

НИЗКОДИСПЕРСИОННОЕ ОПТИЧЕСКОЕ ВОЛОКНО ДЛЯ УФ ОБЛАСТИ СПЕКТРА: МЕТОД КОНТРОЛЯ ПРОЧНОСТИ

© 2004 г. К. В. Дукельский, канд. техн. наук; Ю. Н. Кондратьев, доктор техн. наук;
В. С. Шевандин, канд. физ.-мат. наук

ГОИ им. С.И. Вавилова, Санкт-Петербург
E-mail: fiberlab@goi.ru

Исследованы механические характеристики кварцевого волокна с низкой временной дисперсией (менее 1 пс/м) для работы в ультрафиолетовой (УФ) области спектра. Отрезки волокна диаметром 590 мкм подвергались перемотке с относительным удлинением 0,5 и 1,5%. Приведена вейбулловская статистика распределения дефектов определенного размера по длине волокна. Предложен метод отбраковки оптического волокна по механической прочности перемоткой под двойным уровнем нагрузки.

Коды OCIS: 060.0060, 060.2270, 160.2290.

Поступила в редакцию 11.12.2003.

В ряде наших публикаций [1–3] сообщалось о разработке оптического волокна с низкой временной дисперсией (менее 1 пс/м) в ультрафиолетовой (УФ) области спектра. Это волокно используется в качестве передающего элемента в системе контроля формы импульсов третьей гармоники неодимового лазера ($\lambda = 350$ нм), инициирующих реакцию управляемого термоядерного синтеза в установках NIF и OMEGA (США).

Результаты исследований оптических параметров такого волокна подробно изложены в цитируемой литературе. Основной целью настоящей работы было создание способа контроля механической прочности с учетом специфических свойств и особенностей технологии прозрачного в УФ области низкодисперсионного волокна.

Заготовка для вытягивания световода изготавливалась методом газозафазного осаждения слоев кварцевого стекла на внутренней поверхности опорной трубы (MCVD-метод). Необходимый параболический профиль показателя преломления в сердцевине заготовки формировался легированием диоксида кремния пятиокисью фосфора. По условиям эксплуатации диаметр сердцевины световода задавался равным 435 мкм, а наружная кварцевая оболочка должна была иметь возможно меньший диаметр, чтобы обеспечить большую гибкость световода и уменьшить таким образом габариты изделий, в которых он располагается. Поскольку начальное соотношение диаметров внешней оболочки и сердцевины в заготовке световода составляло 2,0, то внешний диаметр вытянутого из такой заготовки световода приближался бы к 900 мкм, что было неприемлемым для габаритов катушки при долговременной работе волокна в качестве линии задержки или при прокладке каблечного волокна в заданной архитектуре установки термоядерного синтеза. Поэтому мы производили травление наружной поверхности заготовки

в плавиковой кислоте при комнатной температуре до достижения соотношения диаметров оболочка/сердцевина, равного 1,35. Дальнейшее уменьшение этого соотношения сопровождается увеличением разброса наружного диаметра волокна в процессе вытяжки, что ведет к нежелательному росту потерь на стыковке каблечных отрезков волокна.

После травления на глубину 1,5–2,0 мм поверхность заготовки получалась шероховатой и замутненной. Неравномерный характер травления кварцевого стекла в течение нескольких десятков часов был обусловлен, по-видимому, неоднородностями плотности, примесями, наличием микрокристаллов кварца, поскольку травлению подвергалась опорная кварцевая труба, изготовленная с использованием в качестве сырьевого материала природного кристаллического кварца. Для сглаживания образующихся после травления шероховатостей поверхность заготовки перед вытяжкой волокна подвергалась огневой полировке, что, как показано в работах [4–6], повышает механическую прочность оптического волокна.

Стекломасса заготовок была таковой, что из одной заготовки вытягивалось 150–200 м волокна с наружным диаметром 590 мкм и сердцевиной диаметром 435 мкм. В процессе вытяжки волокна покрывались эпоксиакрилатным покрытием диаметром 750 мкм, а после вытяжки подвергались тестовой перемотке с растяжением 0,5%, что является общепринятым критерием для “толстых” волокон. Тестовая перемотка осуществлялась в системе роликов диаметром $D = 120$ мм, расположенных в трех плоскостях. Достижимая при этом деформация кварцевой оболочки δ может быть определена по формуле:

$$\delta = \frac{d}{D + \Delta}, \quad (1)$$

где d – диаметр кварцевой оболочки, Δ – диаметр защитного покрытия.

При этом мы рекомендовали потребителям располагать волокна на катушках или в кабеле со стационарным диаметром изгиба, втрое превышающим тестовую величину. Как показано в работе [7], если эксплуатационная нагрузка меньше тестовой в три раза, вероятность разрушения волокна в обычных лабораторных условиях в течение 25 лет не превышает 1%.

Как показали результаты перемотки, для получения безобрывных отрезков волокна необходимо обеспечить такую температуру вытяжки (имеется в виду значение температуры стенки трубчатого графитового нагревателя, внутри которого находится заготовка), чтобы усилие вытяжки определялось в основном собственным весом части волокна, расположенной между печью разогрева заготовки и аппликатором для нанесения покрытия. Этот вес составляет приблизительно 2 г, если исходить из длин 5–6 м. Заметим, что обычное значение усилия вытяжки “толстых” волокон составляет десятки граммов. О приближении к режиму свободного истечения кварцевого стекла мы судили по возникновению низкочастотных (порядка 1 Гц) неупорядоченных колебаний вытягиваемого волокна при превышении значения температуры нагревателя 2200 °С (скорость вытяжки составляла около 5 м/мин).

Однако даже вытянутые в одинаковых условиях и прошедшие перемотку в 0,5% по всей длине волокна, как оказалось, могут отличаться по прочности. Дополнительные исследования показали, что прошедшие перемотку волокна могут иметь различную механическую прочность при применении более жесткого теста, а именно перемотки с относительной деформацией $\delta = 1,5\%$. Естественно, мы не подвергали “жесткой” перемотке испытуемые волокна по всей длине, ибо это было бы избыточным требованием и экономически нецелесообразно. Мы тестировали оба конца длинномерных (150–200 м) отрезков волокон с растяжением 1,5% на длине до 20 м. Результаты тестирования показали, что большинство волокон проходят перемотку на длине до 20 м без разрушения, однако примерно десятая доля волокон дает обломы при перемотке с деформацией 1,5% на длинах от 0,2 до 10 м. Видимо, попадание в технологический процесс “слабых” волокон связано со статистически реализуемым вовлечением заготовок с повышенным содержанием примесей в стекломассе опорных кварцевых труб, производимых из природного кварца. Чтобы обезопасить потребителей от эксплуатации оптических волокон с аномально высоким содержанием дефектов, мы отбраковывали подобные образцы, хотя они формально отвечали требованиям по прочности на перемотку с растяжением 0,5%.

В ходе исследования стойкости “слабых” оптических волокон к перемотке с удлинением 1,5% (напря-

жение $\sigma = 1,05$ ГПа) был накоплен определенный статистический материал о распределении дефектов по длине волокна, который, как и другие обычно измеряемые прочностные параметры (прочность на изгиб или осевое растяжение), целесообразно было бы представить в виде статистики Вейбулла [8]. Вероятность F того, что прочность образца длиной l окажется менее величины σ , описывается зависимостью:

$$F(l, \sigma) = 1 - \exp(-\sigma^m l), \quad (2)$$

которая преобразуется к виду

$$\ln \ln(1 - F)^{-1} = m \ln \sigma + \ln l. \quad (3)$$

Обычно испытания для получения статистики разрушений проводят в группе из 30–50 образцов, задаваясь определенной длиной образца, и измеряют напряжение разрушения при изгибе или растяжении каждого отдельного образца. При этом в формуле (3) можно положить $l = l_0 = 1$ ($\ln l_0 = 0$) и получить зависимость вероятности разрушения от разрушающего напряжения.

На основе полученной экспериментальной зависимости вероятности разрушения от напряжения можно построить прогноз вероятности разрушения, например, более крупных образцов с длиной l_1 , сместив график зависимости вверх на величину $\ln(l_1/l_0)$, как это представлено в работах [6, 9, 10].

В проведенных нами испытаниях, в отличие от процедуры, описанной в литературе, фиксировалось значение разрушающего напряжения, а вероятность разрушения определялась длиной l прошедшего перемотку отрезка волокна, то есть расстоянием между дефектами, прочность которых не превышала заданного значения σ_0 (в нашем случае $\sigma_0 = 1,05$ ГПа). В этом случае при построении статистики можно положить $\sigma_0 = 1$ и получить зависимость вероятности разрушения от длины образца, что и представлено на рисунке (кривая 1).

Вообще говоря, функциональная зависимость в соответствии с формулой (3) должна представлять собой прямую линию. Экспериментальная зависимость, изображенная на рисунке (кривая 1), отличается от прямой. Это отличие может быть обусловлено тем, что имеется некоторое минимальное значение l_0 расстояния между дефектами, на которых происходит разрушение волокон. В нашем случае $l_0 \approx 0,2$ м (меньшие длины в эксперименте получены не были). Производя коррекцию формулы (3), получаем зависимость

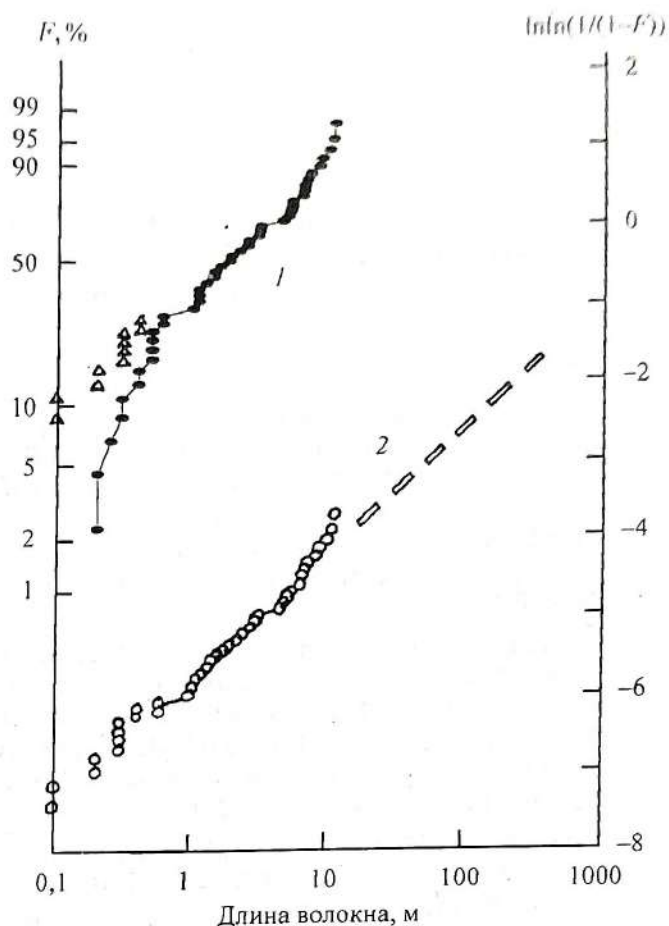
$$\ln \ln(1 - F)^{-1} = m \ln \sigma + \ln(l - l_0). \quad (4)$$

Скорректированный график изображен на рисунке треугольными маркерами. Видно, что с учетом принятого значения l_0 статистика прочности спрямляется.

Заметим, что изображенный на рисунке график распределения вероятности разрушения может служить основой для построения прогноза прочности исследуемого волокна при других уровнях тестирования – для этого достаточно сдвинуть график по оси ординат на величину $m \ln \sigma_1 / \sigma_0$, если иметь в виду, что σ_0 – напряжение при проведенном тестовом испытании, а σ_1 – напряжение при прогнозируемом испытании. Естественно, что при перемотке с заданным относительным удлинением отношение σ_1 / σ_0 можно заменить на отношение δ_1 / δ_0 , которое в нашем случае составляет 0,3.

Для составления прогноза необходимо знать параметр m . В обычного рода исследованиях при построении зависимости вероятности разрушения образца от прикладываемого к нему механического напряжения параметр m легко определяется как тангенс угла наклона соответствующего графика в координатах $\ln \ln(1 - F)^{-1}$ и $\ln \sigma$. Однако рассматриваемый нами случай отличается тем, что необходимо знание статистики разрушений тех мест, прочность которых менее 1,05 ГПа. Исследование статистики разрывов для “толстых” волокон осложнено тем, что необходимые усилия по сравнению со стандартными связными волокнами диаметром 125 мкм столь велики, что требуют построения специальных машин, особого крепления концов образцов в зажимах и т. п. Методически более простым приемом было бы исследование прочности на изгиб, однако в этом случае в поле зрения попадают наиболее прочные участки волокна, поскольку длина нагружаемой на изгибе дуги составляет несколько миллиметров, а для сравнения средняя длина перемотанного “слабого” волокна – около 4 м. Действительно, нами было проведено исследование изгибной прочности нормальных и “слабых” волокон, однако различие между ними практически отсутствует, если не считать единственного выпавшего из 60-ти измерений значения 4,5 ГПа для “слабого” волокна (остальные данные занимают область 5,4–5,8 ГПа). Таким образом, в статистике изгибной прочности не представлены дефекты, выявляемые перемоткой с напряжением 1,05 ГПа.

В создавшейся ситуации для определения параметра m мы привлекли косвенные данные, а именно результаты испытаний образцов волокон стандартного диаметра для линий связи (125 мкм), полученных в условиях намеренного продуцирования дефектов на поверхности волокна при введении в атмосферу печи для разогрева заготовок абразивной пыли [11]. Как показано в этой работе, в отсутствие абразивной пыли статистика прочности на разрыв подобна той, что получена нами для изгибной прочности “толстых” волокон, то есть разрушающие напряжения сосредоточены в узкой обла-



Результаты перемотки “слабого” волокна с относительным удлинением 1,5% (кривая 1) и прогноз перемотки с удлинением 0,5% (кривая 2).

ти, а угол наклона графика к оси абсцисс близок к 90° ($m \approx 60$). При добавлении абразивных частиц размером более 6–10 мкм на поверхности волокна возникают дефекты, изменяющие статистику прочности таким образом, что в ней представлены дефекты, снижающие прочность волокна до значений порядка 1 ГПа, а в этом случае, как следует из представленных в [11] данных, величина m приблизительно составляет 4,5.

Принимая $m = 4,5$ и учитывая, что $\ln(\delta_1 / \delta_0) = -1,1$, получаем, что для составления прогноза на перемотку с удлинением 0,5% экспериментальный график на рисунке следует сместить на -5 (кривая 2). Как видно из рисунка, прогноз на перемотку с относительной деформацией 0,5% заключается в том, что вероятность обрыва участка длиной 150–200 м составляет менее 20%.

Этот теоретический результат полностью соответствует действительности, когда непрерывно вытянутое “слабое” волокно указанной длины проходит перемотку с деформацией 0,5% без разрушения.

В заключение отметим, что при изготовлении предназначенного для работы в УФ области низкодисперсионного волокна пониженная механическая прочность некоторой доли образцов выявляется перемоткой под двойным уровнем нагрузки. Вероят-

но, описываемый нами методический прием перемотки волокна с разным напряжением может быть расширен на область оптических волокон другого состава и геометрии, естественно, с измененными критериями отбора.

Авторы выражают признательность кандидату химических наук Л.Г. Левиту за работу по травлению заготовок и подготовку графического материала.

ЛИТЕРАТУРА

1. Dukelsky K.V., Okishev A.V., Boni R., Millechia M., Kubera K., Jaanimagi P.A., Donaldson W.R., Keck R.L., Seka W., Eronyan M.A., Shevandin V.S., Ermolaeva G.M., Nikolaev G.E., Shilov V.B. Unique High-Bandwidth, UV Fiber Delivery System for the OMEGA Diagnostics Applications // X Intern. conf. on Laser Optics. St-Petersburg, 2000. P. 270.
2. Dukelsky K.V., Okishev A.V., Boni R., Millechia M., Kubera K., Jaanimagi P.A., Donaldson W.R., Keck R.L., Seka W., Eronyan M.A., Shevandin V.S., Ermolaeva G.M., Nikolaev G.E., Shilov V.B. Unique High-Bandwidth, UV Fiber Delivery System for OMEGA Diagnostics Applications // LLE Review. 2000. V. 85. P. 29–33.
3. Ермолаева Г.М., Ероньян М.А., Дукельский К.В., Комаров А.В., Кондратьев Ю.Н., Серков М.М., Толстой М.Н., Шилов В.Б., Шевандин В.С., Powell H.T., Tompson C.E. Высокопрозрачное в ультрафиолетовой области оптическое волокно с малой дисперсией // Сб. трудов V Междунар. конф. "Прикладная оптика". СПб.: ГОИ, 2002. Т. 2. С. 65–76.
4. DiMarcello F.V., Hart A.C. Furnace-drawn silica fibers with tensile strengths $>3,5 \text{ GN/m}^2$ (500 kpsi) in 1 km lengths // Electr. Lett. 1978. V. 14. № 18. P. 578–579.
5. Paek U.C., Schroeder C.M. High-strength silica fibers in a long length coated at a speed of 5 m/s // Electr. Lett. 1983. V. 19. № 23. P. 956–966.
6. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Дианов Е.М., Конов А.С., Лантев А.Ю. Исследование механической прочности волоконных световодов для систем оптической связи // Квант. электрон. 1981. Т. 8. № 4. С. 844–852.
7. Богатырев В.А., Бубнов М.М., Вечканов Н.Н., Гурьянов А.Н., Семенов С.Н. Прочность стеклянных волоконных световодов большой длины / В кн. Волоконная оптика. М.: Наука, 1987. 158 с. (Труды ИОФАН, т. 5, с. 60–72).
8. Вейбулл В. Усталостные испытания и анализ их результатов. М.: Машиностроение, 1964. 275 с.
9. Kurkjian C.R., DiMarcello F.V., Forza S., Scornhorn H. Strength of 0,04–50 m lengths of coated fused silica fibers // Appl. Phys. Lett. 1976. V. 28. № 10. P. 588–590.
10. Scornhorn H., Kurkjian C.R., Yaeger R.E., Vazirani H.N., Albarino R.V., DiMarcello F.V. Epoxy-acrylate-coated fused silica fibers with tensile strength $>500 \text{ ksi}$ ($3,5 \text{ GN/m}^2$) in 1-km gauge length // Appl. Phys. Lett. 1976. V. 29. № 101. P. 712–715.
11. Huff R.G., DiMarcello F.V. Critical particle size of contaminants in high and low modulus coating for high-strength optical lightguides // J. Lightwave Techn. 1985. V. LT-3. № 5. P. 950–953.