# РАДИАЦИОННО-СТОЙКИЕ ГЕРМАНОСИЛИКАТНЫЕ МНОГОМОДОВЫЕ ВОЛОКОННЫЕ СВЕТОВОДЫ

© 2022 г. Д. Р. Деветьяров<sup>1, \*</sup>, М. А. Ероньян<sup>1, 2</sup>, А. Ю. Кулеш<sup>1</sup>, И. К. Мешковский<sup>2</sup>, К. В. Дукельский<sup>3</sup>

<sup>1</sup>АО "Концерн "Центральный научно-исследовательский институт "Электроприбор", Малая Посадская, 30, Санкт-Петербург, 197046 Россия

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский Национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики (ИТМО), Кронверкский пр., 49, Санкт-Петербург, 197101 Россия

<sup>3</sup>АО "НПО "Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова", ул. Бабушкина, 36/1, Санкт-Петербург, 192171 Россия

\*e-mail: parkur89@yandex.ru

Поступила в редакцию 07.02.22 г. После доработки 16.03.22 г. Принята к публикации 05.04.22 г.

Рассмотрено влияние  $\gamma$ -облучения на оптические потери на длине волны 1.31–1.55 мкм многомодовых кварцевых волоконных световодов с сердцевиной, легированной 20 мол. % GeO<sub>2</sub>. Германиевые кислородно-дефицитные центры в материале сердцевины являются основной причиной низкой радиационной стойкости таких оптических волокон. Устранение этих дефектов в процессе MCVD технологии изготовления заготовок снижает наведенное радиацией затухание в германосиликатных световодах до уровня, близкого к световодам с сердцевиной из чистого кварцевого стекла. Увеличение наведенных радиацией оптических потерь в исследованных волокнах в значительной степени обусловлено вкладом релеевского рассеяния.

Ключевые слова: оптические волокна, германосиликатные световоды, у-облучение, радиационно-наведенное затухание, радиационная стойкость, рассеяние

DOI: 10.31857/S0132665122040060

## введение

Широко используемые в линиях оптической связи германосиликатные волоконные световоды (ГВС) существенно уступают по радиационной стойкости фторсиликатным волоконным световодам (ФВС) с сердцевиной из чистого кварцевого стекла и оболочкой, легированной фтором [1].

Тем не менее, есть информация [2], что легированные 20 мол. % GeO<sub>2</sub> многомодовые кварцевые световоды являются более радиационно-стойкими, чем ФВС.

Радиационно-наведенное затухание (PH3) ФВС обусловлено двумя основными дефектами: примесным хлором [3] и "дырками" на немостиковом атоме кислорода [4]. Хлор входит в стекло при осаждении слоев чистого кварцевого стекла в хлорсодержащей атмосфере. Образованию второго дефекта способствуют окислительные условия получения кварцевого стекла сердцевины [5]. Эти два основных дефекта стеклообразной матрицы из чистого кварцевого стекла создают PH3 на поглощение в видимом и ультрафиолетовом участках оптического спектра и порождают структурные неоднородности в сетке кварцевого стекла и, как следствие, PH3 на рассеяние в спектральной области особой его прозрачности (1.3–1.6 мкм) [6]. Дефицит кислорода в кварцевом стекле сердцевины ФВС исключает образование "дырок" на немостиковом атоме кислорода и способствует существенному снижению РНЗ [7].

Причины, вызывающие понижение радиационно-оптической устойчивости (POV) чистого кварцевого стекла при его легировании GeO<sub>2</sub>, действуют противоположным образом. Так, присутствие хлора [8] в сердцевине ГВС повышает их POV, в то время как восстановление стекла германосиликатной сердцевины приводит к образованию чувствительных к облучению германиевых кислородно-дефицитных центров (ГКДЦ) [9]. В многомодовых ГВС, изготовленных методом модифицированного химического парофазного осаждения (MCVD), центральная часть (до 25%) стекла сердцевины со-держит ГКДЦ [10]. Поэтому PH3 изготавливаемых MCVD методом одномодовых ГВС с 4.5 мол. % GeO<sub>2</sub> в сердцевине после дозы  $\gamma$ -облучения 1.25 кГр может достигать 450 дБ/км на длине волны 1.55 мкм [11].

Доминирующим механизмом РНЗ в ближней инфракрасной области спектра является рассеяние, а не поглощение излучения [5, 12]. Поэтому РНЗ ГВС зависит также от РОУ материала оболочки и свойств полимерного защитного покрытия [13, 14].

Сопоставление причин РНЗ с сердцевиной из чистого и легированного GeO<sub>2</sub> кварцевого стекла открывает новые технологические подходы для повышения РОУ многомодовых ГВС.

Цель настоящей работы заключалась в анализе механизмов, определяющих PH3 при  $\lambda = 1.3 - 1.55$  мкм материалов оболочки и сердцевины с 20 мол. % GeO<sub>2</sub> для многомодовых ГВС, изготовленных MCVD методом, при устранении газофазным травлением центральной зоны заготовки, содержащей ГКДЦ.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

На МСVD комплексе изготовлены две заготовки для многомодовых ГВС № 1 и № 2 со ступенчатым профилем показателя преломления сердцевины.

На внутреннюю поверхность метровой кварцевой трубы с наружным диаметром 25 мм и толщиной стенки 3 мм наносили слои оболочки и сердцевины. Последующим сжатием трубы при температуре 2200–2250°С уменьшали диаметр внутреннего канала до 2–3 мм. В процессе этой операции трубу продували кислородом, содержащим  $10^{-6}$  и 5 ×  $10^{-3}$  мас. % влаги для заготовки 1 и 2 соответственно. Перед окончательным сжатием трубы в штабик-заготовку проводили операцию внутреннего газофазного травления [15] смесью SF<sub>6</sub> и кислорода при температуре 1700–1800°С. В процессе этой операции удаляли до 30% внутреннего слоя сердцевины, содержащего ГКДЦ. Окончательное сжатие трубы в штабик-заготовку осуществляли при температуре 2250°С.

Содержание GeO<sub>2</sub> в сердцевине этих заготовок  $\approx 20$  мол. %. Оболочка заготовки ГВС № 1 легирована 1.5 мол. % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> и дополнительно фтором для компенсации изменения показателя преломления кварцевого стекла, связанного с введением фосфора. В заготовке ГВС № 2 оболочка состояла из чистого кварцевого стекла.

Разность показателей преломления чистого кварцевого стекла сердцевины и оболочки ( $\Delta n$ ), измеренная на рефрактометре P-101 для обеих заготовок была одинаковой, равной 0.03, что соответствует содержанию в кварцевом стекле 20 мол. % GeO<sub>2</sub>. Их геометрические параметры, измеренные на этом же приборе, представлены в табл. 1.

Из заготовок, нагретых в графитовой печи до температуры ≈2150°С, вытягивали волокна диаметром 60, 125 и 160 мкм с нанесением полимерного УФ-отверждаемого эпоксиакрилатного покрытия. Обозначение ГВС состояло из номера заготовки и величины диаметра волокна, разделенных косой линией.

№ ΓΒС	Диаметр заготовки, мм	Диаметр сердцевины, мм	Диаметр оболочки, мм
1	15.2	4	5.6
2	14.9	2.4	4

Таблица 1. Параметры заготовок

Спектральную зависимость оптических потерь световодов определяли методом обрыва, сравнения пропускания излучения для короткого и длинного отрезков волокна с использованием анализатора оптического спектра марки Yokogama AQ6370C. Измерения оптических потерь до 20 дБ/км и более производили на отрезках волокна длиной 200 и 20 м соответственно.

РНЗ измеряли при комнатной температуре. Свернутый в бухту отрезок ГВС облучали источником  $\gamma$ -излучения <sup>60</sup>Со на установке К-120000. Мощность облучения величиной 1 Gy/s задавали определенным расстоянием волокна от источника излучения. Для однородности радиационного поля в пределах 10% бухту волокна изгибали по форме поверхности источника  $\gamma$  излучения. Величина зондирующего сигнала на длине волны 1.31 и 1.55 мкм была в пределах 3–5 µW, выше которого возможно фотообесцвечивание радиационных дефектов [2]. В радиационно-безопасную зону измерительного оборудования (FOD-1208 Optical Tester) зондирующее излучение передавали по 20 метровым отрезкам испытуемого волокна. Регистрируемое прибором PH3 в процессе облучения колебалось в пределах ± 5%. Результаты этих измерений представлены слаженной линией.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Спектр исходных оптических потерь ГВС 1/125 и ГВС 2/160 содержит полосы поглощения ОН-группами (рис. 1), свидетельствующие об их содержании на уровне 0.5 и 6 ppm соответственно. Поэтому оптические потери для этих световодов на длине волны 1.55 мкм существенно отличались: 0.4 и 2 дБ/км.

ГВС из заготовки № 1 имели высокий уровень РНЗ (рис. 2), что обусловлено влиянием фосфора, содержащегося в оболочке. Ранее также было отмечено, что оболочка световода, легированная фосфором, существенно снижает их РОУ [13]. Близкие значения РНЗ при  $\lambda \le 1$  мкм для волокон разного диаметра (ГВС 1/60 и ГВС 1/125) могут свидетельствовать о том, что излучение не проникает в оболочку, и она не влияет на РОУ ГВС.

После удаления полимерного покрытия с облученного ГВС 1/125 потери РНЗ снизились (рис. 3). Этот факт обусловлен блокировкой выхода рассеянного в сердцевине излучения в окружающую среду из-за большой разницы показателей преломления стекла оболочки и воздуха.

Зависимость разницы PH3 от  $1/\lambda^4$  для ГВС 1/125 до и после удаления покрытия ( $\Delta$  PH3) может свидетельствовать о релеевском рассеянии в ближней инфракрасной спектральной области (рис. 4). Не зависящее от длины волны увеличение оптических потерь (~8 дБ/км) обусловлено, вероятно, неоднородностями стекла с размером более длины волны излучения [17].

На длине волны 1.31 мкм световоды разного диаметра ГВС 2/60 и ГВС 2/160 при облучении ведут себя одинаково (рис. 5). Однако с увеличением длины волны излучения световод меньшего диаметра имеет более высокий уровень РНЗ. Это может быть обусловлено разной толщиной оболочки из кварцевого стекла. Поэтому с уменьшением диаметра волокна увеличивается доля излучения необратимо проникающего в полимерную эпоксиакрилатную оболочку, показатель преломления которой выше, чем у



**Рис. 1.** Спектральная зависимость оптических потерь ГВС 1/125 (черная линия) и ГВС 2/160 (серая линия) до облучения.



**Рис. 2.** Спектральная зависимость РНЗ для ГВС 1/60 (серая линия) и для ГВС 1/125 (черная линия). Измерения проводили через сутки после облучения дозой 1 кГр.

кварцевого стекла. Ранее аналогичное явление обнаружено для многомодовых ФВС с разной толщиной оболочки [17].

РНЗ коммерческого одномодового ГВС SMF 28 существенно выше, чем у исследуемых многомодовых световодов с оболочкой из чистого кварцевого стекла (рис. 5), что обусловлено высоким содержанием дефектных ГКДЦ. Проникающее в полимерную оболочку излучение рассеивается в окружающую среду [18], несмотря на то, что у воздуха показатель преломления существенно ниже.



**Рис. 3.** Спектральная зависимость РНЗ ГВС 1/125 с покрытием (черная линия) и после его удаления (серая линия). Измерения проводили через сутки после облучения дозой 1 кГр.



Рис. 4. Сопоставление ∆ РНЗ при удалении полимерного покрытия для ГВС 1/125 (сплошная линия) с релеевской зависимостью (пунктирная линия).

РНЗ наших многомодовых ГВС с 20 мол. % GeO<sub>2</sub> в сердцевине сопоставимо с РНЗ многомодовых световодов с сердцевиной из чистого кварцевого стекла фирмы Nufern [17] (табл. 2).

Использование в MCVD процессе тонкостенных опорных кварцевых труб приводит к снижению температуры высокотемпературного сжатия заготовки и, как следствие, к снижению концентрации ГКДЦ. Это способствует повышению РОУ ГВС, для которых PH3 с 10 мас. % GeO<sub>2</sub> в сердцевине при дозе гамма-облучения 1 кГр не превышают 4 дБ/км на длине волны 1.55 мкм [19].



**Рис. 5.** Зависимость РНЗ на длине волны 1.31 (серые линии) и 1.55 мкм (черные линии) для ГВС 2/60 (сплошные линии), ГВС 2/160 (пунктирны линии) и ГВС SMF 28 (линия с маркерами), измеренная в процессе и после 17 мин облучения.

В процессе гамма облучения эпоксиакрилатная оболочка выделяет водород, который устраняет NBOC, способствуя повышению радиационной стойкости световодов с сердцевиной из чистого кварцевого стекла [20]. Такое явление для ГВС может привести к образованию ГКДЦ и снижению РОУ, так как в отличие от световодов с сердцевиной из чистого кварцевого стекла для ГВС не водород, а кислород способствует радиационной стойкости [21].

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, результаты исследований РОУ ГВС выявили основные факторы, влияющие на РНЗ таких оптических волокон. Наличие фосфора в оболочке ГВС существенно снижает их РОУ, а специфика MCVD процесса их изготовления приводит к восстановлению германосиликатного стекла сердцевины с образованием чувствительных к радиации ГКДЦ. Изменение РНЗ в ближней инфракрасной области оптического спектра связано с ростом релеевского рассеяния и поэтому определяется также материалом полимерного защитного покрытия. Удаление ГКДЦ из сердцевины высоко легированных  $GeO_2$  многомодовых световодов с оболочкой из кварцевого стекла показало возможность достижения для них РОУ сопоставимой с ФВС с сердцевиной из чистого кварцевого стекла.

Таблица 2. Сравнение РОУ на длине волны 1.31 мкм при дозе облучения 500 Гр исследованного многомодового ГВС с аналогами фирмы Nufern

Обозначение световода	Состав сердцевины	Лигатура оболочки	РНЗ, дБ/км
ГВС 2/160	0.8SiO <sub>2</sub> + $0.2$ GeO <sub>2</sub>	_	3
GR62/5/125-24-HTA	SiO <sub>2</sub>	F	4.84
GR100/140-24-HTA	-	F	5.35

#### БЛАГОДАРНОСТИ

Коллектив авторов выражает благодарность академику РАН проф. В.Г. Пешехонову за поддержку настоящей работы и директору НТК "Ядерная физика" В.Н. Ломасову за радиационную обработку световодов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Girard S., Kuhnhenn J., Gusarov A., Brichard B., Van Uffelen M., Ouerdane Y., Boukenter A., Marcandella C. Radiation Effects on Silica-Based Optical Fibers: Recent Advances and Future Challenges // IEEE Trans. Nucl. Sci. 2013. V. 60. № 3. P. 2015–2036.
- Sanada K., Shamoto T., Inada K. Radiation resistance characteristics of graded index fibre with a core of Ge-F-doped or B and F-codoped SiO<sub>2</sub> glass // J. Non-Cryst. Solids. 1995. V. 189. P. 283–290.
- Nagasawa K., Tanabe M., Yahagi K. Gamma-ray-induced absorption bands in pure-silica-core fibers // Jpn. J. Appl. Phys. 1984. V. 23. P. 1608–1613.
- Morana A., Cannas M., Girard S., Boukenter A., Vaccaro L., Perisse J., Mace J.-R., Ouerdane Y., Boscaino R. Origin of the visible absorption in radiation-resistant optical fibers // Opt. Mater. Express. 2013. V. 3. P. 1769–1777.
- 5. *Hanafusa H., Hibino Y., Ymamoto F.* Drawing condition dependence of radiation-induced loss in optical fibers // Ell. Let. 1986. V. 22. № 2. P. 106–108.
- Bisyarin M.A., Dukelskiy K.V., Eronyan M.A., Komarov A.V., Lomasov V.N., Meshkovskiy I.K., Reutsky A.A., Shcheglov A.A., Ustinov S.V. Radiation-induced loss of silica optical fibers with fluorinedoped cladding // Mater. Res. Express 1986. V. 22. № 2. P. 106–108.
- Tomashuk A.L., Dianov E.M., Golant K.M., Khrapko R.R., Spinov D.E. Performance of special radiation-hardened optical fibers intended for use in the telecom spectral windows at a megagray level // IEEE Trans. Nucl. Sci. 1998. V. 45. № 3. P. 1566–1569.
- 8. *Shibata S., Nakahara M.* Fluorine and chlorine effects on radiation-induced loss for GeO<sub>2</sub>-doped silica optical fibers // J. of Lightw. Technol. 1985. V. LT-3. № 4. P. 860–863.
- 9. Dong L., Pinkstone J., Russell P.St.J., Payne D.N. Ultraviolet absorption in modified chemical vapor deposition preforms // J. Opt. Soc. Am. B. 1994. V. 11. № 10. P. 2106–2111.
- Di Francesca D., Boukenter A., Agnello S., Girard S., Alessi A., Paillet P., Marcandella C., Richard N., Gelardi F.M., Ouerdane1 Y. X-ray irradiation effects on fluorine-doped germanosilicate optical fibers // Optical Materials Express. 2014. V. 4. № 8. P. 1683.
- 11. Ju S., Watekar P.R., Ryu Y.-T., Lee Y., Kang S.G., Kim Y., Linganna K., Kim Y.H., Han W.-T. Fabrication and Gamma-Ray Irradiation Effect on Optical and Mechanical Properties of Germano-Silicate Glass Fibers with Inner Cladding of B and F Doped Silica Glasses // Fiber and Integrated Optics. 2019. V. 38. № 4. P. 191–207.
- 12. Wen J., Peng G.-D., Luo W., Xiao Z., Chen Z., Wang T. Gamma irradiation effect on Rayleigh scattering in low water peak single-mode optical fibers // Optics Express. 2011. V. 19. №. 23. P. 232271–23278.
- Girard S., Keurinck J., Ouerdane Y., Meunier J.-P., Boukenter A. Gamma-rays and pulsed X-ray radiation responses of germanosilicate single-mode optical fibers: Influence of cladding codopants // J. Lightw. Technol. 2004. V. 22. P. 1915–1922.
- Gao Y., Feng G., Liu Y., Zhou S., Zhu S. The Loss of Optical Fiber with Pure Quartz Core and Fluorine–Doped Glass Cladding // Optics and Photonics Journal. 2013. V. 3. P. 117–121.
- 15. *Mazzarese D., Oulundsen G.E., McMahon T.F., Owsiany M.T.* Method of collapsing a tube for an optical fiber preform, Patent US 6718800 B2 (08.03.1999).
- Ainslie B.J., Beales K.J., Day C.R. and Rush J.D. Interplay of design parameters and fabrication condition on the performance of monomode fibers made by MCVD // IEEE J. Quant. Electron. 1981. V. QE-17. № 3. P. 854–857.
- 17. Alam M., Abramczyk J., Manyam U., Farroni J., Guertin D. Performance of optical fibers in space radiation environment // Proc. '6th Internat. Conf. on Space Optics, June 2006.
- Bisyarin M.A., Eronyan M.A., Kulesh A.Yu., Meshkovskiy I.K., Reutsky A.A., Shcheglov A.A., Ustinov S.V. Light-emitting optical fibers with controllable anomalous small-angle scattering // Journal of the Optical Society of America B. 2017. V. 34. № 11. P. 2396–2399.
- Anoikin E.V., Guryanov A.N., Gusovsky D.D., Dianov E.M., Mashinsky V.M., Miroshnichenko S.I., Zverev Y.B., UV and gamma radiation damage in silica glass and fibres doped with germanium and cerium // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B 65. 1992. P. 392–396.
- Deparis O., Griscom D.L., Megret P., Decreton M., Blondel A. Influence of the cladding thickness on the evolution of the NBOHC band in optical fibers exposed to gamma radiations // J. Non-Cryst. Solids. 1997. V. 216. P. 124–128.
- Di. Francesca D., Agnello S., Girard S., Alessi A., Marcandella C., Paillet P., Boukenter A., Gelardi F.M., Ouerdane Y. O<sub>2</sub>-loading treatment of Ge-doped silica fibers: a radiation hardening process // J. Lightw. Techn. 2016. V. 34. P. 2311–2316.