

Определение термостойкости оптических волокон

Б. Б. Ахмед, К. Н. Нищев, А. А. Пыненков, Н. В. Моисеев

С применением методов термического анализа (ТМА, ТГА, ДСК) проведены сравнительные исследования термостойкости полимерных защитных оболочек оптических волокон (ОВ) различных типов. Показано, что совместное использование методов термического анализа позволяет детально исследовать природу физических процессов, протекающих в защитных оболочках ОВ при термическом воздействии, а также определять температурные границы диапазона термической стабильности ОВ.

Ключевые слова: оптическое волокно, защитная полимерная оболочка, термостойкость, термический анализ.

Введение

Важнейшим элементом оптического волокна (ОВ) является его внешнее защитное покрытие, которое обеспечивает герметизацию поверхности световода, препятствует деградации и ухудшению его механических характеристик. Свойствами защитного покрытия определяется возможность применения волоконных световодов в условиях агрессивного воздействия окружающей среды и высоких температур, например, в нефтегазовой и химической промышленности, а также в медицине. Стандартные акрилатные защитные покрытия позволяют использовать волоконные световоды при температурах не выше 85 °С. Модифицированные полиакрилатные покрытия допускают эксплуатацию ОВ при температуре до 150 °С [1]. Использование силиконовой резины позволяет повысить его рабочую температуру до 200 °С [2]. Наиболее термостойкими (с рабочими температурами свыше 300 °С) являются полимерные защитные покрытия ОВ на основе полиимидов [3–5].

Поскольку область и условия применения волоконных световодов определяются термостойкостью защитного покрытия ОВ, весьма актуален

поиск оптимальных методик определения температурных границ диапазона термической стабильности защитной оболочки. Обычно испытания ОВ на термостойкость проводятся путем исследования целостности полимерной защитной оболочки после долговременной выдержки при определенной температуре нагревания. В ряде работ для определения термостойкости защитных оболочек использовался метод термогравиметрии [6, 7].

Целью настоящей работы являлось сравнительное исследование термостойкости полимерных защитных оболочек оптических волокон различных типов методами термомеханического анализа (ТМА), термогравиметрии (ТГА) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Исследуемые образцы и экспериментальные методики

В качестве исследуемых образцов в работе использовались следующие ОВ:

- 1) стандартные телекоммуникационные ОВ с акрилатным защитным покрытием (SMF Corning);
- 2) термостойкие ОВ с полиимидным защитным покрытием (серия К) (предоставлены ЗАО «Саранскабель-Оптика»);
- 3) экспериментальные образцы ОВ с полиимидным защитным покрытием (серии СВ, ЛПИ) (предоставлены Научным центром волоконной оптики РАН).

Эксперименты по определению термостойкости исследуемых образцов ОВ методом ТМА [8] проводились с использованием термоанализатора Netzsch TMA 402 F3 Hyperion. При этом определялась температурная зависимость деформации ϵ , возникающей при одноосном сжатии исследуемо-

Ахмед Бассим Башан, магистрант.

Нищев Константин Николаевич, доцент, к.ф.-м.н.

Пыненков Александр Алексеевич, инженер.

Моисеев Николай Владимирович, доцент, к.ф.-м.н.

Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарёва.

Россия, 430005, Республика Мордовия, г. Саранск, ул. Большевикская, 68.

E-mail: bassim_bashan@yahoo.com; nishchev@inbox.ru;

alekspyn@yandex.ru; moiseev-nv@mail.ru

Статья поступила в редакцию 4 июля 2017 г.

го образца ОВ под действием фиксированной нагрузки (см. рис. 1). Измерения проводились при нагревании образца в воздушной атмосфере или в азоте с постоянной скоростью 5 °С/мин. Скорость потока газа в измерениях составляла 20 мл/мин.

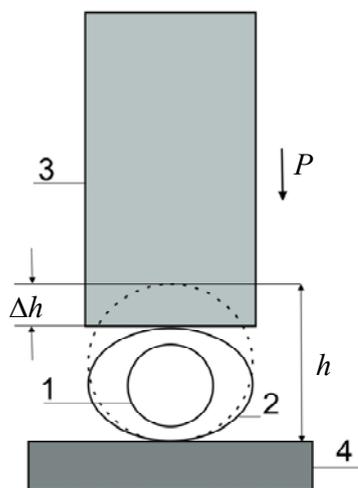


Рис. 1. Схема измерения деформации ОВ методом ТМА: 1 – волоконный световод (ВС); 2 – защитное покрытие ВС; 3 – элемент прибора (толкатель), обеспечивающий приложение к образцу заданной нагрузки P ; 4 – предметный столик; h – исходный диаметр ОВ; Δh – изменение диаметра ОВ под действием нагрузки P .

Для проведения термогравиметрических измерений использовались термомикровесы Netzsch TG 209 F1. Исследования образцов ОВ методом дифференциальной сканирующей калориметрии проводились с использованием калориметра Netzsch DSC 404 F1 Pegasus.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 2 приведены результаты исследования термостойкости ОВ Corning SMF с акрилатной защитной оболочкой методом ТМА. На термомеханической кривой данного образца отчетливо выделяются два температурных интервала интенсивной пластической деформации полимерной оболочки, обусловленной действием приложенной к образцу постоянной нагрузки 0,3 Н. Область температур 50–75 °С соответствует переходу полимера защитной оболочки ОВ из стеклообразного состояния (при температурах ниже 50 °С) в высокоэластичное. Температура размягчения акрилатной оболочки данного ОВ, определенная из кривой ТМА, составляет 50 ± 1 °С. В температурном интервале 75–190 °С полимерная оболочка ОВ находится в высокоэластичном состоянии, а в области температур 192–400 °С происходит ее термическая деструкция, которая сопровождается интенсивной пластической деформацией.

На рис. 3 представлены результаты исследования методом ТМА образца ОВ серии К с полиимидным защитным покрытием.

Из ТМА-кривых образцов данной серии отчетливо видно, что процесс размягчения полимерной оболочки данного ОВ также происходит в два этапа, но с более высокими, чем в случае акрилатной оболочки, характеристическими температурами. В частности, температура стеклования полимера защитной оболочки ОВ данного типа составляла 273 ± 2 °С.

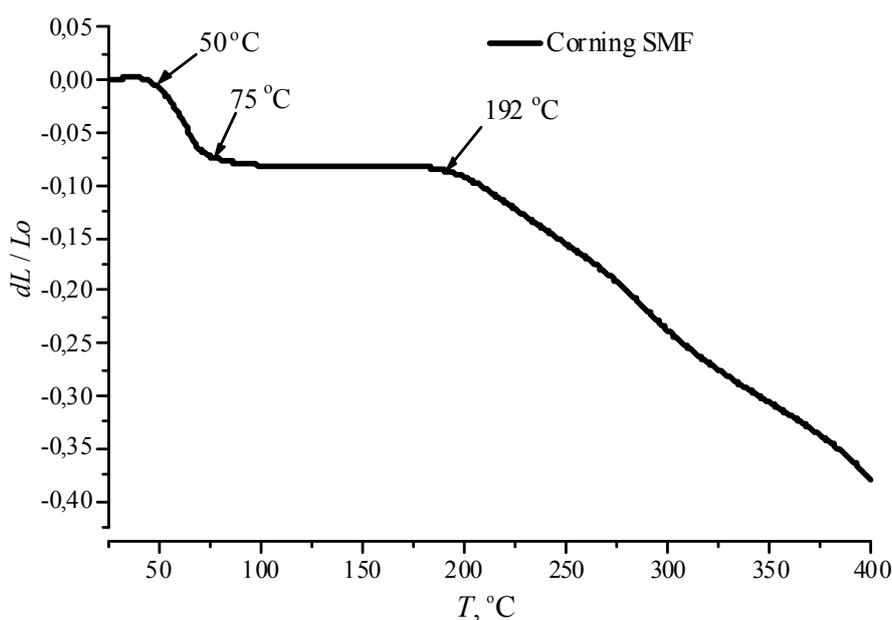


Рис. 2. Температурная зависимость относительной деформации акрилатной защитной оболочки образца Corning SMF под действием нагрузки 0,3 Н.

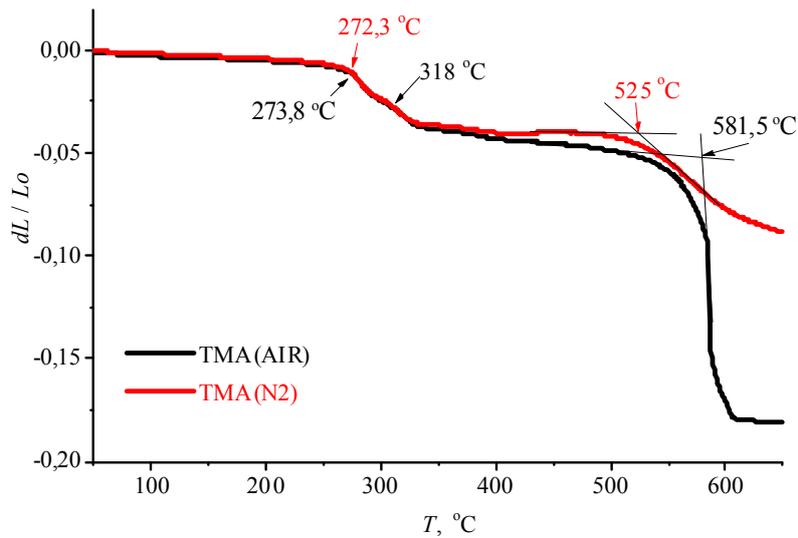


Рис. 3. Температурная зависимость относительной деформации защитной оболочки ОВ серии К в воздушной атмосфере и в азоте.

С целью анализа природы процессов термической деструкции защитных оболочек, регистрация ТМА-кривых исследуемых образцов ОВ проводилась на воздухе и в азоте. Из экспериментов следует, что в области температур вплоть до 590 ± 5 °С характер деформации защитных оболочек ОВ данной серии практически не зависел от состава атмосферы в измерительной камере. При нагревании же образцов выше данной температуры деформация полимерной оболочки в воздушной атмосфере происходила более интенсивно, чем в случае инертной среды. Это указывает на то, что причиной термической деструкции полимера оболочки является его взаимодействие с кислородом в воздухе.

Применение (в дополнение к методу ТМА) других методов термического анализа, а именно, дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и термогравиметрического анализа (ТГА), позволяет более детально исследовать природу

физических процессов, протекающих в защитных оболочках ОВ при термическом воздействии. Это иллюстрируется результатами термоаналитических измерений образцов ОВ серий ЛПИ и СВ, приведенных на рис. 4 и рис. 5 соответственно. Синтез полиимидных покрытий образцов ОВ данных серий проводился с использованием метода одностадийной высокотемпературной поликонденсации в растворе [9, 10].

На кривых ДСК данных образцов выявляется характерный экзотермический пик, положение которого соответствует температурному интервалу интенсивной потери массы образца, определенному из ТГА-кривой (430–600 °С). Этот пик, на наш взгляд, связан с необратимой термической деструкцией полимерной оболочки ОВ. Для образца серии ЛПИ начальная температура экзотермического пика и, следовательно, температуры начала процесса термической деструкции полимера, составляла 490 °С (см. рис. 4).

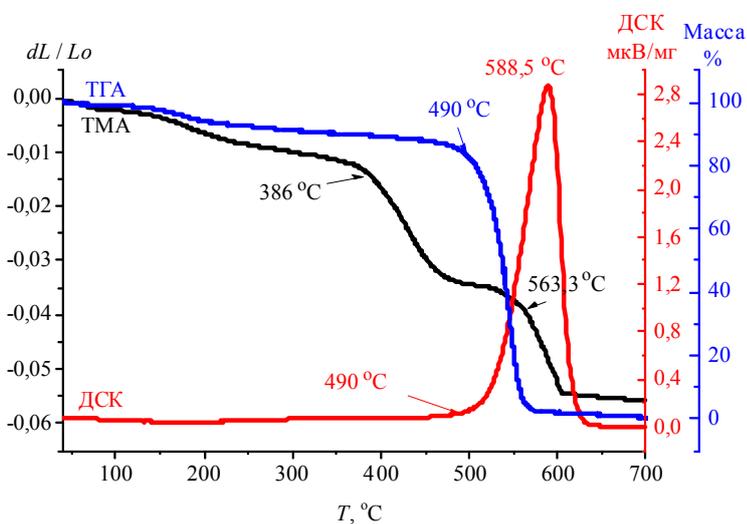


Рис. 4. Кривые ТМА, ДСК и ТГА защитной оболочки ОВ серии ЛПИ.

Важно отметить, что в отличие от кривых ТГА и ДСК, на ТМА-кривых данных образцов отчетливо выявляется стадия размягчения материала оболочки при температурах ниже температуры

начала процесса интенсивной потери массы образца, определенной методом ТГА. В этом смысле метод ТМА по сравнению с ТГА является более информативным.

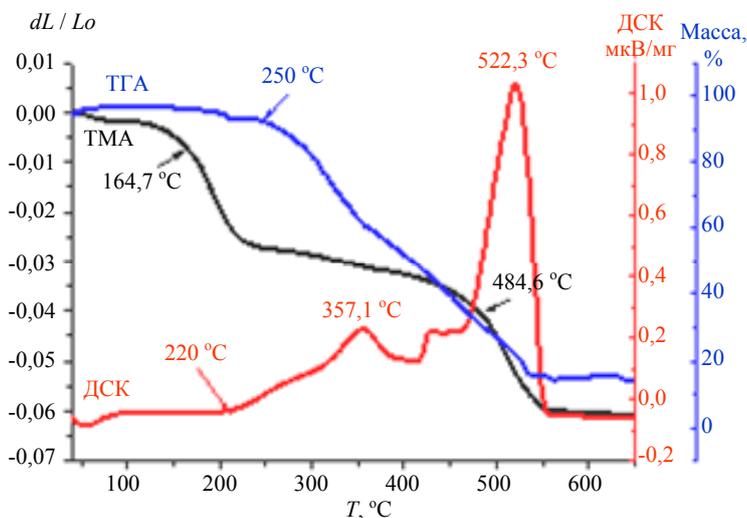


Рис. 5. Кривые ТМА, ДСК и ТГА защитной оболочки ОВ серии СВ.

Как следует из рис. 5, кривые ДСК образцов серии СВ имели сложный характер. На фоне основного экзотермического процесса, ДСК-максимум которого располагается при температурах выше 500 °С, выявлены экзотермические процессы с меньшей энтальпией, что может быть связано с наблюдаемым нами локальным характером процессов термической деструкции полимерных оболочек. Исследование поверхности исследуемых образцов ОВ методом оптической микроскопии показало, что в большинстве случаев термическая деструкция полимерной оболочки ОВ начинается с образования локальных очагов разрушения полимера. В качестве иллюстрации на рис. 6 представлено оптическое изображение поверхности образца серии ЛПИ после его кратковременного нагревания на воздухе до температуры 400 °С.

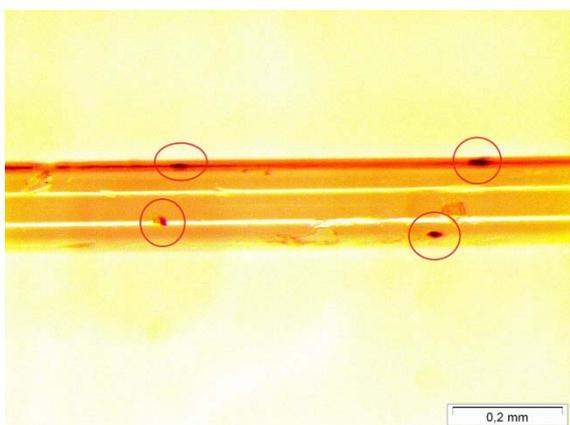


Рис. 6. Оптическое изображение поверхности ОВ серии ЛПИ после его кратковременного нагревания на воздухе до температуры 400 °С.

Заключение

В работе с применением комплекса методов термического анализа проведены сравнительные исследования термостойкости полимерных защитных оболочек оптических волокон (ОВ) различных типов. Установлено, что методом ТМА может быть выявлена стадия размягчения полимерных оболочек ОВ при температурах ниже температуры начала процесса интенсивной потери массы образца, определенной методом ТГА. Из результатов проведенных экспериментальных исследований следует, что совместное использование комплекса методов термического анализа (ТМА, ТГА, ДСК) позволяет достаточно детально исследовать природу физических процессов, протекающих в защитных оболочках ОВ при термическом воздействии, а также определять температурные границы диапазона термической стабильности ОВ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Murphy E., Shah P., Kelly J., Anderson T. / Proc. 58th Intern. Wire & Cable Symp. (Charlotte, NC, USA, 2009) P. 90.
2. Sohma K., Hattori T. / Proc. 60th Intern. Wire & Cable Symp. (Charlotte, NC, USA, 2011). P. 424.
3. Biswas D. R. // Opt. Eng. 1991. Vol. 30. No. 6. P. 772.
4. Stolov A., et al. // Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 2012. Vol. 8215. P. 82150B-1.
5. Семенов С. Л., Сапожников Д. А., Ерин Д. Ю., Забегаява О. Н., Куштавкина И. А., Ницев К. Н., Выгодский Я. С., Дианов Е. М. // Квантовая электроника. 2015. Т. 45. № 4. С. 330.
6. Stolov A. A., Simoff D. A., Li J. // Journal of Lightwave Technology. 2008. Vol. 26. No. 20. P. 3443.

7. Simoff D. A., Stolov A. A., Ciardiello C. R. / Proc. 58th IWCS/IICIT (Charlotte, NC, USA, 2009). P. 83.

8. Тейтельбаум Б. Я. Термомеханический анализ полимеров. – М.: Химия, 1979.

9. Виноградова С. В., Васнев В. А., Выгодский Я. С. // Успехи химии. 1996. Т. 65. № 3. С. 266.

10. Vygodskii Ya. S., et al. // High Perform. Polym. 2009. Vol. 21. P. 579.

PACS: 64.70.pj; 65.40.De

Determination of optical fiber thermostability

B. B. Akhmed, K. N. Nishchev, A. A. Pynenkov, and N. V. Moiseev

N. P. Ogarev Mordovia State National Research University
68 Bolshevistskaya str., Saransk, Republic of Mordovia, 430005, Russia
E-mail: bassim_bashan@yahoo.com; nishchev@inbox.ru;
alekspyn@yandex.ru; moiseev-nv@mail.ru

Received July 4, 2017

By using of a complex of thermal analysis (TA) methods (TMA, TGA, DSC), the authors present a comparative study of a heat resistance of polymer protective coatings of various optical fibers. It is shown that the combined use of the TA methods allows to study in depth the nature of the physical processes occurring in the optical fibers' protective shells/coatings under thermal impact and to determine the temperature range of optical fibers' heat resistance.

Keywords: optical fibers, a protective polymer shell/coating, heat resistance, thermal analysis.

REFERENCES

1. E. Murphy, P. Shah, J. Kelly, and T. Anderson, in *Proc. 58th Intern. Wire & Cable Symp.* (Charlotte, NC, USA, 2009). P. 90.
2. K. Sohma and T. Hattori, in *Proc. 60th Intern. Wire & Cable Symp.* (Charlotte, NC, USA, 2011). P. 424.
3. D. R. Biswas, *Opt. Eng.* **30** (6), 772 (1991).
4. A. Stolov, et al., *Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng.* **8215**, 82150B-1 (2012).
5. S. L. Semenov, D. A. Sapozhnikov, D. Yu. Erin, O. N. Zabegaeva, I. A. Kushtavkina, K. N. Nishchev, Ya. S. Vygodsky, and E. M. Dianov, *Quantum Electronics* **45** (4), 330 (2015).
6. A. A. Stolov, D. A. Simoff, and J. Li, *Journal of Lightwave Technology* **26** (20), 3443 (2008).
7. D. A. Simoff, A. A. Stolov, and C. R. Ciardiello, in *Proc. 58th IWCS/IICIT* (Charlotte, NC, USA, 2009). P. 83.
8. B. Ya. Teitelbaum, *Thermomechanical Analysis of Polymers* (Khimiya, Moscow, 1979) [in Russian].
9. S. V. Vinogradova, V. A. Vasnev, and Ya. S. Vygodsky. *Advances in Chemistry* **65** (3), 266 (1996).
10. Ya. S. Vygodsky, et al. *High Perform. Polym.* **21**, 579 (2009).