

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 598 093** ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(51) МПК
[C03C 25/62 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: прекратил действие, но может быть восстановлен (последнее изменение статуса: 09.04.2018)

(21)(22) Заявка: [2015125566/03](#), 26.06.2015(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
26.06.2015

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.06.2015

(45) Опубликовано: [20.09.2016](#) Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: КАШАЙКИН П.Ф. и др.
Повышение радиационной стойкости волоконных световодов в технологии MCVD. Фотоэкспресс, N6 (110), 2013, с.152-153. RU 2023690 C1, 30.11.1994. RU 2178901 C2, 27.01.2002. US 5992181 A1, 30.11.1999. US 4669821 A1, 02.06.1987.

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19,
УрФУ, Центр интеллектуальной
собственности, Маркв Т.В.

(72) Автор(ы):

Шульгин Борис Владимирович (RU),
Ищенко Алексей Владимирович (RU),
Бажуков Сергей Иванович (RU),
Шонохова Анастасия Андреевна (RU),
Штыков Александр Николаевич (RU),
Шалимов Леонид Николаевич (RU),
Манько Николай Григорьевич (RU),
Шестаков Геннадий Васильевич (RU),
Иванов Владимир Юрьевич (RU),
Клинов Федор Михайлович (RU),
Жукова Лия Васильевна (RU),
Корсаков Александр Сергеевич (RU),
Андреев Владимир Сергеевич (RU),
Петров Владимир Леонидович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU),
ОАО "НПО автоматики имени академика
Н.А. Семихатова" (RU)

(54) СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ РАДИАЦИОННОЙ СТОЙКОСТИ И СТАБИЛИЗАЦИИ СВЕТОПРОПУСКАНИЯ GERMAHO-СИЛИКАТНЫХ СТЕКЛОВОЛОКОН

(57) Реферат:

Изобретение относится к германо-силикатным стекловолокнам. Технический результат изобретения заключается в снижении уровня радиационно-наведенного поглощения, повышении трансмиссионных свойств и надежности Ge-SiO₂ стекловолокон, работающих в радиационных полях. Германо-силикатные стекловолокна облучают на воздухе пучком электронов с энергией 10 МэВ, при токе 1000 мкА в несколько этапов, доводя дозовую нагрузку до 20, 30, 40 и 50 кГр с промежуточными отжигами стекловолокон при комнатной температуре в течение 2-3 часов после каждого этапа облучения. 1 табл.

Изобретение относится к области технологий, улучшающих/стабилизирующих трансмиссионные характеристики стекловолокон, относится к области технологий, повышающих радиационную стойкость и стабилизирующих светопропускание

германо-силикатных стекловолокон, используемых в волоконно-оптических линиях связи и в других устройствах волоконной оптики: в волоконно-оптических гироскопах, датчиках вибрации и других волоконно-оптических датчиках внешних физических воздействий.

Радиационная стойкость германо-силикатных стекловолокон и их светопропускание определяют трансмиссионные свойства и надежность оптоволоконных линий связи и других оптоволоконных устройств, особо устройств, работающих в радиационных полях. Актуальной проблемой остается разработка технологий, обеспечивающих создание работающих в радиационных полях стекловолокон с высоким уровнем светопропускания, и технологий, снижающих уровень радиационно-наведенного поглощения (РНП) в волокнах. Ведется поиск способов снижения РНП, возникающего в германо-силикатных и других стекловолоконках под действием радиации, повышения их радиационной стойкости и стабилизации светопропускания.

Известен способ MCVD [1] получения стекловолокон с фторсиликатной оболочкой и сердцевиной из фторсиликатного или нелегированного кварцевого стекла, вызывающий повышение радиационной стойкости стекловолокон. Однако известный способ не обеспечивает повышения радиационной стойкости и стабилизации светопропускания стекловолокон: РНП в MCVD-световодах (зависящее от режимов синтеза сердцевины и режимов синтеза фторсиликатной светоотражающей оболочки) для случая воздействия на них гамма-излучения повышенных доз (дозой до 8,1 кГр [1]) оказалось высоким, снижающим уровень светопропускания до 4,5 Дб/км. Это в два раза хуже, чем радиационная стойкость стекловолокон, серийно выпускаемых фирмой «Фуджикура» для диапазона доз до 10 кГр (данные приведены в работе [1] на рис. 1, кривые 6 и 7).

Известен способ [2] оценки радиационной стойкости стекловолокон различных типов по величине регистрируемого для них РНП и сравнения его с РНП эталона, в качестве которого выбрано волокно SMF-28e+™ со световедущей сердцевиной, легированной германием (волокно фирмы «Corning»). Известные данные по радиационной стойкости волокон фирмы «Corning» приведены в [5]. Однако для анализируемого в работе [2] эталонного волокна фирмы «Corning», описанного в [5], и волокон, созданных другими производителями, например, для волокна типа «PANDA» [2] со световедущей сердцевиной, легированной Ge (5 мол.%), величина РНП при росте дозы облучения γ -излучением от $2 \cdot 10^4$ до $1,8 \cdot 10^5$ рентген при мощности дозы 4,3 Р/с непрерывно возрастала от 4 до 8 и даже до 16 Дб/км для различных типов стекловолокон. Таким образом, известный способ оценки радиационной стойкости различных стекловолокон [2] путем их сравнения с эталоном при использовании в качестве эталона волокна фирмы «Corning» не обеспечивает повышения их радиационной стойкости до уровня радиационной стойкости германо-силикатных стекловолокон фирмы Фуджикура, равной 2 Дб/км в диапазоне доз гамма-излучения до 10 кГр при мощности дозы 1,6 Гр/с. Исследований воздействия более высоких доз гамма-излучения на трансмиссионные свойства германо-силикатных волокон фирмы Фуджикура и волокон других типов в работах [1-5] не проводилось. Не проводились также исследования по влиянию других типов корпускулярного излучения, таких как электронные пучки, особо пучки высоких энергий (10 МэВ), на трансмиссионные свойства стекловолокон. Не известно влияние электронных пучков высоких энергий в случае высоких доз до 20-50 кГр на светопропускание, радиационную стойкость и на стабилизацию светопропускания германо-силикатных стекловолокон.

Задачей изобретения является разработка способа повышения радиационной стойкости и стабилизации светопропускания германо-силикатных стекловолокон.

Задача изобретения решается за счет того, что для повышения радиационной стойкости и стабилизации светопропускания германо-силикатных стекловолокон их облучают в атмосфере воздуха сильноточным пучком электронов с энергией 10 МэВ при токе пучка электронов 1000 мкА, причем облучение проводят в несколько этапов, последовательно доводя дозную нагрузку до доз 20, 30, 40 или 50 кГр с промежуточными отжигами стекловолокон для каждой дозовой нагрузки в течение 2-3 часов при комнатной температуре.

Сущность предлагаемого изобретения связана не только с выбором типа радиационного воздействия: вместо гамма-лучей для радиационного воздействия на германо-силикатные волокна используют сильноточный пучок электронов с энергией 10 МэВ при токе пучка электронов 1000 мкА, и не только с выбором повышенного диапазона доз облучения, но и с режимом облучения, которое проводят в несколько этапов до доз 20, 30, 40 или 50 кГр, сущность предлагаемого изобретения связана

также с тем, что в конце каждого этапа облучения проводят промежуточный отжиг облученных германо-силикатных стекловолокон в течение 2-3 часов при комнатной температуре.

От гамма-облучения сделан переход к облучению волокон корпускулярным излучением - электронами с энергией 10 МэВ и током пучка 1000 мкА в диапазоне повышенных доз, доводя последовательно дозовую нагрузку до 20, 30, 40, 50 кГр, при которых происходят эффекты радиационного отжига и снижение РНП. Для их усиления в предлагаемом техническом решении радиационное воздействие сочетано с дополнительным технологическим фактором, с температурным отжигом, проводимым после каждого этапа набора доз, ведущим к снижению РНП за счет отжига дефектов и увеличению прозрачности облучаемого стекловолокна.

Пример осуществления способа

В качестве образцов стекловолокон использовали коммерческие кварцевые стекловолокна марки Fujikura 7 SM, стандартные, одномодовые с жилой, изготовленной из особо чистого кварца, легированного Ge. Оболочка - особо чистый SiO₂. Покрытие - двухслойный акрилат. Содержание и профиль распределения примеси германия (3,61 вес.%) в жиле и оболочке исследуемых стекловолокон предварительно определяли по оригинальному способу, разработанному авторами настоящего технического решения. (Способ определения профиля поперечного распределения примеси германия в жиле и оболочке кремниевых стекловолокон. Патент РФ №2548716, зарегистрирован 04 марта 2015 г. по заявке на изобретение №2013142549 от 17.09.2013. Авторы: А.В. Ищенко, Е.К. Чистякова, А.Н. Штыков, Л.Н. Шалимов, Н.Г. Манько, Г.В. Шестаков, И.А. Вайнштейн, В.Ю. Иванов, А.Н. Черепанов и Б.В. Шульгин).

Аппаратура для облучения включала в себя отечественный линейный ускоритель электронов модели УЭЛР-10-10 С. Энергия ускоренных электронов составляла 10 МэВ, мощность ускорителя 10 кВт. Ток пучка электронов 1000 мкА. Ускоритель установлен и функционирует в специальном зале при кафедре экспериментальной физики в Инновационном внедренческом центре радиационной стерилизации физико-технологического института Уральского федерального университета. Стекловолокно SiO₂-GeO₂, известное своей повышенной радиационной стойкостью [1], длиной 4 м, закрепленное в виде витков на картонном диске (диаметром около 20 см), размещалось на рабочем конвейере ускорителя в зале доступа персонала, после чего включали конвейер и стекловолокно со скоростью 1 м/мин доставлялось в зону облучения. Дозы электронного облучения, задаваемые с помощью специальной программы, набирались последовательно. Они были равны 20, 30, 40 и 50 кГр. После каждого облучения исследуемое волокно быстро доставлялось в Инновационный Центр инфракрасной волоконной оптики химико-технологического института УрФУ, где проводился отжиг образца при комнатной температуре и определялась светопроводимость волокна на специальном оптическом стенде фирмы STANDA, на котором размещен оптический тестер японской фирмы EXFO модели FOT-300. Оптический тестер включает в себя источник излучения (лазер с длиной волны 1,31 мкм) и приемник излучения на длине волны 1,31 мкм. Измеряли уровень мощности (несколько милливольт) лазерного излучения (прошедшего через облученное волокно) с длиной волны 1,31 мкм. Предварительно измерения проводились для необлученного образца стекловолокон и облученного до дозы 10 кГр (такая доза ранее применялась в случае облучения стекловолокон гамма-излучением).

Измерения светопроводимости проводили на специальном оптическом стенде фирмы STANDA оптическим тестером японской фирмы EXFO модели FOT-300 путем измерения уровня мощности лазерного излучения с длиной волны 1,31 мкм, пропускаемого испытываемым одномодовым германо-силикатным стекловолокном. Проводили через 2-3 часа после окончания процедуры набора первой дозы облучения, когда процессы отжига в волокне в основном заканчивались, а затем еще несколько раз после каждого очередного облучения стекловолокон спустя 2-3 часа после окончания процедуры каждого облучения. Использовался один и тот же образец для всех доз облучения. Необходимость проведения таких измерений была обусловлена замеченным улучшением светопропускания радиационно-модифицированных волокон по мере их выдержки (отжига) при комнатной температуре после облучения в течение нескольких, предпочтительно 2-3, часов. Более длительный отжиг в течение 3-4 часов никаких преимуществ не давал.

Полученные результаты измерений светопроводимости для диапазона доз (10, 20, 30 и 50 кГр) приведены в таблице. Уже после первой повышенной дозы облучения одномодовых германо-силикатных стекловолокон (20 кГр) была замечена стабилизация (улучшение) их прозрачности в сравнении с дозой 10 кГр. Если до

радиационного воздействия пропускаемая через стекловолокно мощность пробного светового сигнала составляла 2,7 мВт, то после повышенного радиационного воздействия она выросла и оказалась равной 3,04 мВт. Эта величина (см. таблицу) мало изменялась и после следующих этапов облучения до доз 30, 40 и 50 кГр. (Для дозы 40 кГр получены те же данные, что и для дозы 30 кГр, они в таблице не приведены). Это свидетельствует о стабилизации трансмиссионных свойств стекловолокон: их светопропускание не ухудшается, а стабилизируется и даже улучшается на 14% в сравнении с необлученным волокном длиной 4 м, а в сравнении с волокнами других типов, например MCVD [1], улучшается более чем на 45%. Рост пропускаемой мощности связан с естественным отжигом образцов, происходящим при комнатной температуре и снижающим уровень дефектов (кластеров типа Si-Si) в жиле и оболочке стекловолокна. Для дозы 50 кГр мощность выходного сигнала на выходе остается на уровне 3,1 мВт. Ухудшения прозрачности волокна не замечено. Более высокие дозы облучения приводят к снижению светопропускания германо-силикатных стекловолокон. Перерасчет на радиационно-наведенное поглощение (РНП) для волокон фирмы Фуджикура сделан с использованием данных [1, 5]. Аналогичные результаты получены для катушки волокон фирмы Фуджикура длиной до 600 м с габаритами около 10×30 см.

Таблица. Влияние дозы электронного облучения на светопропускание германо-силикатных стекловолокон фирмы Фуджикура.

Доза , кГр	10	20	30	50
Мощность на выходе, мВт	3,09	3,04	от 3,064 до 3,132	3,1
РНП, перерасчет, Дб/км	2,3	2,2	2,1 – 2,2	2,2

Обнаруженные эффекты стабилизации светопропускания, а также улучшения радиационной стойкости стекловолокон фирмы Фуджикура после их поэтапного облучения электронами до доз 20, 30, 40 и 50 кГр с промежуточными отжигами при комнатной температуре после каждой дозы облучения, связанные с процессами радиационного отжига (в процессе облучения) и процессами промежуточного термического отжига стекловолокон, существенно улучшают их радиационную стойкость к дозам облучения, вплоть до высоких доз 50 кГр, стабилизируют светопропускание и открывают возможность создания на базе облученных стекловолокон эффективных датчиков и устройств волоконной оптики многоцелевого назначения, способных работать в высокодозных радиационных полях с дозовой нагрузкой до 50 кГр.

Проводимая по предлагаемому способу радиационно-термическая обработка германо-силикатных стекловолокон действует как «прививка» против радиационных «стрессов», испытываемых волокнами при радиационных воздействиях, особо при радиационных атаках, стабилизирует светопропускание и в целом стабилизирует трансмиссионные свойства стекловолокон и волоконных устройств, увеличивает их надежность (и, соответственно, срок службы). Предложенный способ пригоден для улучшения параметров не только одномодовых, но и многомодовых стекловолокон и волоконных Ge-SiO₂ кабелей, что является дополнительным преимуществом предлагаемого способа.

Технический эффект: снижение уровня радиационно-наведенного поглощения, повышение трансмиссионных свойств и надежности Ge-SiO₂ стекловолокон, работающих в радиационных полях.

Источники информации

1. Кашайкин П.Ф., Салганский М.Ю., Томашук А.Л., Абрамов А.Л., Хопин В.Ф., Гурьянов А.Н., Ницев К.Н., Дианов Е.М. Повышение радиационной стойкости волоконных световодов в технологии MCVD. Фотон-экспресс, №6 (110), 2013, с. 152-153.
2. Долгов И.И., Долгов П.И., Степанов Е.А., Иванов Г.А., Акопов С.Г. Реализация концепции сравнительного эталона радиационно-наведенного оптического поглощения на волокне SMF-28e+™. Фотон-экспресс, №6 (110), 2013, с. 1545-157.
3. Долгов И.И., Степанов Е.А. Иерархия CWDM каналов с точки зрения радиационной стойкости. Фотон-экспресс, №6 (110) 2013, с. 299.
4. Taylor T.V. J. of Lightwave Technology, v. 8, №6. 2011.
5. Wijnands Th. et al., J. of Lightwave Technology, v. 29, 2011, p. 3393-3400.

Формула изобретения

Способ повышения радиационной стойкости и стабилизации светопропускания германо-силикатных стекловолокон путем их облучения на воздухе в полях радиации, отличающийся тем, что облучение германо-силикатных стекловолокон проводят пучком электронов с энергией 10 МэВ, при токе 1000 мкА в несколько этапов, доводя дозовую нагрузку до 20, 30, 40 и 50 кГр с промежуточными отжигами стекловолокон при комнатной температуре в течение 2-3 часов после каждого этапа облучения.

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: **27.06.2017**

Дата внесения записи в Государственный реестр: **03.04.2018**

Дата публикации и номер бюллетеня: **[03.04.2018](#) Бюл. №10**