизированных ОВ с ППП коэффициент  $p \approx 3$ . Данные значения эмпирического параметра близки к соответствующему значению параметра  $p$  для ОВ с полимерными покрытиями ( $p \approx 2...3$ ), указанными в зависимости (6).

### 3.5.4 Влияние состава металлического покрытия на прирост микроизгибных потерь при нагреве металлизированных ОВ

Для выяснения того, как влияет состав покрытия на величину микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах, из одной заготовки были вытянуты три многомодовых ОВ с различными составами металлических покрытий. ОВ имели диаметр сердцевины 50 мкм. Диаметр ОВ – 125 мкм и диаметр ОВ с покрытием составляли величину 160...168 мкм. Разность ПП сердцевина-оболочка  $\Delta n=0.014$ . Диаметр ОВ 125 мкм был выбран в связи с высокой чувствительностью данного диаметра ОВ к микроизгибным оптическим потерям. Оптические потери контролировались рефлектометром, работающим на  $\lambda = 1300$  нм. Начальные потери при 20 °С данных оптических волокон представлены в таблице 4:

Таблица 4 - Начальные потери в ОВ

Тип покрытия	Потери на $\lambda = 1300$ нм (дБ/км)
Уретан-акрилат	0,6
Медь	4,2
Медь с малой добавкой алюминия	9,3
Медь с большой добавкой алюминия	16

Как видно из таблицы 4, потери в металлизированных ОВ значительно больше, чем в ОВ с покрытием из полимера. Дополнительные (микроизгибные) потери, вызванные нанесённым металлическим покрытием можно оценить, используя величину оптических потерь в ОВ с покрытием из полимера. Например, для металлизированных ОВ с покрытием из меди эта величина составляет примерно  $4.2-0.6=3.6$  дБ/км. Повышенный уровень дополнительных потерь в металлизированных ОВ с медно-алюминиевыми покрытиями можно объяснить повышенной объёмной усадкой этих покрытий после процесса

металлизации. Кроме того, с увеличением концентрации легирующей примеси снижается пластичность металла, что отмечается в источнике [116].

Термоциклирование указанных выше металлизированных ОВ проводилось по методике описанной ранее. ОВ нагревались от 20 °С до 400 °С с шагом нагрева 50 °С. Время нагрева на каждом шаге - 15 минут. При достижении очередной температуры металлизированное ОВ выдерживалось при этой температуре в течение 5 минут. При достижении температуры 400 °С производилось выдерживание металлизированного ОВ в течение одного часа. Затем производилось снижение температуры по той же методике. Каждое металлизированное ОВ было испытано в течение одного цикла. Ввиду того, что металлизированное ОВ с малой концентрацией алюминия показало умеренные потери, оно было подвергнуто ещё двум дополнительным циклам термоциклирования. Результаты эксперимента представлены на рис. 37:

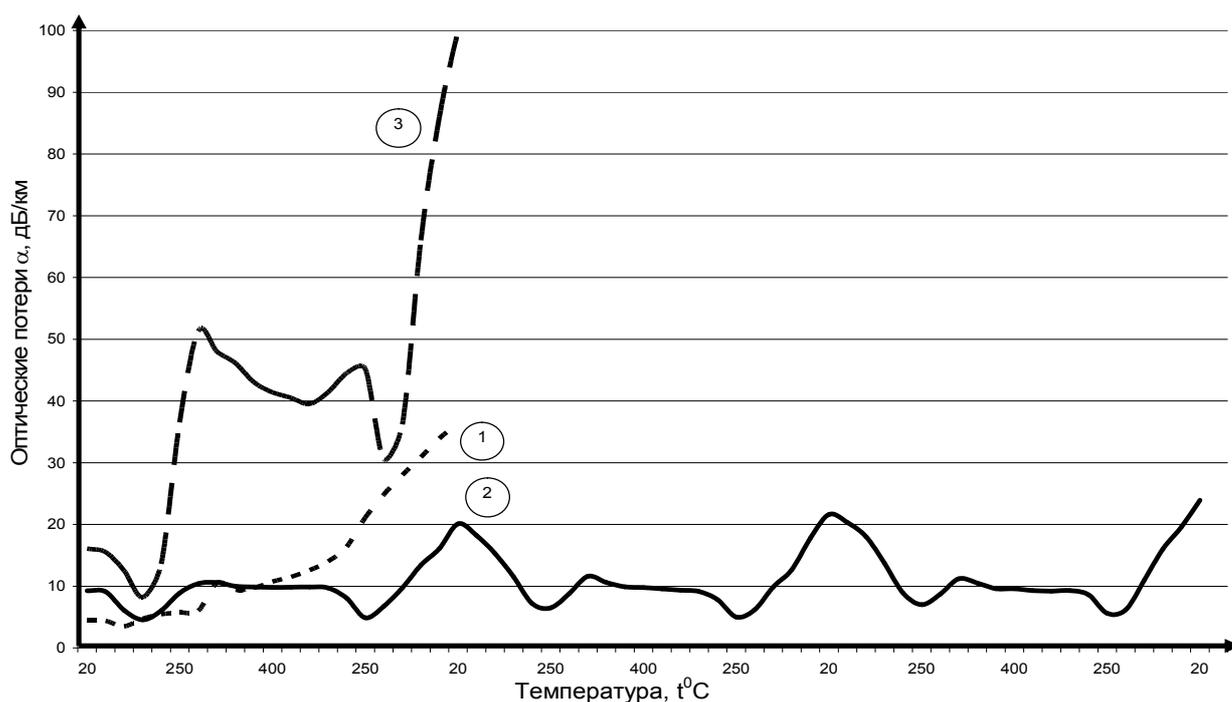


Рис. 37. Температурные зависимости оптических потерь в металлизированных ОВ с медно-алюминиевыми покрытиями, при термоциклировании; (1) - покрытие из чистой меди; (2) – покрытие из меди с небольшим содержанием алюминия; (3) – покрытие из меди со значительным содержанием алюминия;

Из рис. 37 видно, что образец (1) (с покрытием из меди) после термоциклирования показало значительное увеличение микроизгибных оптических потерь, хотя исходные значения потерь в нём были наименьшими из всех исследуемых образцов. Причиной такого поведения является сильное окисление покрытия, что было установлено после термоциклирования. Образец (2) (с покрытием с небольшим содержанием алюминия) продемонстрировал минимальные дополнительные потери после термоциклирования. Образец (3) (с покрытием со значительным содержанием алюминия) показал самые высокие остаточные потери. Возможное объяснение этому лежит в изменении механических и химических свойств материалов, которые используются в качестве покрытия.

В образце ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава с высоким содержанием алюминия было проведена оценка спектральных потерь (метод обламывания). Было показано, что после цикла нагрев-охлаждение оптические потери на  $\lambda = 1300$  нм составляли величину 100 дБ/км, что совпадало со значением величины потерь, полученным методом рефлектометрии. Оптические потери на ОН группах ( $\lambda=1389$  нм) до и после термоциклирования составляли величины с 7 до 24 дБ/км (менее 1 ppm) соответственно, что говорит о том, что увеличение потерь на  $\lambda = 1300$  нм до 100 дБ/км не может быть вызвано ОН-группами. Это согласуется с результатами, полученными ранее в главе 2 для подобных металлизированных ОВ.

На рис. 38 более детально показан первый цикл нагрева для трёх рассмотренных выше образцов металлизированных ОВ. Из приведенных кривых видно, что при увеличении температуры от 20 °С до ~150 °С оптические потери в рассмотренных образцах уменьшаются, достигая своих минимальных значений. Это может быть объяснено компенсацией начальной остаточной деформации (усадки) металлического покрытия, что было показано в разделе 3.4. В дальнейшем оптические потери увеличивались за счёт увеличения температурной деформации покрытия после прохождения точки 150 °С. ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава с высоким содержанием алюминия

показывало самое высокое снижение оптических потерь при нагреве до температуры 150 °С из-за самой высокой усадки покрытия после процесса металлизации (по сравнению с другими образцами).

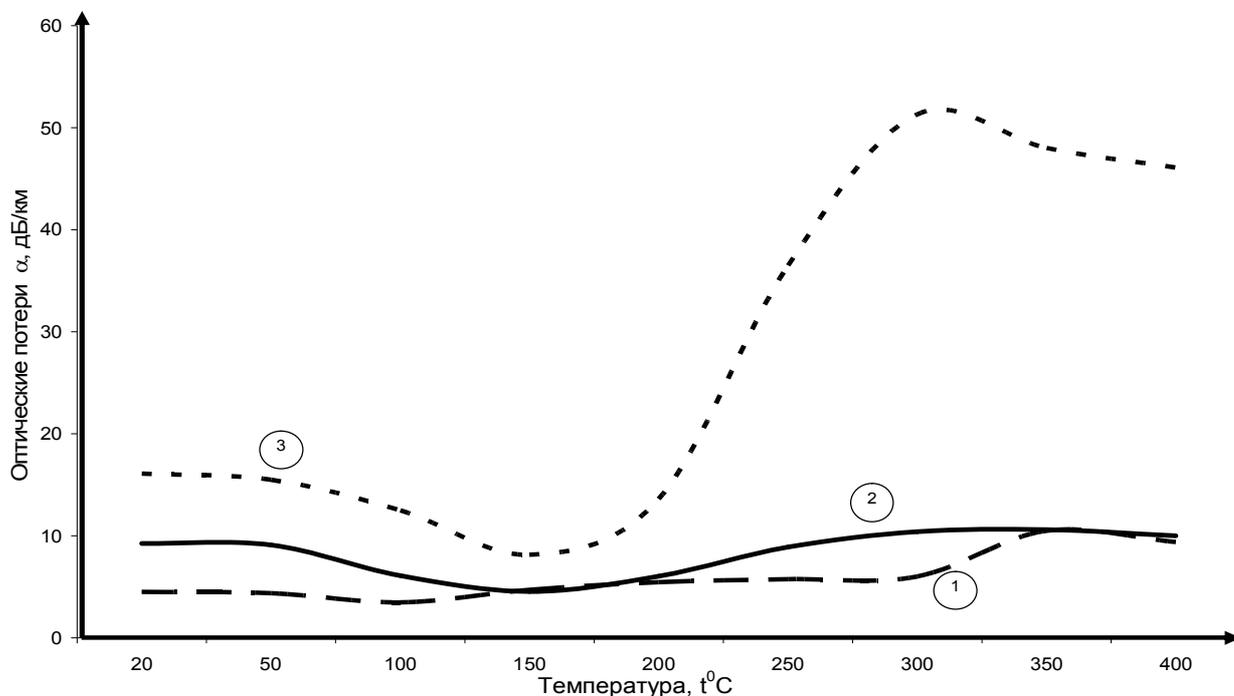


Рис. 38. Температурные зависимости оптических потерь при изменении температуры от 20 °С до 400 °С: (1) – для образца ОВ с покрытием из чистой меди; (2) – покрытие из меди с небольшим содержанием алюминия; (3) – покрытием из меди со значительным содержанием алюминия.

На рис. 39 приведена зависимость оптических потерь ОВ с различным покрытием в зависимости от времени выдержки при  $t = 400$  °С. Из рис. 39 видно, что наблюдается различный характер изменения потерь в зависимости от типа металлического покрытия. По мнению автора, при фиксированной температуре причиной изменения оптических потерь является конкуренция между процессами отжига и окисления металла покрытия. Отжиг покрытия приводит к выпрямлению оси ОВ и соответственно уменьшению оптических потерь. Окисление покрытия приводит к росту микроизгибных оптических потерь, вследствие превращения металлического покрытия в медную окалину, которая увеличивается в объеме и изгибает ось ОВ.

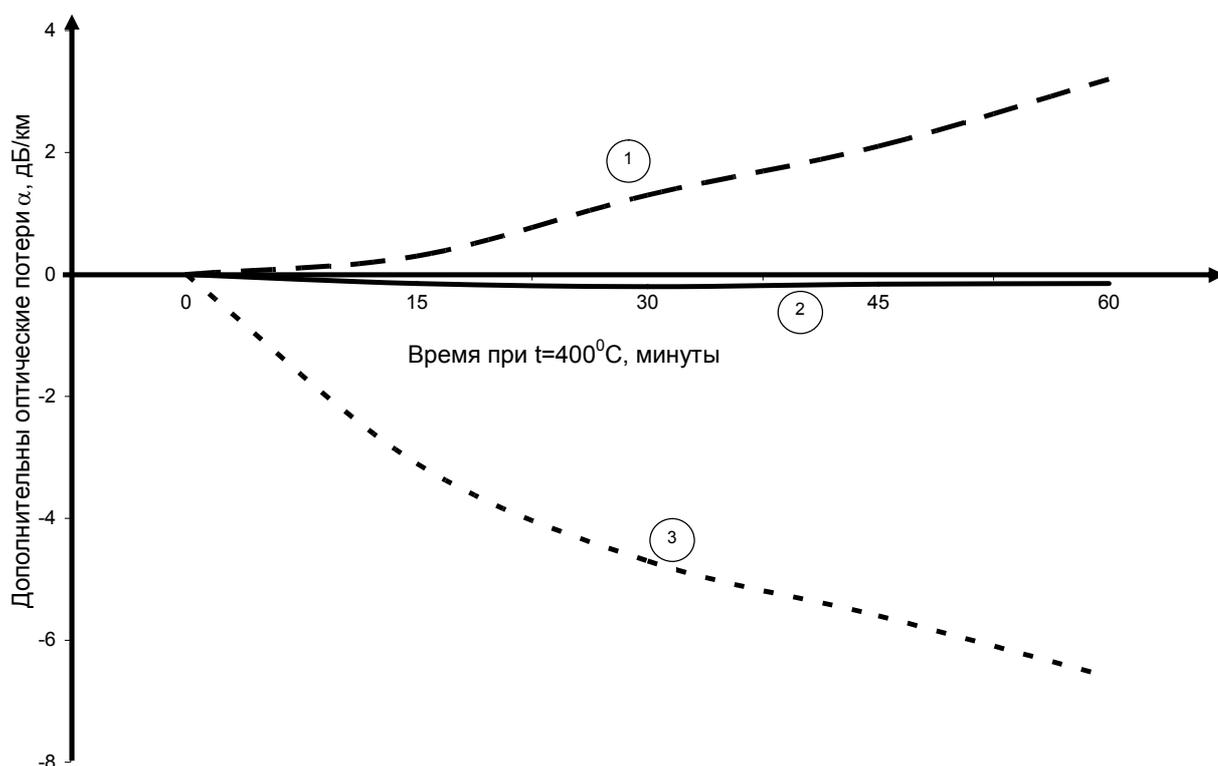


Рис. 39. Временные зависимости оптических потерь в металлизированных ОВ при выдерживании образцов при температуре  $400^\circ\text{C}$ : (1) – для образца ОВ с покрытием из чистой меди; (2) – покрытие из меди с небольшим содержанием алюминия; (3) – покрытием из меди со значительным содержанием алюминия;

Представленные выше экспериментальные результаты можно объяснить следующим образом. На величину прироста микроизгибных потерь ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава оказывает влияние концентрация легирующей примеси алюминия. Оптимальным покрытием является покрытие из медно-алюминиевого сплава с небольшим содержанием примеси алюминия, поскольку данное ОВ демонстрирует наименьший прирост потерь после термоциклирования. Данное покрытие не показало серьезных признаков коррозии после трёх циклов термоциклирования, в то время как металлизированное ОВ с покрытием из чистой меди показало деградацию покрытия (сильное окисление) уже после первого цикла термоциклирования. По мнению автора, влияние состава металлических покрытий на микроизгибные потери в металлизированных ОВ требует дальнейших исследований.

### 3.5.5. Влияние толщины металлического покрытия на микроизгибные потери при нагреве металлизированных ОВ

В этом разделе сделаем оценки влияния толщины металлического покрытия на величину микроизгибных оптических потерь при высоких температурах.

В таблице 4 приведены параметры исследованных многомодовых градиентных ОВ с диаметром сердцевины 50 мкм, нагретых до температуры 400 °С, и величина дополнительных оптических потерь, измеренных на  $\lambda = 1300$  нм. Покрытие – медно-алюминиевый сплав.

Таблица 5 – Параметры ОВ

Внешний диаметр ОВ $D_1$ , мкм	Внешний диаметр покрытия $D_2$ , мкм	Разность ПП сердцевина- оболочка $\Delta n$	Соотношение площадей покрытия / кварцевое волокно $S_2/S_1$	Прирост оптических потерь при нагреве от 20 °С до 400 °С $\Delta\alpha_{1300}$ , дБ/км
200	250	0,014	0,56	9
230	270	0,026	0,37	3
300	380	0,022	0,61	11,5

Отношение  $S_2/S_1$  рассчитывается через (39) и рис. 40:

$$\frac{S_2}{S_1} = \frac{\frac{\pi D_2^2}{4} - \frac{\pi D_1^2}{4}}{\frac{\pi D_1^2}{4}}, \quad (39)$$

, где  $S_2$ ,  $S_1$  – площади металлического покрытия и ОВ, соответственно;  $D_2$  и  $D_1$  – внешний диаметр металлического покрытия и ОВ.

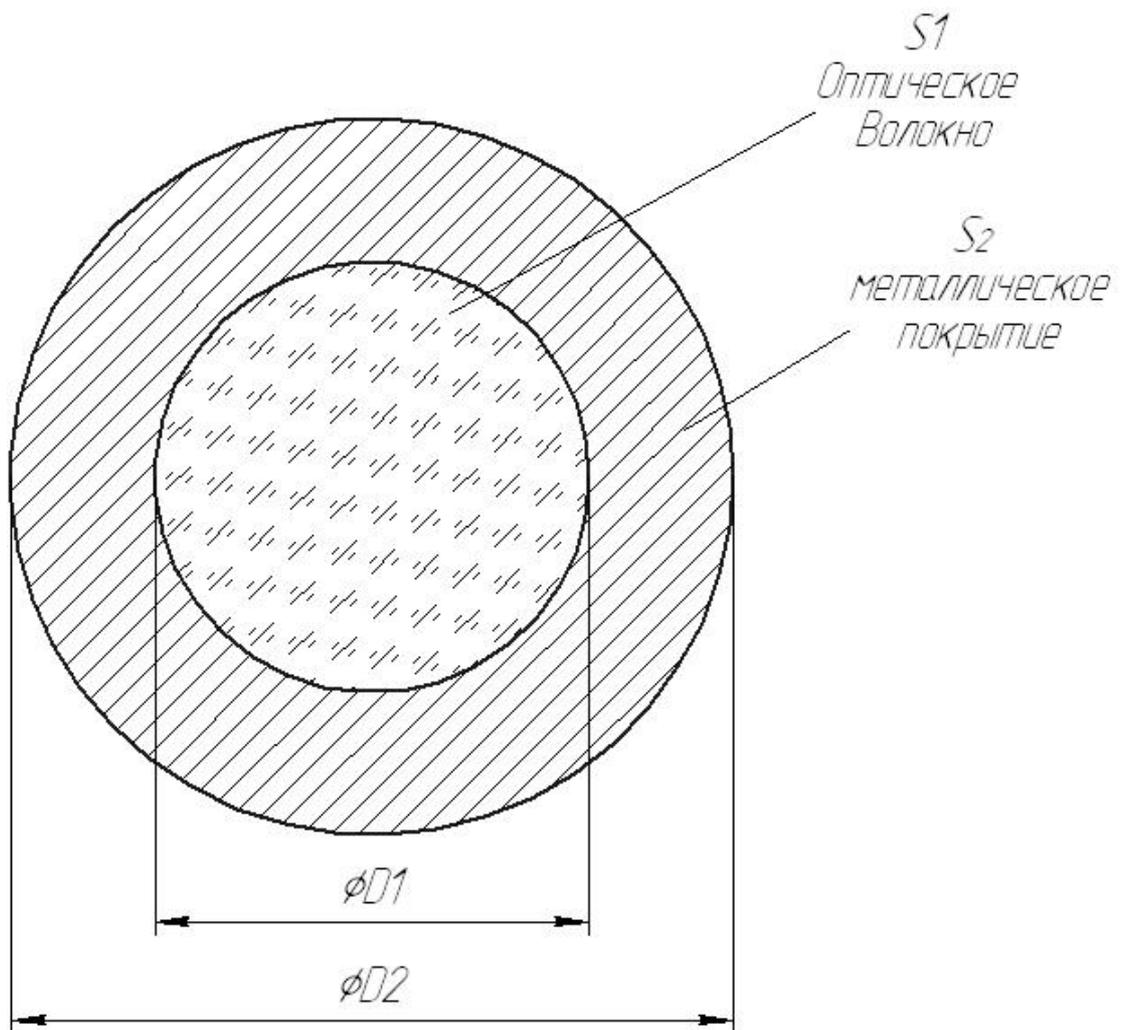


Рис. 40. Металлизированное ОВ

Как видно из таблицы 4, величина соотношения  $S_2/S_1$  хорошо согласуется с уровнем микроизгибных оптических потерь при  $t = 400$  °С. Это может объяснить одинаковую величину микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ диаметром 200 и 300 мкм, которые исследовались в разделе 3.5.2. Таким образом, можно сделать вывод, что уровень микроизгибных потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах также зависит от толщины металлического покрытия.

### § 3.6 Результаты и выводы

3.1. Металлические покрытия ОВ оказывают сильное влияние на микроизгибные оптические потери при высоких температурах. Использование медно-алюминиевых сплавов в качестве покрытий металлизированных ОВ вместо чистой меди уменьшает скорость окисления покрытия и приводит к сдвигу точки минимума микроизгибных оптических потерь в область более высоких температур 500...600 °С (вместо 180...240 °С). Кроме того, увеличение концентрации алюминия в сплаве увеличивает уровень микроизгибных оптических потерь с менее 10 до 50...100 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм при нагреве в области температур  $t = 100...400$  °С.

3.2. Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава характеризуются границей обратимости и необратимости наведённых оптических потерь. При термоциклировании в области температур  $t = 20...200$  °С оптические потери обратимы, ввиду упругой деформации. При термоциклировании при  $t > 200$  °С изменение оптических потерь необратимо, ввиду пластической деформации. При нагревании металлизированных ОВ выше 200 °С и последующем охлаждении до 20 °С наблюдаются остаточные микроизгибные оптические потери из-за перехода покрытия металлизированного ОВ в зону пластической деформации в области высоких температур.

3.3 Увеличение внешнего диаметра ОВ в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава уменьшает величину микроизгибных потерь при нормальных условиях ( $t = 20$  °С). Зависимость потерь от диаметра ОВ при нормальных условиях имеет вид  $\Delta\alpha \sim d^{-3}$ . В области повышенных температур ( $t = 100...400$  °С) диаметр ОВ слабо влияет на величину микроизгибных потерь.

3.4 Основной параметр, который влияет на рост микроизгибных потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава – разность ПП сердцевина – оболочка ( $\Delta n$ ). Величина микроизгибных потерь зависит от  $\Delta n$  следующим образом:  $\Delta\alpha \sim \Delta n^{-p}$ , где  $p$  - эмпирический параметр. Величина

параметра  $p$  для многомодовых ОВ имеет значение 3. Для одномодовых ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава параметр  $p$  имеет значение 2 и 2.5 на  $\lambda = 1300$  нм и  $\lambda = 1550$  нм соответственно, что укладывается в ранее полученные зависимости для ОВ с полимерным покрытием.

### **Практические выводы**

Первоначально ожидалось, что увеличение внешнего диаметра с 125 до 200...300 мкм металлизированных ОВ должно полностью решить проблему микроизгибных оптических потерь. В ходе экспериментов было установлено, что увеличение внешнего диаметра ОВ снижает уровень оптических потерь лишь при нормальных условиях. Напротив, в области  $t = 100...400$  °С, увеличение внешнего диаметра практически не оказывает влияния на уровень микроизгибных оптических потерь, что прямо противоречит ранее полученным результатам для ОВ с полимерным покрытием.

Основной параметр, который влияет на уровень микроизгибных оптических потерь в металлизированных ОВ при высоких температурах - разность ПП сердцевина-оболочка, что укладывается в ранее полученные представления для ОВ с полимерным покрытием. Для минимизации микроизгибных потерь в металлизированных ОВ при их нагреве необходимо, чтобы разность ПП сердцевина-оболочка составляла величину  $\Delta n = 0.03$ .

Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, могут выдержать термоциклирование в области температур  $t = 20...400$  °С в течение более 4 циклов “нагрев-охлаждение” без механического разрушения.

Покрyтия из медно-алюминиевого сплава характеризуются значительной стойкостью к окислению при  $t = 400$  °С по сравнению с покрытиями из чистой меди.

Исследование оптических потерь в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава при температурах  $t > 500$  °С описано в следующей главе.

## Глава 4. Исследование поведения металлизированных ОВ при экстремально высоких температурах

Как было сказано ранее, температурный диапазон работы телекоммуникационных оптических волокон (ОВ) составляет величину  $-60 \dots 85$  °С. Развитие волоконно-оптических датчиков, работающих при более высоких температурах (DTS систем), потребовало исследования оптических потерь в ОВ с металлическим покрытием при более высоких температурах. В главах 2 и 3 было исследовано влияние различных металлических покрытий (алюминия и меди) на величину оптических потерь при нагреве металлизированных ОВ до  $400$  °С и показано, что медное покрытие обеспечивает существенно меньший уровень дополнительных потерь, чем алюминий см. [105-108, 111, 114]. В данной главе проведены исследования оптических потерь в металлизированных ОВ при экстремально высоких температурах ( $t = 500 \dots 1000$  °С).

### § 4.1 Диффузия ОН-групп при температурах 500-700 °С

Для исследования того, что происходит с оптическими потерями в ОВ при более высоких температурах, в частности, для измерения потерь на ОН-группах, было изготовлено два многомодовых металлизированных ОВ с германо-силикатной сердцевиной диаметром  $50$  мкм с покрытием из медно-алюминиевого сплава [111, 114].

Первое металлизированное ОВ вытянуто из заготовки, полученной методом MCVD при использовании опорной кварцевой трубки с большим содержанием ОН-групп ( $\sim 250$  ppm) и с применением кислородно-водородной горелки. Начальные потери на ОН группах составляли величину  $\alpha_{1389} = 40$  дБ/км.

Второе металлизированное ОВ было вытянуто из заготовки, при получении которой использовалось опорная трубка из стекла “Heraeus F-300”, содержание ОН-групп в которой по паспортным данным составляет величину  $0.2 \dots 0.5$  ppm [121], что соответствует дополнительным потерям  $\alpha = 11 \dots 30$  дБ/км на  $\lambda = 1.39$  мкм [72] при диффузии ОН-групп из светоотражающей

оболочки в сердцевину. Формирование германо-силикатной сердцевины и сжатие трубки в штабик-заготовку осуществлялось с помощью электропечи [94]. Из этой заготовки, было вытянуто металлизированное ОВ со следующими параметрами: диаметр сердцевины 50 мкм, внешний диаметр ОВ– 230 мкм, толщина металлического покрытия 20 мкм. Начальные потери составляли ~1 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм, дополнительные оптические потери, обусловленные гидроксильными ионами, составляли величину ~1 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм, разница ПП сердцевина-оболочка  $\Delta n = 0.026$ . Металлизированные ОВ сначала были нагреты до температуры 700 °С, время нагрева- 1 час. Во время нагрева оптические потери измерялись спектральным методом каждые 10 минут. Результаты измерений при 700 °С представлены на рис. 41.

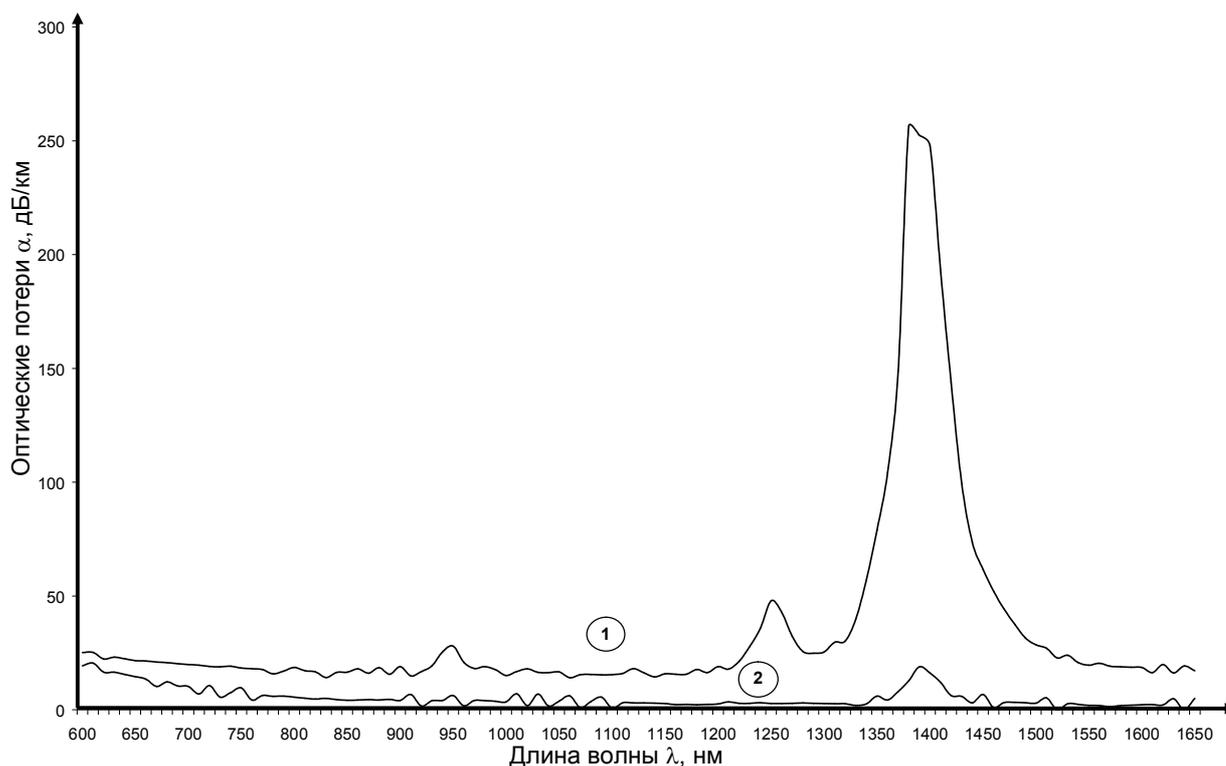


Рис. 41. Спектральные зависимости потерь металлизированных ОВ при температуре 700 °С : (1) – ОВ с высоким содержанием ОН – групп во внешней кварцевой оболочке, (2) - ОВ с низким содержанием ОН – групп во внешней кварцевой оболочке.

Из рис. 41 по поглощению на  $\lambda = 1389$  нм видно, что в металлизированном ОВ (1) с высоким содержанием ОН-групп наблюдается более сильный рост оптических потерь, чем в металлизированном ОВ (2) с низким содержанием ОН – групп. Температурные зависимости оптических потерь на ОН-группах ( $\lambda = 1389$  нм) для двух рассмотренных ОВ представлены на рис. 42.

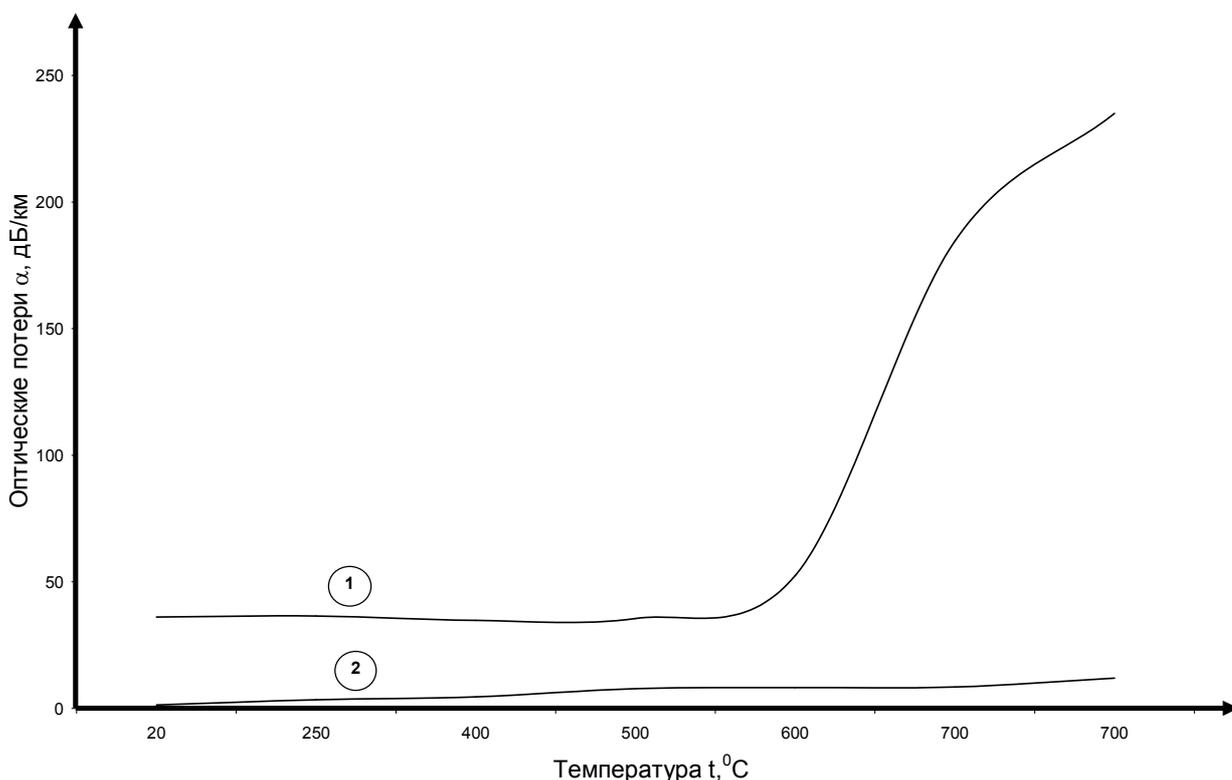


Рис. 42. Температурные зависимости потерь на  $\lambda = 1389$  нм при нагреве в металлизированных ОВ с различным количеством ОН - групп в светоотражающей оболочке: (1) – высокое количество ОН-групп; (2) – низкое количество ОН-групп.

При нагреве металлизированного ОВ изготовленного на основе заготовки с высоким начальным содержанием ОН- групп при температурах  $t > 600$  °C оптические потери сильно росли и достигли величины  $\alpha_{1389} > 250$  дБ/км (рис. 42 кривая 1). При нагреве металлизированного ОВ изготовленного на основе заготовки с низким начальным содержанием ОН-групп наблюдался небольшой прирост оптических потерь -  $\alpha = 18$  дБ/км, см. рис. 42 (кривая 2).

Такое различие поведений может быть объяснено процессом диффузии ОН-групп из кварцевой оболочки в сердцевину ОВ. Коэффициент диффузии ОН-групп описывается выражением (40) [68]:

$$D_{OH} = 10^{-6} * \exp\left(\frac{-18.3 \text{ кДж} \cdot \text{моль}^{-1}}{RT}\right), \quad (40)$$

где  $R$  – универсальная газовая постоянная,  $T$  – температура, К.

Как видно из выражения (40), величина коэффициента диффузии сильно зависит от температуры, что объясняет причину сильной диффузии ОН- групп из внешней технологической оболочки в сердцевину ОВ при температурах  $t > 600$  °С. Расчётная зависимость представлена на рис. 43.

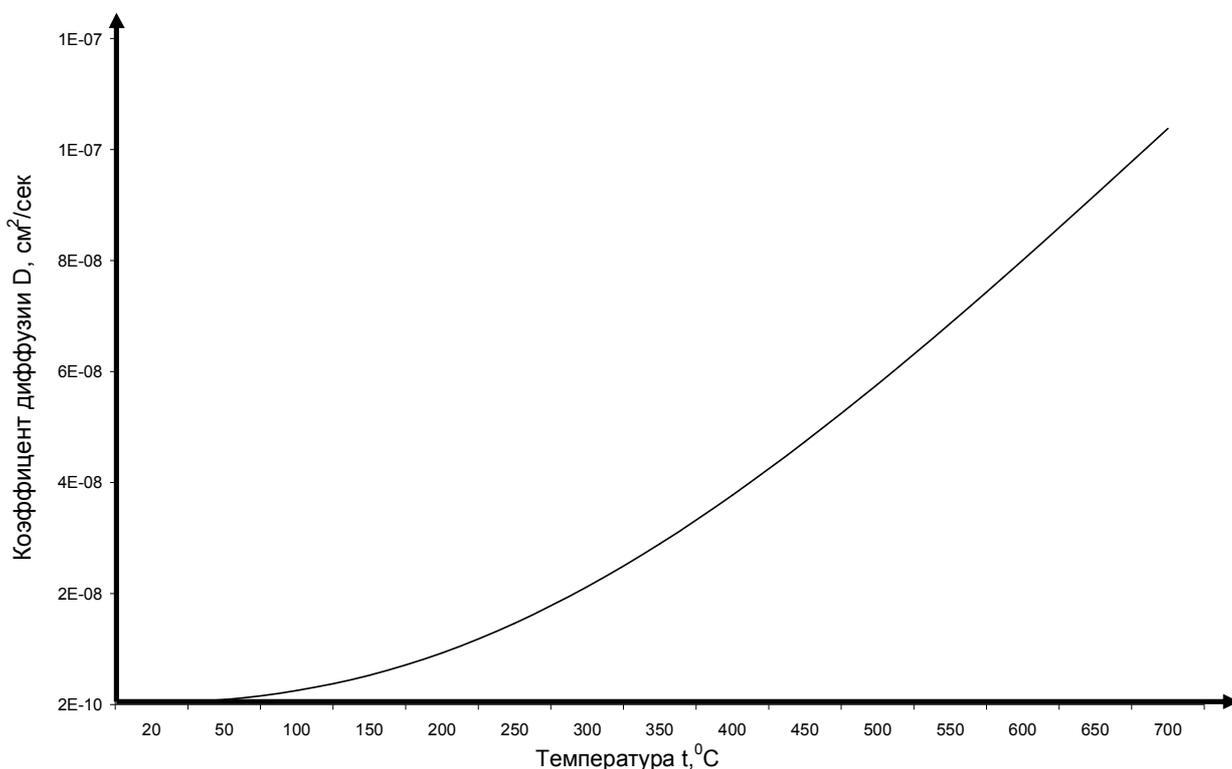


Рис. 43. Рассчитанная температурная зависимость коэффициента диффузии ОН-групп в кварцевом стекле

Рассчитаем по формуле (21) время, за которое концентрация ОН-групп достигает значение 95% от равновесной концентрации [62, 63]. При этом примем, что толщина слоя кварцевого стекла с высокой концентрацией ОН-групп составит величину 30 мкм и соответственно площадь сечения составит величину  $S = 2.3 \cdot 10^{-4} \text{ см}^2$ . Для температур  $t = 500 \dots 700 \text{ }^\circ\text{C}$  это время составит порядка 400...600 секунд, что укладывается в экспериментальные результаты. На основе полученных данных можно сделать вывод, что для получения низких потерь в нагретых металлизированных ОВ в качестве опорной трубы следует использовать трубы с низким начальным содержанием ОН групп из-за негативного влияния диффузии ОН-групп из технологической оболочки в сердцевину ОВ при  $t > 600 \text{ }^\circ\text{C}$ , а также проводить процесс жакетирования заготовки с использованием электропечи.

#### **§ 4.2 Исследование величины оптических потерь в металлизированных ОВ при температуре 700 °С**

В данном разделе проведено исследование характера изменения оптических потерь при нагреве ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, изготовленных с применением опорных труб с низким ( $< 0.3 \text{ ppm}$ ) содержанием ОН-групп, при температурах  $t = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  [122]. Данное металлизированное ОВ уже описывалось и исследовалось в разделах 2.4, 3.1, 3.3 и 4.1. Оптические потери измерялись по схеме, показанной на рис. 6, с помощью спектрального и рефлектометрического методов измерения.

Нагрев металлизированного ОВ производился от 20 °С до температуры 700 °С в течение 1 часа. После достижения температуры 700 °С ОВ выдерживалось в течение 6.5 часов, при этом оптические потери контролировались каждые 15 минут. Нагрев производился в воздушной среде. На рис. 44 показано приращение спектральных оптических потерь в металлизированном ОВ с внешним диаметром 230 мкм при нагреве от 20 °С до 700 °С.

Видно, что в спектральной области  $\lambda < 800$  нм оптические потери увеличивались с уменьшением длины волны. В тоже время оптические потери возросли на  $\lambda = 1389$  нм, что обусловлено диффузией ОН-групп из кварцевой оболочки в сердцевину.

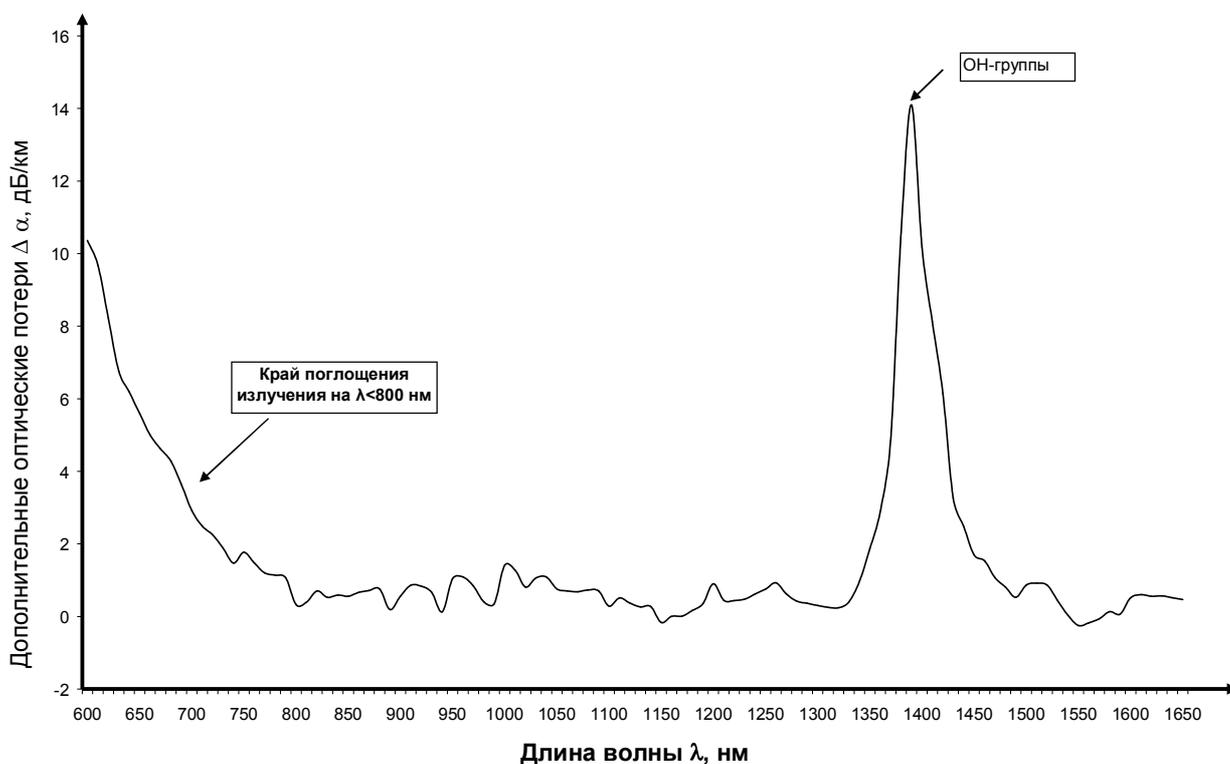


Рис. 44. Приращение оптических потерь в металлизированном ОВ с внешним диаметром 230 мкм при его нагреве от 20 до 700 °С.

Кроме того, одновременно со спектральными методами измерения оптических потерь методом обратного рассеяния были произведены измерения уровня микроизгибных потерь рефлектометрическим методом на  $\lambda = 1300$  нм в исследуемом образце металлизированного ОВ. Результаты измерений приведены на рис. 45.

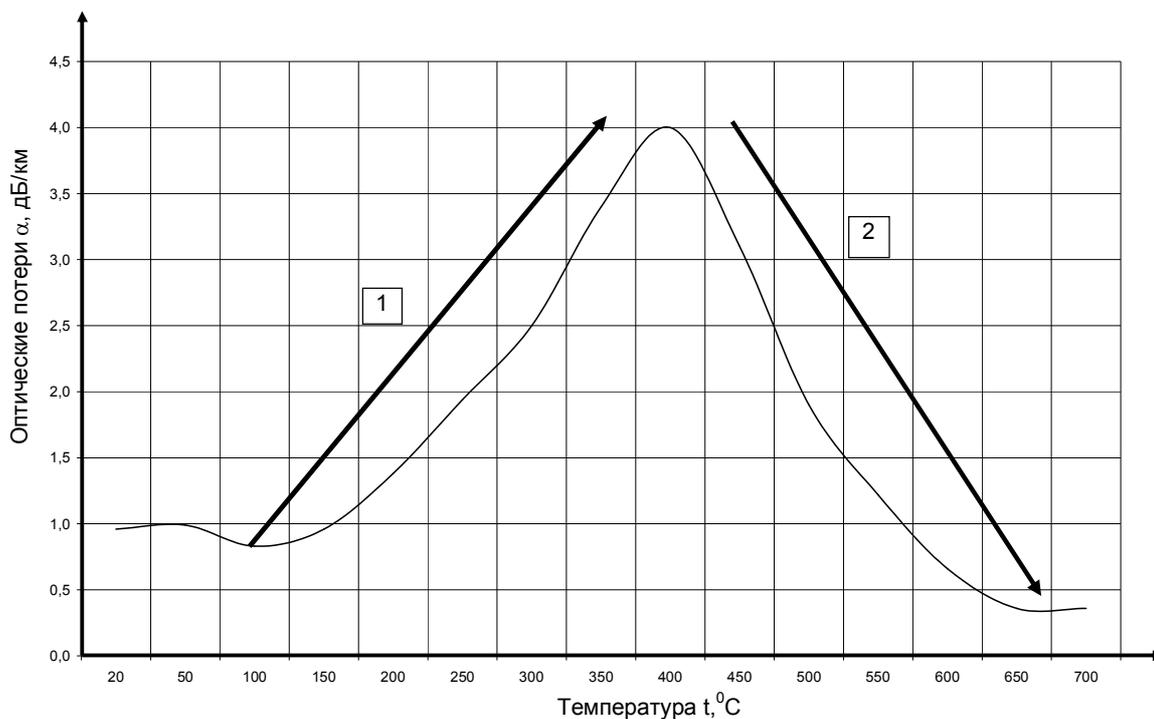


Рис. 45. Температурная зависимость величины микроизгибных оптических потерь в металлизированном ОВ с внешним диаметром 230 мкм.

Микроизгибные потери сначала увеличивались при увеличении температуры от 20 до 400 °C (с 1 до 4 дБ/км, рис. 45, область 1). При дальнейшем увеличении температуры от 400 до 700 °C наблюдалось уменьшение микроизгибных оптических потерь (с 4 до 0.36 дБ/км, рис. 45 область 2). Причина уменьшения оптических потерь при температурах более 400 °C обусловлена рекристаллизационным отжигом медного покрытия [7, 115], которая приводит к образованию новой структуры металлического покрытия, лишенной дефектов.

В качестве примера на рис. 46 показаны образцы рефлектограмм, снятые при температурах 20 °C, 400 °C и 700 °C.

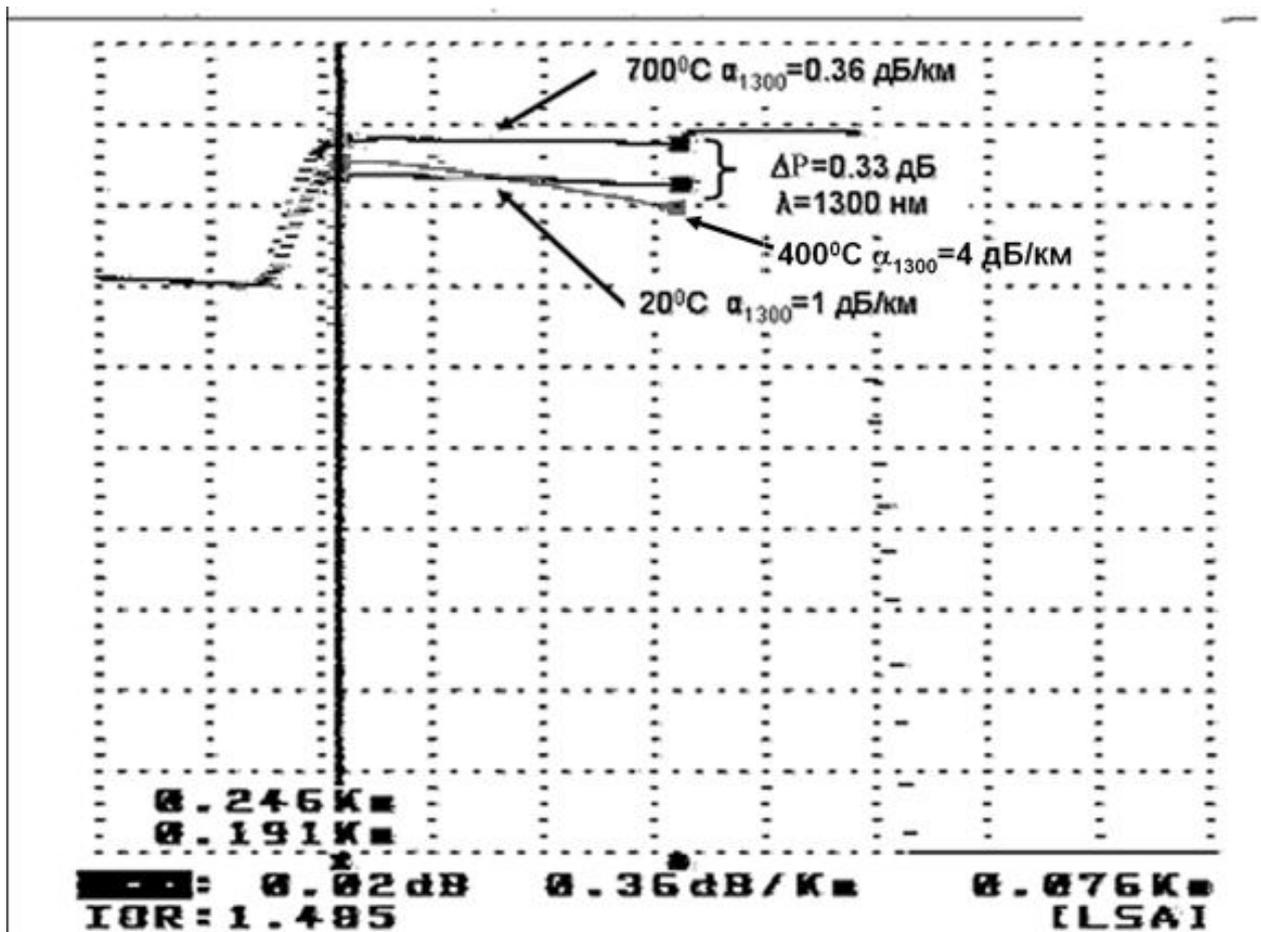


Рис. 46. Рефлектограммы сигналов обратного рассеяния в металлизированном ОВ диаметром 230 мкм, снятые при температурах 20, 400 и 700 °С;  $\lambda = 1300$  нм.

Как видно из рис. 46, при нагреве металлизированного ОВ от 20 до 700 °С сигнал обратного рассеяния увеличился ( $\Delta P = 0.33$  дБ на  $\lambda = 1300$  нм), при этом оптические потери уменьшились с 1 до 0.33 дБ/км  $\lambda = 1300$  нм. Причиной данного увеличения обратного рассеяния является увеличение неоднородности распределения концентрации легирующего материала ( $\text{GeO}_2$ ) в сердцевине ОВ [8, 31, 123] вследствие нагрева. Кроме того, данный рост рассеяния света частично объясняет и увеличение оптических потерь в спектральной области  $\lambda < 800$  нм, показанное на рис. 44. При этом рост потерь в этой спектральной области не может быть описан зависимостью  $\alpha(\lambda) = A * \lambda^{-4}$ , что показано в разделе 4.4.

Зависимость оптических потерь на  $\lambda = 1300$  нм от времени выдержки металлизированного ОВ при температуре  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  представлено на рис. 47. Из приведенной зависимости видно, что с увеличением времени выдержки величина потерь на  $\lambda = 1300$  нм монотонно увеличивалась.

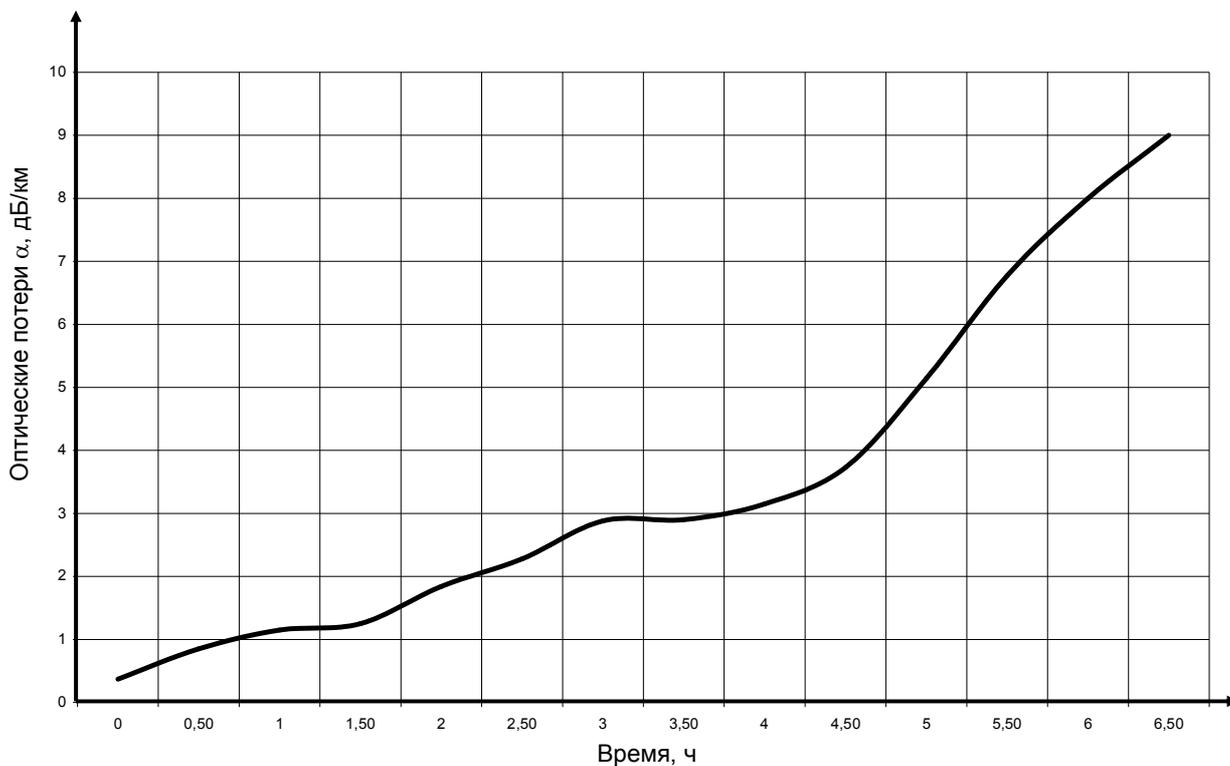


Рис. 47. Зависимость оптических потерь на  $\lambda = 1300$  нм от времени выдержки металлизированного ОВ при температуре  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Спектральные зависимости дополнительных оптических потерь в металлизированном волокне в области длин волн  $600\text{...}1650$  нм в металлизированном ОВ для нескольких времен выдержки при температуре  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  представлены на рис. 48. Из рис. 48 видно, что при увеличении времени выдержки с 4,5 до 6,5 часов наблюдается как рост серых потерь, независимых от длины волны, так и увеличение оптических потерь на  $\lambda = 1389$  нм, характерное для ОН-групп.

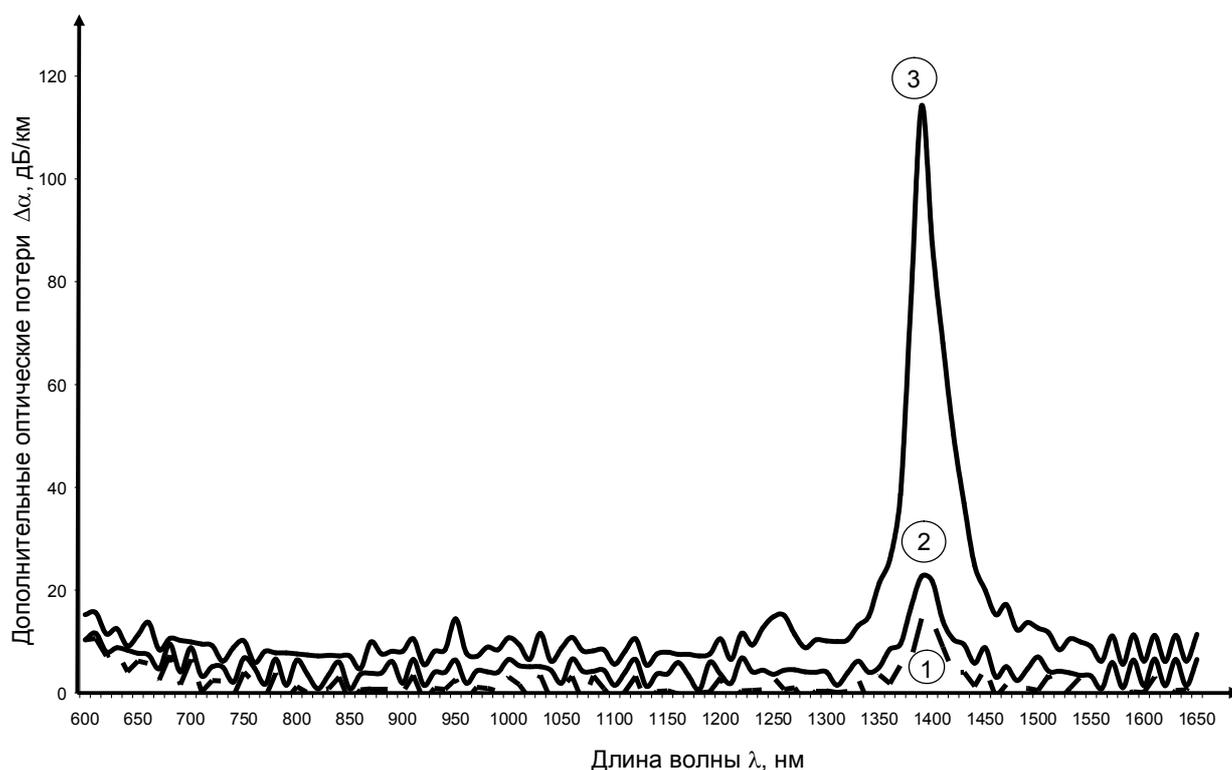


Рис. 48. Спектральные зависимости дополнительных оптических потерь в металлизированном ОВ при выдержке при температуре 700 °С в течение: (1) – 0 часов (сразу после достижения температуры  $t = 700$  °С), (2) – 4.5 часов, (3) – 6.5 часов. Дополнительные оптические потери вычислялись относительно оптических потерь при температуре 20 °С (см. рис. 19).

Используя известный факт о том, что концентрация ОН-групп величиной 1 ppm вызывает дополнительные потери  $\sim 55$  дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм [72], можно оценить, что уровень потерь  $\sim 20$  дБ/км для кривой (2) соответствует концентрации ОН – групп  $\sim 0.36$  ppm. Примерно такая же концентрация ОН – групп 0.2...0.5 ppm [121] указывается и в спецификации на трубы из кварцевого стекла “ Heraeus F-300”, которая использовалась для получения данной заготовки. Таким образом, можно заключить, что рост потерь на ОН–группах при выдержке ОВ в течение 4.5 часов при температуре 700 °С происходит вследствие диффузии ОН-групп из внешней технологической оболочки в сердцевину металлизированного ОВ.

При дальнейшем увеличении времени выдержки происходит резкий рост оптических потерь на  $\lambda = 1389$  нм до 120 дБ/км (рис. 48 поз. 3), что соответствует росту концентрации ОН-групп до 2.2 ppm. Такой рост концентрации ОН-групп значительно превышает величину содержания ОН-групп в кварцевом стекле Heraeus F-300 [121]. Этот рост потерь на ОН-группах происходит уже вследствие разгерметизации и окисления металлического покрытия ОВ и образованию ОН-групп из среды, в которой производилось термоиспытание [124].

Для исследования того, как влияют внешний диаметр металлизированного ОВ и толщина металлического покрытия на величину оптических потерь, было изготовлено ещё одно ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава; при этом диаметр волокна составлял величину 300 мкм, диаметр германо-силикатной сердцевины - 50 мкм, а толщина металлического покрытия - 40 мкм. Данное оптическое волокно было подвергнуто термоиспытанию по методике, описанной выше.

На рис. 49 приведены зависимости дополнительных оптических потерь на  $\lambda = 1300$  нм от времени выдержки при температуре 700 °С для трех образцов ОВ с разными внешними диаметрами волокна [125]. Как видно из рис. 49, при уменьшении внешнего диаметра ОВ дополнительные оптические потери возрастают. Например, при времени выдержки 1 час приращение оптических потерь составило значение ~0 дБ/км для ОВ с внешним диаметром 300 мкм, 0.8 дБ/км для ОВ диаметром 230 мкм и >7 дБ/км для ОВ диаметром 200 мкм.

Кроме того, в металлизированном ОВ диаметром 300 мкм не наблюдается резкого увеличения оптических потерь на ОН-группах после 4.5 часов экспозиции при температуре 700 °С. Вероятно, это объясняется большей толщиной металлического покрытия.

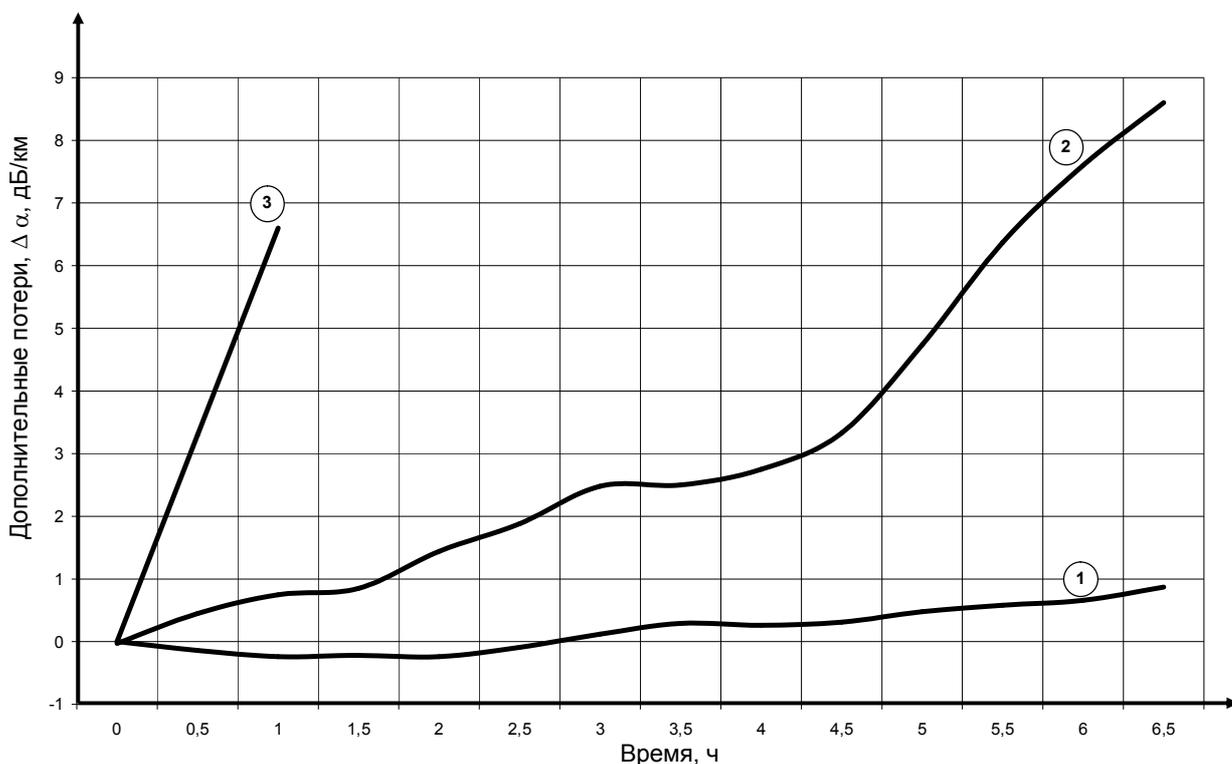


Рис. 49. Зависимость дополнительных оптических потерь на  $\lambda = 1300$  нм в ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава от времени выдержки при температуре  $700$  °С: (1) – диаметр 300 мкм (толщина покрытия 40 мкм); (2) – диаметр 230 мкм (толщина покрытия 20 мкм); (3) - диаметр 200 мкм, (толщина покрытия 25 мкм).

Фотография отрезка металлизированного ОВ диаметром 300 мкм и толщиной покрытия 40 мкм после выдерживания в течение 6,5 часов при температуре  $700$  °С представлена на рис. 50. Видно, что данное металлизированное ОВ после термоиспытания не разрушилось, в отличие от металлизированного ОВ внешним диаметром 230 мкм и толщиной металлического покрытия 25 мкм. Кроме того, у данного ОВ сохранился углеродный подслои (см. рис. 50, поз 1). Для фотографии образец был подготовлен следующим образом. После извлечения из печи бухты с металлизированным ОВ из неё был изъят один виток. Часть покрытия этого витка была подвергнута воздействию азотной кислоты в течение 2 минут. После чего обработанный участок покрытия легко удалился механически.

Реальный цвет углеродного подслоя не соответствует фотографии и может быть описан как блестяще – серый. При измерении омметром было установлено, что электрическое сопротивление углеродного покрытия после термоиспытания уменьшилось на 10%.

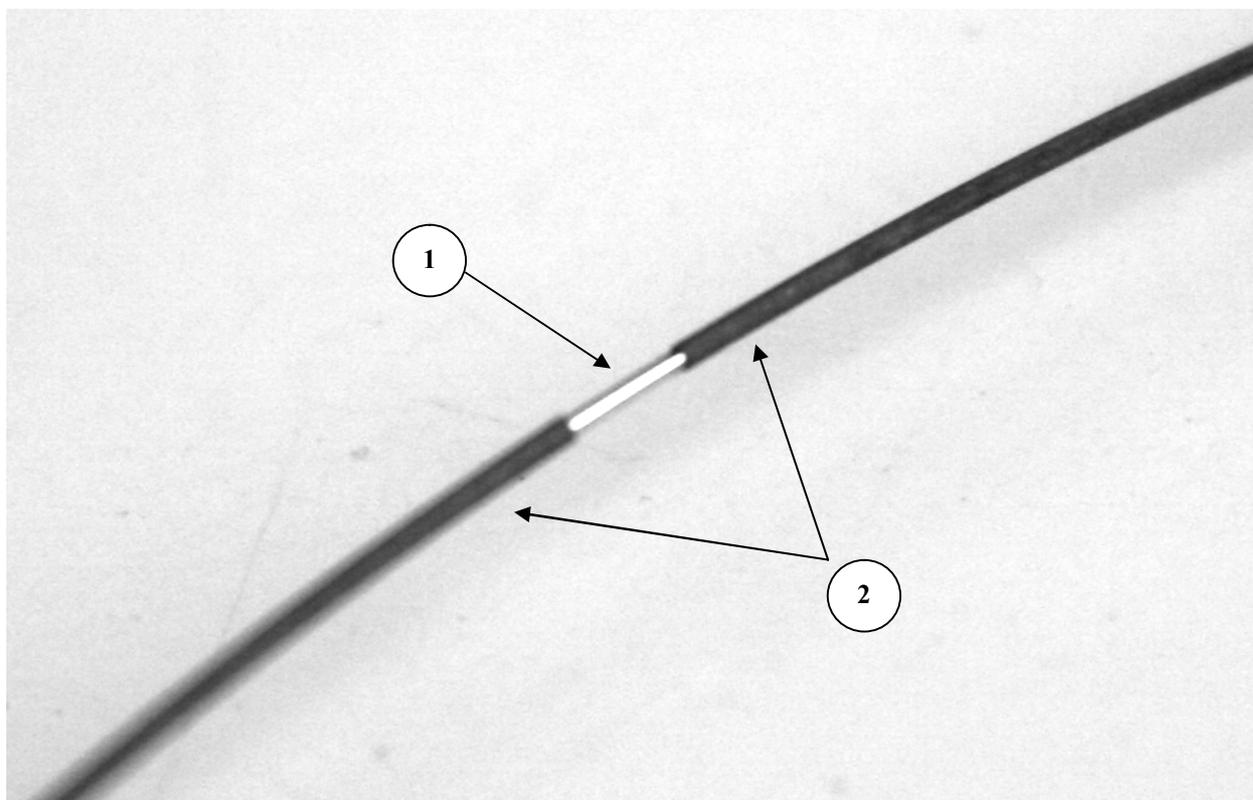


Рис. 50. Фотография отрезка металлизированного ОВ с внешним диаметром 300 мкм с покрытием из медно-алюминиевого сплава, подвергнутого выдержке при температуре 700 °С в течение 7 часов: (1) –участок ОВ с углеродным подслоем толщиной 20 нм, обнажившимся после обработки покрытия азотной кислотой, (2) – участки ОВ с необработанным покрытием.

Следует отметить работу [9], в которой представлены данные для одномодового металлизированного ОВ диаметром 300 мкм. Это металлизированное ОВ при температуре 700 °С работало лишь в течение нескольких минут, при этом оптические потери достигли величины 50 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм и 1550 нм, предположительно вследствие быстрого окисления металлического покрытия ввиду использования в качестве покрытия чистой меди.

Используемые в данной работе металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава характеризуются приемлемым уровнем оптических потерь ( $<10$  дБ на  $\lambda = 1300$  нм) в течение 6.5 часов при температуре  $700$  °С, что допускает их практическое применение.

#### § 4.3 Исследование величины оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах более $700$ °С

Также исследовалась работоспособность металлизированного ОВ при более высоких температурах ( $t > 700$  °С) [122]. Металлизированное многомодовое ОВ с внешним диаметром  $230$  мкм и толщиной покрытия  $40$  мкм, которое исследовалось в разделе 4.2, было подвергнуто термоиспытанию в течение 6.5 часов при  $t = 800$  °С по методике, описанной выше. Измерения проводились методом обратного рассеяния, на  $\lambda = 1300$  нм. Результаты экспериментов представлены на рис. 51.

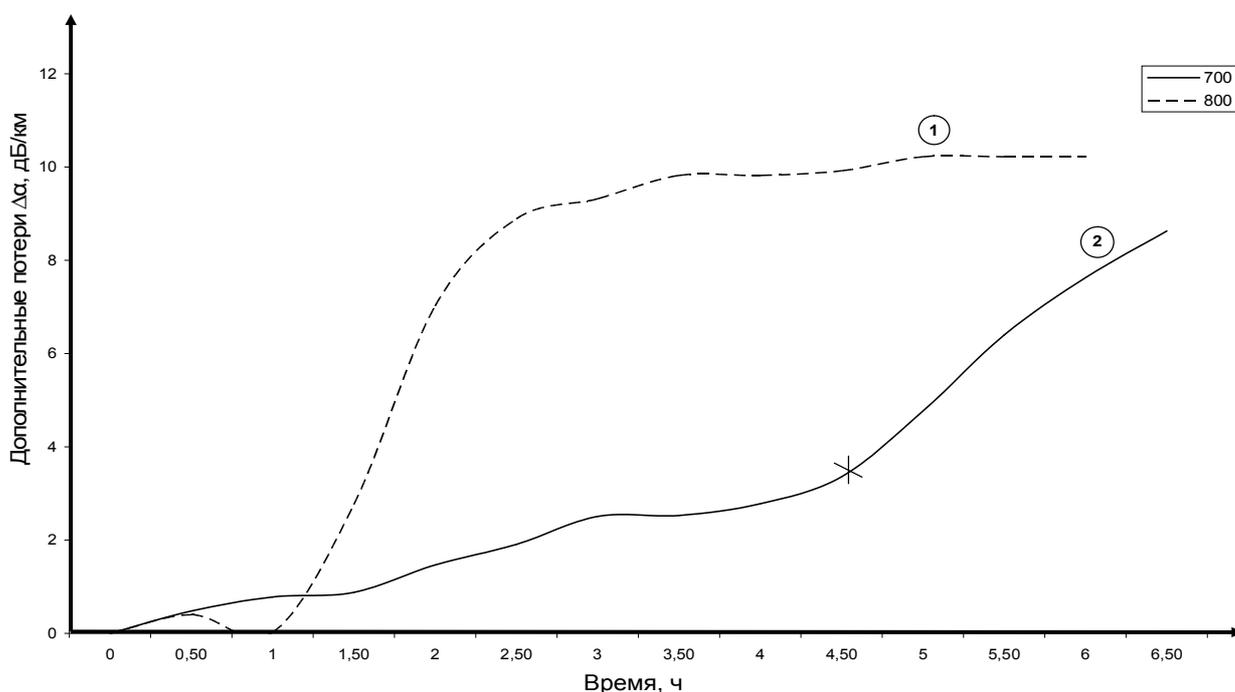
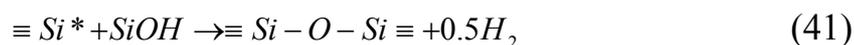


Рис. 51. Зависимости величины дополнительных потерь на  $\lambda = 1300$  нм от времени выдержки при различных температурах: (1) –  $800$  °С; (2) –  $700$  °С. X – характерное время выдержки, после которой наблюдалось заметное увеличение дополнительных потерь на ОН – группах ( $\lambda = 1.39$  мкм).

Ход приведенных кривых оптических потерь можно объяснить увеличением потерь на микроизгибах при увеличении температуры и времени выдержки. Такое увеличение потерь вызвано окислением металлического покрытия. Так, величина прироста потерь  $\Delta\alpha = 9$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм при температуре  $700$  °С была достигнута в течение  $6.5$  часов. При температуре  $800$  °С данная величина потерь был достигнута уже в течение  $2...2.5$  часов [126], при достижении уровня потерь  $9...10$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. При дальнейшем увеличении времени выдержки ( $>2.5$  часов) рост потерь практически прекращался, что может быть объяснено полным окислением металлической оболочки. Можно предположить, что в таком состоянии (без механической нагрузки) металлизированное ОВ, может эксплуатироваться в неподвижном состоянии достаточно долго, пока не будет физического разрушения металлизированного ОВ. Также хотелось бы отметить начальный участок выдержки ( $<1$  часа) при температуре  $800$  °С (рис. 52 кривая 1), на котором практически отсутствовал рост оптических потерь. Это может быть объяснено конкуренцией процессов отжига (который приводит к снятию напряжений в покрытии) и окисления. Кинетика обоих процессов зависит от температуры, и при увеличении температуры интенсивность обоих процессов увеличивается.

Во время нагрева при температуре  $t = 800$  °С также измерялся рост оптических потерь на ОН-группах ( $\lambda = 1389$  нм). Во время нагрева с  $20$  до  $800$  °С оптических потери на ОН-группах увеличивались с  $1$  до  $20$  дБ/км, что соответствует концентрации ОН примесей  $0.33$  ppm [72], оговоренное спецификацией опорных труб F-300 [121], на основе которой изготовлена исходная заготовка. Данный рост оптических потерь может быть объяснён диффузией ОН-групп из опорной трубы.

При этом не было выявлено интенсивного роста оптических потерь после  $t = 4.5$  часов, которое наблюдалось в металлизированном ОВ при его выдержке при температуре  $t = 700$  °С. Данное явление может быть объяснено реакцией удаления ОН-групп при  $t > 700$  °С, согласно химической реакции (41) [126]:



Реакция (41) может протекать лишь при достаточно высоком количестве E' центров, которые образуются при высокой температуре. Для E' центров характерно поглощение в коротковолновой области спектра на длинах волн  $\lambda = 212$  и  $450$  нм [5, 7]. Об образовании E' центров может свидетельствовать рост оптических потерь в металлизированных ОВ при температурах  $t > 700$  °С в области длин волн  $\lambda < 800$  нм, которые показаны на рис. 44 и 53, о чём прямо указывается в работах [8, 31].

При снижении температуры до  $550$  °С в течение  $10$  минут происходил рост потерь до  $24$  дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм, хотя оптические потери во время выдержки при  $t = 800$  °С имели величину  $\sim 20$  дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм. Кроме того, снижение температуры приводит к необратимому увеличению микроизгибных оптических потерь.

Это металлизированное ОВ также подвергалось нагреву до  $1000$  °С. Нагрев производился с  $t = 700$  °С до  $1000$  °С с шагом нагрева  $50$  °С. Время шага нагрева -  $10$  минут. Время выдержки при заданной температуре -  $10$  минут.

При температурах более  $700$  °С также не наблюдалось значительного роста потерь, обусловленного поглощением на ОН-группах. Прирост потерь был соизмерим с заданной концентрацией ОН-групп опорной трубы. Изменение микроизгибных потерь в зависимости от температуры представлено на рис. 52. Видно, что при нагреве металлизированного ОВ оптические потери при температурах  $700 \dots 800$  °С оптические потери имели минимальную величину. При повышении температуры до  $850$  °С оптические потери резко увеличивались до величины  $\alpha = 14$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. При ещё большем повышении температуры оптические потери снизились до величины  $\alpha = 7$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. Такое поведение требует дальнейших исследований.

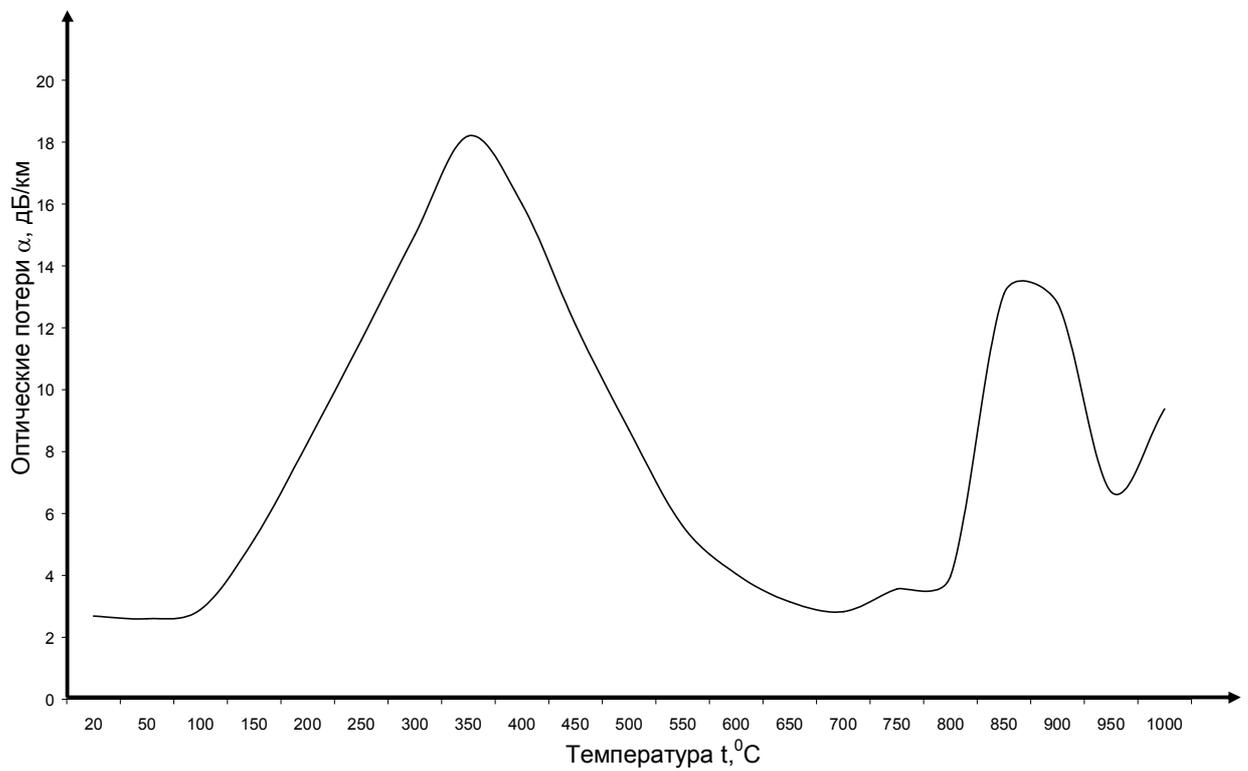


Рис. 52. Температурная зависимость величины микроизгибных оптических потерь в металлизированном ОВ; измерения проведены на  $\lambda = 1300$  нм.

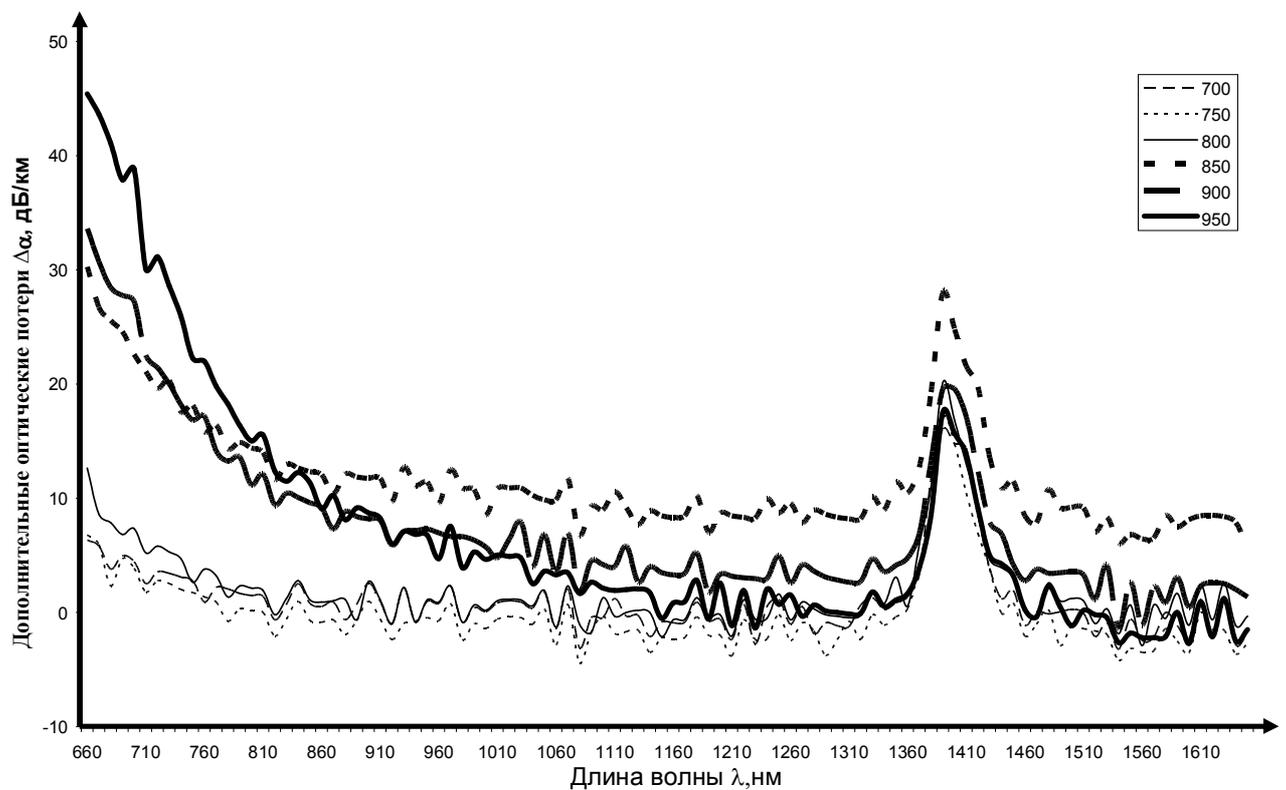


Рис. 53. Спектральные зависимости дополнительных оптических потерь для нескольких значений температур в диапазоне 700 – 950 °C в металлизированном ОВ.

Спектральные зависимости дополнительных оптических потерь для нескольких значений температур в диапазоне 700 – 950 °С представлены на рис. 53.

Из рисунка видно, что оптические потери при температуре  $t = 950$  °С составляет величину  $\alpha \sim 3...5$  дБ/км на длинах волн  $\lambda = 1300$  и  $1550$  нм. Увеличения оптических потерь на ОН-группах ( $\lambda = 1389$  нм) не наблюдалось. При нагреве наблюдался лишь рост оптических потерь в области длин волн  $\lambda < 1000$  нм.

Из рис. 53 видно, что в ходе эксперимента металлизированное ОВ нагревалось до температуры  $t = 950$  °С. При увеличении температуры до  $t = 1000$  °С данное металлизированное ОВ физически разрушилось в течение нескольких минут. По мнению автора, это предел работоспособности металлизированного ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава.

В заключении хотелось бы отметить, что охлаждение металлизированных ОВ с  $t = 700...800$  °С до  $t = 400$  °С сопровождается катастрофическим увеличением микроизгибных оптических потерь до величины  $\alpha > 40$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм, при этом при дальнейшем остывании ОВ диаметром менее 300 мкм происходило механическое разрушение.

#### **§ 4.4 Исследование величины сигнала обратного рассеяния в металлизированных ОВ при температурах до 950 °С**

В разделе 4.2 (рис. 46) было показано, что при нагреве металлизированных ОВ сигнал обратного рассеяния увеличивался. Напротив, ранее в разделе 2.2 при температурах до  $t = 400$  °С, такого увеличения не было обнаружено. Для более подробного изучения этого факта были проведены эксперименты по измерению величины прироста сигнала обратного рассеяния в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава в зависимости от температуры (по схеме 13).

В этом эксперименте использовался оптический рефлектометр Anritsu MW98A, работающий на  $\lambda = 1300$  нм. Использовались многомодовые металлизированные ОВ с разной степенью легирования сердцевины (11 и 18 мол %  $\text{GeO}_2$ ), температуры нагрева – до 950 °С. Измерялось изменение сигнала обратного рассеяния  $\Delta P$  (дБ) на стыке ненагретого и нагретого металлизированного ОВ (см. рис. 54).

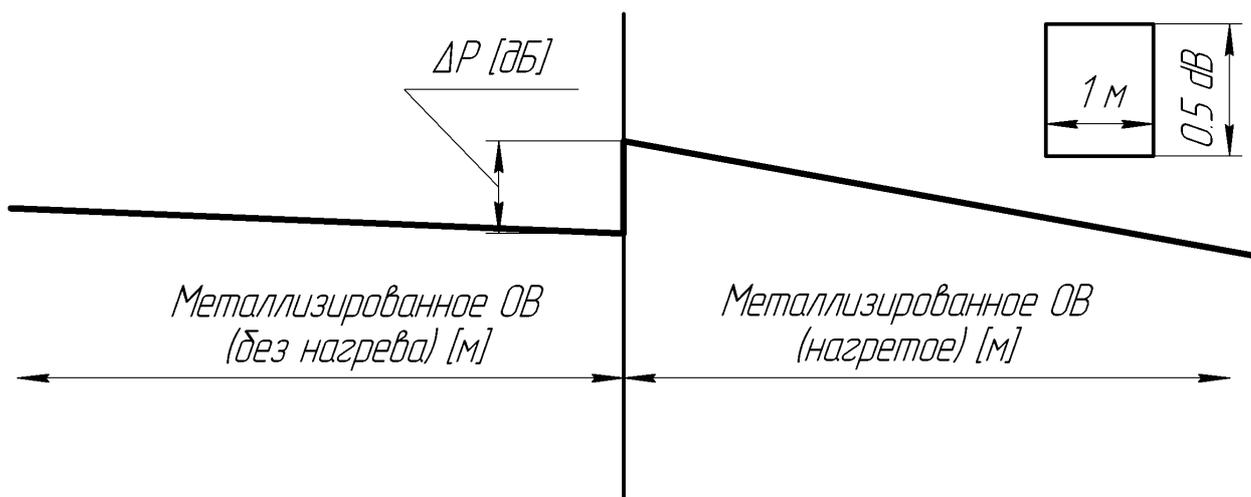


Рис. 54. Рефлектограмма сигнала обратного рассеяния света в металлизированном ОВ с ненагретым и нагретым участками

Результаты обработки рефлектограмм в температурном диапазоне от 20 до 950 °С представлены на рис. 55. Из рис. 55 (кривая 1) видно, что при температуре 950 °С прирост сигнала обратного рассеяния в ОВ с сильнолегированной сердцевиной (18 моль %  $\text{GeO}_2$ ,  $\Delta n = 0.026$  [5]) составляет величину  $\Delta P = 0.45$  дБ [127]. Также видно, что увеличение сигнала рассеяния света зависит от температуры линейным образом, но величина такого прироста очень мала и составляет  $\frac{\Delta P}{\Delta T} \sim 5 \cdot 10^{-4} \frac{\text{дБ}}{\text{К}}$ . Это соответствует результату, полученному в работе [8]. Для металлизированного ОВ с концентрацией  $\text{GeO}_2$  в сердцеvine 13 моль % ( $\Delta n = 0.02$ ) прирост потерь на рассеяние был ещё меньше и составлял величину  $\frac{\Delta P}{\Delta T} \sim 2.5 \cdot 10^{-4} \frac{\text{дБ}}{\text{К}}$ .

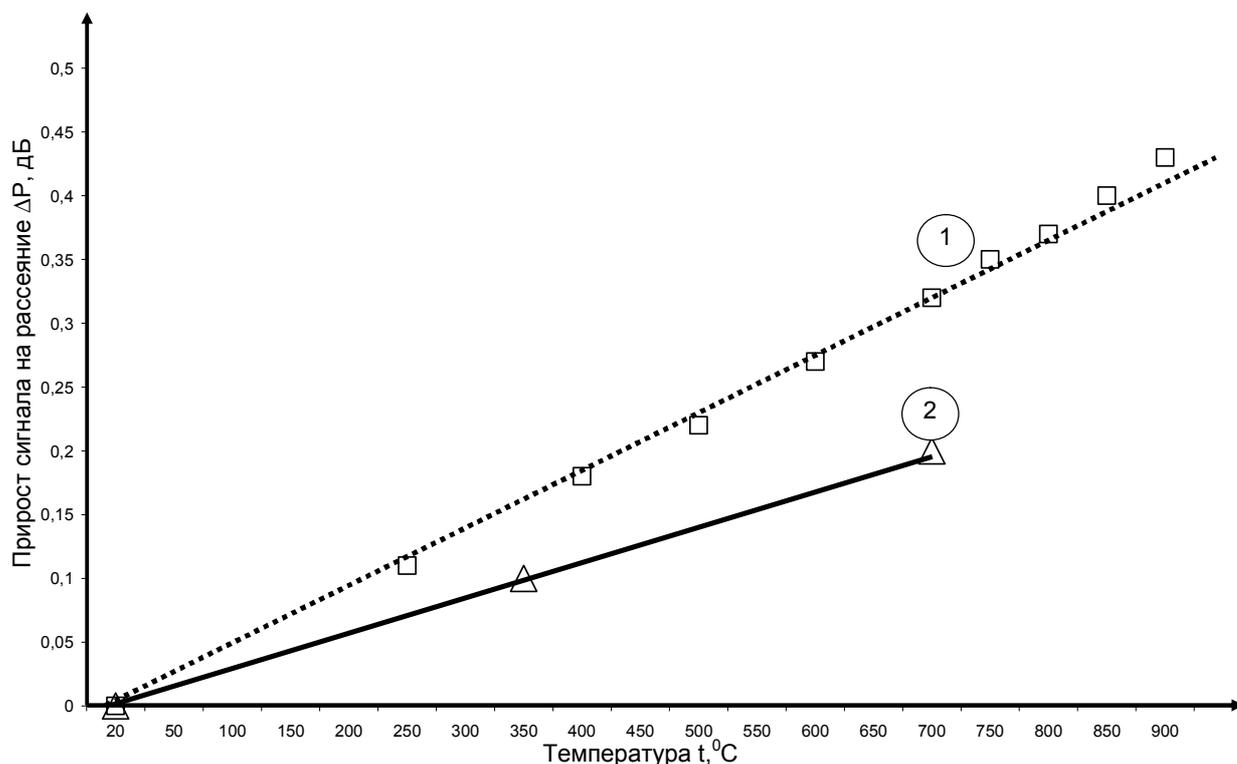


Рис. 55. Температурная зависимость величины прироста сигнала обратного рассеяния в металлизированных ОВ с содержанием  $\text{GeO}_2$  в сердцевине :  
 (1) - 18 моль % ( $\Delta n = 0.026$ ), (2) – 13 моль % ( $\Delta n = 0.020$ ).

Попробуем оценить величину изменения коэффициента рассеяния Рэлея по величине прироста сигнала обратного рассеяния [128]. При нагреве металлизированного ОВ ( $\Delta n = 0.026$ ) от  $t = 20$  °C до 700 °C сигнал обратного рассеяния увеличился на  $\Delta P = 0.3$  дБ на  $\lambda = 1300$  нм. Это эквивалентно увеличению оптических потерь на рассеяние Рэлея на  $\Delta \alpha = 0.3$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. Увеличение коэффициента рассеяния Рэлея определим через (42).

$$\Delta A = \Delta \alpha \lambda^4, \quad (42)$$

где  $\Delta A$  – увеличение коэффициента рассеяния Рэлея, дБ/км·мкм<sup>4</sup>;  $\Delta \alpha$  – увеличение оптических потерь на рассеяние Рэлея, дБ/км;  $\lambda$  – длина волны излучения, мкм.

Подставим данные в формулу (42), величина прироста коэффициента рассеяния Рэлея составит значение  $\Delta A = 0.857 \text{ дБ/км} \cdot \text{мкм}^4$ .

Экспериментально измеренные дополнительные потери в исследуемом металлизированном ОВ при температуре  $t = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  приведены на рис. 56 (кривая 1). Кривая 2 показывает приращение оптических потерь, рассчитанных в предположении, что механизм потерь - рассеяние Рэлея. Прирост коэффициента рассеяния Рэлея при нагреве с  $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  составляет величину  $0.857 \text{ [дБ} \cdot \text{мкм}^4/\text{км}]$ .

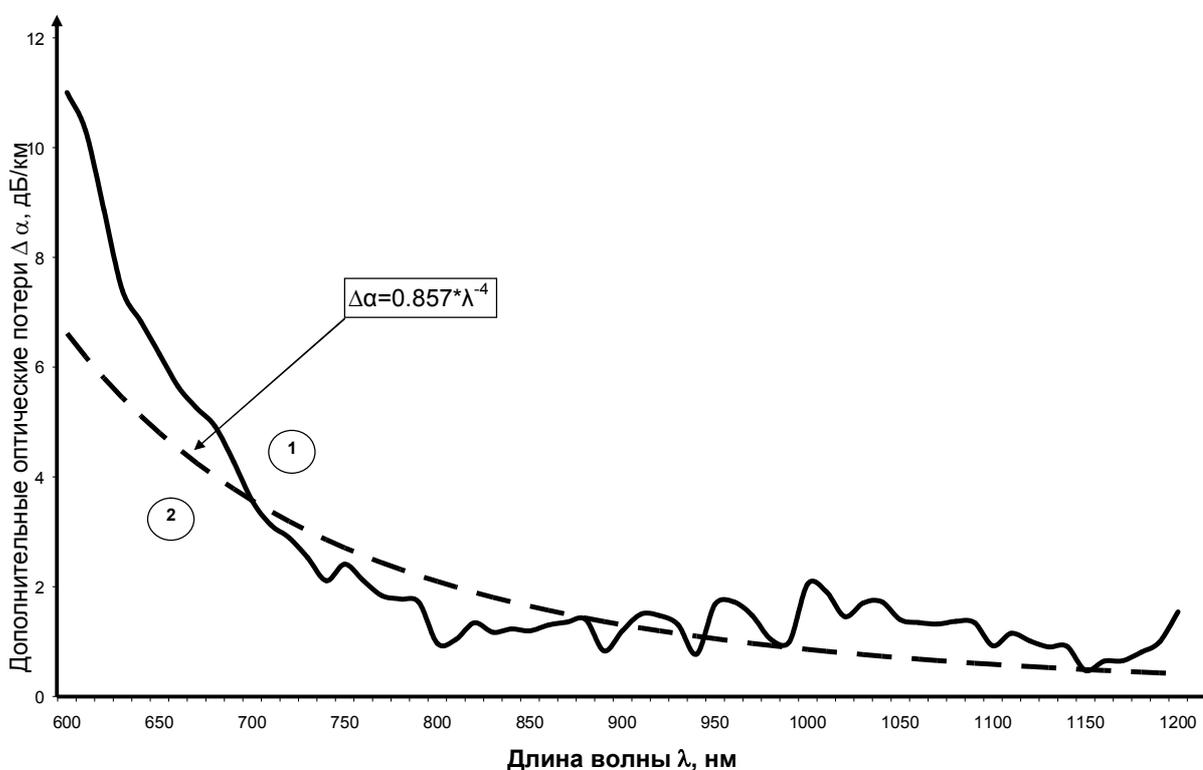


Рис. 56. Спектральные зависимости дополнительных оптических потерь в металлизированном ОВ при температуре  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ : (1) – экспериментальная кривая (с учётом уменьшения микроизгибных потерь из-за отжига покрытия при нагреве до  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  на  $0.64 \text{ дБ/км}$ ) взята из рис. 55; (2) – расчётная кривая  $\Delta\alpha = 0.857 * \lambda^{-4}$ .

Из рис. 56 видно, что экспериментальное приращение оптических потерь в области длин волн  $\lambda = 600 \dots 750 \text{ нм}$  существенно больше, чем в случае

предположения о чисто Рэлеевском механизме оптических потерь. Это говорит о наличии других механизмов потерь излучения или рассеяния в металлизированных ОВ при высоких температурах, что было указано в разделе 4.3 (некоторое несоответствие экспериментальных зависимостей над расчётными зависимостями в области длин волн 700...1200 нм может быть объяснено разницей уровней сигнала при переключении приборов в оптическом коммутаторе (ОК)).

В заключение следует сказать, что в разделе 2.2 проводился нагрев металлизированного ОВ с покрытием из алюминия ( $\Delta n = 0.014$ , что соответствует 8 моль %) до 400 °С, при котором не наблюдалось прироста оптических потерь (в пределах ошибки измерения прибора  $\Delta P \leq 0.3$  дБ при измерении оптическим рефлектометром на  $\lambda = 850$  нм). Это может быть объяснено более низкой концентрацией легирующей примеси  $\text{GeO}_2$  в сердцевине и более низкой температурой нагрева ОВ ( $t = 400$  °С).

#### **§ 4.5 Влияние теплового фона на измерение оптических потерь при высоких температурах**

При исследовании оптических свойств металлизированных ОВ также исследовались многомодовые металлизированные ОВ, изготовленные из заготовок типа кварц – кварц (сердцевина – кварцевое стекло марки Heraeus STU, отражающая оболочка – кварцевое стекло, легированное фтором). Металлизированное ОВ со световедущей сердцевинной диаметром 200 мкм и отражающей оболочкой диаметром 212 мкм нагревали до температуры 850 °С. Спектральные оптические потери измеряли с помощью спектр – анализатора типа S15 фирмы YORK Technology в области длин волн  $\lambda = 800...1600$  нм. При температуре ~850 °С потери возрастали настолько, что сигнал в измерительной установке пропадал. При снижении температуры до величины 800 °С наблюдалось появлением сигнала. В дальнейшем такое поведение измерительной установки наблюдалось лишь в узком диапазоне температур

800...810 °С. При отсоединении исследуемого металлизированного ОВ от измерительной установки визуально наблюдалось свечение в красной области спектра.

Причиной этого является тепловое излучение. Сделаем оценки мощности этого излучения. Известно, что любые нагретые тела являются источником инфракрасного излучения в широком диапазоне длин волн. Спектральная плотность энергетической светимости абсолютно чёрного тела выражаются формулой Планка [129]:

$$m(\lambda, T) = \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda k T}\right) - 1}, \quad (43)$$

где  $T$  – температура объекта, К;  $h = 6.63 * 10^{-34}$  Дж \* сек - постоянная Планка,  $c = 3 * 10^8$  м / сек скорость света;  $k = 1.38 * 10^{-23}$  Дж / К - постоянная Больцмана.

Формула (43) показывает спектральную плотность энергетической светимости излучения нагретого тела с единичной площади.

Для получения интенсивности излучения необходимо формулу проинтегрировать в области длин волн 0.8...1.6 мкм:

$$m(T) = \int_{0.8 * 10^{-6}}^{1.6 * 10^{-6}} m(\lambda, T) d\lambda, \left[ \frac{Вт}{м^2} \right] \quad (44)$$

Формула (44) даёт величину интенсивности излучения с единичной площадки. Для получения полной величины интенсивности излучения  $M(T)$  необходимо умножить величину  $m(T)$  на площадь сердцевин ОВ:

$$M(T) = m(T) \left[ \frac{Вт}{м^2} \right] \frac{\pi * D^2}{4}, \quad [Вт] \quad (45)$$

где  $D$  – диаметр сердцевин ОВ.

Формула (45) даёт величину интенсивности излучения для точечного источника излучения в телесном угле  $4\pi$  стерадиан. В ОВ излучение будет ограничиваться числовой апертурой  $NA$ . Рассчитаем величину интенсивности излучения с учётом апертурных потерь по формуле (46).

$$P(T) = \frac{M(T)}{4\pi} 2\pi(1 - \cos(\arcsin(NA))), \text{ [Вт]} \quad (46)$$

где  $NA$  – числовая апертура ОВ.

Подставим исходные данные ОВ в формулы (43-46). Получим, что для ОВ типа кварц-кварц с диаметром сердцевины 200 мкм и числовой апертурой  $NA = 0.4$  при температуре 850 °С (1123 К), мощность фонового излучения ОВ составляет величину 4 мкВт. В то время как мощность света, подведенного к металлизированному ОВ, составляет величину 10 микроватт, что было измерено с помощью измерителя мощности Anritsu ML93B. Это приводит к тому, что при  $t > 800$  °С фоновый сигнал становится близким по уровню с полезным сигналом и измерение спектральных параметров ослабления излучения в металлизированных ОВ типа кварц-кварц с большой площадью сердцевины может быть затруднено.

Также следует отметить, что согласно формуле (45) интенсивность теплового фона пропорциональна площади сечения световедущей сердцевины ОВ. Следовательно, металлизированные ОВ с диаметром сердцевины 50 мкм должны быть менее восприимчивы к тепловому фону, чем ОВ с сердцевиной 200 - 400 мкм. Экспериментально установлено, что при измерении спектральных потерь в металлизированных ОВ с германо-силикатной сердцевиной диаметром 50 мкм, нагретых до  $t = 950$  °С, не наблюдалось влияние фонового излучения. Это влияние проявлялось лишь при температурах  $t > 950$  °С. При измерениях потерь с помощью рефлектометра влияние тепловой фона не наблюдалось при  $t = 950 \dots 1000$  °С, потому что рефлектометр

использует свой, определенным образом модулированный сигнал и выделяет при детектировании только его.

Таким образом, применение многомодовых металлизированных ОВ типа кварц-кварц при высоких температурах ограничивается сильным тепловым излучением, который может влиять на измерение полезного сигнала. Однако, эффект теплового излучения может быть использован в высокотемпературных ВОД антенного типа [130, 131], которые позволяют измерять температуру в области  $t = 300 \dots 1200$  °С с точностью 1%.

## § 4.6. Результаты и выводы

4.1. Металлизированные ОВ, изготовленные из кварцевого стекла с высоким содержанием ОН-групп в технологической опорной оболочке, характеризуются значительным поглощением (250 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм) по сравнению с ОВ с низким начальным содержанием ОН-групп (12 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм), при  $t > 500$  °С. Это объясняется увеличением скорости диффузии ОН-групп из технологической оболочки в световедущую сердцевину ОВ и увеличением коэффициента диффузии при  $t > 500$  °С.

4.2. Сильнолегированные металлизированные ОВ при высоких температурах характеризуются небольшим увеличением сигнала обратного рассеяния. Для многомодового металлизированного ОВ с разницей ПП сердцевина – оболочка,  $\Delta n = 0.026$ , легированного  $\text{GeO}_2$ , увеличение сигнала  $\Delta P$  составляет величину 0.45 дБ на  $\lambda = 1300$  нм.

4.3 Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, могут эксплуатироваться при температурах  $t = 700 \dots 800$  °С. При этом продолжительность эксплуатации ОВ ограничивается окислением металлического покрытия, приводящим к росту микроизгибных оптических потерь и потерей прочности металлизированного ОВ. Необратимое увеличение микроизгибных оптических потерь наблюдается лишь при последующем охлаждении до  $t = 300 \dots 400$  °С.

4.4. На работоспособность металлизированных ОВ (при  $t = 700 \dots 800$  °С) влияет как диаметр ОВ, приводящий к снижению уровня микроизгибных оптических потерь, так и температура, при которой эксплуатируется металлизированное ОВ.

4.5. В металлизированных ОВ при температурах  $t > 800$  °С отсутствует рост потерь на ОН-группах. Предполагается, что это происходит вследствие реакции удаления ОН-групп из ОВ.

4.6. Металлизированные ОВ с большим диаметром световедущей сердцевины ( $D=200 \dots 400$  мкм типа “кварц-кварц”), при высоких температурах ( $t > 800$  °С)

подвержены влиянию фонового теплового излучения. Этот эффект должен учитываться при измерениях оптических потерь спектральным методом.

### **Практические выводы**

Для создания металлизированных ОВ с покрытием из металла 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 заготовки.

Металлизированные ОВ работоспособны при температурах  $t = 700...800$  °С до 8 часов с уровнем оптических потерь  $\alpha < 10$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм, что пригодно для практического применения в системах жизнеобеспечения и различных измерительных систем. ОВ должны иметь внешний диаметр кварцевой оболочки не менее 230-300 мкм.

Необратимое разрушение металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, наблюдается лишь при долгосрочной эксплуатации (более 10 часов) при температурах до  $t = 800^0$  и последующим охлаждении до  $t = 300...400$  °С.

## Заключение

### Основные результаты работы

1. Впервые показано, что металлизированное ОВ с покрытием из алюминия при нагреве в воздухе при  $t > 300$  °С, проявляет 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 этого - генерация молекулярного водорода в процессе окисления алюминиевого покрытия в парах воды из воздушной среды с последующей диффузией молекулярного водорода в световедущую сердцевину ОВ.
2. Материал легирования световедущей сердцевины заготовки оказывает влияние на уровень оптических потерь на ОН- группах в ОВ с покрытием из алюминия при  $t > 300$  °С. Величина прироста оптических потерь на ОН-группах в ОВ с покрытием из алюминия и световедущей сердцевиной, легированной  $\text{GeO}_2 + \text{P}_2\text{O}_5$  значительно больше (более 350 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм), чем в ОВ с покрытием из алюминия и сердцевиной легированной  $\text{GeO}_2$  (100 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм) из-за большей скорости химической реакции образования ОН-групп при высоких температурах.
3. Металлизированные ОВ с покрытием из алюминия при длительном хранении (от 0 до 15 месяцев) в нормальных условиях характеризуются “водородным старением” из-за естественного окисления покрытия в парах воды из воздушной среды, в отличие от ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава. По этой причине, металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава более предпочтительны для долгосрочного применения в нормальных условиях.
4. Составы, используемые в качестве покрытий металлизированных ОВ, оказывают сильное влияние на микроизгибные оптические потери. Использование медно-алюминиевых сплавов для покрытий в

металлизированных ОВ вместо чистой меди уменьшает скорость окисления покрытия и приводит к сдвигу точки минимума микроизгибных оптических потерь в область более высоких температур 500...600 °С (вместо 180...240 °С). Сильное увеличение концентрации легирующей примеси алюминия, однако, увеличивает уровень микроизгибных оптических потерь с 10 до 100 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм в области температур  $t = 100...400$  °С.

5. Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава характеризуются границей обратимости и необратимости оптических потерь. При термоциклировании в области температур  $t = 20...200$  °С оптические потери обратимы, ввиду упругой деформации. При термоциклировании при  $t > 200$  °С изменение оптических потерь необратимо, ввиду пластической деформации. При нагревании металлизированных ОВ выше 200 °С и последующем охлаждении до 20 °С наблюдаются остаточные микроизгибные оптические потери из-за перехода покрытия металлизированного ОВ в зону пластической деформации.

6. Увеличение внешнего диаметра ОВ в металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава и алюминия снижает величину микроизгибных потерь, при нормальных условиях ( $t = 20$  °С). Величина микроизгибных потерь зависит степенным образом от диаметра ОВ:  $\Delta\alpha \sim d^{-3}$ . Обнаружено, что в области высоких температур  $t = 100...400$  °С, диаметр ОВ слабо влияет на величину микроизгибных потерь, что противоречит ранее полученным результатам для ОВ с полимерным покрытием. Поэтому, увеличение внешнего диаметра металлизированного ОВ не является решением проблемы микроизгибных оптических потерь в области температур  $t = 100...400$  °С.

7. Величина микроизгибных потерь в металлизированных ОВ при нагреве зависит от разности ПП сердцевина - оболочка с эмпирическим параметром  $p$ :  $\Delta\alpha \sim \Delta n^{-p}$ . Параметр  $p$  для многомодовых ОВ составляет величину  $\sim 3$ . Для одномодовых ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава параметр  $p \sim 2$  и

2.5 на  $\lambda = 1300$  нм и  $\lambda = 1550$  нм, соответственно. Это укладывается в ранее полученные зависимости для ОВ с полимерным покрытием.

8. Металлизированные ОВ, изготовленные из кварцевого стекла с высоким содержанием ОН-групп в технологической оболочке, характеризуются значительным поглощением (250 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм) по сравнению с ОВ с низким начальным содержанием ОН-групп (12 дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм), при  $t > 500$  °С. Это объясняется увеличением коэффициента диффузии ОН-связей из технологической оболочки в световедущую сердцевину ОВ при  $t > 500$  °С.

9. На работоспособность металлизированных ОВ (при  $t = 700 \dots 800$  °С) влияет как диаметр металлизированного ОВ (из-за снижения уровня микроизгибных оптических потерь), так и температура, при которой эксплуатируется металлизированное ОВ (из-за увеличения скорости окисления металлического покрытия), что приводит к увеличению уровня микроизгибных потерь.

10. В металлизированном ОВ при температурах  $t > 800$  °С отсутствует рост потерь на ОН-группах, который наблюдается при меньших температурах.

### **Практические выводы**

1. Каждая область практического применения металлизированных ОВ требует подбора их параметров под каждую конкретную задачу.

2. В ОВ с покрытием из алюминия при высоких температурах в воздушной среде наблюдается повышенное поглощение на ОН-группах, вследствие окисления покрытия. В случае использования таких ОВ, при высоких температурах ( $t > 250$  °С), следует выбирать рабочую длину волны излучения, лежащую вне спектра ОН-групп, или же использовать металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава.

3. При изготовлении металлизированных ОВ с покрытием из алюминия следует отказаться от использования примеси  $P_2O_5$  для легирования световедущей сердцевины.

4. Для минимизации микроизгибных потерь в металлизированных ОВ при их нагреве необходимо, чтобы разность ПП сердцевина-оболочка составляла величину  $\Delta n \geq 0.03$ .
5. 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 заготовки.
6. Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава могут эксплуатироваться при температурах  $t = 700 \dots 800$  °С до 8 часов с уровнем оптических потерь  $\alpha < 10$  дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм, что пригодно для практического применения, например, в системах жизнеобеспечения. Необратимое увеличение микроизгибных оптических потерь наблюдается лишь при последующем охлаждении до  $t = 300 \dots 400$  °С.
7. Металлизированные ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава могут быть подвергнуты термоциклированию в области температур  $t = 20 \dots 400$  °С в течение более 4 циклов “нагрев-охлаждение” без их механического разрушения. Необратимое разрушение металлизированных ОВ с покрытием из медно-алюминиевого сплава, наблюдается лишь при долгосрочной эксплуатации (более 10 часов) при температурах до  $t = 800^0$  и последующем охлаждении до  $t = 300 \dots 400$  °С.

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., Любляна, Словения за изготовление ряда экспериментальных заготовок.

## Список используемой литературы

1. Honglei Guo, Gaozhi Xiao, Nezih Mrad, Jianping Yao "Fiber Optic Sensors for Structural Health Monitoring of Air Platforms" Sensors 2011, No. 11, pp. 3687-3705.
2. D. Inaudi "Overview of fibre optic sensing to structural health monitoring applications", ISSS'2005, International Symposium on Innovation & Sustainability of Structures in Civil Engineering, Nanjing, China, 2005, November 20-22.
3. Glombitza, U. and Hoff, H. "Fibre Optic Radar System for Fire Detection in Cable Trays" 13th International Conference on Automatic Fire Detection. Duisburg: s.n., 2004.
4. А.В. Листвин, В.Н. Листвин "Оптические световоды для линий связи" – М.: Лесарарт, 2003., 288с.
5. В.Д. Бурков, Г.А. Иванов "Физико-Технологические Основы Волоконно-Оптической Техники" – М: МГУЛ 2007
6. Robert W. Filas, "Metallization of silica optical fibers," Materials Research Society Symposium Proceedings, 1998, vol. 531, pp. 263-272.
7. Alexis Mendez and T.F.Morse "Specialty Optical Fibres Handbook", Academic Press: Elsvier, 2007 - 841 pages
8. Takao Shiota, Hiroshi Hidaka, Osamu Fukuda, Koichi Inada "High Temperature Effects of Aluminum-Coated Fibers" JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, 1986, Vol. 4, No. 8., pp. 1151-1156
9. 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.
10. Edward Murphy, Pratik Shah, Jack Kelly, Todd Anderson "New Heat Resistant UV Cure Coatings as Protective Overcoats for Optical Fiber Applications", 58th

IWCS Conference™ Proceedings of the International Wire & Cable Symposium (IWCS™), Inc. Charlotte, NC, USA November 8-11, 2009

11. Y. Ohmori, H. Itoh M. Nakahara, N. Inagaki, “Loss increase in silicone coated fibers with heat treatment”, ELECTRONICS LETTERS, 1983, Vol. 19. No 23, pp. 1006-1008
12. T. Kimura, S. Sakaguchi “Transmission loss of UV-Curable Silicone-Coated Optical Fibre”, Electronics Letters, 1984, Vol.20 No.8, pp. 315-317
13. A. S. Biriukov, V. A. Bogatyryov, V. F. Lebedev, A. G. Khitun "Theoretical Investigation of Metal Coating Deposition on Optical Fibers by Freezing Technique. The Model of the Process", Materials Research Society, 1998, vol. 531, pp. 273-283
14. A. S. Biriukov, V. A. Bogatyryov, V. F. Lebedev, A. G. Khitun “Calculation of the thickness of a metal coating for a fibre produced by the freezing technique” Sov. Lightwave communication, 1993, Vol. 3, pp. 235-246
15. Arridge R.G., Baker A.A., Cratchley D. “Metal Coated fiber and fibers reinforced metals”, J. Sci. Instrum., 1964, Vol. 41, pp. 259-261
16. S.L.Semjonov, M.M.Bubnov, E.M.Dianov, A.G.Shchebunyaev.- Reliability of aluminum coated fibers at high temperature.- Proc.SPIE, 1993, v. 2074, pp. 25-33.
17. Semjonov, Sergei L.; Bubnov, Mikhail M.; Dianov, Evgeni M.; Shchebunyaev, A. G. “Reliability of aluminum-coated fibers at high temperature”, Proc. SPIE, 1992, Vol. 2074, p. 25-33
18. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Дианов Е.М, Румянцев С.Д, Семенов С.Л., “Прочность световодов в металлическом покрытии”, Радиотехника, 1988, №9, стр. 82-83
19. В.А.Богатырев, М.М.Бубнов, Е.М.Дианов, А.М.Прохоров, С.Д.Румянцев, С.Л.Семенов. “Высокопрочные световоды в герметичном покрытии”, Письма в ЖТФ, 1988, т.14, № 9, стр.769-773.
20. Y. S. Shiue, M. J. Matthewson, C. R. Kurkjian & D. R. Biswas “Strength and surface characterization of aluminum coated fused silica fibers”, Proc. SPIE, 2611, 1996, pp. 117-121.

21. А. В. Бондаренко, а. П. Дядькин, ю. А. Кашук, а. В. Красильников, г. А. Поляков, и. Н. Растягаев, д. А. Скопинцев, с. Н. Тугаринов, в. П. Ярцев, в. А. Богатырев, а. Л. Томашук, с. Н. Клямкин, с. Е. Бендер "Исследование радиационной стойкости оптических волокон из кварцевого стекла в условиях реакторного облучения", Фотон-экспресс-наука, 2005, №6, стр. 11-19
22. Benoit Brichard, Alexander Tomashuk, A.F Fernandez, V.A. Bogatyryov, S.N. Klyamkin, H. Ooms, F. Berghmans, M. Decréton "Radiation assessment of hydrogen-loaded Aluminium-coated pure silica core fibres for ITER plasma diagnostics applications", Proceedings of 24th Symposium on Fusion Technology 11-15 September Poland, 2006.
23. V. A. Bogatyryov, E. M. Dianov, S. D. Romyantsev, and A. A. Sysoliatan, "Copper-coated optical fibers" Meetings, – OFC/IOOC 93, Technical Digest, paper WA3, 1993, p. 78
24. Biswas, D. R., and S. Raychaudhuri. Optomechanical properties of long-strength nickel coated optical fibers. Technical Digest Optical Fiber Communication Conference, Optical Society of America, Washington, DC. Paper presented at San Jose, CA, 1985
25. Almeida J.B., Hale P.G., Sheppard C.T.R. "On line metal coating of optical fibers", Optik (Stuttgart), 1979, v.53, N3, pp. 231-233.
26. M.L. Stein, S. Aisenberg and J.M. Stevens, The American Ceramic Society, Inc., Columbus, Ohio, 1981, pp. 124-133
27. Bubel, G.M. Krause, J.T. Bickta, B.J. Ku, R.T. "Mechanical reliability of metallized optical fiber for hermetic terminations", Journal of Lightwave Technology, 1989, Vol. 7, №10, pp. 1488-1493
28. A.S. Biriukov, V.A. Bogatyryov, V.F. Lebedev, A.A. Sysoliatin, A.G. Khitun. – Reliability and optical losses of metal-coated fibers at high temperatures. – Materials Research Society, Symposium Proceedings, 1998, Volume 531, MRS Spring Meeting, San-Francisco, pp. 297-300

29. Sysoliatin, A.G. Khitun, "Magnetosensitive Ni-coated optical fibers" Materials Research Society, Symposium Proceedings San-Francisco, MRS Spring Meeting, 1998, Volume 531, pp. 291-295
30. Шевандин В.С Увеличение прочности металлизированного кварцевого световода во времени. – Междун. конгресс «Оптика-XXI век», конф. «Прикладная оптика-2006», СПб, Сб. трудов, 2006, с. 263-265
31. K. Inada T. Shiota "Metal Coated Fibers", Characteristics and standards, 1985. SPIE Vol. 584 Optical Fiber
32. Бухтиарова Т.В., Дьяченко А.А., Иноземцев В.П., Соколов А.В., Волоконно-оптические кабели для протяжённых линий связи. Итоги науки и техники, сер. Связь, 1988
33. T. Tanifuji, M. Matsumoto, M. Tokudo, M. Miyauchi "Wavelength-dependent optical loss increase in graded-index optical fiber transmission lines", Electronics Letters, 1984, Vol.20 No. 1, pp. 13-14
34. J.N. Fields "Attenuation of a parabolic-index fiber with periodic bends", Applied Physics Letters, 1980, Vol. 36, №10, pp. 799-801
35. S. Stueflotten, "Low temperature excess loss of loose tube fiber cables", Appl. Opt. 21, 1982, pp. 4300-4307
36. Yoshizawa N., Yabuta T., Noguchi K. "Residual Nylon-Jacketed-Fiber shrinkage caused by cooling", Electronics Letters, 1983, Vol. 19, №11, pp. 411-412
37. Tetsuro Yabuta, Nobuyuki Yoshizawa, Kohshi Ishihara "Excess Loss a single-mode jacketed optical fiber at low temperature", Applied optics, 1983, Vol.22, No. 16, pp. 2356-2362
38. E. SUHIR "Effect of Initial Curvature on Low Temperature Microbending in Optical Fibers", JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, 1988, VOL. 6, NO. 8, pp. 1321-1327
39. D. Gloge "Optical-Fiber Packaging and its influence of fiber straightness and loss", The Bell system technical journal, 1975, Vol. 54, №2, pp. 245-262
40. Gardner W.B., Nagel S.R., Schwartz M.I., Dimarcello F.V., Lovelace C.R., Blownlow D.L., Santana M.R., Sigety E.A., "The effect of optical Fiber core and

cladding diameter on the loss added by packaging and thermal cycling”, The Bell System technical journal, 1981, Vol. 60, №6, pp. 859-864

41. K. Petermann “Fundamental mode microbending loss in graded-index and W fibres”, Optical and Quantum Electronics, 1977, Vol., № 2, pp. 167-175

42. Santanu Das., Collin G. Englefield, Paul A. Goud “Power Loss, Modal Noise and distortion due to microbending of optical fibers”, Applied Optics, 1985, Vol. 24, №15, pp. 2323-2334

43. G. Coppa<sup>1</sup>, P. Di Vita<sup>1</sup> and M. Potenza “Theory of scattering in multimode optical fibers”, Optical and Quantum Electronics, 1982, Vol. 14, №4, pp. 283-309

44. S. Hornung, N. J. Doran<sup>1</sup> and R. Allen “Monomode fibre microbending loss measurements and their interpretation”, Optical and Quantum Electronics, 1982, Vol. 14, № 4, pp 359-362

45. Sudipta Bhaumik "A NEW APPROACH TO EVALUATE MACRO AND MICROBENDING SENSITIVITY OF SINGLE MODE OPTICAL FIBER", Sterlite Optical Technologies Ltd. Whitepaper, The Backbone Broad Band [http://www.sterlitetechnologies.com/pdf/Knowledgecenter/Bending\\_Sensitivity.pdf](http://www.sterlitetechnologies.com/pdf/Knowledgecenter/Bending_Sensitivity.pdf)

46. Sham-Tsong SHIUE “Design of Hermetically Metal-coated Optical Fibers to Minimize Hydrostatic Pressure Induced Stress”, Proc. Natl. Science Conclusion ROC (A), 2000, Vol.24, No.2, pp. 104-114

47. Shiue S-T; Shen T-Y. "Thermally and mechanically induced microbending losses in single-coated optical fibers in the long term", Modeling and Simulation in Materials Science and Engineering, 2001, Vol. 9, №3, pp. 207-213

48. Yoshizawa, N. Negishi, Y. "Low loss hermetic optical fiber continuously metal casted over thebuffer layer", Optical Communication (ECOC 88). Fourteenth European Conference on (Conf. Publ. No.292), 1988, Vol.1 pp. 441-444

49. Francois, P.L.; Bayon, J.F.; Alard, F.; Grot, D. “Characterisation procedure of fibre packagings relative to microbends”, Electronics Letters, 1985, Vol. 21, №11, pp. 471 – 472

50. Denis Donlagic "A low bending loss multimode fiber transmission system", Optical Express, Vol. 17, №24, 2009

51. Thomas Reinsch and Jan Henniges "Temperature-dependent characterization of optical fibres for distributed temperature sensing in hot geothermal wells", *Measurement Science and Technology*, 2010, Vol. 21., No. 9
52. В.С. Шевандин "Кварцевые волоконные световоды с особыми оптическими и механическими свойствами", Санкт-Петербург, 2006
53. John M. Senior "Optical Fiber Communications Principles and Practice", Second Edition, pp. 192-193
54. Murakami, Y. Noguchi, K. Ishihara, K. Negishi, "Fibre loss increase due to hydrogen generated at high temperatures", *Electronics Letters*, 1984, Vol. 20, №6, pp. 226-228
55. K. Noguchi Y. Murakami K. Ishihara "Infra-Red Loss Spectrum Of Hydrogen Molecules In A Silica Fiber", *Electronics Letters*, 1983, Vol. 19, No. 24, pp. 1045-1046
56. Kazuhiro Noguchi, Nori Shibata, Naoshi Uesugi Et All., "Loss Increase For Optical Fibers Exposed To Hydrogen Atmosphere", *Journal Of Lightwave Technology*, 1985, Vol. 2, No. 3, pp. 236-243
57. James F. Brennan III, Diann Sloan, Dwayne L. LaBrake, "The behavior of silica optical fibers exposed to very high-pressure hydrogen environments", *Optical Fiber Communication Conference and the International Conference on Integrated Optics and Optical Fiber Communication OFC/IOOC '99*", Technical Digest, 1999, Vol. 3, pp. 59-61
58. C. Wang, G. Drenzek, I. Majid, K. Wei, D. Bolte, A. Soufiane, Verrillon, Inc. USA "High-Performance Hermetic Optical Fiber for Downhole Applications" Whitepaper
59. Imtiaz Majid, Kanxian Wei, Gary Drenzek, Chih-Hao Wang, Abdel Soufiane "Novel Optical Fiber Design for Hydrogen-rich Harsh Environments", Verrillon, Inc., 15 Centennial Drive, North Grafton, MA 01536, 508-890-7100 e-mail: [majid@verrillon.com](mailto:majid@verrillon.com)
60. Lou V.; Sato R.; Tomozawa M. Hydrogen diffusion in fused silica at high temperatures, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2003, Vol. 315, №1, pp. 13-19

61. Modone E., Parisi G., Sordo B, "Experimental determination of time constant for reversible diffusion of H<sub>2</sub> in optical fibers", Journal of optical communication, 1987, №3, pp. 98-101
62. P.J. Lemaire, "Reliability of optical fibers exposed to hydrogen: prediction of longterm loss increases". Opt. Engineering, 1991, Vol. 30, pp. 780-789.
63. А.Ф. Косолапов, С.Л. Семенов. "Работоспособность волоконных световодов в экстремальных условиях эксплуатации", Препринт ИЦВО РАН, 2006, №12
64. S. L. Semjonov, V. A. Bogatyrev, A. A. Malinin "Hermetically coated specialty optical fibers", Proceedings of the SPIE, 2010, Volume 7839, pp. 783912-783912-4
65. K. Noguchi Y. Murakami K. Ishihara "Infra-Red Loss Spectrum Of Hydrogen Molecules In A Silica Fibre", Electronics Letters 24th November, 1983, Vol. 19, No. 24, Pp. 1045-1046
66. K. W. Plessner S. J. Stannard-Powell, "Attenuation/Time Relation For OH Formation In Optical Fibres Exposed To H<sub>2</sub>", Electronics Letters, 1984, Vol. 20, No. 6, pp. 250-252
67. J.Stone "Interactions of Hydrogen and Deuterium with Silica Optical Fibers: A Review", Journal Of Lightwave Technology, 1987, Vol. 5, No. 5. pp. 712- 733
68. Victor G. Plotnichenko, Gennadii A. Ivanov and other, "Influence of Molecular Hydrogen Diffusion on Concentration and Distribution of Hydroxyl Groups in Silica Fibers", JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, 2005, Vol. 23, №1, pp. 341-347
69. Nayoya Uchida, Naoshi Uesugi "Infrared Optical Loss Increase in Silica Fibers due to Hydrogen", JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, 1986, Vol. 4, №8, pp. 1132-1138
70. А.В. Ланин, К.М. Голант, И.В. Николин "Взаимодействие молекулярного водорода с легированным кварцевым стеклом сердцевины оптических волокон при повышенных температурах", Журнал технической физики, 2004, том 74, вып. 12, стр. 61-68

71. V. Lanin, K. M. Golant and I. V. Nikolin “Interaction of molecular hydrogen with the doped silica core of an optical fiber at elevated temperatures” *Technical Physics*, 2004, Vol. 49, №12, pp. 1600-1604
72. O. Humbach, H. Fabian, U. Grzesik, U. Haken, W. Heitmann, “Analysis of OH absorption bands in synthetic silica”, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1996, vol. 203, pp. 19-26
73. Wiesenfeld, J. M.; Stone, J.; Marcuse, D.; Burrus, C. A.; Yang, S. “Temperature dependence of hydroxyl formation in the reaction of hydrogen with silica glass”, *Journal of Applied Physics*, 1987, Vol. 61, №12, pp.5447-5454
74. K. Mochizuki, Y. Namihara, H. Yamamoto, “Transmission loss increase in optical fiber due to hydrogen permeation”, *Electronics Letters*, 1983, Vol. 19 No.18, pp. 743-745
75. Joshua M. Jacobs “The impact of Hydrogen on Optical fibers”, Corning’s White Paper, September (2004) Интернет-сайт фирмы Corning: <http://www.corning.com/WorkArea/downloadasset.aspx?id=7833>
76. Itoh, H. Shimizu, M. Ohmori, Y. Nakahara, M., "Reaction property of diffused hydrogen with defect Centers in GeO<sub>2</sub>-doped fiber", 1987, Vol. 5, №1, pp.134-139
77. Naoshi Uesugi, Tsuneo Kuwabara, Yukinori Ishida, Kazuhiro Noguchi, Yukiya Negishi, Naoya Uchida, "Infrared Loss Increase Phenomenon of Coated Optical Fibers at High Temperatures”, *JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY*, 1985, Vol. 3, №4, pp.824-828
78. Cocito G. Ferraris M., Modone E., Sardo B. “Hydrogen interaction in high Ge-doped silica optical fibers”, *Alta Freq*, Vol. 56, №6, pp. 301-303
79. Murakami Y., ISHIHARA K, Negishi Y., Kojima N, “Microbending losses of P205-doped graded index multimode fibre”, *Electronics Letters*, 1982, Vol. 18, No 18, pp. 774-775
80. Uesugi, N. Kuwabara, T. Ohashi, M. Ishida, Y. Uchida, N. ”Stress and temperature effects on optical loss increase for phosphor-doped silica fiber in the long wavelength region”, *Electronics Letters*, 1983, Vol. 19, №20, pp. 842-843

81. K. Noguchi, N. Uesugi, K. Ishihara "Hydrogen Quantity Generated From Optical-Fibre Coating", Electronics Letters, 1984, Vol. 20, №21, pp. 897-898
82. N. Uesugi, y. Murakami, c. Tanaka, y. Ishida, y. Mitsunaga, y. Negishi, n. Uchida "Infra-red optical loss increase for silica fibre in cable filled with water", Electronics Letters, 1983, Vol. 19, No. 1, pp. 762-764
83. V. A. Bogatyrjov, M. M. Bubnov, A. N. Guryanov, n. N. Vechkanov, G. G. Devyatykh, E. M. Dianov, s. L. Semjonov "Influence of various ph solutions on strength and dynamic fatigue of silicone-resin-coated optical fibres", Electronics Letters, 1986, Vol. 22, №1, pp. 1013-1014
84. C. Lasne, J-Y. Barraud, D. Chevalier, Route De Nozav, R. Jocteu, "Hydrogen generation by materials related to submarine optical cables", Optical and Quantum Electronics, 1987, Vol. 18, No. 2 pp.97-101
85. K. E. Lu, G. S. Glaesemann, M. T. Lee, D. R. Powers and J. S. Abbott "Mechanical and hydrogen characteristics of hermetically coated optical fiber", Optical and Quantum Electronics, 1990, Vol. 22, №3, pp 227-237
86. Imtiaz Majid, Abdel Soufiane, Kanxian Wei, Gary Drenzek, Chih-Hao Wang "Improved performance of hermetic optical fiber for harsh environment" Proceeding of 53<sup>rd</sup> International Wire & Cable Symposium, pp. 166-171
87. Lu K.E., Glasemann G.S., Vandewoestine R.V., Kar G. "Recent Developments in Hermetically Coated Optical Fiber", Journal Of Lightwave Technology, 1988, Vol. 6, No. 2. pp. 240-244
88. Irina Severin, Rochdi El Abdi, Marcel Poulain "Mechanical and chemical characteristics of hermetically coated silica optical fibre", Surface & Coatings Technology, 2008, Vol.202, pp. 2494–2499
89. Chih-Hao Wang, Abdel Soufiane, Imtiaz Majid, Kanxian Wei, Gary Drenzek "High Reliability Hermetic Optical Fiber for Oil and Gas Application", Verrillon, Inc., 15 Centennial Drive, N. Grafton, MA, USA
90. M.M. Bubnov, S.L. Semjonov "Strength of carbon and dual hermetically coated fibers at ambient and high (>400 °C) temperatures", Euroopto'93 Berlin, vol. 1973

91. A.A. Abramov, M.M. Bubnov, A.M. Prochorov, S.L. Semjonov, A.G. Gurjanov. – Optical performance of low loss aluminium coated fibers exposed to hydrogen and temperature cycling. – OFC/IOOC 93 Technical Digest, 1993, WA3, pp. 76
92. Jeffrey T. Kohli and G. Scott Glaesemann "Hermetically Coated Erbium-Doped Specialty Fibers" Corning Whitepaper
93. Eugene M. Dianov, Konstantin M. Golant, Rostislav R Khrapko, A. S. Kurkov, and Alexander L. Tomashuk "Low-Hydrogen Silicon Oxynitride Optical Fibers Prepared by SPCVD", Journal Of Lightwave Technology, 1995, Vol. 13, No. 7, pp. 1471-1474
94. Б. Ленардич, В.А. Исаев, "О параметрах современных световодов изготовленных по технологии MCVD", Фотон-Экспресс, 2005, Том.48, №8, стр. 30
95. Tomozawa M.1; Kim D.-L.; Lou V. "Preparation of high purity, low water content fused silica glass", Journal of Non-Crystalline Solids, 2001, Vol. 296, No 1, pp. 102-106
96. О.В. Иванов, С.А. Никитов, Ю.В. Гуляев, "Оболочечные моды волоконных световодов, их свойства и применение", Успехи физических наук, 2006, т. 176, № 2, стр. 175-202
97. V.G. Plotnichenko, S.A.Vasiliev, A.O.Rybal'tovskii, V.V.Koltashev, V.O.Sokolov, S.N.Klyamkin, O.I.Medvedkov, A.A.Rybal'tovskii, A.R.Malosiev, E.M.Dianov, "Hydrogen diffusion and ortho-para conversion in absorption and Raman spectra of germanosilicate optical fibers hydrogen-loaded at 150-170 mpa", J.Non-Crystalline Solids, 2005, Vol. 351, No. 49-51, p.3677-3684.
98. P. J. Lemaire, R. M. Atkins, V. Mizrahi And W. A. Reed "High Pressure Hydrogen Loading As A Technique For Achieving Ultrahigh Uv Photosensitivity And Thermal Sensitivity In Ge, Doped Optical Fibres", Electronics Letters, 1993, Vol. 29 No. 13, pp. 1191-1193
99. О. В. Бутов, К. М. Голант, Ю. К. Чаморовский, А. А. Колосовский, В. А. Исаев, В. В. Волошин, И. Л. Вороб'ев, Я. В. Гусев, И. В. Соколов, "In-Fiber Bragg

Gratings For Sensor Applications At High Temperatures" in Optical Fiber Communication Conference on CD-ROM (The Optical Society of America, Washington, DC, 2004), FC5.

100. K. Lyytikäinen, S. T. Huntington et. al "Dopant diffusion during optical fibre drawing", Optics Express, 2004, Vol. 12., No. 6., pp 972-977

101. Marek Ratuszek "Loss analysis of single mode telecommunication fiber thermally-diffused core areas", Optica Applicata, 2007, vol. 37, pp. 279-294

102. Лео В.К. Мазурин О.В. "Свойства кварцевого стекла", Л.: Наука, 1985, 166 с.

103. V.A. Bogatyryov, I.I. Cheremsin, E.M. Dianov, K.M. Golant, A.L. Tomashuk "Super high strength metal coated low hydroxyl low chlorine all silica optical fibres" Proc. Of RADECS'95, Arcachon, France, 1995, p. 503

104. A.H. Rose "Annealing Optical Fiber: Applications and Properties" The American Ceramic Society Bulletin, 2000, Vol. 79 No.3, pp. 40-43

105. **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.**

106. **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**

107. J.M. Woodall, J. T. Ziebarth, Ch. R. Allen, J. Jeon et al. // Proc. Materials Clean Technology, Boston, 2008, June 1-5.

108. **Попов С.М., "Влияние металлического покрытия на оптические потери при отжиге волоконных световодов", Нелинейный мир, 2009, выпуск 7, стр. 184-185**

109. Кубашевский О., Гопкинс Б. "Окисление металлов и сплавов". М.: Металлургия, 1965.

110. ГОСТ 10157-79. Аргон газообразный и жидкий. Технические условия. М.: Изд-во стандартов, 2002.
111. **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 поглощения 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**
112. Belonoshko, A. B.; Rosengren, A.; Dong, Q.; Hultquist, G.; Leygraf, C. "First-principles study of hydrogen diffusion in  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and liquid alumina", Physical Review B, 2004, Vol. 69, № 2, pp. 024302-6
113. А. Н. Стрелецкий, И. В. Колбанев, А. Б. Борунова, П. Ю. Бутягин, "Механохимическая активация алюминия. Кинетика взаимодействия алюминия с водой", Коллоидный журнал, 2005, т.67, №5, стр. 694-701
114. **Попов С.М., “Оптические потери световодов с покрытием из меди или алюминия при высоких температурах ”, Нелинейный мир, 2010, выпуск 2, том 8, стр. 87-88**
115. Р. Хоникомб “Пластическая деформация металлов”, М.: Мир, 1972 - 408 с.
116. Смирягин А.П. “Промышленные цветные металлы и сплавы”, Издательство: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1956 г , 561 с.
117. Б. С. Лунин, С. Н. Торбин "О температурной зависимости модуля Юнга чистых кварцевых стекол, Вестник Московского Университета, Сер. 2. Химия. 2000. Т. 41. № 3, стр 172-173
118. Тимошенко С.П. Устойчивость стержней, пластин и оболочек. М.: Наука, 1971, 807 с.
119. А. А. Маковецкий “Об изгибе кварцевого волокна с неконцентричным защитным покрытием”, Оптический Журнал, 2010, Том 76, №5, стр. 61-65.
120. Тимошенко С.П. Сопротивление материалов. Том 1. Элементарная теория и задачи. (2-е изд.) М.: Наука, 1965

121. Интернет-сайт фирмы Heraeus Quartz-Glass: [http://www.heraeus-quartzglas.com/media/webmedia\\_local/downloads/broschren\\_tf/2008\\_10\\_Factsheet\\_SubstrateTubes\\_EN.pdf](http://www.heraeus-quartzglas.com/media/webmedia_local/downloads/broschren_tf/2008_10_Factsheet_SubstrateTubes_EN.pdf)
122. *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*
123. Фабелинский И.Л. “Молекулярное рассеяние света”, М: Наука, 1965 год
124. **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**
125. **С.М. Попов, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Ю.К. Чаморовский “высокотемпературные оптические волокна с покрытием из металла”. Минск: Материалы 8 Международной научно-технической конференции Квантовая Электроника, 2010, стр. 122-124**
126. Богданова О. Ю., Ероньян М. А., Кондратьев Ю. Н. Влияние водородсодержащих примесей в исходных материалах на оптическое поглощение кварцевых световодов - Физика и химия стекла, 1989, т.15, № 6, с. 895.
127. **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**
128. В.В. Григорьянц, Ю.К. Чаморовский “Диагностика волоконных световодов и оптических кабелей методом обратного рассеяния” - Итоги науки и техники, сер. Радиотехника, т.29, 1982, г., стр. 47-79.
129. Матвеев А.Н. “Оптика”. - М.: Высшая школа, 1985. - 351 с.

130. Окоси Т., Окамото К., Оцу М., Нисихара Х., Кюма К., Хататэ К. Волоконно-оптические датчики. Пер. с япон.- Л: Энергоатомиздат, 1990, 256 стр.

131. В.Б. Гармаш, Ф.А. Егоров, Л.Н. Коломиец и др. Фотон-Экспресс “Возможности, задачи и перспективы волоконно-оптических измерительных систем в современном приборостроении”, 2005, вып. 6, стр. 128-140.