

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ  
ТЕМПЕРАТУР НА ОПТИЧЕСКИЕ ПОТЕРИ  
ВОЛОКОННОГО СВЕТОВОДА  
В ЗАЩИТНО-УПРОЧНЯЮЩЕМ ПОКРЫТИИ  
НА ОСНОВЕ ПОЛИАМИДОКИСЛОТЫ**

М. И. Булатов<sup>1,2</sup>, И. С. Азанова<sup>1,2</sup>, А. Ф. Косолапов<sup>3</sup>,  
А. Н. Смирнова<sup>2</sup>, И. Д. Саранова<sup>2</sup>

*Обнаружено повышение оптических потерь в волоконных световодах, покрытых полиимидным покрытием, при температурах ниже  $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ , вызванное микроизгибами. Показано, что наблюдаемый рост оптических потерь обусловлен присутствием остаточного растворителя N-метил-2-пирролидона в полиимидном покрытии.*

**Ключевые слова:** оптическое волокно, полиимидный лак, защитно-упрочняющее покрытие.

Основным фактором, ограничивающим использование оптического волокна (ОВ) в экстремальных условиях, в частности, в атомной энергетике, нефтегазовой и химической промышленности, а также в космическом пространстве, считается неудовлетворительная стойкость к температурным воздействиям, характеризуемая в первую очередь свойствами защитно-упрочняющего покрытия (ЗУП) [1]. Покрытие защищает поверхность ОВ от механических повреждений и иных разрушающих внешних факторов окружающей среды. Типичные ЗУП (на основе эпоксиакрилатов и уретанакрилатов) позволяют эксплуатировать ОВ при температурах не выше  $85\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Для более высокотемпературных применений разработаны специальные ЗУП на основе полиимидной кислоты, имеющие уникальную термическую стойкость до  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  –  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  [2]. Сегодня существуют коммерчески доступные полиимидные лаки, например, производства HDMicrosystems, однако особенности технологии нанесения данного типа покрытия производителями ОВ не разглашаются.

<sup>1</sup> ПГНИУ, 614990 Россия, Пермь, ул. Букирева, 15; e-mail: BylatovMI@gmail.com.

<sup>2</sup> ПНППК, 614990 Россия, Пермь, улица 25 Октября, 106.

<sup>3</sup> НЦВО РАН, 119991 Россия, Москва, ул. Вавилова, 38.

В данной работе исследовано влияние температуры в диапазоне от  $-70$  до  $+20$  °С на оптические потери одномодового волоконного световода в полиимидном ЗУП производства HD Microsystems. Нанесение лака на световод производилось в процессе вытяжки с использованием открытых фильер. Лак наносился в два слоя, диаметр сердцевины световода составил 8 мкм, разница показателей преломления сердцевины и оболочки  $\Delta n = 0.0105$ , длина волны отсечки  $\lambda_c = 1.38$  мкм. Внешний диаметр световода – 125 мкм, результирующая толщина покрытия составила  $\sim 15$  мкм. Из одной заготовки было вытянуто 2000 м световода, далее световод был разделен на две части, одна из которых была отожжена при температуре 300 °С, в течение 70 ч на воздухе.

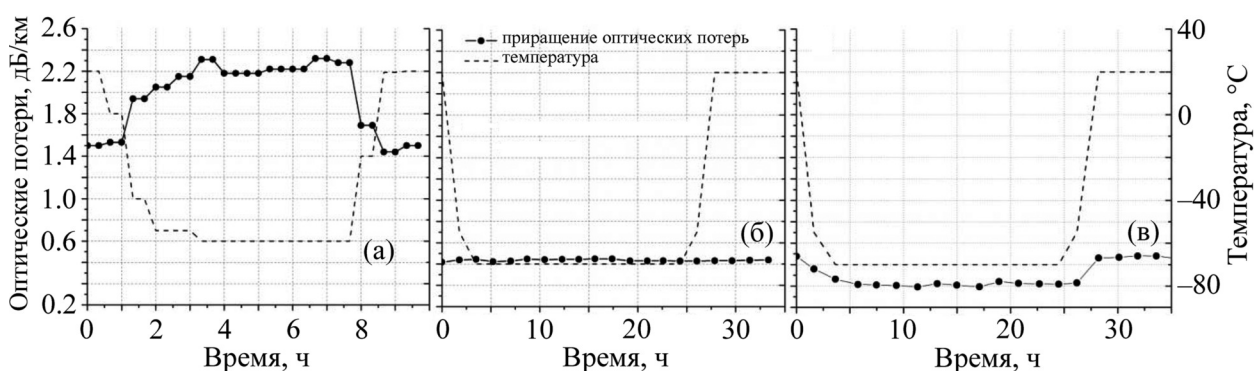


Рис. 1: Зависимость оптических потерь и температуры *ОВ* от времени. (а) неотожженный световод в полиимидном ЗУП; (б) световод в полиимидном ЗУП после отжига при 300°С, в течение 70 ч на воздухе; (в) отожженный световод после кондиционирования при температуре  $(24 \pm 2)$  °С и относительной влажности  $(50 \pm 5)$  %.

Термические испытания образцов проводились с использованием климатической камеры МС 712 (скорость охлаждения 1.5 °С/мин, атмосфера – воздух). Оптические потери измеряли по методике согласно ГОСТ Р МЭК-794-1-93 с использованием приемника мощности EXFO LTV-1 и суперлюминесцентного волоконного источника излучения с центральной длиной волны 1550 нм и шириной оптического спектра 7 нм. На рис. 1 представлены зависимости оптических потерь и температуры оптического волокна от времени.

Как видно из рис. 1, оптические потери в неотожженном световоде составили величину примерно 1.7 дБ/км, при охлаждении этого образца до температуры  $-60$  °С наблюдается рост оптических потерь до величины 2.5 дБ/км, причем наиболее резкий скачок оптических потерь происходит в температурном диапазоне от 0 до  $-40$  °С. При

обратном повышении температуры до комнатной оптические потери в неотожженном образце возвращаются до уровня 1.7 дБ/км.

В отожженном образце световода начальные оптические потери составляют величину около 0.6 дБ/км и существенно не изменяются при снижении температуры до  $-70$  °С.

Спустя 6 месяцев эксперимент с отожженным образцом был повторен. Все это время отожженный образец находился при температуре  $(24 \pm 2)$  °С и относительной влажности  $(50 \pm 5)\%$ , результаты повторного эксперимента представлены на рис. 1(в). Кондиционирование световода привело к повышению его чувствительности к отрицательным температурам, как видно из рис. 1(в) при уменьшении температуры ниже 0 °С у данного образца наблюдается снижение оптических потерь на величину около 0.3 дБ/км.

Наблюдаемый высокий уровень начальных оптических потерь у неотожженного образца объясняется микроизгибами волокна, которые возникают вследствие напряжений в жестком полиимидном покрытии. Действительно, в высушенном лаке остаются напряжения растяжения, поскольку лак сжимается при испарении растворителя, а вследствие того, что на практике всегда присутствует некоторая неконцентричность покрытия, напряжения лака приводят к микроизгибам волокна. В отожженном образце дополнительных оптических потерь не наблюдается, видимо, в процессе отжига происходит перестройка структуры полиимидного лака со снятием напряжений.

Было предположено, что наблюдаемый резкий рост оптических потерь в неотожженном образце при температуре  $-25$  °С связан с присутствием остаточного растворителя N-метил-2-пирролидона (НМП). Действительно, температура кристаллизации НМП составляет  $-25$  °С, при этом плотность кристаллического НМП выше на 24% чем жидкого ( $1.247$  г/см<sup>3</sup> и  $1.03$  г/см<sup>3</sup> соответственно) [3], т.е. при кристаллизации остаточного НМП напряжения в лаке усиливаются. Аналогично, снижение оптических потерь в отожженном образце, выдержанном долгое время при нормальных условиях, объясняется кристаллизацией влаги в полиимидном покрытии. Поскольку плотность льда несколько ниже плотности воды, при кристаллизации влаги, находящейся в полиимидном покрытии, происходит дополнительное снятие остаточных напряжений.

Для проверки предположения о влиянии остаточного растворителя на чувствительность световодов к отрицательным температурам были проведены термогравиметрические (ТГА) исследования образцов, для этого использовался дериватограф STA 449 C Jupiter. Результаты ТГА тестов приведены на рис. 2.

Как видно из рис. 2, в неотожженном образце присутствуют две области потери массы: 200–300 °С и 500–700 °С. Первая потеря массы – это испарение остаточного

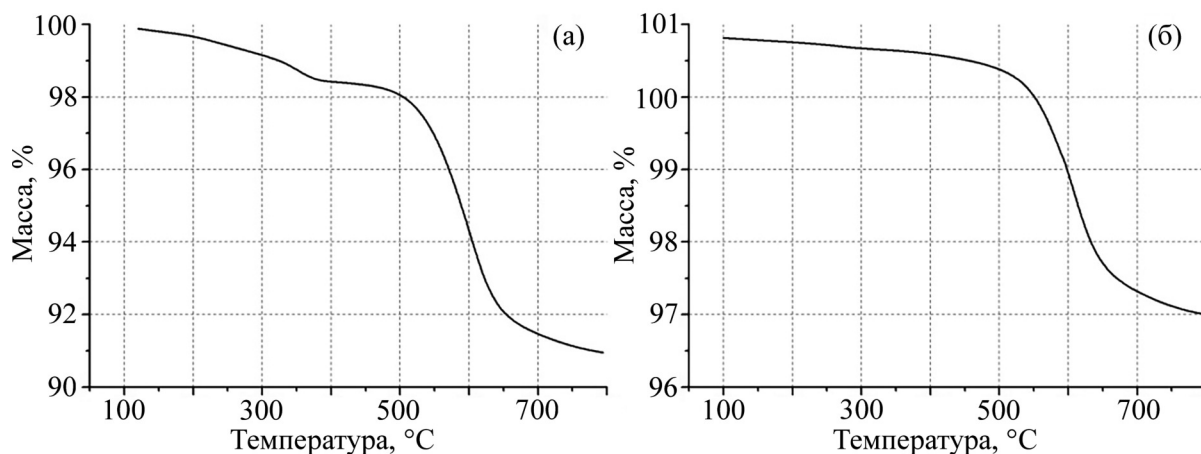


Рис. 2: Графики зависимости массы оптического волокна от температуры. (а) неотожженный образец, (б) образец, отожженный при 300 °C в атмосфере аргона.

растворителя НМП, причем масса остаточного растворителя составляет как минимум 1.7% от полной массы волокна. Вторая потеря массы соответствует деструкции самого полиимидного покрытия.

В ТГА кривой отожженного образца отсутствует потеря массы в районе 200–300 °C, что свидетельствует о полном выходе растворителя в процессе отжига. Также следует отметить, что отжиг заметно снижает массу покрытия с 9% до 3% от полной массы волокна.

Таким образом, было показано, что при вытяжке волоконного световода с нанесением термостойкого полиимидного лака возможно увеличение оптических потерь световода на величину около 1 дБ/км, вызванное напряжениями в лаке. Также было показано, что в полиимидном покрытии возможно присутствие остаточного НМП, который вызывает рост оптических потерь при низких температурах. От обеих выявленных проблем легко избавиться отжигом световодов в инертной атмосфере при температуре 300 °C в течение трех суток. Кроме того, на чувствительность волоконных световодов к низким температурам влияет влажность покрытия световодов.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках проекта RFMEFI60417X0183.

#### Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] A. A. Stolov, D. A. Simoff, and Jie Li, *J. of Lightwave Technology*. **26**(15), 3443 (2008).

- [2] D. R. Biswas, in: *Optical Engineering* (Massachusetts, 1991), vol. 30, p. 772.
- [3] G. Muller, M. Lutz, and S. Harder, *Acta Crystalization Section B***52**, 1014 (1996).

Поступила в редакцию 13 июня 2019 г.

После доработки 10 сентября 2019 г.

Принята к публикации 10 сентября 2019 г.