

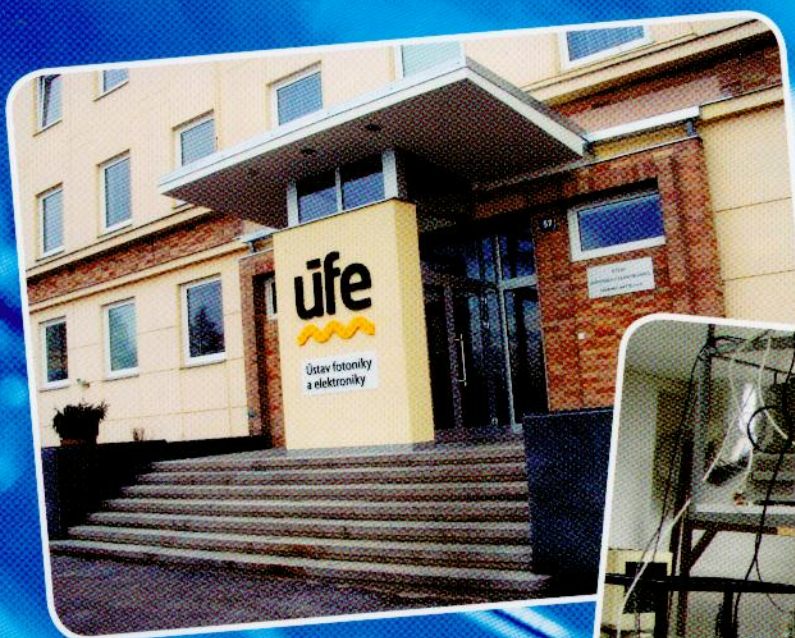
**4**

**2010**

# JMO

## JEMNÁ MECHANIKA A OPTIKA FINE MECHANICS AND OPTICS

ÚSTAV FOTONIKY A ELEKTRONIKY AKADEMIE VĚD ČR, v.v.i.  
INSTITUTE OF PHOTONICS AND ELECTRONICS AS CR, v.v.i.



**www.uře.cz**

CHABERSKÁ 57, 182 51 PRAHA 8 - KOBYLISY



## Tažení optických vláken v Ústavu fotoniky a elektroniky

Článek se zabývá procesem tažení optických vláken na základě výsledků výzkumu Oddělení optických vláken Ústavu fotoniky a elektroniky AV ČR, v.v.i. (ÚFE). Je v něm uveden souhrn základních procesů ve skelných materiálech při tažení vláken z preformy i popis unikátních experimentálních zařízení v ÚFE. Dále jsou ukázány příklady výsledků tažení vláken dopovaných prvky vzácných zemin s kruhovým i nekruhovým průřezem pro vláknové lasery a zesilovače. Článek rovněž popisuje tažení speciálních vláken pro optické vláknové senzory jako jsou sektorová vlákna, vlákna s invertovaným gradientním profilem, vlákna z nízkotavitelných optických skel, vlákna chalkogenidová i vlákna mikrostrukturální. V závěru se článek zabývá kontinuálním tažením vláken pokrytých nanočásticemi anatasu pro fotokatalýzu.

**Klíčová slova:** tažení, optické vlákno, laser, zesilovač, sensor

### 1. ÚVOD

Tažení optických vláken je proces tváření výchozích materiálů do výsledného tvaru, jehož příčné rozměry jsou mnohem menší než rozměry podélné. Tento tvar je u většiny optických vláken válcový. Připravit optické vlákno reprezentuje přetvořit výchozí materiál tak, aby vlákno mělo požadované fyzikální vlastnosti. To znamená jednak splnění základních požadavků, že vlákno musí mít jádro obklopené optickým pláštěm s nižším indexem lomu a musí být propustné pro světlo. K tomu mohou přistoupit požadavky na úroveň optických ztrát jádra a pláště, jejich absorpční a luminiscenční vlastnosti, rozsah změn rozměrů jádra a pláště vlákna s délkou vlákna (u kónicky zúžených vláken - taperů), fyzický přístup k jádru, atp. Navíc, vlákno musí mít mechanické vlastnosti takové, že je s ním možné provádět měření, brousit a leštit je, konektovat, kabelovat atp.

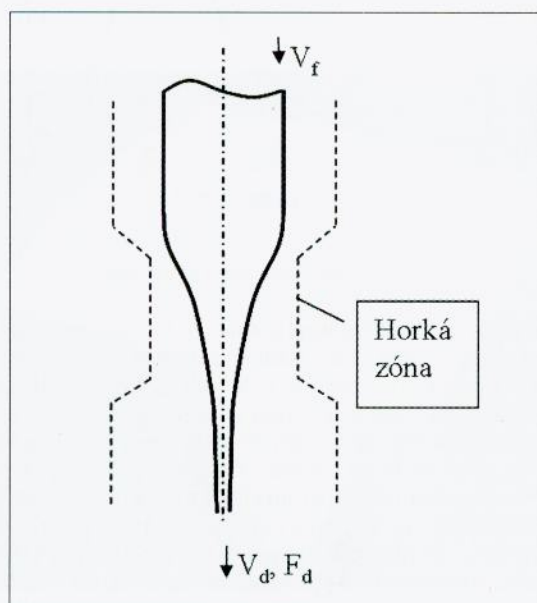
Výchozí materiály pro tažení optických vláken jsou obvykle materiály skelné, ale optická vlákna byla připravena i z polymerů [1, 2] a látek krystalických jako je safír nebo halogenidy stříbra ( $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgBr}$ ,  $\text{ZnCl}_2$ ) [3]. Při tažení optických vláken ze skelných a polymerních materiálů existuje řada podobných rysů, které nelze nalézt u přípravy vláken z krystalů. Proto jsou u těchto materiálů

optická vlákna tažena z taveniny nebo formována protlačováním materiálu tryskou při teplotách nižších než bod tání [3].

V případě skelných materiálů se využívá spojitého přechodu mezi kapalnou a pevnou fází. Výchozí materiál je v horké zóně pece ohřát na teploty zajišťující viskozitu řádově  $10^3 - 10^5$  Pa.s. Při tomto ohřátí dojde pod vlivem tažné síly ( $F_d$ ), viskózních napětí a povrchového napětí k protažení a zúžení materiálu v horké zóně pece (viz obr. 1). Na výstupu z horké zóny v důsledku snížení teploty dojde ke zvýšení viskozity materiálu a k novému skelnému přechodu (viskozita  $10^{13.3}$  Pa.s). Tím transportní procesy hybnosti, energie i látek v materiálu „zamrznou“ a proces tváření se zastaví.

U skelných materiálů můžeme pro proces tažení optických vláken nalézt tři hlavní experimentální uspořádání, kterými jsou metoda jednoduchého nebo dvojitého kelímku, metoda tyč v trubce a tažení z preformy [4]. U metody tažení z kelímku je výchozí materiál umístěn do kelímku a zahřát na teplotu zajišťující jeho viskozitu v řádu  $10^3 - 10^4$  Pa.s. To umožní tok tohoto materiálu otvorem (tryskou) ve dně kelímku a po ochlazení pod tryskou tvorbu vlákna. Naopak u dalších dvou metod jsou viskozity při procesu tažení vyšší a výchozí materiály jsou do horké zóny pece podávány rychlostí  $V_f$  a taženy rychlostí  $V_d$ .

V dnešní době se pro přípravu optických vláken využívá zejména tažení optického vlákna z preformy. Ačkoliv preforma má vlastnosti nezbytné k tomu, aby vytažené vlákno mělo navržené fyzikální vlastnosti, není proces tažení vlákna čistě mechanické zmenšení průměru preformy na průměr vlákna. Každou preformu lze na základě jejích vlastností charakterizovat určitým rozsahem klíčových podmínek procesu tažení, tj. teploty tažení, rychlosti podávání, rychlosti tažení atp. Tyto podmínky musí zajistit tažení preformy jako celku (ne pouze jádra nebo pláště) ve formě vlákna, ne v kapkách nebo krátkých úsecích, musí zamezit tvorbě krystalů, omezit difuzní procesy ve skle, atp. Určení klíčových proměnných tohoto procesu je obsahem základního výzkumu přípravy optických vláken, k němuž přispívá i Oddělení optických vláken Ústavu fotoniky a elektroniky (ÚFE) a to v oblasti přípravy optických vláken využívajících oxidická a chalkogenidová skla. Tento výzkum využívá téměř třicetiletou zkušenost klíčových osobností oddělení při výzkumu přípravy optických vláken i unikátní experimentální zařízení pro tuto přípravu instalovaná v oddělení. Těsné propojení s teoretickým a experimentálním výzkumem vlastností vláken v ÚFE umožňuje výzkum v oddělení zaměřit na nové a původní struktury optických vláken. Podmínky tažení vybraných typů těchto vláken a jejich fyzikální charakteristiky jsou popsány dále v tomto článku.

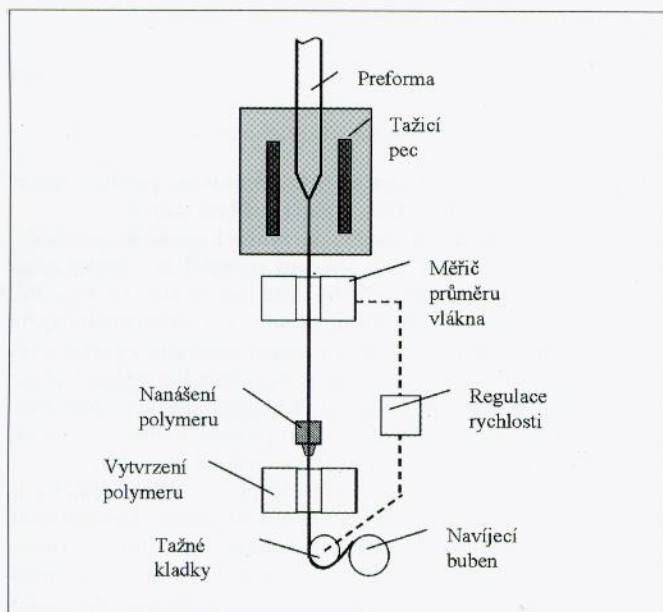


Obr. 1 Schéma protažení preformy v horké zóně tažící pece



## 2. EXPERIMENTÁLNÍ ZAJIŠTĚNÍ

Oddělení optických vláken ÚFE je vybaveno dvěma experimentálními tažicími zařízeními o výškách asi 7 m (viz foto v odkazu [5]). Tato zařízení jsou jediná v rámci ČR. Schéma tažicího zařízení je na obr. 2. Jedno zařízení pracuje s grafitovou odporovou pecí Centor (USA), druhé s podobnou pecí fy. Special Gas (UK). Obě pece jsou použitelné pro tváření preforem při teplotách 1500-2300 °C. Tyto grafitové pece umožňují tažení vláken z preforem o průměru maximálně 21 mm a délce do 1000 mm. Na jednom z tažicích zařízení je dále nainstalována odporová pec s keramickým elementem pro tažení vláken při teplotách 200-1000 °C (Krička s.r.o., ČR). U vlákna vycházejícího z pece je měřen průměr. K měření jsou používány laserové měřiče průměru vyvinuté v ÚFE nebo v ID Lab s.r.o., ČR. Údaje z měřiče průměru vstupují do jednotky regulace rychlosti tažení, kde se používají jako vstupní údaj pro proporcionálně-integračně-derivační regulátor. V oddělení se používá jedna regulační jednotka vyvinutá v ÚFE, druhá byla vyvinutá v ID Lab s.r.o., ČR.



Obr. 2 Schéma tažicího zařízení

Po výstupu z měřiče průměru prochází vlákno jednotkou na nanášení funkčních vrstev s využitím polymerů nebo koloidních roztoků (soly) [6]. Ta sestává z kovové nebo polymerní trysky doplněné otevřeným zásobníkem. Průchodem vlákna tryskou lze na povrch nanést vrstvu s tloušťkou 0,5-100 μm v závislosti na rozměrech trysky a vlastnostech nanášeného polymeru. Polymerní pokrvy mají zejména ochrannou funkci, brání adsorpci vlhkosti na povrchu skla a tím i snížení mechanické pevnosti vlákna.

Vrstva nanášená na vlákno se stabilizuje vytvrzením ve vytvrzovací jednotce, kde dojde k zesíťování polymeru nebo solu. K vytvrzení se používá odporová pec vlastní konstrukce s teplotami do 500 °C. Dále jsou na obou zařízeních instalovány jednotky pro UV vytvrzování nanášených materiálů (Heathway, USA).

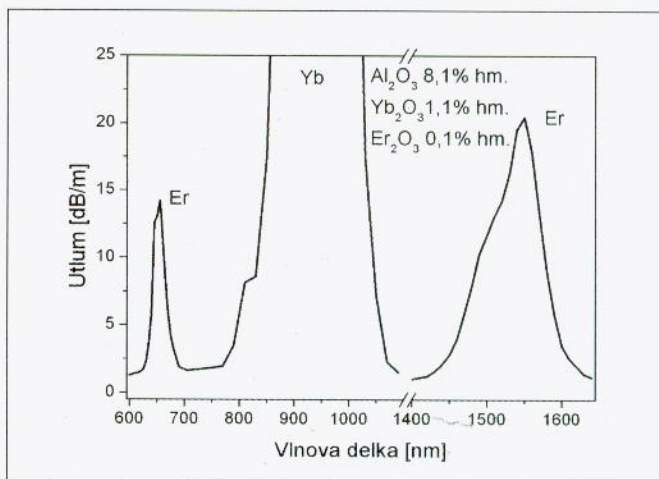
Vlákno vystupující z vytvrzovací pece prochází do tažných kladek, jejichž rychlost je řízena z jednotky regulace rychlosti tažení. Různá konstrukce kladek navržených a vyrobených v ÚFE umožňuje tažení vláken s průměry 0,05-5 mm. Po výstupu z kladek vlákno může být navinuto na cívky s průměrem 200-300 mm pomocí navíjecího zařízení Heathway (UK).

## 3. PŘÍPRAVA VLÁKEN

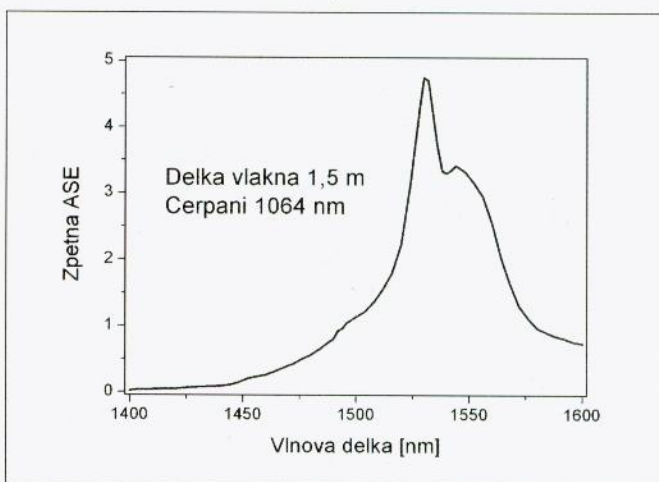
V období po listopadu 1989 se výzkum Oddělení optických vláken zaměřil na procesy tažení speciálních vláken pro vláknové lasery a zesilovače, senzory a fotokatalýzu.

### 3.1. Vlákna dopovaná prvky vzácných zemin s kruhovým průřezem

Tato vlákna jsou připravena z křemene a dopována v jádře prvky vzácných zemin, erbiem, yterbiem nebo thuliem, které mají požadované absorpční pásy (900-1100 nm) nezbytné pro excitaci luminiscence v oblasti 1450-1550 nm (viz křivku spektrálního útlumu na obr. 3). Tato luminiscence je základním předpokladem pro zesílenou spontánní emisi (ASE, Amplified Spontaneous Emission) v této oblasti odpovídající třetímu telekomunikačnímu oknu - 1550 nm (viz obr. 4). Pro zamezení zhášení luminiscence shlukováním („klastrováním“) iontů je jádro vlákna dopováno oxidem hliníovým a fosforečným v obsahu do 10 mol %. Na křivce spektrálního útlumu těchto vláken lze najít jak pásy charakteristické pro prvky vzácných zemin, tak vyšší základní útlum (na úrovni do 0,1 dB/m) daný jejich přípravou (obr. 3).



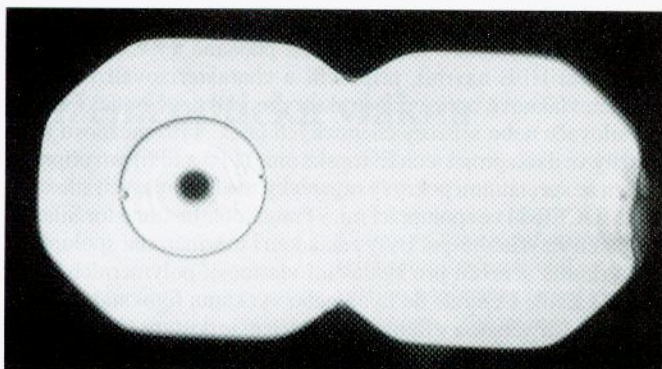
Obr. 3 Spektrální útlum vlákna dopovaného oxidy hliníku, erbia, yterbia



Obr. 4 Zesílená spontánní emise erbia

Proces tažení těchto vláken je analogický procesu tažení telekomunikačních vláken s tím zásadním rozdílem, že viskozita jádra preformy v horké zóně pece je vyšší než viskozita křemenného pláště. To je způsobeno dopováním oxidem hliníovým. Navíc může u těchto materiálů docházet k fázovému odměsení a tím i ke zvýšení základního útlumu. Proto teplota a rychlost tažení musejí vycházet z těchto rozdílů. Při experimentálním výzkumu tažení těchto vláken byla úspěšně připravena řada vzorků. Tyto vzorky, pokryté polymerním ochranným pláštěm z UV vytvrzitelného akrylátu (De Sotto, Nizozemsko), byly úspěšně testovány pro generaci optických solitonů [7]. Další detaily lze nalézt v článku P. Peterky a spol. v tomto čísle.





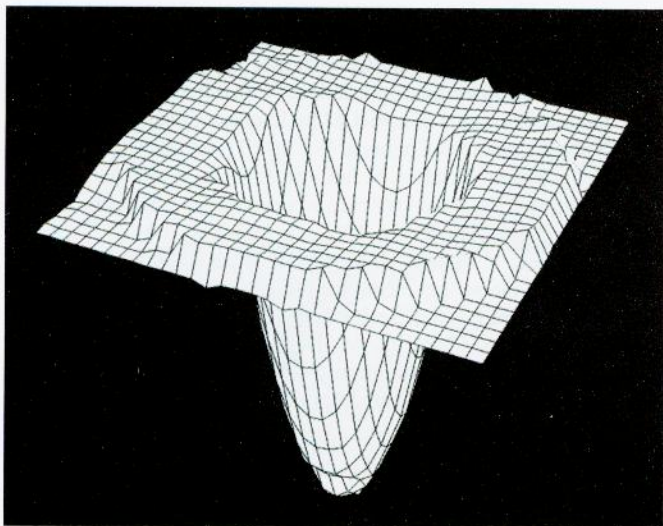
Obr. 5 Průřez vlákna typu stadion (maximální průměr 250  $\mu\text{m}$ )

### 3.1.1. Vlákna dopovaná prvky vzácných zemin s nekruhovým průřezem

Tato vlákna jsou určena pro vláknové lasery a zesilovače čerpané přes křemenný plášť vlákna. Pro toto čerpání je vlákno pokryté polymerem s indexem lomu nižším než křemen. Používá se polysiloxanový tepelně vytvrditelný polymer nebo fluorovaný UV akrylát s indexem lomu  $n_D \sim 1,4$ . Pro maximální využití čerpání z nekoherentní vysokovýkonové laserové diody byla v ÚFE teoreticky navržena a připravena vlákna s nekruhovým průřezem typu „stadion“ (viz obr. 5) [8]. Preforma pro tažení vlákna tohoto typu je složena ze dvou částí. Jedna část se připraví broušením a leštěním kruhové preformy dopované v jádře prvky vzácných zemin (viz 3.1.), druhá stejným postupem z křemenné tyčky. Proces tažení takové preformy musí probíhat při teplotách zajišťujících zachování vnějšího tvaru, slinutí obou částí preformy a jejich protažení do vlákna. Tažením při teplotách asi o 100  $^{\circ}\text{C}$  nižších než odpovídá teplotám při tažení standardních vláken byly připraveny vzorky vláken dopovaných yterbiem a erbiem, které byly úspěšně otestovány v různých uspořádáních vláknových laserů [8] (viz P. Peterka a spol. v tomto čísle).

### 3.2. Vlákna pro vláknové senzory

Tato vlákna mají strukturu navrženu tak, aby na rozdíl od telekomunikačních vláken měla definovanou citlivost k vnějším fyzikálním a chemickým faktorům. V ÚFE jsou zkoumána zejména vlákna pro evanescentní detekci chemických látek. V rámci tohoto výzkumu jsou studovány různé fyzikální přístupy pro zvýšení citlivosti PCS vláken [9]. Navíc byla teoreticky navržena a připravena vlákna s nekruhovým vnějším tvarem, tzv. sektorová s-vlákna nebo kruhová vlákna s invertovaným gradientním profilem indexu lomu, tzv. IGI (Inverted Graded Index) vlákna (viz obr. 6) [9].

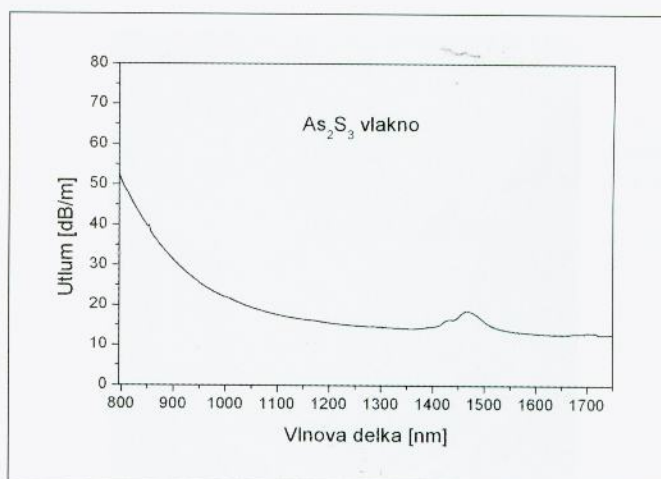


Obr. 6 Tomografický profil indexu lomu IGI vlákna dopovaného v jádře oxidem boritým

Při výzkumu přípravy s-vláken byly určeny rozsahy teplot a rychlosti tažení umožňující vytažení vlákna z broušené preformy, které umožňují potlačit vliv viskózních toků a povrchového napětí analogicky jako v případě tažení vlákna typu stadion. Vlákna byla pokryta polysiloxanovým optickým pláštěm a měla asi pětikrát vyšší citlivost ke změnám absorpčního koeficientu pláště než PCS vlákna [9].

Pro přípravu mnohavodivových IGI vláken bylo nutné vypracovat postupy pro odstranění vnější křemenné části preformy bez narušení IGI jádra a jeho popraskání v důsledku vysokých koncentrací oxidu boritého nebo germaničitého. K tomu bylo využito chemické odleptávání křemene směsí obsahující kyselinu fluorovodíkovou. Z takto opracovaných preform byly vytaženy vzorky IGI vláken s optickým pláštěm z polysiloxanového polymeru s citlivostí ke změnám indexu lomu v rozmezí indexů lomu 1,44 - 1,48 [10]. Nižší hodnota odpovídala dopování jádra oxidem boritým, vyšší oxidem germaničitým. Vysoká úroveň dopování jádra IGI vláken je spojená s teplotami tažení nižšími o 100-300  $^{\circ}\text{C}$  ve srovnání s telekomunikačními vlákny.

Pro rozšíření oblasti citlivosti k chemickým látkám byla v ÚFE zkoumána vlákna z vícekomponentních oxidických skel. Tato skla mají teploty měknutí asi 900-1100  $^{\circ}\text{C}$ . Proto pro tváření komerčně dostupných tyčinek (F2 sklo -  $n_D = 1,63$ , Schott, SRN) byla použita odporová pec s keramickým elementem. Tato vlákna byla pokryta polysiloxanovým optickým pláštěm a ve spolupráci s Ecole Centrale de Lyon byla využita pro výzkum síťování epoxidových polymerů doprovázený zvýšením indexu lomu a tedy snížením intenzity světla procházejícího vláknem [11].



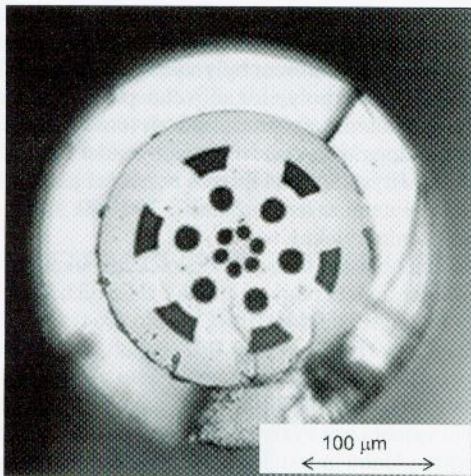
Obr. 7 Spektrální útlum chalkogenidového vlákna připraveného v ÚFE

Pro detekci změn absorpčního koeficientu ve střední infračervené oblasti mohou být použita vlákna chalkogenidová. V ÚFE byla tato vlákna tažená z tyčinek sulfidu arsenu připravených v Ústavu anorganické chemie AV ČR, v.v.i. K tažení těchto materiálů při teplotách asi 400  $^{\circ}\text{C}$  bylo nutné upravit pec s keramickým elementem tak, aby v horké zóně pece byla inertní atmosféra argonu potlačující oxidaci materiálů. Vlákna byla pokryta UV-vytvrditelným akrylátem. Jejich spektrální útlum je ukázán na obr. 7.

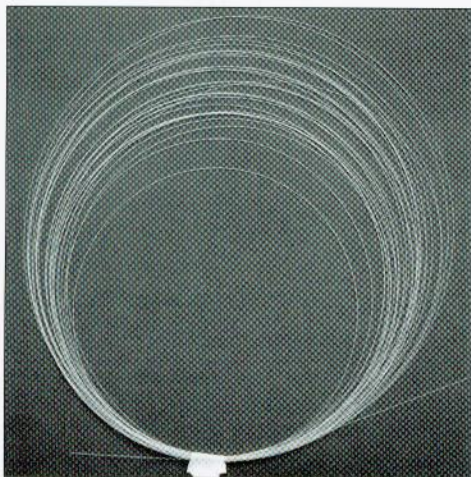
Pro chemickou detekci jsou v ÚFE zkoumána i vlákna mikrostrukturální. Tato vlákna jsou charakterizována řadou vzduchových děr v optickém plášti, které mohou být naplněny detekovanými chemikáliemi. Vlákna jsou obvykle připravena z čistého křemene. Proces přípravy vláken spočívá v sestavení výchozího svazku trubiček a centrální tyčinky jejich upevnění v obalové trubici a protažení do vlákna [12]. V tomto případě byl výzkum procesu přípravy zaměřen na určení vztahu mezi rozměrem trubiček, teplotou tažení a tlakem uvnitř trubiček. Pro studium poslední procesní proměnné bylo vyvinuto několik technických přístupů umožňujících řídit přetlak uvnitř trubiček.



Byly připraveny různé struktury mikrostrukturálních vláken (příklad viz obr. 8). Pro zvýšení citlivosti mikrostrukturálních vláken k plynným uhlovodíkům nebo kyslíku byly na stěnu vzduchových děr naneseny pórézní detekční vrstvy s využitím modifikace metody sol-gel vypracované v oddělení [13]. U mikrostrukturálních vláken připravených v ÚFE byla prokázána citlivost k plynnému toluenu pro koncentrace vyšší než 0,03 mol. % a k plynnému kyslíku pro koncentrace nad 0,5 mol. %. Další struktury mikrostrukturálních vláken jsou popsány v článkách V. Matějce a T. Martana a spol. v tomto čísle.



Obr. 8 Mikrostrukturální vlákno navržené a testované pro detekci kyslíku



Obr. 9 Foto křemenného vlákna pokrytého porézní vrstvou nanočástic anatasu

### 3.3. Vlákná pro fotokatalýzu

Při přípravě těchto vláken byla zkoumána možnost nanést na křemenná vlákna vrstvu nanočástic anatasu, který fotokatalyzuje řadu chemických reakcí. Taková vlákna by bylo možno využít ve fotokatalytických reaktorech, při rozkladu látek v nepřístupných místech atp. V oddělení byl zkoumán originální postup, kdy vrstva fotokatalyzátoru je nanášena během tažení vláken s použitím nanášecí trysky, tedy analogicky jako polymerní vrstva [6]. Tím lze připravit vlákna v délce několika metrů. Pro tento postup bylo nutné určit vlastnosti nanášené disperze i jejího tepelného vytvrzování, které umožní získat kompaktní pórézní vrstvu. Připravená vlákna (viz obr. 9) měla dobrou fotokatalytickou účinnost pro rozklad metylenové modři v roztoku.

## 4. ZÁVĚRY

Příklady výsledků tažení vláken popsané výše ukazují, že pracovníci ÚFE navrhli, připravili a charakterizovali řadu původních vláknově optických struktur pro vláknově optické lasery a zesilovače nebo senzory chemických látek. Tyto možnosti byly využity ve dvou projektech Evropské unie (FP5 a FP6) pro přípravu vláken se speciálními povrchy organicky modifikovaných siloxanů (ORMOCER®) ve spolupráci mj. s Fraunhofer Institute for Silicate Research ve Würzburgu. Byly základem i mezinárodní spolupráce na výzkumu senzorů pro sledování vlastností polymerních kompozitů s Ecole Centrale de Lyon nebo výzkumu fotokatalytických procesů s Universitou v Rennes. V oddělení je dostupná řada vzorků různých typů speciálních vláken, jsou zde podmínky pro výzkum a vývoj vláken pro praktické aplikace.

### Poděkování:

Tento výzkum byl podpořen AV ČR (výzkumný záměr AV0Z20670512).

### Literatura

- [1] J. Zubia, J. Arrue, Plastic optical fibers: An introduction to their technological processes and applications, *Optical Fiber Technology* 7, str. 101-140, 2001.
- [2] M. Šorm, Polymerní světlovody – dnes a zítra, Sb. *Optické komunikace 1986*, Ed. C. Anderle, Praha 8.-10.4. 1986, str. 105 a106, 1986.
- [3] J.A. Harrington, Infrared fiber optics, *Handbook of Optics*, Vol. 4, Chapter 14, Mc Graw Hill, [http://irfibers.rutgers.edu/ir\\_rev\\_index.html](http://irfibers.rutgers.edu/ir_rev_index.html)
- [4] J. M. Senior, *Optical Fiber Communications: Principles and Practice*, Third Edition, Pearson Prentice Hall 2008, str. 169-216.
- [5] Více než 25 let základního výzkumu silikátů v Československé akademii věd, *Sklář a keramik* Vol. 39(3), str. 9-10, 1989.
- [6] V. Matejec, M. Hayer, P. Pavlovic, M. Kubeckova, G. Kuncova, M. Guglielmi, Effect of preparation of sol-gel coatings on the strength of optical fibres, *J. Sol-Gel Sci. Technol.* Vol. 5(3), str. 193-199, 1995
- [7] I. Kasik, V. Matejec, J. Kanka, P. Honzatkan, Properties and fabrication of ytterbium-erbium co-doped silica fibres for high-power fibre lasers, *Pure Appl. Optics* Vol. 7(3), str. 457-465, 1998.
- [8] P. Peterka, I. Kasik, V. Matejec, V. Kubecek, P. Dvoracek, Experimental demonstration of novel end-pumping method for double-clad fiber devices, *Opt. Lett.* Vol. 31(22), str. 3240-3242, 2006.
- [9] V. Matejec, M. Chomat, M. Hayer, I. Kasik, D. Berkova, F. Abdelmalek, N. Jaffrezic-Renault, Development of special optical fibers for evanescent-wave chemical sensing, *Czech J. Phys* Vol. 49(5), str. 883-888, 1999.
- [10] I. Kasik, V. Matejec, M. Chomat, M. Hayer, J. Mrazek, J. Skokankova, Silica-based optical fibres with refractive index profiles tailored in a region of 1.46-1.62 for fibre-optic chemical detection, *Sens. Actuators B-Chemical* Vol. 107(1), str. 93-97, 2005.
- [11] E. Chailleux, M. Salvia, N. Jaffrezic-Renault, V. Matejec, I. Kasik, In situ study of the epoxy cure process using a fibre-optic sensor, *Smart Mater. Struct.* Vol. 10(2), str. 194-202, 2001.
- [12] J. Mrazek, V. Matejec, I. Kasik, M. Hayer, D. Berkova, Application of the sol-gel method at the fabrication of microstructure fibers, *J. Sol-Gel Sci. Technol.* Vol. 31(1-3), str. 175-178, 2004.
- [13] V. Matejec, J. Mrazek, M. Hayer, O. Podrazky, J. Kanka, I. Kasik, Sensitivity of microstructure fibers to gaseous oxygen, *Mater. Sci. Eng. C-Biom. Supramol. Systems* Vol. 28(5-6), str. 876-881, 2008.

Ing. Vlastimil Matějce, CSc., tel.: 266 773 404, e-mail: matejec@ufe.cz

Ing. Ondřej Podrazký, PhD., Ing. Jan Mrazek, Ing. Pavel Peterka, PhD., Ing. Miloš Hayer, CSc.

Ústav fotoniky a elektroniky AV ČR, v.v.i., Chaberská 57, 182 51 Praha 8 - Kobylisy