

УДК 681.7.068

**А.С. Вахрушев^{1,3}, Д.И. Нурмухаметов^{1,4},
О.Л. Вохмянина^{1,3}, И.С. Азанова^{1,3}, М.В. Яшков²**

¹Пермская научно-производственная
приборостроительная компания, Пермь, Россия

²Институт химии высокочистых веществ, Нижний Новгород, Россия

³Пермский государственный национальный
исследовательский университет, Пермь, Россия

⁴Пермский национальный исследовательский
политехнический университет, Пермь, Россия

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ПОРИСТОГО СЛОЯ КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА НА ПРОЦЕСС ИЗГОТОВЛЕНИЯ АКТИВНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ВОЛОКОН МЕТОДОМ ПРОПИТКИ

При изготовлении активных волокон методом пропитки важна равномерность распределения легирующих элементов по поперечному сечению волноводной преформы. Показано, как структура пористого слоя кварцевого стекла влияет на результаты пропитки волноводной преформы раствором ионов эрбия.

Ключевые слова: пористый слой, активное оптическое волокно, СЭМ.

**A.S. Vakhrushev^{1,3}, D.I. Nurmukhametov^{1,4},
O.L. Vokhmyanina^{1,3}, I.S. Azanova^{1,3}, M.V. Yashkov²**

¹Perm Scientific and Production Instrument Making Company, Perm, Russia

²Institute of Chemistry of High-Purity Substances, Nizhny Novgorod, Russia

³Perm State National Research University, Perm, Russia

⁴Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia

THE INFLUENCE OF THE POROUS LAYER STRUCTURE OF QUARTZ GLASS ON THE ACTIVE OPTICAL FIBERS MANUFACTURING PROCESS BY IMPREGNATION METHOD

The uniformity of the distribution of alloying elements along the cross -section of the waveguide preform is important for manufacturing active fibers by impregnation method. It is shown that the porous layer structure of quartz glass affects on the results of waveguide preform by impregnation method with a solution of erbium ions.

Keywords: porous layer, active optical fiber, SEM.

Введение

При изготовлении активных волокон метод пропитки пористого слоя кварцевого стекла применяется достаточно давно из-за относительной простоты [1], при этом остаются вопросы по повторяемости оптических свойств волокон, изготовленных из разных преформ. Требование повторяемости результатов особенно актуально для промышленного серийного производства.

Процесс пропитки состоит из нескольких стадий. Первая стадия – формирование пористого слоя кварцевого стекла в опорной трубе, например, методом MCVD. В зависимости от режимов формирования пористый слой может иметь различную структуру и размер пор, что подтверждают исследования, проведенные с помощью сканирующего электронного микроскопа [2].

В данной работе исследовалась равномерность распределения легирующих элементов по сечению преформы в зависимости от структуры пористого слоя кварцевого стекла при изготовлении активных оптических волокон, легированных ионами эрбия.

Образцы и методика исследования

В работе исследовались образцы пористого слоя кварцевого стекла и образцы этой же преформы после пропитки раствором, содержащим ионы алюминия и эрбия.

При изготовлении образцов пористого слоя методом MCVD варьировали расходы хлорида кремния (SiCl_4) (до 2 раз) при неизменном расходе хлорида германия (GeCl_4), а также температурную обработку слоя перед процессом пропитки – изменялось количество проходов горелки при «припекании» пористого слоя (табл. 1). Процесс припекания необходим для обеспечения адгезии пористого слоя к опорной трубе.

Таблица 1

Режимы изготовления пористого слоя

Номер образца	Расход SiCl_4	Число проходов припекания
1	A	B
2	2A	B
3	2A	B-1

В таблице не указаны точные значения расходов и число проходов припекания, так как данные параметры очень индивидуальны и опти-

мальные значения будут изменяться в зависимости от используемого оборудования. Поэтому в данной работе сделан акцент на методологию исследования структуры пористого слоя при разных режимах осаждения.

Опорную трубу с осажденным пористым слоем разделяли на две части, от одной из которых отрезали шайбы длиной примерно 25 мм. Вторую часть пропитывали раствором, содержащим ионы алюминия и эрбия. После просушки от преформы также отрезали шайбы длиной примерно 25 мм. Полученные шайбы разрезались вдоль, и внутренняя поверхность анализировалась с помощью сканирующего электронного микроскопа Tescan Vega 3, разрешение которого составляет 3 нм при напряжении 30 кВ и 8 нм при напряжении 3 кВ, а увеличение от $3\times$ до $1\,000\,000\times$ (увеличение указано для изображения шириной 5 дюймов).

Результаты анализа структуры пористого слоя

Структура пористого слоя при первоначальных расходах хлоридов (образец № 1) довольно неравномерная, размер пор варьируется от 0,5 до 4 мкм (табл. 2, рис. 1).

Увеличение расходов хлорида кремния без изменения температурной обработки (образец № 2) позволило получить значительно более однородную структуру пористого слоя относительно размера пор (табл. 1, рис. 2). При этом размер пор оказался чуть больше, чем максимальный размер пор в предыдущем случае, минимальный размер пор составил 2,5 мкм, а максимальный – 5 мкм.

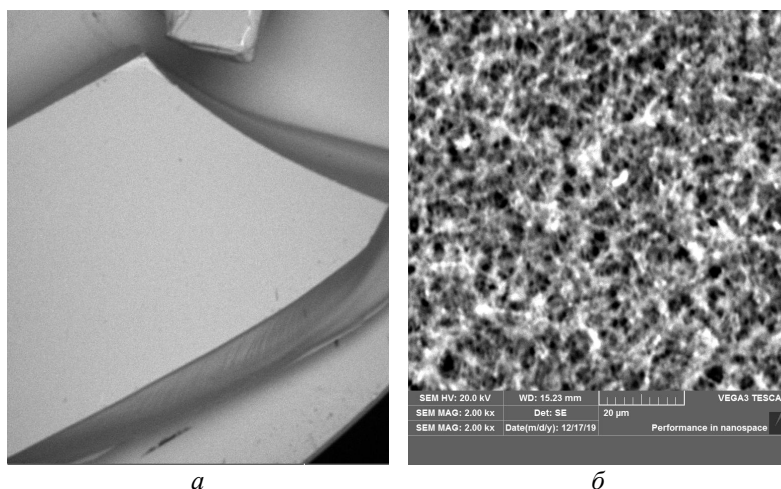


Рис. 1. Изображение непропитанного пористого слоя при первоначальных расходах хлоридов: *а* – общий вид; *б* – увеличение в 2000х

Таблица 2

Диаметр пор в структуре пористого слоя
в зависимости от расхода SiCl_4

SiCl_4	Начальный расход	Увеличенный в 2 раза
Диаметр пор	От 0,5 до 4 мкм	Примерно 5 мкм

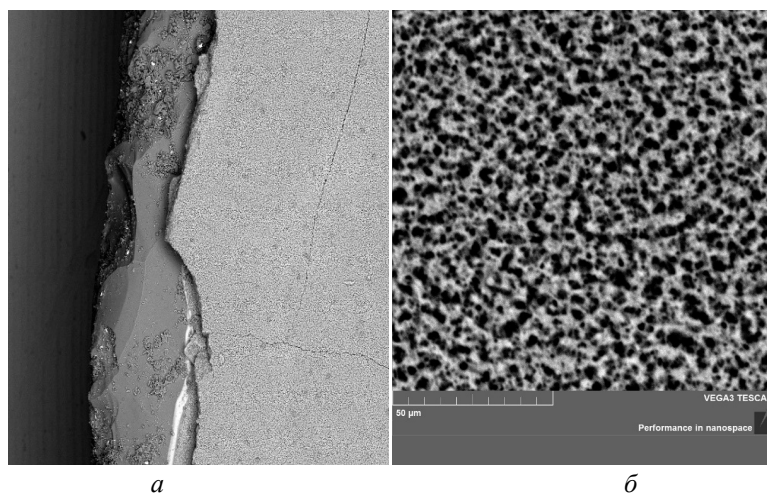


Рис. 2. Изображение непропитанного пористого слоя при измененных расходах SiCl_4 : *а* – общий вид; *б* – увеличение в 1000х

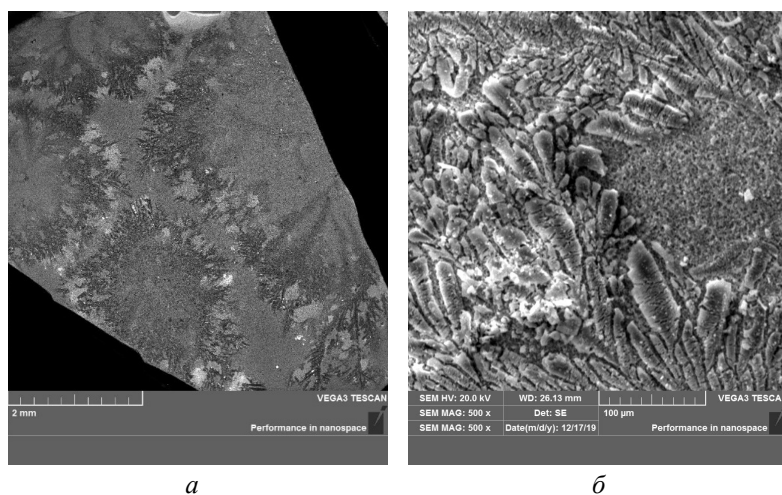


Рис. 3. Изображение пропитанного пористого слоя при первоначальных расходах хлоридов: *а* – общий вид; *б* – увеличение в 500х

Структура пористого слоя отражается на результатах пропитки.

Структура пропитанного пористого слоя при первоначальных расходах хлоридов довольно неоднородна, заметно, что помимо областей кристаллизации наблюдаются свободные участки пористого слоя (рис. 3). Скорее всего, это результат рыхлой и неравномерной структуры самого пористого слоя.

Более однородная структура пористого слоя при увеличении расхода хлорида кремния положительно отразилась на результате пропитки, свободных участков пористого слоя не наблюдается (рис. 4).

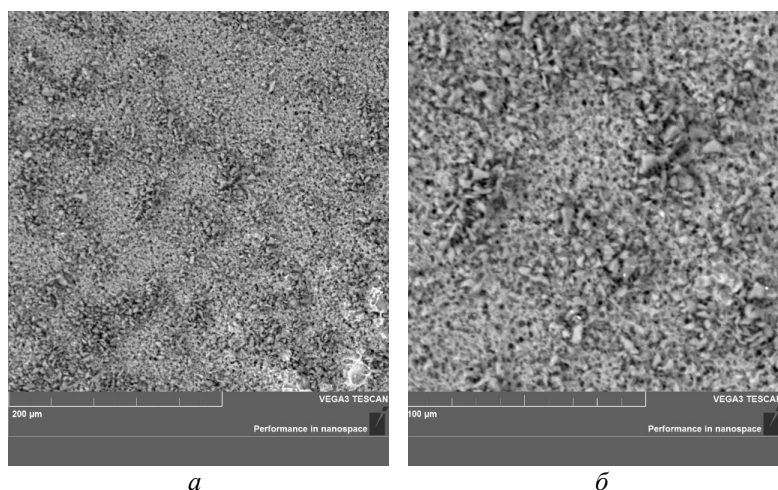


Рис. 4. Изображение пропитанного пористого слоя при измененных расходах SiCl_4 : *а* – увеличение в 200х; *б* – увеличение в 1000х

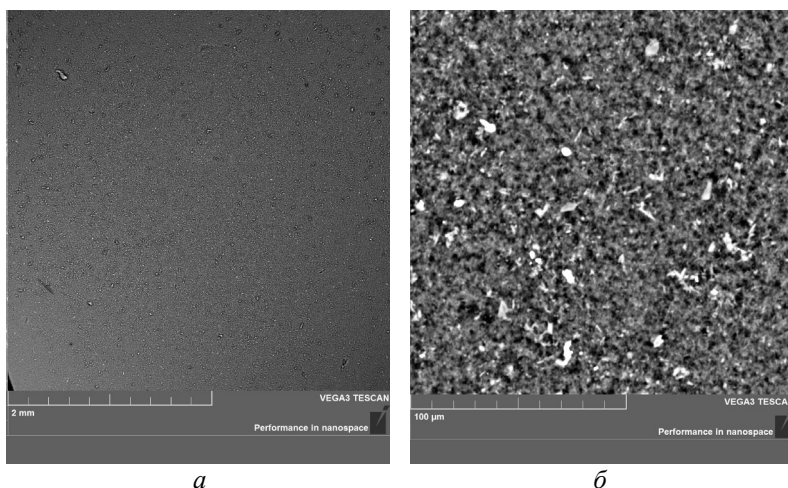


Рис. 5. Изображение непропитанного пористого слоя при первоначальных расходах: *а* – общий вид; *б* – увеличение в 1000х

Оказалось, про процесс припекания также влияет на структуру пористого слоя, что, в свою очередь, влияет на результаты пропитки.

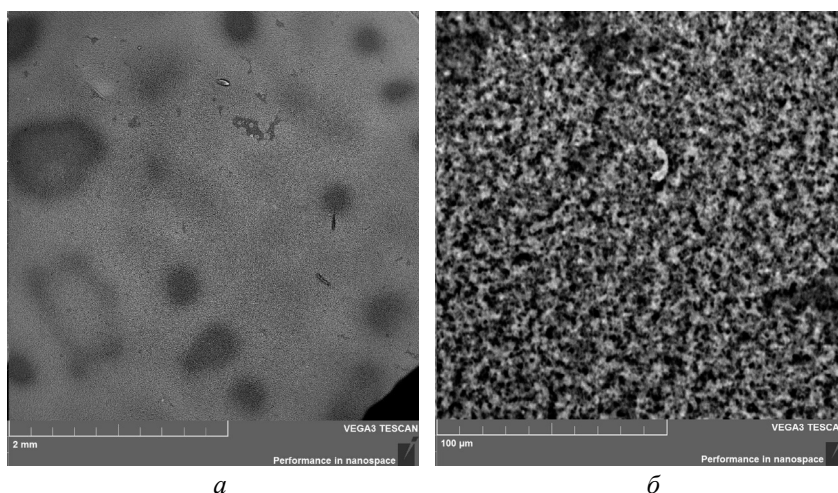


Рис. 6. Изображение пропитанного пористого слоя при измененных расходах: *а* – общий вид; *б* – увеличение в 1000х

Из анализа структуры пористого слоя образца № 3 с меньшим числом проходов припекания (рис. 5) наблюдаются небольшие участки непропечённого пористого слоя. И пропитанные раствором участки такого слоя выглядят иначе, нежели в предыдущих случаях (рис. 6) – по всей структуре пористого слоя прослеживаются пятна досушенного раствора.

Заключение

Изменение расхода SiCl_4 и числа проходов припекания напрямую влияет на формирование структуры пористого слоя. В нашем случае неоптимальные расходы SiCl_4 так же, как и недостаточное число проходов припекания, привело к ухудшению пористого слоя и последующей пропитки пористого слоя.

Данные результаты также могут быть применены в изготовлении оптических волокон с нелегированной кварцевой сердцевиной, в которых аналогичным образом осаждается пористый слой [3].

Работа поддержана Министерством науки и высшего образования Российской Федерации. (Соглашение № 075-11-2019-059 от 22 ноября 2019 г.).

Список литературы

1. Радиационно-стойкие одномодовые оптические волокна с кварцевой сердцевиной / И.И. Долгов, Г.А. Иванов, Ю.К. Чаморский, М.Я. Яковлев // Фотон Экспресс. – 2005. – № 6 (46). – С. 4–10.
2. An Improved Method of Fabricating Rare Earth Doped Optical Fiber Ranjan Sen and Anirban Dhar CSIR-Central Glass & Ceramic Research Institute. – Kolkata, India, 2012. – С. 73–94.
3. Иванов Г.А., Первадчук В.П. Технология производства и свойства кварцевых оптических волокон: учеб. пособие. – Пермь: Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2011. – С. 171.

References

1. Dolgov I.I., Ivanov G.A., Chamorskii Yu.K., Yakovlev M.Ia. Radiatsionno-stoikie odnomodovye opticheskie volokna s kvartsevoi serdtsevinoi [Radiation-hardened silica-core single-mode optical fibers] *Foton Ekspress*, 2005, no. 6(46), pp. 4-10.
2. An Improved Method of Fabricating Rare Earth Doped Optical Fiber Ranjan Sen and Anirban Dhar CSIR-Central Glass & Ceramic Research Institute. Kolkata, India, 2012, pp. 73-94.
3. Ivanov G.A., Pervadchuk V.P. Tekhnologiya proizvodstva i svoistva kvartsevykh opticheskikh volokon [Manufacturing technology and properties of quartz optical fibers]. Perm': Permskii natsional'nyi issledovatel'skii politekhnicheskii universitet, 2011, 171 p.

Получено 21 марта 2020