

УДК 666.223.9

И. А. Левицкий, Л. Ф. Папко, М. В. Дяденко

Белорусский государственный технологический университет

**ВЛИЯНИЕ ВЯЗКОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СТЕКОЛ
НА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ ПОЛУЧЕНИЯ
ВОЛОКОННО-ОПТИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ**

Представлены результаты исследований стекол для жесткого многожильного оптического волокна, используемых в качестве световедущей жилы, светоотражающей и защитной оболочек, согласование которых по совокупности оптических, термических и реологических свойств определяет качество волоконно-оптических изделий.

Изложены сведения о разработке стекол для защитной оболочки жесткого оптического волокна, синтезированных на основе системы $\text{Na}_2\text{O} - \text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$. Исследовано влияние комбинации оксидов $\text{CoO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_2\text{O}_3$ с целью обеспечения высокой поглощающей способности стекол в видимой области спектра; при введении комбинации красителей $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ достигается высокая оптическая плотность стекол как в видимой, так и в ближней ИК-области спектра.

Проведена оптимизация составов стекол для защитной оболочки многожильного оптического волокна по вязкостным характеристикам в диапазоне $10^9 - 10^4$ Па·с. Установлено, что вязкостные характеристики стекол для защитной оболочки оптического волокна являются определяющими в отношении геометрических параметров волоконно-оптических изделий и, как следствие, влияют на их пропускную способность, контрастность и чистоту поля зрения. Определено, что при изготовлении твистеров в интервале температур прессования ($630 - 680^\circ\text{C}$) требуется использование стекол для защитной оболочки с более высокими показателями вязкости, чем у стекол световедущей жилы.

Ключевые слова: оптическое волокно, световедущая жила, светоотражающая оболочка, защитная оболочка, вязкость, оптическая плотность.

I. A. Levitskiy, L. F. Papko, M. V. Dyadenko

Belarusian State Technological University

**INFLUENCE OF GLASS VISCOSITY CHARACTERISTICS
ON TECHNOLOGICAL PARAMETERS OF RECEPTION
OF FIBER-OPTICAL PRODUCTS**

The results of research of glass for the rigid multicore optical fiber, used as lightguiding core, reflective and protective coats is presented. Their coordination according to set optical, thermal and rheological properties determines quality of fiber-optical products.

The data of the glass development for the protective environment of the rigid optical fiber, synthesized based on $\text{Na}_2\text{O} - \text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ system are presented. The influence of oxides $\text{CoO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_2\text{O}_3$ combinations with the purpose of maintenance of high absorbing ability of glass in visible area of a spectrum is investigated; high optical density of glass in visible and near IR-area of a spectrum at introduction of oxides $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$ combinations is reached.

The optimization of glass compositions for a protective coat of multicore optical fiber according to viscosity characteristics in the range of $10^9 - 10^4$ Pa·s is carried out. It is established, that viscosity characteristics of glass for a protective coat of an optical fiber determine geometrical parameters of fiber-optical products, their capacity, contrast and purity of a field of vision. It is defined, that at production of twisters in the range of pressing temperatures ($630 - 680^\circ\text{C}$) use of glass for a protective coat with higher parameters of viscosity, than is required from glass of lightguiding core.

Keywords: an optical fiber, lightguiding core, reflective coat, protective coat, viscosity, optical density.

Введение. Многожильное оптическое волокно находит широкое применение при изготовлении волоконно-оптических изделий (пластин, твистеров, фоконов), применяемых в оптоэлектронных устройствах.

Процесс изготовления волоконно-оптических элементов является многостадийным и включает

следующие этапы: варку стекол в электрической печи в платиновом тигле; вытягивание одножильного жесткого оптического волокна методом двойного тигля, перетяжку пакета одножильных волокон в многожильное волокно; спекание пакета многожильных волокон; механическую обработку волоконно-оптических элементов.

Одножильное оптическое волокно состоит из световедущей жилы, светоотражающей оболочки и интенсивно окрашенной защитной оболочки. Рабочей характеристикой оптического волокна является его числовая апертура A , которая определяет его пропускную способность при передаче световой энергии и для жесткого оптического волокна должна составлять не менее 1,0 [1]:

$$A = \sqrt{(n_1^2 - n_2^2)},$$

где n_1 – показатель преломления световедущей жилы; n_2 – показатель преломления светоотражающей оболочки.

Для достижения величины числовой апертуры $A \geq 1$ показатель преломления стекла световедущей жилы должен составлять не менее 1,80. Показатель преломления стекла защитной оболочки не влияет на рабочие характеристики оптического волокна, поскольку назначение такой оболочки состоит в предупреждении нежелательного попадания светового луча в соседний световод.

Для обеспечения термомеханической прочности жесткого оптического волокна необходимо согласовать по температурному коэффициенту линейного расширения (ТКЛР) стекла световедущей жилы и защитной оболочки, в то время как ТКЛР стекла светоотражающей оболочки должен быть ниже, чем ТКЛР стекла световедущей жилы на $(10-15) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$.

Процессы формирования многожильного оптического волокна и изделий на его основе осуществляются при температурах, ниже температуры ликвидуса, поэтому одним из основных требований является высокая устойчивость стекол для оптического волокна к фазовому разделению в процессе длительных (до 24 ч) изотермических выдержек.

Геометрические параметры и качество многожильного оптического волокна и волоконно-оптических изделий на его основе, стабильность технологических процессов их изготовления определяются реологическими свойствами стекол для световедущей жилы и оболочек жесткого оптического волокна [2].

Нами разработан состав стекла для световедущей жилы жесткого оптического волокна на основе системы $\text{BaO} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{La}_2\text{O}_3 - \text{TiO}_2 - \text{SiO}_2$ при содержании оксидов, мол. %: BaO 20–35; B_2O_3 20–45; La_2O_3 5–30; TiO_2 0–15, SiO_2 20–50, со следующими характеристиками: показателем преломления $1,8050 \pm 0,0005$, показателем ослабления $0,0041 \text{ см}^{-1}$, величиной ТКЛР $77,8 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$, устойчивостью к кристаллизации при длительной термообработке [3].

Синтез стекол для светоотражающей оболочки проводили на основе системы $\text{Na}_2\text{O} - \text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ при следующем содержании

оксидов, мол. %: SiO_2 65–80; B_2O_3 10–25; K_2O 10–25; Na_2O 10–25. Высокая устойчивость стеклообразного состояния и регулирование реологических свойств стекол достигались за счет совместного введения оксидов K_2O и Na_2O в соотношении 1,0–1,2. Разработанное стекло для светоотражающей оболочки имеет следующие характеристики: показатель преломления 1,4887; ТКЛР $63,1 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$; отсутствие признаков кристаллизации при изотермической выдержке в интервале температур 600–1100°C [3, 4].

В зависимости от назначения к волоконно-оптическим изделиям предъявляются различные требования по контрастности и чистоте поля зрения. В связи с этим составы стекол для защитной оболочки подвергаются корректировке с целью регулирования их поглощающей способности и реологических свойств.

Целью настоящего исследования является оптимизация составов стекол для защитной оболочки жесткого оптического волокна и технологических параметров получения волоконно-оптических изделий.

В отличие от стекол для световедущей жилы и светоотражающей оболочки оптические постоянные стекла защитной оболочки не нормируются. Это позволяет регулировать реологические и термические свойства данного стекла путем варьирования содержания основных компонентов системы $\text{Na}_2\text{O} - \text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$, а также введением оксидов-модификаторов, таких как BaO , CaO , MgO и Al_2O_3 .

Основная часть. Экспериментальные составы стекол для защитной оболочки оптического волокна включают, мол. %: SiO_2 67,5–72,5; B_2O_3 10–15; Na_2O 7,5–12,5; K_2O 5–10.

Ранее нами установлено [5], что реологические свойства боросиликатных стекол зависят не только от концентрационных, но и от структурных факторов, связанных с изменением координационного состояния ионов бора в зависимости от соотношения модификаторов и оксида бора. Поэтому при выборе экспериментальных составов стекол варьировали соотношение компонентов $(\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}) / \text{B}_2\text{O}_3$ и $\text{Na}_2\text{O} / \text{K}_2\text{O}$. Для обеспечения высокой поглощающей способности стекол в их состав вводились следующие комбинации красителей: $\text{CoO} + \text{Cr}_2\text{O}_3 + \text{Mn}_2\text{O}_3$ и $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2$.

Синтез опытных стекол осуществлялся в газовой печи периодического действия при максимальной температуре $1450 \pm 10 \text{ °C}$.

Кристаллизационную способность опытных стекол изучали методом градиентной термообработки.

Поглощающую способность стекол оценивали по спектральному показателю ослабления $\mu(\lambda)$, который выражает оптическую плотность

образца толщиной 1 мм. Для определения спектральных характеристик использовали фотометр фотоэлектрический Proscan MC 122.

ТКЛР стекол измеряли на электронном горизонтальном дилатометре DIL 402 PC фирмы «Netzsch» (Германия).

Структуру многожильного оптического волокна и волоконно-оптических изделий исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-5610 LV (JEOL, Япония).

Определение вязкостных характеристик стекол осуществляли методом деформации стеклянного цилиндра с применением вискозиметра PPV-1000 фирмы «Orton» (США).

По результатам градиентной термической обработки образцов стекол в интервале температур 600–1100°C в течение 6 ч установлено, что опытные стекла характеризуются высокой устойчивостью стеклообразного состояния.

Одним из критериев оптимизации составов стекол для защитной оболочки являются показатели ТКЛР, которые должны быть согласованы с ТКЛР стекла световедущей жилы и составлять $(73–77) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$. Данные показатели обеспечиваются при следующем содержании компонентов, мол. %: SiO_2 не более 70; B_2O_3 не более 12,5; K_2O 7,5–9,0; Na_2O 10–12,5.

Для обеспечения высокой поглощающей способности стекол в их состав вводились красители, обеспечивающие интенсивное поглощение в различных диапазонах длин волн. Совместное введение CoO , Cr_2O_3 и Mn_2O_3 в количестве по 0,2 мас. % (композиция 1) и по 0,40 мас. % (композиция 2) каждого компонента обеспечивает интенсивное поглощение в видимой части спектра. Результаты определения оптической плотности окрашенных стекол, выражаемой спектральным показателем ослабления, представлены в таблице.

Спектральный показатель ослабления $\mu(\lambda)$ стекол для защитной оболочки

Длина волны, нм	Спектральный показатель ослабления стекол, мм^{-1} , для композиций			
	1	2	3	4
400	0,70	1,25	1,81	1,52
450	0,77	1,45	1,72	1,63
500	0,81	1,50	1,59	1,71
550	0,95	1,58	0,92	1,60
600	0,71	2,08	0,81	1,48
650	0,66	1,86	0,91	1,41
700	0,28	1,34	1,04	1,50
750	0,17	0,42	1,23	1,62
800	0,12	0,20	1,44	1,74
850	0,11	0,10	1,60	1,81
900	0,08	0,18	1,76	1,87
950	0,08	0,20	1,92	1,93
1000	0,09	0,22	1,95	1,95

Введение комбинации красителей CoO , Cr_2O_3 и Mn_2O_3 обеспечивает высокий уровень поглощения в видимой области спектра. Варьирование содержания красителей в составе стекол защитной оболочки связано с различием в требованиях по контрастности волоконно-оптического изделия.

С целью регулирования спектральных характеристик стекол защитной оболочки в их составе использовали в качестве красителей оксиды титана и железа в суммарном количестве 3 мол. % при их молярном соотношении 0,8 : 1 (композиция 3) и 1 : 1 (композиция 4). Коэффициент ослабления таких стекол в видимой области спектра возрастает с увеличением соотношения Fe_2O_3 : TiO_2 . Совместное введение данных компонентов обуславливает образование железотитанатных комплексов, обеспечивающих высокую поглощающую способность стекол, отличительной особенностью которых являются высокие показатели коэффициента ослабления как в видимой, так и ближней ИК-области спектра.

Использование стекол, содержащих в качестве красителей оксиды титана и железа, для формирования защитной оболочки жесткого оптического волокна позволяет получить волоконно-оптические изделия, работающие в ИК-области спектра.

С целью получения согласованных по реологическим свойствам стекол для световедущей жилы, светоотражающей и защитной оболочек проводилось сопоставление их показателей вязкости в диапазоне $10^9–10^4 \text{ Па}\cdot\text{с}$.

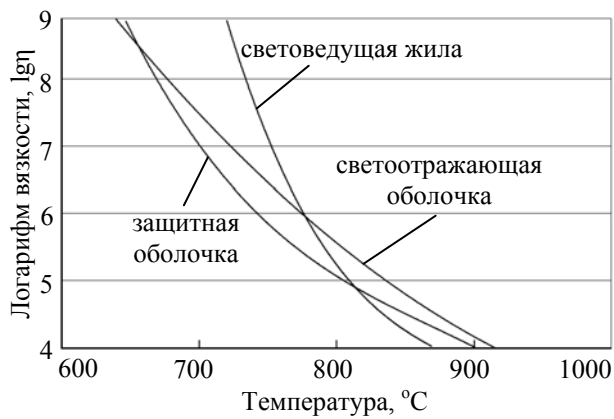
Принципы подбора стекол для защитной оболочки оптического волокна по вязкостным характеристикам на основе экспериментально установленных взаимосвязей вязкости стекол и качества волоконно-оптических изделий, изготавливаемых на ОАО «Завод “Оптик”», иллюстрирует рис. 1

Как следует из рис. 1а, вязкость стекла для защитной оболочки ниже вязкости стекла для световедущей жилы и светоотражающей оболочки в интервале температур 650–800°C, отвечающем вытягиванию многожильного волокна и прессования пакета многожильных волокон. В области температур более 800°C показатели вязкости стекла защитной оболочки выше, чем у стекла световедущей жилы.

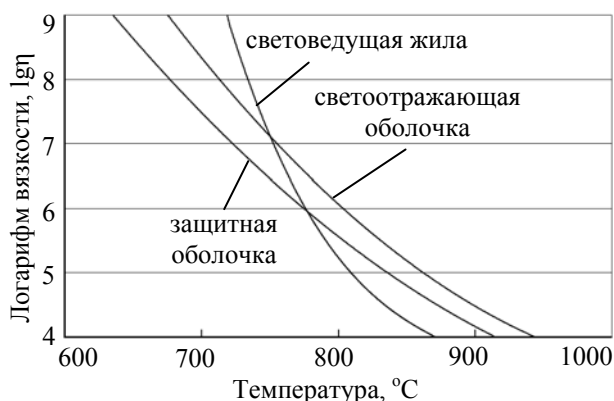
Соотношение вязкостных характеристик стекол для световедущей жилы, светоотражающей и защитной оболочек в температурных интервалах, соответствующих стадиям перетяжки пакета одножильных волокон в многожильное (интервал значений вязкости $10^4–10^{5,5} \text{ Па}\cdot\text{с}$) и прессования пакета многожильных волокон (интервал значений вязкости $10^{6,5}–10^{8,5} \text{ Па}\cdot\text{с}$), пред-

ставленные на рис. 1а, являются условием формирования требуемых геометрических параметров волоконно-оптических элементов.

На рис. 2а представлена структура волоконно-оптического элемента, геометрические параметры которого обеспечивают требуемую пропускную способность.



а



б

Рис. 1. Температурные зависимости вязкости стекол для оптического волокна

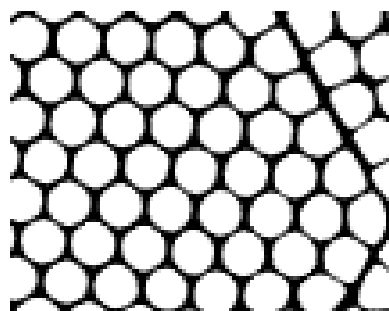
Напротив, более высокие показатели вязкости стекла защитной оболочки в сравнении со стеклом светоотражающей оболочки, что иллюстрирует рис. 1б, приводят к появлению неплотностей на границах контакта многожильных световодов в волоконно-оптическом изделии. Это является причиной отсутствия вакуумплотности готовых волоконно-оптических пластин.

Отсутствие согласования по показателям вязкости стекол в температурных интервалах, соответствующих технологическим стадиям изготовления волоконно-оптических изделий, приводит к нарушению их геометрии и, как следствие, к снижению их пропускной способности и чистоты поля зрения.

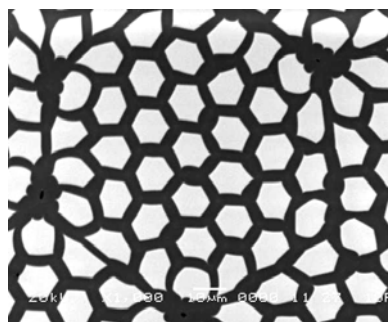
Структуру такой волоконно-оптической пластины демонстрирует рис. 2б. В данном случае вязкость стекла защитной оболочки в

температурном интервале вытягивания многожильного волокна ниже вязкости стекла световедущей жилы.

В случае изготовления твистеров – волоконно-оптических элементов, обеспечивающих поворот изображения на 180°, – следует учитывать следующие технологические особенности.



а



б

Рис. 2. Фрагменты структуры волоконно-оптических пластин

Увеличение разницы между показателями вязкости стекол световедущей жилы и оболочек в интервале температур прессования и изготовления твистера (630–680°C) вызывает увеличение диффузии красителей из защитной оболочки в световедущую жилу. Это наблюдается в случае использования защитной оболочки с более высокими показателями вязкости, чем у световедущей жилы. В образцах волоконно-оптических изделий, в которых толщины оболочек одинаковые вследствие соответствия показателей стекол световедущей жилы, светоотражающей и защитной оболочек по вязкостным характеристикам, отсутствует структурная сетка в центральной зоне тех твистеров, для которых деформация световодов минимальна.

Заключение. Таким образом, вязкостные характеристики стекол для многожильного оптического волокна являются определяющими в отношении геометрических параметров волоконно-оптических изделий и во многом определяют их пропускную способность, контрастность и чистоту поля зрения. Проведенные ис-

следования показали, что существенное влияние на стабильность процесса формирования многожильного оптического волокна и волоконно-оптических элементов и, как следствие, на их качество оказывают характеристики сте-

кол для защитной оболочки жесткого оптического волокна, синтезированных на основе системы $\text{Na}_2\text{O} - \text{K}_2\text{O} - \text{B}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$, составы которых выбираются применительно к виду и назначению волоконно-оптических изделий.

Литература

1. Стерлинг-младший Д. Дж. Волоконная оптика. М.: Изд-во ЛОРИ, 1998. 302 с.
2. Полухин В. Н. Стекла для волоконной оптики // Оптико-механическая промышленность. 1968. № 9. С. 34–38.
3. Левицкий И. А., Папко Л. Ф., Дяденко М. В. Стекловидные материалы для изделий волоконной оптики // Механика и технологии. Таразский государственный университет, 2014. № 1. С. 60–68.
4. Дяденко М. В. Особенности получения стекол для оболочек жесткого многомодового оптического волокна // Оптический журнал. 2014. № 8. С. 68–79.
5. Левицкий И. А., Папко Л. Ф., Дяденко М. В. Реологические свойства боросиликатных стекол и расплавов // Стекло и керамика. 2013. № 6. С. 6–10.

References

1. Sterling-m. D. Dj. *Volokonnaya optika* [Fiber optics]. Moscow, LORI Publ., 1998. 302 p.
2. Polukhin V. N. Glass for optical fiber. *Optiko-mekhanicheskaya promyshlennost'* [Mechano-optical industry], 1968, no 9, pp. 34–38 (In Russian).
3. Levitskiy I. A., Papko L. F., Dyadenko M. V. Glass material for fiber-optical products. *Mekhanika i tekhnologii. Tarazskiy gosudarstvennyy universitet* [Mechanics and technologies], 2014, no. 1, pp. 60–68 (In Russian).
4. Dyadenko M. V. Features of the production of glasses for claddings of rigid multimode optical fiber. *Opticheskiy zhurnal* [Journal of Optical Technology], 2014, no. 8, pp. 68–79 (In Russian).
5. Levitskiy I. A., Papko L. F., Dyadenko M. V. Rheological properties of borosilicate glasses and melts. *Steklo i keramika* [Glass and Ceramics], 2013, no. 6, pp. 208–212 (In Russian).

Информация об авторах

Левицкий Иван Адамович – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой технологии стекла и керамики. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: levitskii@belstu.by

Папко Людмила Федоровна – кандидат технических наук, доцент кафедры технологии стекла и керамики. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: papko@belstu.by

Дяденко Михаил Васильевич – кандидат технических наук, доцент кафедры технологии стекла и керамики. Белорусский государственный технологический университет (220006, г. Минск, ул. Свердлова, 13а, Республика Беларусь). E-mail: dyadenko@belstu.by

Information about the authors

Levitskiy Ivan Adamovich – DSc (Engineering), Professor, Head of the Department of Glass and Ceramics Technology. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: levitskii@belstu.by

Papko Lyudmila Fedorovna – PhD (Engineering), Assistant Professor, the Department of Glass and Ceramics Technology. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: papko@belstu.by

Dyadenko Mikhail Vasil'evich – PhD (Engineering), Assistant Professor, the Department of Glass and Ceramics Technology. Belarusian State Technological University (13a, Sverdlova str., 220006, Minsk, Republic of Belarus). E-mail: dyadenko@belstu.by

Поступила 22.03.2016