

*С.М. Попов, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Ю.К. Чаморовский*

## **ОПТИЧЕСКИЕ ПОТЕРИ МЕТАЛЛИЗИРОВАННЫХ ОПТИЧЕСКИХ ВОЛОКОН ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ ДО 800<sup>0</sup>С.**

e-mail: [sergei@popov.eu.org](mailto:sergei@popov.eu.org)

Температурный диапазон работы телекоммуникационных оптических волокон (ОВ) составляет величину -60...85<sup>0</sup>С. Развитие волоконно-оптических датчиков работающих при более высоких температурах, потребовало разработку ОВ с металлическим покрытием [1]. В работах [2-5] нами было исследовано влияние различных металлов покрытий (алюминия и меди) на величину оптических потерь при нагреве металлизированных ОВ до 400<sup>0</sup>С и показано, что медное покрытие обеспечивает существенно меньший рост дополнительных потерь, чем алюминий. Кроме того, ранее нами было установлено [4], что ОВ с покрытием из меди, изготовленные на основе кварцевых труб с высоким начальным содержанием (Si-OH), по технологии MCVD, характеризуются значительным ростом потерь на ОН группах (более 250 dB/км на  $\lambda=1389$  нм), при температурах более 600<sup>0</sup>С, вследствие процесса диффузии. Для сравнения, при тех же условиях нагрева, металлизированные ОВ, изготовленные на основе опорной трубы Heraeus F-300, методом MCVD, с заменой кислородно-водородной горелки электропечью показывают относительно небольшой рост потерь на ОН-группах (~12 dB/км на  $\lambda=1389$  нм).

**Целью** настоящей работы являлось исследование характера изменения оптических потерь при нагреве ОВ с медным покрытием в области температур ( $t=20...800^0$ С), изготовленных на основе опорных труб с низким (<0.3 ppm) содержанием ОН-групп.

**Необходимость работы** вызвана отсутствием подробной информации о величине оптических потерь у волокон с покрытием из металла, при высоких температурах более  $400^{\circ}\text{C}$ . Было известно, что у металлизированных ОВ, при температурах  $300-1000^{\circ}\text{C}$ , имеет место необратимый рост оптических потерь. Но причины этого не были исследованы полностью [6].

В литературных источниках информация об оптических потерях излучения у металлизированных ОВ, при температурах более  $400^{\circ}\text{C}$ , были представлены лишь двумя работами. Работа [7] касалась оптических потерь излучения в металлизированных ОВ с покрытием из алюминия при температурах до  $650^{\circ}\text{C}$ , была сделана в 1986 г., с применением доступных в то время технологий изготовления заготовок и кварцевых стекол. В другой работе [8] сделанной в 1997 г., экспериментально было показано, что ОВ с покрытием из меди при температурах  $700\dots 800^{\circ}\text{C}$  могут работать лишь в течение нескольких минут, ввиду быстрого роста оптических потерь, однако объяснения причин такого роста оптических потерь излучения не было представлено.

### **Эксперимент:**

Для изготовления волокна использовалась заготовка, при получении которой использовалось опорная трубка из стекла “Heraeus F-300”, содержание ОН-групп которой по паспортным данным составляет величину  $0.2\dots 0.5$  ppm [9], что соответствует дополнительным потерям на  $\alpha = 5\dots 50$  дБ/км на  $\lambda=1.39$  мкм [10]. Германатно-силикатная сердцевина была сформирована методом MCVD посредством электропечи. Из этой заготовки, было вытянуто металлизированное ОВ со следующими параметрами: диаметр сердцевины 50 мкм, оболочки – 230 мкм, толщина металлического покрытия 20 мкм. Начальные потери составляли  $\sim 1$  дБ/км

на  $\lambda=1300$  нм и дополнительные потери, обусловленные количеством гидроксильных ионов  $\sim 1$  дБ/км на  $\lambda = 1389$  нм, числовая апертура  $NA=0.3$ . Нагрев производился до температуры  $700\dots 800^{\circ}\text{C}$  и в течение 1 часа. После достижения температуры  $700\dots 800^{\circ}\text{C}$  ОВ выдерживалось в течение 6.5 часов, при этом оптические потери контролировались каждые 15 минут.

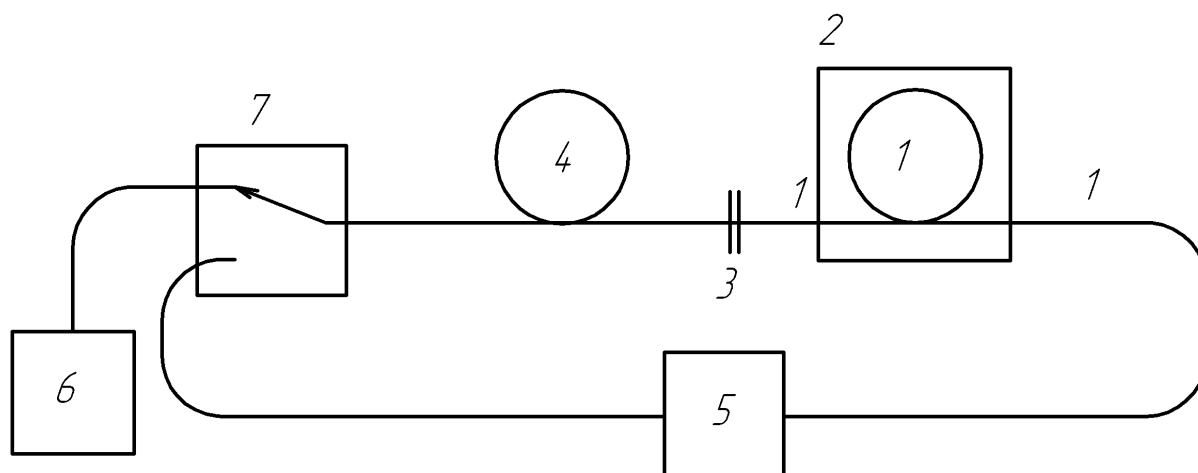


Рисунок 1. Схема установки для измерения потерь металлизированных ОВ при высокой температуре.

1 - металлизированное оптическое волокно; 2 - высокотемпературная печь; 3 - сварное соединение; 4- дополнительным оптическое волокно типа G.651 5 - спектр-анализатор; 6 - рефлектометр; 7 - оптического переключатель.

Для проведения эксперимента была собрана установка, схема которой приведена на рисунке 1.

Экспериментальная установка состояла из высокотемпературного оптического волокна (1), помещенного в высокотемпературную печь (2). ВВ сваривалось (3) с дополнительным оптическим волокном (4) типа G.651 с целью получения стационарного модового состава. Сварка двух данных волокон выполнялась несколько раз с целью минимизации

оптических потерь, вносимых данным процессом. Оптические потери контролировались как с помощью спектр-анализатора (5) в области длин волн 600...1650 нм, так и с помощью оптического рефлектометра (6) методом обратного рассеяния на длине волны 1300 нм. Выбор метода измерения осуществлялся с помощью оптического переключателя (7).

### Результаты эксперимента:

При нагреве ОВ до температуры  $700^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа воздушной среде оптических потери изменялись (см. рисунок 2).

Видно, что оптические потери увеличивались в коротковолновой области спектра (на длинах волн менее 800 нм) и на  $\lambda = 1389$  нм, что обусловлено диффузией ОН-групп из кварцевой оболочки в сердцевину. Так же наблюдалось, изменение микроизгибных потерь (рисунок 3).

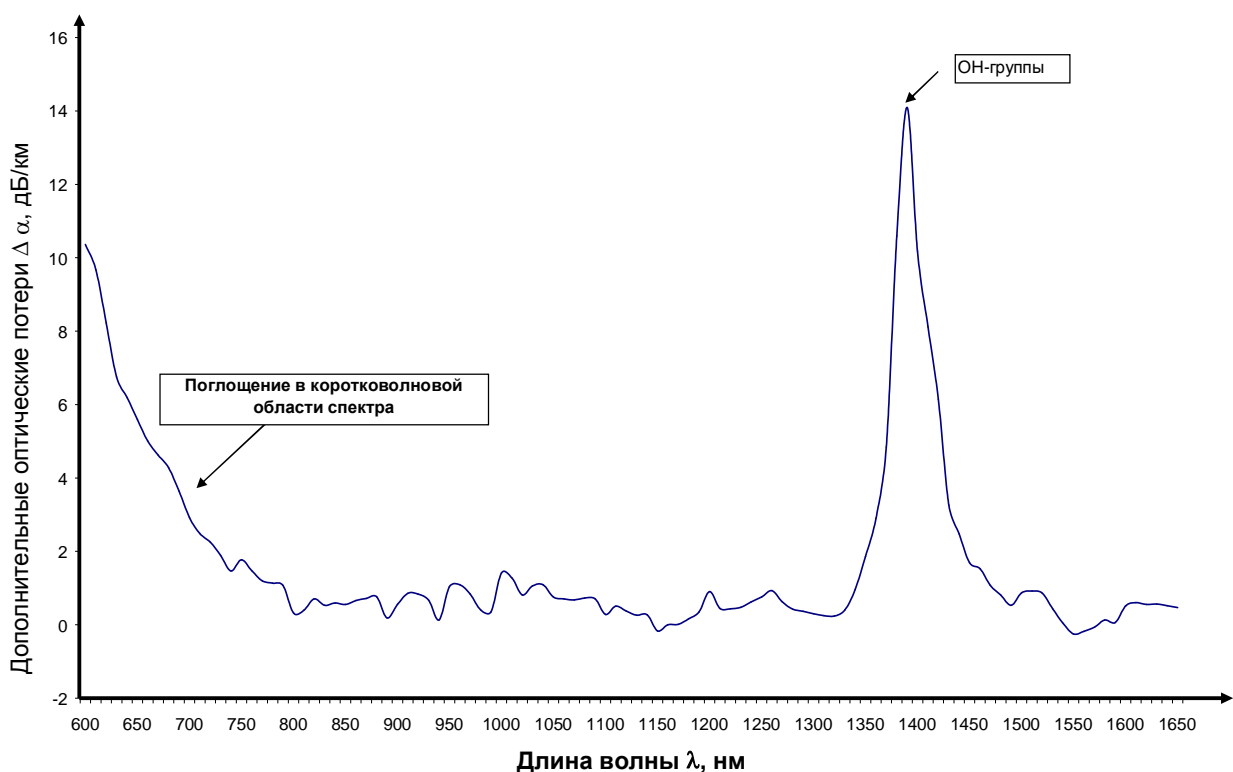


Рисунок 2. Изменение оптических потерь при нагреве от  $20$  до  $700^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа.

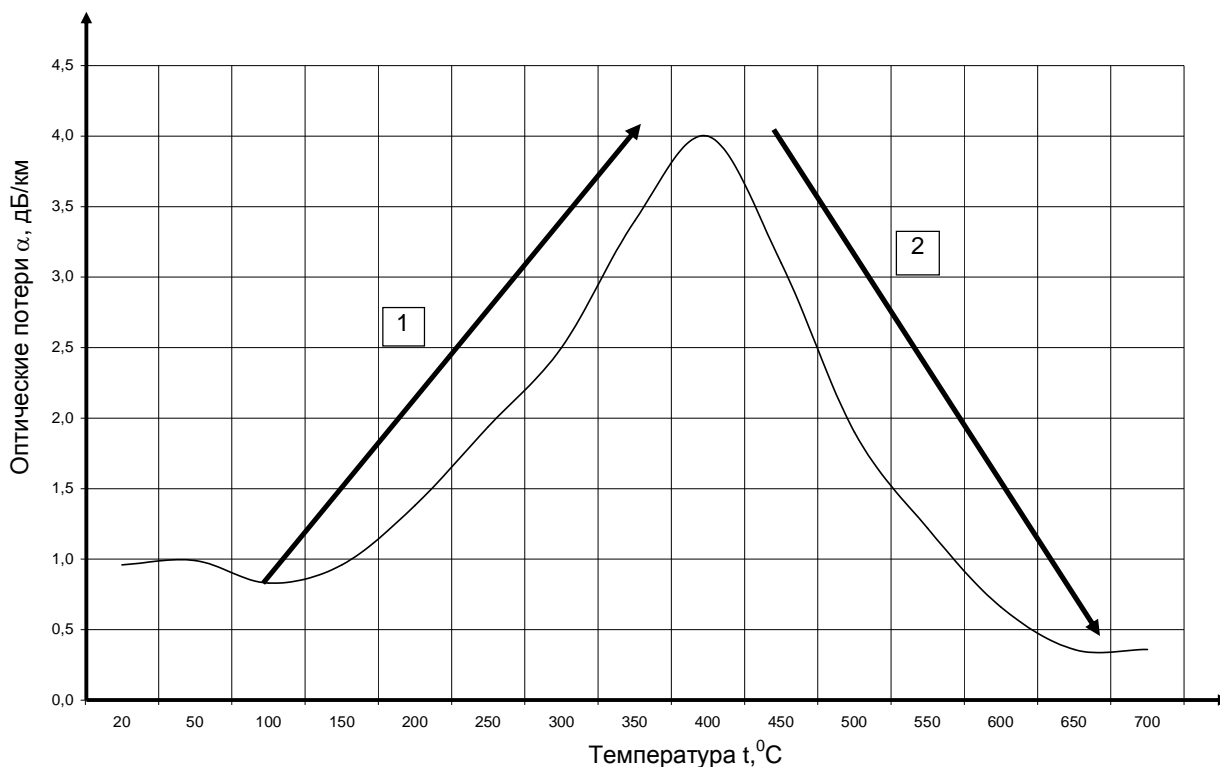


Рисунок 3. Зависимость величины микроизгибных потерь света в металлизированных ОВ в зависимости от температуры.

Во время нагрева, помимо измерения изменения спектральных потерь с помощью спектр-анализатора, также подключался оптический рефлектометр с целью измерения оптических потерь методом обратного рассеяния на  $\lambda=1300$  нм.

Микроизгибные потери увеличивались в области температур  $20...400^{\circ}\text{C}$  с 1 до 4 дБ/км (рисунок 3, область 1), а в области температур  $400...700^{\circ}\text{C}$  уменьшались с 4 до 0.36 дБ/км (рисунок 3 область 2). Измерение микроизгибных потерь осуществлялось с помощью рефлектометра на  $\lambda=1300$  нм. По нашему мнению, причина уменьшения потерь при температурах более  $400^{\circ}\text{C}$  обусловлена рекристаллизационным отжигом медного покрытия [10], которая приводит к образованию новой структуры металлического покрытия, лишенной дефектов.

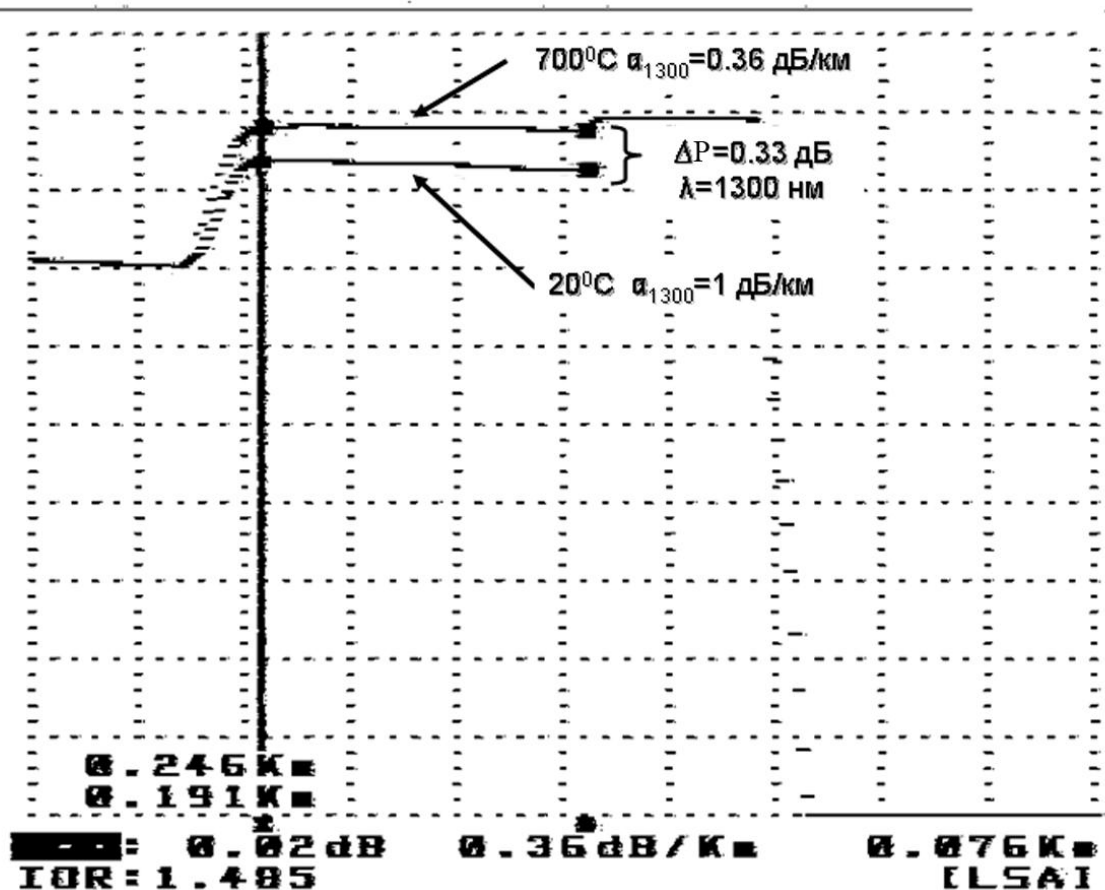


Рисунок 4. Изменение потерь за счёт рассеяния света у ОВ при нагреве с 20 до 700<sup>0</sup>С (фотография с экрана прибора).

Как видно из рисунка 4 при нагреве световода так же увеличивался сигнал обратного рассеяния ( $\Delta P = 0.33$  дБ на  $\lambda = 1300$  нм), при этом оптические потери уменьшились с 1 до 0.33 дБ/км  $\lambda = 1300$  нм. По нашему мнению, причиной данного увеличения обратного рассеяния, является увеличение неоднородности концентрации легирующего материала ( $\text{GeO}_2$ ) в сердцевине ОВ [7, 12] вследствие нагрева. Кроме того, данное увеличение обратного рассеяния света частично объясняет и увеличение оптических потерь в коротковолновой области спектра (менее 800 нм) показанное, на рисунке 2. Однако увеличение оптических потерь в коротковолновой области не может быть полностью описано зависимостью (1) [12], что говорит о наличии других механизмов

дополнительных потерь и по нашему мнению требует дополнительных исследований.

$$\alpha(\lambda) = A * \lambda^{-4}, \quad (1)$$

где  $A$  – коэффициент рассеяния Рэлея  $[\frac{\text{дБ} * \text{мкм}^4}{\text{км}}]$ ,  $\lambda$  – длина волны, нм;

Зависимость оптических потерь от времени экспозиции металлизированного ОВ при температуре  $700^{\circ}\text{C}$  на  $\lambda=1300$  нм представлено на рисунке 5. Из рисунка видно, что с увеличением времени экспозиции величина потерь на  $\lambda=1300$  нм монотонно увеличивалась.

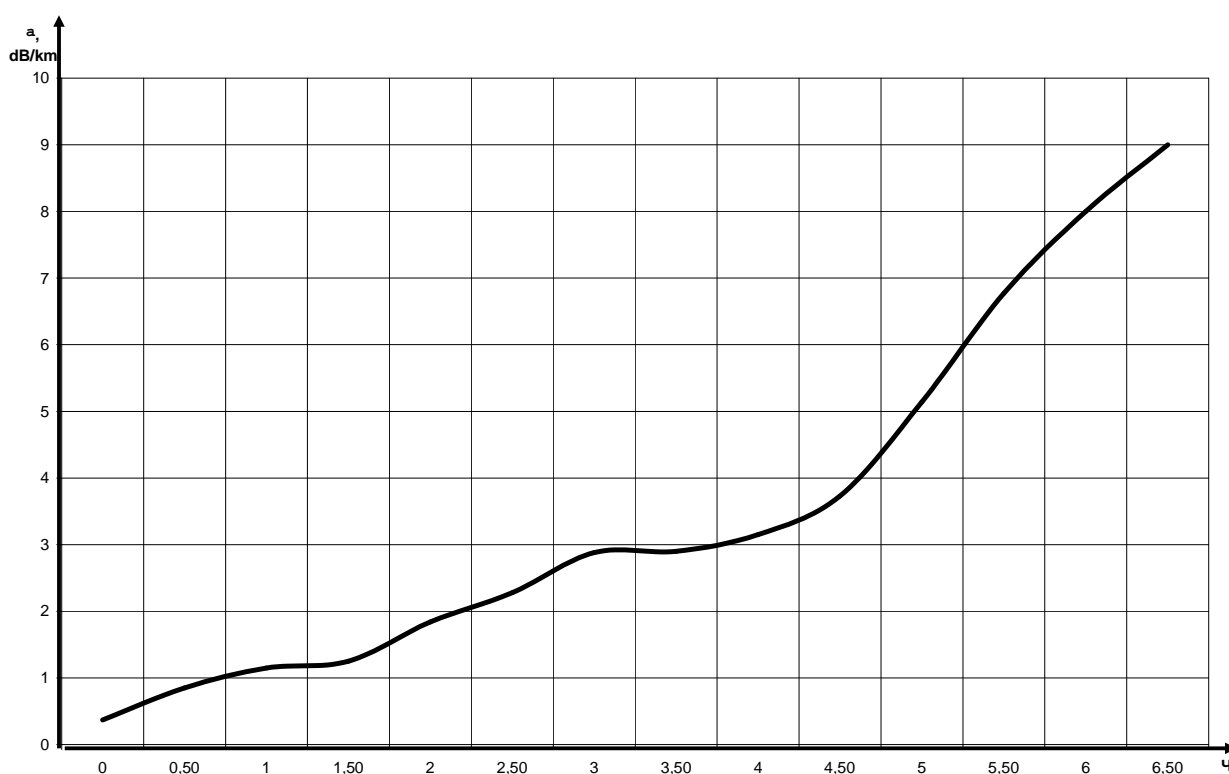


Рисунок 5. Зависимость оптических потерь от времени экспозиции металлизированного ОВ при температуре  $700^{\circ}\text{C}$  на  $\lambda=1300$  нм

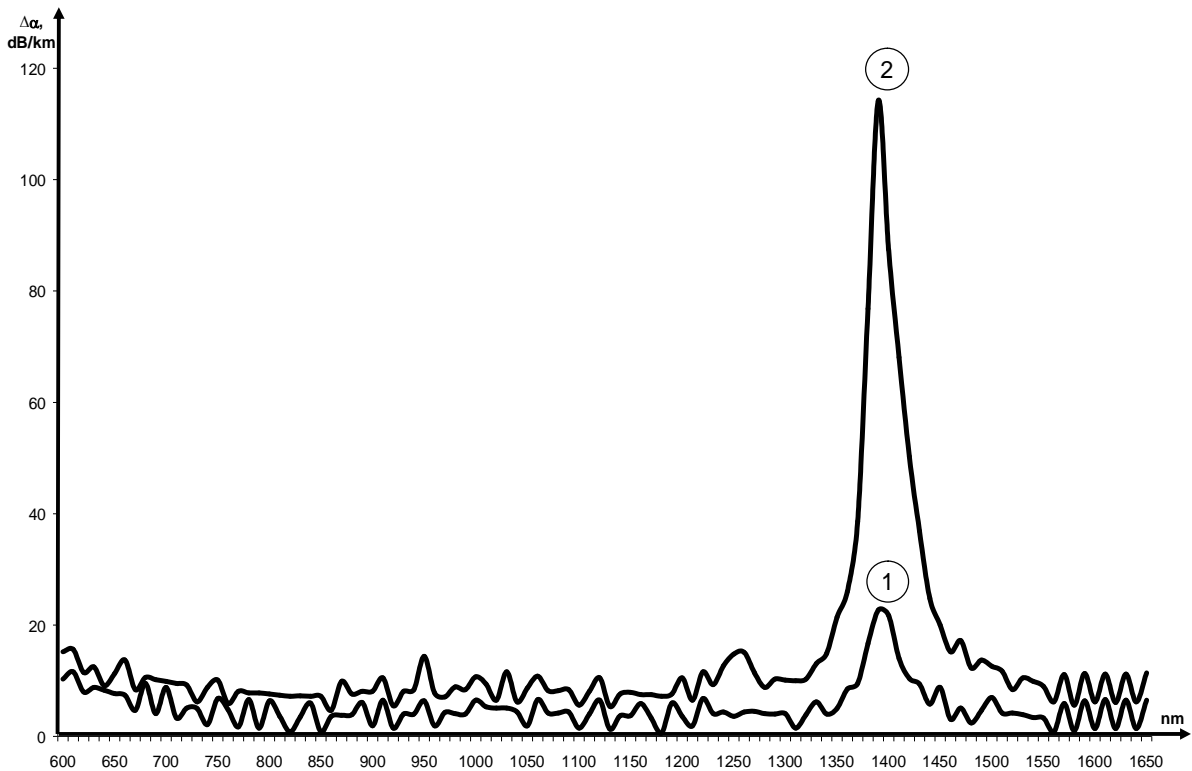


Рисунок 6 Изменение оптических потерь в металлизированном волокне при нагреве от 20 до 700<sup>0</sup>С и выдерживании при 700<sup>0</sup>С в течение: “1” – 4.5 часов “2” – 6.5 часов.

Изменение оптических потерь в металлизированном волокне в области длин волн 600...1650 нм представлено на рисунке 6.

Из рисунка 6 видно, что с увеличением времени экспозиции с 4.5 до 6.5. часов наблюдается как рост серых потерь, независимых от длины волны, так и рост потерь на  $\lambda=1389$  нм, характерной для ОН-групп. Используя известное соотношение, что концентрация ОН-групп величиной 1 ppm, вызывает дополнительные потери ~55 дБ/км на  $\lambda=1389$  нм [10], можно оценить, что при уровне потерь ~20 дБ/км для кривой 1 концентрация ОН – групп достигает величины ~0.36 ppm. Примерно такая же концентрация ОН - групп 0.2...0.5 ppm [9] 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 в течение 4.5 часов при температуре  $700^{\circ}\text{C}$  происходит вследствие диффузии ОН-групп из светоотражающей оболочки в сердцевину металлизированного ОВ.

В дальнейшем имел место резкий рост оптических потерь на  $\lambda=1389$  нм на 120 дБ/км (рисунок 6 кривая 2), 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 [9]. По нашему мнению, дальнейший рост потерь на ОН-группах происходит уже вследствие окисления и разгерметизации металлического покрытия ОВ и образованию ОН-групп из среды, в которой производился нагрев.

Для исследования того, как влияет внешний диаметр световода, и толщина металлического покрытия на величину оптических потерь было изготовлено ещё одно ОВ с покрытием из меди диаметр, которого составлял величину 300 мкм, при диаметре силикатно - германатной сердцевины 50 мкм. Толщина металлического покрытия 40 мкм. Данное оптическое волокно было подвергнуто нагреву по методике описанной ранее. Как видно из рисунка 7 кривая 1, при увеличении внешнего диаметра металлизированного ОВ имело место уменьшение оптических потерь, что в абсолютном изменении составило прирост в 1 дБ/км на  $\lambda = 1300$  нм. Для сравнения, представлены изменение потерь на  $\lambda=1300$  для металлизированного ОВ с внешним диаметром 230 мкм и диаметром 200 мкм (рисунок 7, кривая 2) и толщиной покрытия 25 мкм (рисунок 7, кривая 3).

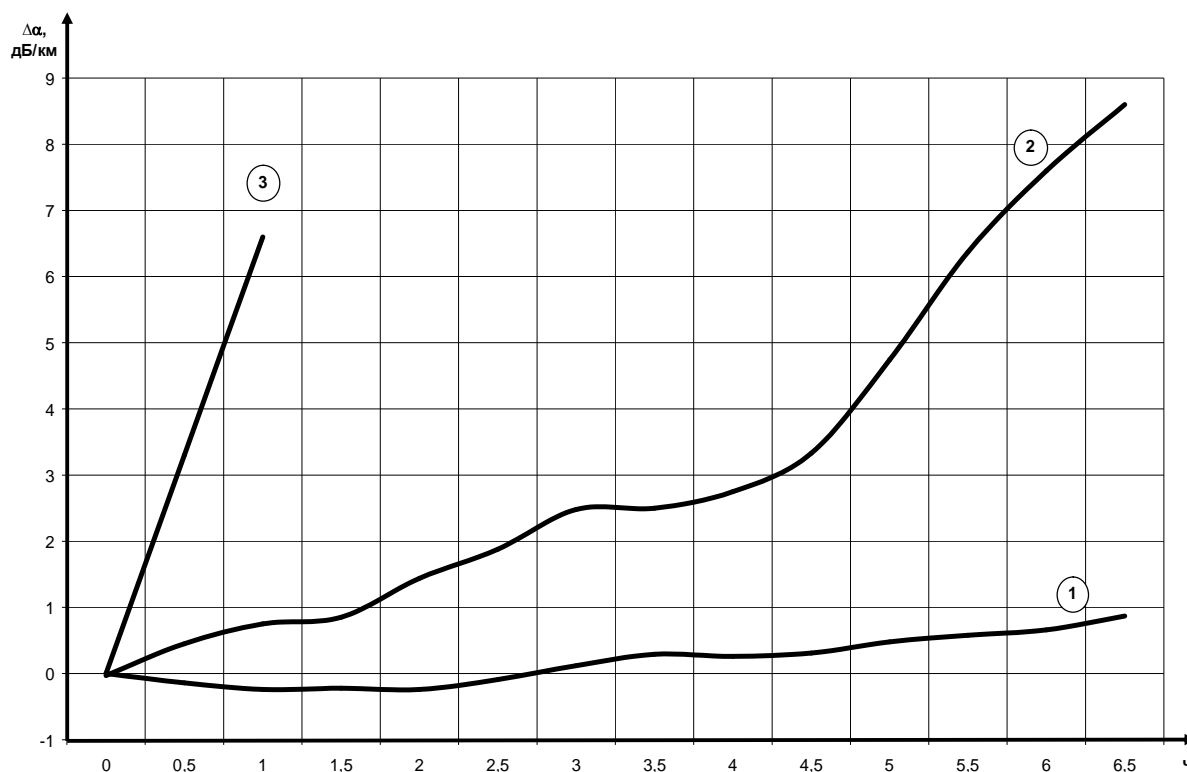


Рисунок 7. Изменение оптических потерь в ОВ с покрытием из меди на  $\lambda=1300$  нм (1) – диаметр 300 мкм (2) – диаметр 230 мкм. (3) - диаметр 200 мкм,  $\lambda =1300$  нм.

Видно, что у ОВ диаметром 300 мкм прирост дополнительных потерь меньше, чем у ОВ диаметром 230 мкм и тем более у ОВ диаметром 200 мкм, несмотря на большую толщину металлического покрытия.

Кроме того, у металлизированного ОВ диаметром 300 мкм не наблюдается резкого увеличения оптических потерь на ОН-группах после 4.5 часов экспозиции, при температуре  $700^{\circ}\text{C}$ , вероятно объясняется большей толщиной металлического покрытия.

Внешний вид металлизированного ОВ диаметром 300 мкм после нагрева в течение 6.5 часов при температуре  $700^{\circ}\text{C}$ . представлен на рисунке 8. Из рисунка видно, что металлизированное ОВ не после нагрева не разрушилось, в отличие от металлизированного ОВ внешним

диаметром 230 мкм. Кроме того, у данного ОВ сохранился углеродный подслоем рисунок 8 поз 1. Реальный цвет углеродного подслоя не соответствует фотографии и может быть, описан как блестяще – серый.

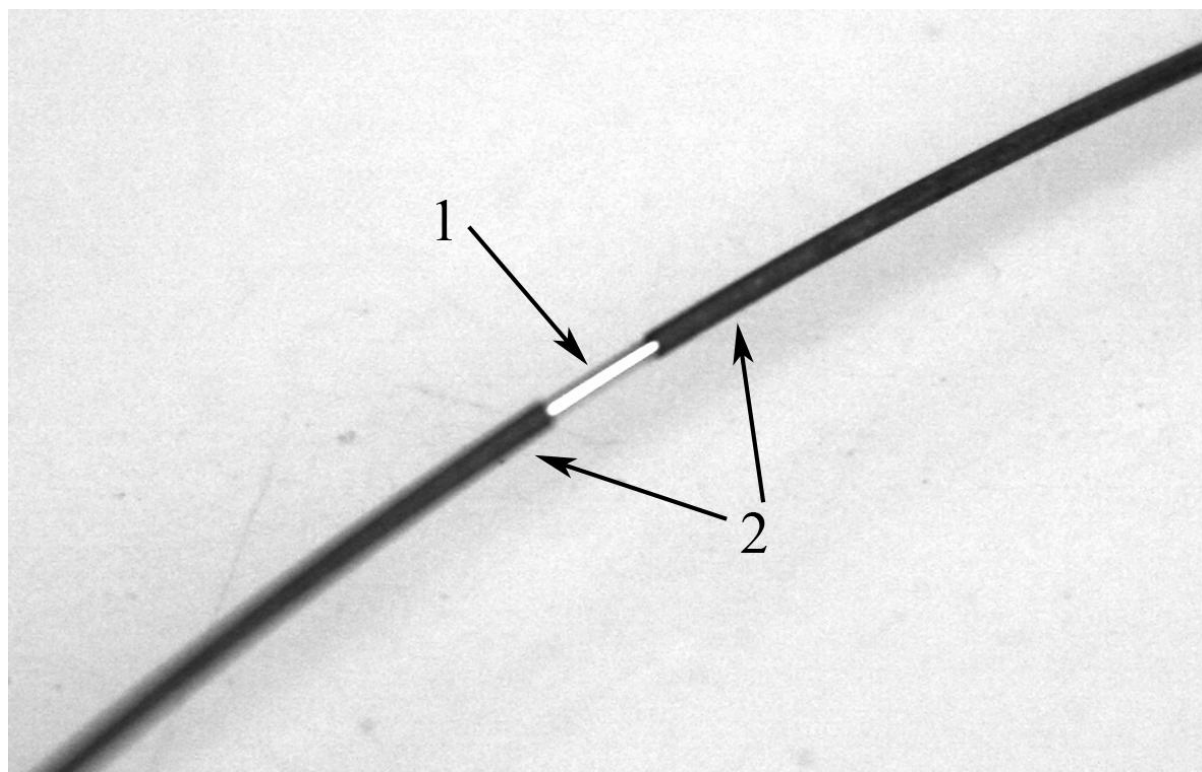


Рисунок 8. Фотография внешнего вида металлизированного ОВ с покрытием из медного сплава подвергнутое нагреву до  $700^{\circ}\text{C}$  в течение 7 часов со светоотражающей оболочкой диаметром 300 мкм (1) – оптическое световод с углеродным подслоем (2) – окислившаяся оболочка из медного сплава.

Сравнивая результаты, полученные нами, следует повторно отметить работу [8] в которой представлены данные для одномодового металлизированного ОВ диаметром 300 мкм, которое при температуре  $700^{\circ}\text{C}$  работало лишь в течение нескольких минут, при этом оптические потери достигли величины 50 дБ/км на  $\lambda=1300$  и 1550 нм.

В дальнейшем был проведён эксперимент по исследованию работоспособности металлизированного ОВ при более высоких температурах. По методике описанной выше, металлизированное ОВ диаметром 230 мкм было подвергнуто термоиспытанию, в течение 6 часов при температурах  $t=700$  и  $800^{\circ}\text{C}$  (рисунок 9).

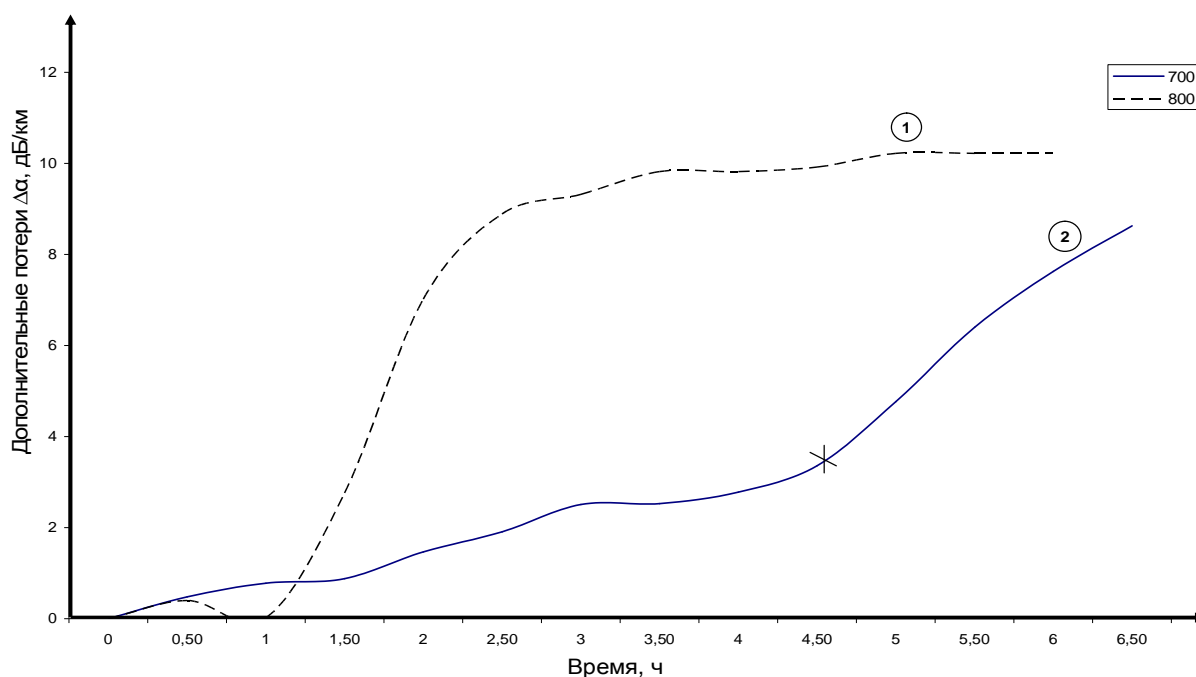


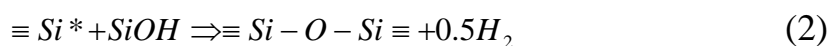
Рисунок 9. Прирост оптических потерь ( $\lambda=1.3$  мкм), в зависимости от времени экспозиции при  $700^{\circ}\text{C}$  (1) и  $800^{\circ}\text{C}$  (2); X - точка роста потерь на ОН – группах ( $\lambda=1.39$  мкм). Диаметр ОВ 230 мкм.

Видно, что наблюдался рост потерь на микроизгибах вследствие окисления металлизированной оболочки. При этом имеет место увеличение скорости роста оптических потерь в зависимости от температуры. Так величина прироста потерь  $\Delta\alpha=9$  дБ/км на  $\lambda=1300$  нм при температуре  $700^{\circ}\text{C}$  было достигнуто в течение 6.5 часов. При температуре  $800^{\circ}\text{C}$  данный уровень потерь уже достигался в течение 2...2.5 часов. Кроме того, при достижении уровня потерь 9...10 дБ/км на  $\lambda=1300$  нм

процесс роста потерь практически остановился без заметного увеличения в течение времени, что может быть объяснено полным окислением металлической оболочки. Можно предположить, что в таком состоянии металлизированное ОВ, может быть, эксплуатироваться, в неподвижном состоянии, достаточно долго пока не будет физического разрушения металлизированного ОВ. Так же хотелось бы отметить начальный участок нагрева (1 час) при температуре  $800^{\circ}\text{C}$  (рисунок 9 кривая. 1), когда отсутствовал рост оптических потерь. Данное отсутствие роста потерь может быть объяснено конкуренцией процессов отжига (который приводит к снятию напряжений) и окисления. Кинетика обоих процессов зависит от температуры и при увеличении температуры интенсивность обоих процессов увеличивается.

Во время нагрева при температуре  $t=800^{\circ}\text{C}$  так же измерялся рост оптических потерь на ОН-группах ( $\lambda=1389$  нм). Во время нагрева с 20 до  $800^{\circ}\text{C}$  оптических потери на ОН-группах увеличивались с 1 до 20 дБ/км, что соответствует концентрации ОН примесей 0.33 ppm [10], оговоренное спецификацией опорных труб F300 [9] на основе которой изготовлено 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  $t=700^{\circ}\text{C}$ . Данное явление может быть объяснено обратимостью процесса образования ОН-групп ( $\text{Si-OH}$ ) при  $t>700^{\circ}\text{C}$ , согласно химической реакции (2) [13]. Следует отметить, что реакция (2) может протекать при достаточно высоком количестве  $\text{E}'$  центров ( $\equiv \text{Si}^*$ ), которые образуются при высокой температуре, для которых характерно поглощение излучения в области длин волн  $\lambda < 800$  нм (рисунок 2).



При снижении температуры до 550<sup>0</sup>С в течение 10 минут происходил рост потерь до 24 дБ/км на  $\lambda=1389$  нм, хотя оптические потери во время экспозиции при  $t=800^0$ С имели величину  $\sim 20$  дБ/км на  $\lambda=1389$  нм.

### Заключение

Полученные нами ОВ показали возможность применения ОВ покрытых медью при температуре 700<sup>0</sup>С в течение 4.5 часов без значительного увеличения потерь на  $\lambda=1389$  нм. При увеличении времени экспозиции ОВ до 6.5 часов при 700<sup>0</sup>С потери до 9 дБ/км на  $\lambda=1300$  нм и до 120 дБ/км на  $\lambda=1389$  нм. Дальнейшее снижение оптических потерь и увеличение времени работы оптического волокна с покрытием из металла при экстремально высоких температурах стало возможно за счёт нанесения жаропрочного сплава и увеличения диаметра оптического волокна. С помощью этого, удалось достичь продолжительности работы ОВ с покрытием из металла в течение 7 часов, при этом оптические потери изменились с 2 до 3 дБ/км на  $\lambda=1300$  нм.

Окисление металлического покрытия ОВ – основная причина, приводящая к увеличению оптических потерь на микроизгибах в металлизированных ОВ при высоких температурах.

По нашему мнению, оптические свойства металлизированных ОВ, при высоких температурах, требуют дальнейших исследований.

Авторы хотели бы поблагодарить Borut Lenardic из OptaCore d.o.o., Любляна, Словения за экспериментальные заготовки.

## Литература

1. R. W. Filas // Proc. Materials Research Society Symposium, 1998, Vol. 531. pp. 263
2. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский // Письма в ЖТФ, 2009, т. 35, вып. 8 стр. 41.
3. Попов С.М. // Нелинейный мир, 2009, выпуск 7, стр. 184.
4. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Б. Ленардич, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский // Спецвыпуск “Фотон-экспресс” наука, 2009, стр. 15
5. В.В. Волошин, И.Л. Воробьев, Г.А. Иванов, В.А. Исаев, Б. Ленардич, А.О. Колосовский, С.М. Попов, Ю.К. Чаморовский // Радиотехника и Электроника, 2011, т. 56, вып. 1, стр. 103.
6. Alexis Mendez and T.F.Morse “Specialty Optical Fibres Handbook”, Academic Press: Elsiver, 2007, 841 pages
7. Takao Shiota, Hiroshi Hidaka and other. // JOURNAL OF LIGHTWAVE TECHNOLOGY, 1986, Vol. 4, No. 8. pp. 1151
8. V.A.; Dianov, E.M.; Biriukov, A.S.; Sysoliatin, A.A.; Voronov, V.V.; Khitun, A.G.; Mun Hyun Do; Jin Han Kim // Optical Fiber Communication. OFC 97. 16-21 Feb 1997, pp, 182
9. Веб-сайт фирмы “Heraeus Quartz Glass”, [http://telecom-fiber.heraeus-quarzglas.com/media/webmedia\\_local/media/products/substratedetail/2008\\_SubstrateTubes.pdf](http://telecom-fiber.heraeus-quarzglas.com/media/webmedia_local/media/products/substratedetail/2008_SubstrateTubes.pdf)
10. O. Humbach, H. Fabian, U. Grzesik, U.Haken, W. Heitmann, // Journal of Non-Crystalline Solids 203, 1996, pp. 19
11. Пластическая деформация металлов / Р. Хоникомб. - М.: Мир, 1972. - 408 с.
12. Фабелинский И.Л. “Молекулярное рассеяние света”, М: Издательство Наука, 1965 год
13. Богданова О. Ю., Ероньян М. А., Кондратьев Ю. Н. // Физика и химия стекла, 1989, т.15, № 6, с. 895.