

УДК 681.7

**ПРОБЛЕМЫ ПРОИЗВОДСТВА ВЫСОКОПРОЧНОГО  
ОПТИЧЕСКОГО ВОЛОКНА****А.Г. Коробейников, Ю.А. Гатчин, К.В. Дукельский, Е.В. Тер-Нерсесянц**

Представлены результаты анализа основных технологических процессов получения высокопрочного оптического волокна. Рассмотрены основные факторы, влияющие на прочность и долговечность волоконных световодов. Дана рекомендация для изготовления высокопрочных длинномерных световодов MCVD-методом.

**Ключевые слова:** оптическое волокно, волоконные световоды, образование дефектов.

**Введение**

Все увеличивающееся применение волоконных световодов (ВС) в линиях связи, датчиках физических величин и волоконно-оптических приборах делает актуальной задачу повышения их прочности и долговечности. Существует ряд причин, приводящих к ухудшению работоспособности ВС, например, увеличение оптических потерь из-за микроизгибов при изменении температуры окружающей среды, рост потерь под действием ионизирующих излучений или из-за диффузии водорода в сердцевину световода в подводном кабеле [1–2]. Однако наиболее катастрофические последствия для волоконно-оптических систем и устройств происходят при разрушении световода в процессе эксплуатации. В связи с этим информация о возможности световодов разных типов выдерживать эксплуатационные нагрузки в течение периода эксплуатации всегда была критически важной и часто ограничивающей потенциальные применения в новых областях. По этой причине разработка новых и усовершенствование существующих методов получения оптического волокна с экстремально высокими прочностными показателями относятся к приоритетным задачам физики и химии полимеров.

Производство ВС на основе кварцевого стекла можно разделить на два основных этапа. Первый этап – это получение заготовки, представляющей собой стержень длиной порядка метра, а в диаметре около 10–80 мм. На втором этапе заготовки помещаются в плавильные печи, и из них тянут стеклянное волокно с нанесением защитного полимерного покрытия. При этом соотношение диаметров внутренних слоев в полученном волокне остается таким же, как в заготовке.

Существует три основных парофазных метода изготовления заготовок световодов:

1. осаждение из газовой фазы на внешнюю поверхность цилиндрической подложки (OVD);
2. осевое осаждение из газовой фазы на торце стержня (AVD);
3. модифицированное химическое осаждение из газовой фазы на внутреннюю поверхность кварцевой трубки (MCVD).

Целью настоящей работы является рассмотрение предлагаемых действий для повышения прочности оптического волокна при его производстве методом MCVD.

**Анализ прочностных характеристик световодов**

В настоящее время большинство ВС изготавливается из кварцевого стекла. Известно, что кварцевое стекло обладает очень высокой прочностью, около 15 ГПа [3]. Однако на больших длинах реализовать такой уровень прочности очень сложно [4]. Изоляция поверхности стекловолокна от воздействия окружающей среды нанесением полимерных оболочек методом MCVD обеспечивает сохранность прочностных свойств стекла, но не изолирует его от влаги. Этот метод является одним из наиболее ранних и простых способов изготовления заготовок ВС, заключающегося в осаждении стеклообразных слоев на внутреннюю поверхность кварцевой трубки. Он впервые был опубликован в работах Мак Чесни с соавторами в 1974 г. [5, 6]. Во многих странах к этому времени были освоены промышленные методы производства труб из кварцевого стекла. В связи с этим MCVD-метод изготовления ВС сразу получил широкое распространение во всем мире. Не прошло и десяти лет, как состояние разработок было доведено до использования световодов в волоконно-оптических линиях связи общей протяженностью в десятки тысяч километров.

В MCVD-методе изолированность от внешней среды реакционной зоны и линий подачи к ней реагентов гарантирует чистоту процесса. Малое содержание примесей обеспечивает высокую прозрачность синтезированного стекла. В то же время универсальность этой технологии создает благоприятные условия для разработки самых различных структур ВС. В этом случае MCVD-метод в сравнении со способом аксиального или наружного парофазного осаждения является наиболее приемлемым в части изготовления оптических волокон сложной конструкции, обладающих особыми свойствами.

Отечественные исследователи приводят экспериментальные данные, свидетельствующие об упрочняющем эффекте полимерного покрытия ВС, изготавливаемых MCVD-методом [7].

В зависимости от метода испытаний прочность ВС характеризуется как динамическая и статическая. Первая определяется величиной разрушающего напряжения, вторая – длительностью процесса разрушения под действием постоянного напряжения (долговечностью). Экспериментальные данные хорошо аппроксимируются уравнением [8]

$$\log \sigma_d = (1 + n)^{-1} \log v_\sigma + (1 + n)^{-1} \log k_d,$$

где  $\sigma$  – приложенное к световоду напряжение;  $v_\sigma$  – скорость нагружения;  $k_d$  – коэффициент, характеризующий кварцевое стекло;  $n$  – параметр влияния окружающей среды.

Размер дефекта  $r$ , расположенного на поверхности стекловолокна, определяет величину разрушающего напряжения  $\sigma$  (рис. 1) [9]:

$$\sigma = 0,474 \times 10^{-3} r^{-0,5} \text{ (ГПа)}. \quad (1)$$

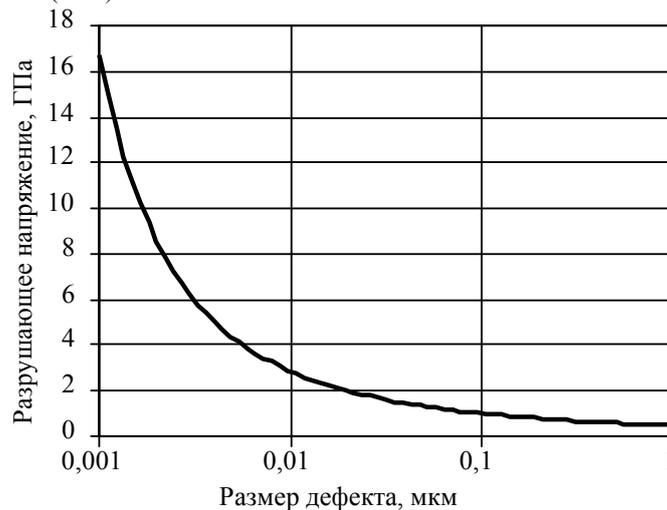


Рис. 1. Влияние размера дефекта на прочность световодов

На основании уравнения (1) можно оценить величину трещины, которая обуславливает верхний уровень прочности метровых отрезков ВС, равный 6 ГПа. Оказывается, что размер дефекта составляет около 6 нм. Эта величина в 37 раз больше длины структурного звена Si-O, равной 0,16 нм.

Прочность даже очень малых отрезков ВС (6–7 ГПа), измеренная методом изгиба, свидетельствует о гарантированном наличии трещин глубиной не менее 6 нм на поверхности стекловолокна диаметром 125 мкм и длиной около 1 мм [4]. Существует мнение [9], что истинная глубина начальных микротрещин на поверхности кварцевых ВС изменяется от 20 до 1000 Å.

Долговечность ВС  $\tau$  зависит от величины приложенного к волокну напряжения  $\sigma$  и влажности окружающей среды [10]:

$$\ln \tau = \ln \tau_0 - \alpha \ln P + U_0/(RT) - \gamma \sigma / (RT),$$

где  $\tau$  – длительность процесса разрушения;  $\tau_0$  – период атомных колебаний ( $10^{-13}$  с);  $\alpha$  – порядок реакции гидролиза;  $\gamma$  – константа, характеризующая дефектность образца;  $P$  – давление паров воды;  $U_0$  – энергия гидролитического разрыва связи Si-O;  $R$  – газовая постоянная;  $T$  – температура.

Сведения о величине  $\alpha$  для кварцевого стекла противоречивы: рекомендованные значения порядка реакции гидролиза изменяются от 0,569 до 2,2 [11–15].

Для вероятностной оценки разрушения напряженного ВС широко используется модель «слабого звена» [16, 17]. Согласно этой модели, с увеличением длины волокна повышается частота появления более крупных дефектов. Вероятность  $F$  того, что прочность ВС длиной  $L$  окажется менее определенной величины напряжения  $\sigma$  с учетом статистики Вейбулла, определяется уравнением [18, 19]

$$\ln \ln [(1-F)^{-1}] = \ln L + m \ln \sigma = \ln L + v^{-1} \ln \sigma,$$

где  $m \approx 1/v$ ;  $v$  – коэффициент вариации.

Чем больше значение параметра  $m$ , тем в меньшей степени отличаются нижний и верхний уровень прочности. Экспериментальные данные для серии образцов, как правило, ложатся на прямую линию в координатах Вейбулла  $\ln \sigma - \ln \ln (1-F)^{-1}$ . Если статистика образования дефектов имеет разную природу, то экспериментальные данные низкопрочного состояния ложатся на искривленную линию (рис. 2) [20].

Срок службы ВС, находящегося под постоянной нагрузкой  $\sigma_{\text{раб}}$ , можно оценить его перемоткой при повышенном напряжении  $\sigma_{\text{пер}}$  [21]:

$$\tau = B (\sigma_{\text{пер}})^{n-2} / (\sigma_{\text{раб}})^n,$$

где  $n$  – параметр, характеризующий влияние влаги и равный  $21,5 \pm 1,5$ ;  $B$  – характеристика дефектности волокна, равная  $10^{-3}$  ГПа<sup>2</sup>·с [22].

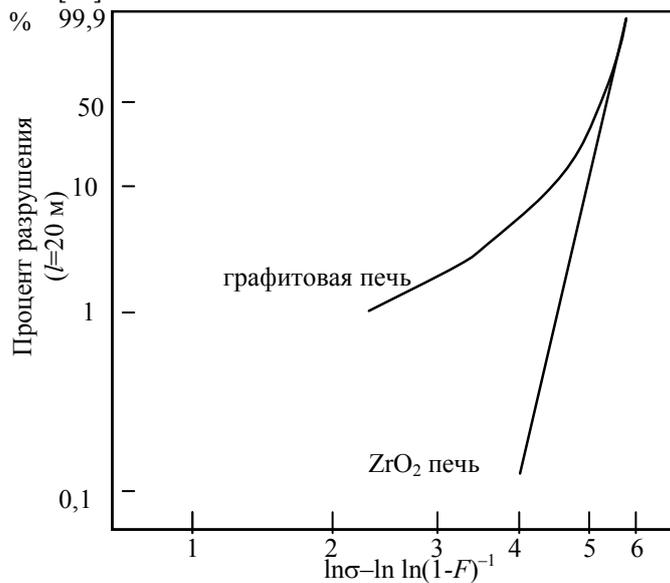


Рис. 2. Распределение вейбулловской вероятности прочных волокон, вытянутых в ZrO<sub>2</sub> печи, и низкопрочных, полученных в графитовой печи

#### Улучшение прочностных характеристик световодов

Разрушение ВС начинается, как правило, с дефекта, расположенного на поверхности волокна. В связи с этим качество стекломассы опорных кварцевых труб является определяющим фактором прочностных характеристик световодов, изготавливаемых MCVD-методом.

Экспериментально установлено, что трубы, изготавливаемые методом непрерывного формования из природного сырья, не могут обеспечить высокой прочности световодов, особенно если наплавление стекла происходит в среде водорода [23]. Трубы из синтетического кварцевого стекла намного дороже, но содержат существенно меньше микродефектов, благодаря чему обеспечивают высокопрочное состояние ВС [24].

При подготовке заготовки к вытягиванию волокна она в обязательном порядке проходит следующие операции [25]: промывку в чистом изопропиловом спирте, промывку в деионизованной воде, травление в растворе HF, промывку деионизованной водой и сушку, огненную полировку в пламени кислородно-водородной горелки при температуре порядка 2050°C.

Прочность световодов существенно зависит от технологических параметров вытягивания волокна – температуры, натяжения и стерильности высокотемпературной зоны (запыленности). Изучению этого вопроса с целью оптимизации процесса вытягивания ВС посвящено несколько работ [20, 25–28].

В [28] анализируется состав частиц в высокотемпературной зоне печного пространства графитового нагревателя. Установлена взаимосвязь прочности ВС и размера этих частиц. В окислительных условиях индукционного нагрева легче создать стерильные условия, особенно когда нагреватель из диоксида циркония защищается диоксидом кремния [29–31]. С таким средством нагрева ВС получают более прочными (рис. 2). С использованием кислородно-водородных горелок также можно обеспечить надежную чистоту высокотемпературной зоны, однако высокого уровня стабильности диаметра стекловолокна до настоящего времени достичь не удавалось [32]. Заготовки можно нагревать и CO<sub>2</sub>-лазером, но работы в этом направлении не нашли должного продолжения [33–35].

Конструкция графитовой печи существенно влияет на прочностные свойства волокна. Так, введение внутрь нагревателя цилиндрических экранов, ограничивающих зону нагрева и обеспечивающих более надежную изоляцию от графитовых частиц, приводит к шестикратному увеличению нижнего уровня прочности, поднимая его с 80 до 500 кг/мм<sup>2</sup> [36].

С применением индукционного метода нагрева с использованием муфеля из стабилизированной двуокиси циркония получены лучшие по прочности длинномерные световоды. Вытянутый в таких условиях ВС длиной 8,5 км выдержал перемотку под напряжением 1,4 ГПа, а под напряжением 3,5 ГПа перемотан отрезок длиной 4 км [37]. Влияние дефектов на прочность стекловолокна можно ослабить за счет создания сжимающих напряжений в его поверхностном слое. Для этих целей на заготовку газофазным методом наносится тонкий слой легированного кварцевого стекла, обладающего более низкой вязкостью [37, 38], или слой с пониженным коэффициентом термического расширения [39].

Второй метод нашел применение в изготовлении ВС, поверхностный слой которых легирован диоксидом титана, понижающим коэффициент термического расширения кварцевого стекла [40, 41]. Нанесением тонкого металлического покрытия на ВС добиваются более чем двукратного повышения их прочности за счет изоляции стекла от влаги [42–44]. Однако повышенная жесткость металлической оболочки по сравнению с полимерным покрытием приводит к дополнительным оптическим потерям, особенно при температуре менее  $-10^{\circ}\text{C}$  [45].

Несмотря на прочностные достоинства такого метода защиты ВС, он не используется для изготовления длинномерных волокон из-за сложности обеспечения сплошности металлической оболочки на больших длинах. В производстве световодов для их защиты от влаги наиболее широкое распространение получили тонкие (менее 50 нм) углеродные слои, осаждаемые пиролитическим способом [46, 47]. При умеренных нагрузках долговечность световодов с углеродным покрытием превосходит долговечность волокон с полимерным покрытием в  $10\text{--}10^5$  раз. Однако уровень предельной прочности у последних выше на 40–60%, что исключает использование углеродных покрытий для изготовления высокопрочных световодов [48].

Материалы полимерного покрытия, используемые для защиты стекловолокна от внешнего воздействия, подвергаются фильтрации с целью удаления абразивных частиц [49].

### **Заключение**

Технологии получения волоконных световодов из соображений конкурентоспособности должны отличаться высокой производительностью, малозатратностью с максимально возможным использованием материалов отечественного производства. Разработка таких волоконных световодов диктует необходимость проведения комплексных исследований в следующих направлениях:

- изучение процессов по упрочнению кварцевых световодов и создание новых технических решений для повышения их прочностных свойств;
- модернизация газофазных методов изготовления опорных кварцевых труб и заготовок световодов;
- изучение свойств микроструктурированных оптических волокон;
- исследование влияния основных технологических факторов на характеристики световодов с последующей оптимизацией режимов их изготовления в условиях опытного производства.

Применение представленных результатов и рекомендаций позволят повысить прочность волоконных световодов, получаемых методом MCVD.

### **Литература**

1. Коробейников А.Г., Дукельский К.В., Тер-Нерсесянц Е.В. Методы уменьшения оптических потерь в фотонно-кристаллическом оптическом волокне // Научно-технический вестник СПбГУ ИТМО. – 2010. – № 3 (67). – С. 5–11.
2. Коробейников А.Г., Гатчин Ю.А., Дукельский К.В., Ероньян М.А., Тер-Нерсесянц Е.В., Нестерова Н.А. Анализ совместимости фторсиликатных и боросиликатных слоев стекла для изготовления оптического волокна // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. – 2012. – № 3 (79). – С. 15–18.
3. Proctor V.A., Whitney I. and Johnson J.W. Strength of fused silica // Proc. Roy. Soc. London, ser. A. – 1967. – V. 297. – № 1451. – P. 534–557.
4. Давидович Н.М., Байкова Л.Г., Песина Т.И., Пух В.П., Радеева Е.И. Падение структурной прочности кварцевых волокон с полимерным покрытием под действием влажной среды // Физика и химия стекла. – 1990. – Т. 16. – № 4. – С. 566–570.
5. MacChesney J.B. Connor P.B., DiMarcello F.V., Simpson J.R., Lazay P.D. Preparation low loss optical fibers using simultaneous vapor phase deposition and fusion // Proc. 10th Int. Congr. Glass. – 1974. – P. 6.40–6.44.
6. MacChesney J.B. Connor P.B., Presby H.M. A new technique for preparation of low loss and graded index optical fibers // Proc. IEEE. – 1974. – V. 62. – № 9. – P. 1278–1279.
7. Бухтиярова Т.В., Дяченко А.А., Иноземцев В.П., Соколов А.В. Прочность и долговечность волоконно-оптических световодов // Итоги науки и техники. Связь. – Т. 8. Оптическая связь. – М.: ВИНТИ, 1991. – С. 110–169.
8. Kalish D., Tariyal B.K. Static and dynamic fatigue of a polymer-coated fused silica optical fiber // J. Amer. Ceram. Soc. – 1978. – V. 61. – № 11–12. – P. 518–523.
9. Sakaguchi S., Nakahara M., Tajima Y. Drawing of high-strength long-length optical fiber // J. Non-Cryst. Solids. – 1984. – V. 64. – № 1–2. – P. 173–183.
10. Берштейн В.А. Механогидролитические процессы и прочность твердых тел. – Л.: Наука, Ленингр. отделение, 1987. – 317 с.
11. Hibino Y., Sakaguchi S., Tajima J. Crack growth in silica glass under dynamic loading // J. Amer. Ceram. Soc. – 1984. – V. 67. – № 1. – P. 64.

12. Wiederhorn S.M., Bolz L.H. Stress corrosion and static fatigue of glass // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1970. – V. 53. – № 10. – P. 543.
13. Freiman S.W. Environmentally enhanced crack growth in glass // *The Strength of Glass* / ed. Kurkjian. – NY: Plenum press, 1985. – P. 197–215.
14. Duncan W.J., France P.W., Craig S.P. The effect of environment on the strength of optical fiber // *The Strength of Glass* / ed. Kurkjian. – NY: Plenum Press, 1985. – P. 309–326.
15. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Румянцев С.Д., Семенов С.Л. Механическая надежность волоконных световодов // *Труды ИОФАН.* – М.: Наука, 1990. – Т. 23. – С. 66–93.
16. Kurkjian C.R. Statistics of the tensile strength of glass fibers for optical communication // *Proc. 1st Intl. Otto Schott Coll.* – Jena, DDR, 1978. – P. 379–387.
17. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Дианов Е.М. Исследование механической прочности волоконных световодов для систем оптической связи // *Квантовая электроника.* – 1981. – Т. 8. – № 4. – С. 844–852.
18. Weibull W. A Statistical distribution function of wide applicability // *J. Appl. Mech.* – 1951. – V. 18. – № 9. – P. 293–297.
19. Лeko В.К., Мазурин О.В. Свойства кварцевого стекла. – Л.: Наука, 1985. – 166 с.
20. Cohen M.I., Melliar-Smith C.M. Recent advances in the fabrication of silica optical fibers // *Int. Conf. Communic.* – Seattle, Wash, 1980. – P. 55.1.1–55.1.7.
21. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Вечканов Н.Н., Гурьянов А.Н., Семенов С.Л. Прочность стеклянных волоконных световодов большой длины // *Труды ИОФАН. Волоконная оптика.* – М.: Наука, 1987. – Т. 5. – С. 60–72.
22. Craig S.P., Duncan W.J., France P.W., Snodgas J.E. The strength and fatigue of large flaws in silica optical fiber // *In Proc. of 8th ECOC.* – Cannes, France, 1982. – P. 205–208.
23. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Вечканова Н.Н. и др. Высокопрочные волоконные световоды, изготовленные методом химического осаждения из газовой фазы // *Квантовая электроника.* – 1982. – Т. 9. – № 7. – С. 1506–1509.
24. Шульц П. Производство оптических световодных волокон: Процессы и аппараты // *Стеклообразное состояние.* – Л., 1983. – С. 186–197.
25. Boniort J., Lboueq J., Bacle P. Improvement of optical fiber strength for submarine cables // *SPJF. Optical fiber characteristics and standarts.* – 1985. – P. 93–97.
26. Hanafusa H., Sakaguchi S., Hibino J. High-strength, long-length optical fibers // *Rev. of the Elect. Commun. Laboratories.* – 1985. – V. 33. – № 6. – P. 971–975.
27. Blyler L.L., DiMarcello F. V. Fiber drawing, coating and jacketing // *Proc. IEEE.* – 1980. – V. 68. – P. 1194–1198.
28. Sakaguchi S. Drawing of high-strength long-length optical fibers for submarine cables // *J. Light wave techn.* – 1984. – V. 2. – № 6. – P. 809–815.
29. Runk R. A zirconia induction furnace for drawing precision silica waveguides // *Tecn. Digest Top. Meet. Opt. Fiber Comm.* – Williamsburg, 1977. – P. TuB5-1.
30. DiMarcello F.V., Hart A.C., Williams J.C., Kurkjian C.R. High strength furnace-drawn optical fibers // *Fiber Optics. Advances in Research and Development* / ed. Bendow B. and Mitra S.S. – NY: Plenum, 1979. – P. 125–135.
31. Paek U.C., Schroeder C.M. Silica coated dual-tube zirconia induction furnace for high-strength fiber production // *Electron. Lett.* – 1986. – V. 22. – № 2. – P. 72–73.
32. Kaiser P., Hart A.C., Blyler L.L. Low-loss FEP-clad silica fibers // *Appl. Opt.* – 1975. – V. 14. – P. 156–162.
33. Jaeger R.E. Laser drawing of optical fibers // *Am. Ceram. Soc. Bull.* – 1976. – V. 55. – P. 270–273.
34. Paek U.C. Laser drawing of optical fibers // *Appl. Opt.* – 1974. – V. 13. – P. 1383–1386.
35. Белов А.В., Бубнов М.М., Гурьянов А.Н. и др. Вытяжка стеклянных волоконных световодов с помощью CO<sub>2</sub>-лазера // *Квантовая электроника.* – 1978. – Т. 8. – С. 1169–1170.
36. Hiroshi Murata. Manufacturing of optical fibers in Japan // *In Optical Fiber Communications.* – Orlando, San Diego, New York, London, Toronto, Monreal, Sydney, Tokyo: Academic press, Inc., 1985. – V. 1. – P. 297–353.
37. Paek U.C., Kurkjian C.R. Calculation of cooling rate and induced stresses in drawing of optical fibers // *J. Am. Ceram. Soc.* – 1975. – V. 58. – P. 330.
38. Rongved L. Kurkjian C.R., Geyling F.T. Mechanical tempering of optical fibers // *J. Non-Cryst. Solids.* – 1980. – V. 42. – P. 579–584.
39. Oh S.M., Predieux P.H., Glavas X.G. Calculation of cooling rate in drawing of optical fibers // *Opt. Letts.* – 1982. – V. 7. – № 5. – P. 241–243.
40. Kurkjian C.R., Inniss D. Understanding mechanical properties of light guides: a commentary // *Journal of SPIE.* – 1991. – V. 30. – № 6. – P. 681–689.
41. Glaesemann G.S., Walter D.J. Method for obtaining long-length strength distributions for reliability prediction // *Journal of SPIE.* – 1991. – V. 30. – № 6. – P. 746–748.

42. Богатырев А.В., Бубнов М.М., Дианов Е.М., Румянцев С.Д., Семенов С.П. Прочность световодов в металлическом покрытии // Радиотехника. – 1988. – № 9. – С. 82–83.
43. Заявка Японии № 58-74543. Металлическое покрытие на волокне от 28.10.81, опубл. 06.05.83.
44. Богатырев А.В., Бубнов М.М., Румянцев С.Д., Семенов С.П. Механическая надежность волоконных световодов // Труды ИОФАН. – М.: Наука, 1990. – Т. 23. – С. 66–93.
45. Bogatyryov V.A., Bubnov M.M., Dianov E.M., Makarenko A.Y., Rumyantsev S.D., Semjonov S.L., Sysoljatin A.A. High-strength hermetically tin-coated optical fibers // OFC (Optical fiber communic). – 1991. – P. 115.
46. DiMarcello F.V., Huff R.G., Lemaire P.J., Walker L.K. Hermetically sealed optical fibers. U.S. Pat. № 5000541, Mar. 19, 1991.
47. Lu K.T., Gleasemann G.S., Vandewoestine R.V., Kar G. Recent developments in hermetically coated optical fiber // J. Lightwave technol. – 1988. – V. 6. – № 2. – P. 240–241.
48. Ritter J.E. Service T.H., Jakus K. Predicted static fatigue behavior of specially coated optical glass fibers // J. Am. Ceram. Soc. – 1988. – V. 71. – № 11. – P. 988–992.
49. Kurkjian C.R., Krause J.T., Matthewson M.J. Strength and fatigue of silica optical fibers // J. Lightwave Technology. – 1989. – V. 7. – № 9. – P. 1360–1370.

- Коробейников Анатолий Григорьевич** – Санкт-Петербургский филиал Института земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкова РАН, доктор технических наук, профессор, зам. директора по науке, Korobeynikov\_A\_G@mail.ru
- Гатчин Юрий Арменакович** – Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, доктор технических наук, профессор, зав. кафедрой, Gatchin@mail.ifmo.ru
- Дукельский Константин Владимирович** – Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, кандидат технических наук, доцент, KDukel@GOI.ru
- Тер-Нерсесянц Егизе Вавикович** – Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, кандидат технических наук, доцент, volokno@goi.ru