

На правах рукописи



КОРСАКОВА Елена Анатольевна

**ВОЛОКОННО-ОПТИЧЕСКИЕ СБОРКИ НА ОСНОВЕ
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВЕТОВОДОВ ДЛЯ СРЕДНЕГО
ИНФРАКРАСНОГО ДИАПАЗОНА**

01.04.05 – Оптика

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Екатеринбург – 2019

Работа выполнена на кафедре «Физической и коллоидной химии» химико-технологического института ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

- Научный руководитель:** доктор технических наук, старший научный сотрудник, **Жукова Лия Васильевна**
- Официальные оппоненты:** **Маковецкий Александр Андреевич**, доктор технических наук ФГБУН «Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН», старший научный сотрудник лаборатории волоконных световодов и элементов на их основе
- Дукельский Константин Владимирович**, кандидат технических наук, доцент, «СПбГУТ им. проф. М.А. Бонч-Бруевича», проректор по научной работе
- Ведущая организация:** ФГБУН «Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе» Российской академии наук

Защита состоится «03» июня 2019 г. в 14:00 на заседании диссертационного совета Д 999.022.02 при АО "ГОИ им. С.И. Вавилова", АО "НПО ГОИ им. С.И. Вавилова" по адресу: 199053, Санкт-Петербург, Кадетская линия В.О., дом 5, корпус 2.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке АО "ГОИ им. С.И. Вавилова" и на сайте: <http://www.npkgoi.ru>

Автореферат разослан « ____ » _____ 2019 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета Д 999.022.02

кандидат физико-математических наук  Журенков А.Г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Регулярные оптические волоконные сборки представляют собой массивы упорядоченно упакованных одиночных оптических волокон или многожильные оптические волокна с регулярным размещением, в которых каждый волоконный элемент является световедущим. В настоящее время разработано несколько видов волоконных сборок для среднего инфракрасного (ИК) диапазона: сборки из халькогенидных, галогенидсеребряных (поликристаллических) и полых волокон [1-5]. Функциональные свойства сборок значительно различаются от вида к виду, но все они обладают рядом общих недостатков, таких как большие оптические потери по длине сборки, перекрестные помехи, снижающие контрастность изображения, малое пространственное разрешение. Сборки из халькогенидных волокон имеют пики поглощения в области прозрачности, неудовлетворительные механические свойства и низкую температуру размягчения, а сборки из полых волокон – ограничения по длине и минимальному диаметру волокон, связанному с высокими оптическими потерями.

Существует большая потребность в эффективных волоконных сборках, предназначенных для передачи излучения в диапазоне 2 – 50 мкм и востребованных для применения в промышленной и медицинской термографии, ИК микроскопии и спектроскопии, в качестве канала доставки лазерного излучения, что является весьма актуальной задачей.

Первые работы по волоконным сборкам на основе двуслойных световодов, получаемых методом экструзии из кристаллов системы $\text{AgCl} - \text{AgBr}$, опубликованы в работе [4]. Сборки прозрачны без окон поглощения в спектральном диапазоне от 2 до 18 мкм, нетоксичны, негигроскопичны, обладают прекрасными механическими свойствами – гибкие и пластичные, но их геометрические параметры хуже, чем для полых и халькогенидных волоконных сборок. Это связано с технологией изготовления сборок методом многостадийной экструзии двуслойных световодов, что приводит к формированию неровной границы раздела «световод-матрица» (матрица образуется за счет оболочек двуслойных световодов). Это, в свою очередь, вызывает ухудшение функциональных характеристик сборок.

В связи с разработкой новых технологий изготовления ИК волоконных сборок на основе галогенидсеребряных, в том числе модифицированных световодов, расчет, моделирование, изготовление и комплексное изучение функциональных свойств (изучение поляризации света, формирование и обработка оптических изображений,

детектирование излучения) является актуальной научно-технической задачей, соответствующей паспорту специальности 01.04.05 – Оптика.

Степень разработанности темы исследования. Работа выполнялась согласно: программе развития Уральского федерального университета им. Б.Н. Ельцина на 2010 – 2020 гг. п.п. 2.2.3 – создание и развитие инновационно-внедренческих центров; Единому государственному заказу по темам: «Создание и изучение свойств новых органических и неорганических материалов на основе монокристаллических, гетероциклических и макроциклических соединений» (№ гос. регистрации Н687.42Б.037/14, Н687.42Б.005/17); Всероссийской программе поддержки коммерчески ориентированных научно-технических проектов молодых ученых У.М.Н.И.К.: 2011 – 2013 гг., проекты № 14151, № 17179 «Моделирование, синтез, изготовление новых кристаллов и ИК-световодов на основе твердых растворов AgBr – (KPC–5)»; Международной программе мобильности «Erasmus +» 2018 г. (Лимерикский университет, Ирландия).

Профессор д.т.н. Л.В. Жукова стояла у истоков создания поликристаллической компонентной базы для оптики и фотоники среднего ИК диапазона (2-50 мкм), в то время, как на развитие технологии поликристаллических световодов большое влияние оказала научная школа академиков Е.М. Дианова и Г.Т. Петровского. Разработка регулярных волоконных сборок на основе галогенидсеребряных световодов (система AgCl – AgBr), помимо научного коллектива инновационно-внедренческого центра «Центр инфракрасных волоконных технологий» (ИВЦ «ЦИВТ») при Уральском Федеральном Университете, проводится двумя научными группами – Тель-Авивского университета под руководством профессора А. Кацера (Израиль) [4] и коллективом компании Art-Photonics под руководством В.Г. Артюшенко (Германия) [6].

Цель работы. Разработка научных основ технологии изготовления волоконно-оптических сборок высокого разрешения на основе галогенидсеребряных, в том числе модифицированных световодов, работающих в среднем инфракрасном диапазоне и исследование их функциональных свойств.

Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

1. Провести численное моделирование волоконных сборок для работы в среднем ИК диапазоне спектра с целью выявления и достижения высокого пространственного разрешения и низких перекрестных помех.

2. Разработать технологии изготовления миниатюризированных регулярных ИК волоконных сборок двух типов: с сетчатой укладкой массива световодов в единую матрицу и с гексагональной укладкой механически собранных однослойных

световодов минимального диаметра; смоделировать и изготовить ИК волоконные сборки двумя способами.

3. Исследовать функциональные свойства ИК волоконныхборок: диапазон пропускания, оптические потери, включая затухание по длине единичного волокна и потери на изгиб, пространственное разрешение, перекрестные помехи, модовое распределение на длине волны CO₂ лазера (10,6 мкм) в дальнем поле, поляризационные свойства, влияние нагрева волоконныхборок на искажение передаваемого сигнала.

4. Экспериментально доказать применимость и востребованность многофункциональных волоконныхборок для использования в промышленной и медицинской ИК-термографии.

Научная новизна. В диссертационной работе впервые решены задачи:

1. Применяя программные пакеты SMTP и COMSOL Multiphysics, реализующие модернизированные методы моментов и конечных элементов, соответственно, проведено численное моделирование структуры, состава и режимов работы в диапазонах длин волн 8 – 14 мкм, 9,2 – 9,4 мкм и 10,6 мкм волоконныхборок на основе световодов, получаемых методом экструзии из кристаллов твердых растворов систем AgCl – AgBr, AgBr – ТII и AgBr – (KPC-5). Установлена взаимосвязь количества единичных волокон в сборке с величиной перекрестных помех.

2. Смоделированы и изготовлены волоконные сборки с гексагональной укладкой механически собранных световодов с рекордно малым диаметром – 110 мкм состава AgCl_{0,25}Br_{0,75} и длиной 3 м для работы в спектральном диапазоне 2 – 20 мкм. Заявка на изобретение № 2019104278 от 15.02.2019.

3. Смоделированы и изготовлены новые волоконные сборки сетчатой структуры для работы на длине волны 10,6 мкм, состоящие из 49 единичных волокон состава AgCl_{0,5}Br_{0,5}, помещенных в единую матрицу состава AgCl_{0,75}Br_{0,25} диаметром 1120 мкм.

4. На основании моделирования получен новый класс регулярных ИК волоконныхборок гексагональной структуры при механической сборке однослойных световодов на основе систем AgBr – ТII и AgBr – (KPC-5), что позволило расширить диапазон пропускания до 25 мкм и создать волоконные сборки, устойчивые к фото- и радиационному излучению. Заявка на изобретение № 2019104333 от 15.02.2019.

5. Исследованы функциональные свойства ИК волоконныхборок: диапазон оптической прозрачности составляет от 2,0 до 20,0 – 25,0 мкм, в зависимости от

состава, оптические потери по длине ($\lambda = 10,6$ мкм) равны 0,4 дБ/м для сборок, полученных механической укладкой, и 5,0 дБ/м для сборок с единой матрицей, перекрестные помехи составляют 5% для сборок с механической укладкой, пространственное разрешение сборок соответствует размеру единичного световода (110 мкм). Обнаружено, что волокна в сборке проявляют поляризационные свойства.

Теоретическая и практическая значимость работы.

1. Теоретически рассчитаны, с помощью специализированных компьютерных программ по моделированию, оптимальные структуры регулярных волоконных сборок, работающих на длинах волн 9,2 – 9,4 мкм, 10,6 мкм и 8 – 14 мкм; достоверность расчетов подтверждена экспериментально.

2. Теоретически найден частный случай зависимости перекрестных помех от количества единичных волокон в сборке с гексагональной укладкой и общей матрицей, для работы в диапазоне длин волн 9,2 – 9,4 мкм;

3. Разработан стенд для измерения оптических потерь, в том числе на изгиб и распределения дальнего поля излучения СО₂ лазера (10,6 мкм) прошедшего сборку, а также стенд для измерения перекрестных помех.

4. Впервые изучены поляризационные свойства галогенидсеребряных световодов и волоконных сборок. Установлена линейная зависимость детектируемой температуры от нагрева дистального конца волоконной сборки, исключаемая с помощью соответствующего программно-аппаратного обеспечения.

5. Разработан полный технологический цикл изготовления волоконных сборок, включающий синтез высокочистой однофазной шихты гидрохимическим методом (термозонной кристаллизации-синтеза), выращивание монокристаллов (патент РФ №. 2495459), получение заготовок и преформ, экструзия световодов (положительное решение по заявке на патент РФ № 2018112863) и готовых волоконных сборок.

6. Для получения световодов рекордно малого диаметра (100 – 110 мкм) (Рисунок 8) разработана и изготовлена специальная оснастка.

7. Разработано два новых способа изготовления регулярных ИК волоконных сборок сетчатой и гексагональной структуры. Сборки сетчатой структуры получают комбинированным способом, включающим горячее прессование монокристаллических пластин, укладку их в штабель, формирование сложной преформы и экструзию волоконных сборок (Рисунок 6). Химические составы волокон и матрицы подобраны в соответствии с проведенным моделированием. Способ позволяет достичь четкой границы раздела волокна и матрицы. Второй способ включает гексагональную укладку механически собранных однослойных

световодов, отвечающих смоделированным составам систем AgCl – AgBr, AgBr – TlI и AgBr – (KPC-5) (Рисунок 8).

8. Доказана пригодность разрабатываемых многофункциональных волоконных сборок для использования в промышленной и медицинской термографии – произведена апробация новых волоконных сборок в системах данного назначения. Оформлены две заявки на изобретение «способы получения ИК волоконных сборок на основе галогенидсеребряных и модифицированных световодов.

Методология и методы исследования. Численное моделирование волоконных сборок проводили с помощью программной надстройки для MATLAB – SMTP, реализующей модернизированный метод моментов (на основе внеповерхностных интегральных уравнений Максвелла), а также с помощью программного пакета COMSOL Multiphysics, реализующего метод конечных элементов (на основе дифференциальных уравнений Максвелла). Определение спектрального пропускания материалов в ИК области проводили с помощью спектрометра Shimadzu IR Prestige-21. Визуальный контроль качества волоконных сборок проводили с помощью оптической микроскопии на микровизоре LOMO vizo-MET-221. Термограммы были получены с помощью тепловизоров FLIR E30 и TESTO 882. Модовое распределение излучения изучали в дальнем поле CO₂ лазера Synrad 48 Series M. Перекрестные помехи регистрировали с помощью CCD камеры Spiricon Pyrocam III. Для изучения энергетических потерь использовали измеритель мощности и энергии лазерного излучения OPHIR Vega. Разработан способ экструзии ИК поликристаллических световодов рекордно малого диаметра.

Основные положения, выносимые на защиту.

1. Полученные в результате моделирования в программных пакетах COMSOL Multiphysics и SMTP параметры структуры ИК волоконных сборок с сетчатым и гексагональным расположением поликристаллических световодов позволяют создавать волоконные сборки для передачи излучения с малыми перекрестными помехами между соседними волокнами (от 4 до 5%) при достижении пространственного разрешения 90 – 110 мкм в спектральном диапазоне 8 – 14 мкм.

2. Проведенные теоретические и экспериментальные исследования позволили разработать два эффективных способа изготовления ИК световодов и регулярных волоконных сборок поликристаллической, в том числе нанокристаллической, структуры длиной до 3 – 5 м с отклонением пространственных характеристик по длине не более 7 % для сетчатой структуры и менее 0,5 % для гексагональной структуры: а) комбинированный метод горячего прессования и обратной

высокотемпературной экструзии, б) метод прямой высокотемпературной экструзии с использованием фильер рекордно малого диаметра (100-110 мкм).

3. Созданные ИК волоконные сборки на основе световодов из кристаллов новых систем AgBr – Tl и AgBr – (KPC-5) обладают фотостойкостью и стойкостью к β -излучению (с дозой свыше 100 кГр), прозрачностью в спектральном диапазоне от 2 до 25 мкм и низкими оптическими потерями на длине волны 10,6 мкм (0,5 – 0,55 дБ/м).

4. Смоделированные и полученные двойной экструзией из монокристаллов состава $\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$ нанокристаллические структуры световодов рекордно малого диаметра 110 мкм с оптическими потерями 0,4 дБ/м ($\lambda = 10,6$ мкм) позволяют изготавливать из них механические волоконные сборки длиной до 3 м гексагональной формы с рабочим спектральным диапазоном от 2 до 20 мкм.

5. Изготовленные новые волоконные сборки сетчатой структуры из 49 световодов состава $\text{AgCl}_{0,5}\text{Br}_{0,5}$, помещенные в матрицу состава $\text{AgCl}_{0,75}\text{Br}_{0,25}$ диаметром 1120 мкм, имеют оптические потери 5 дБ/м для одного волокна в сборке на длине волны 10,6 мкм.

6. Поляризационные свойства галогенидсеребряных ИК волоконныхборок свидетельствуют о потенциальной возможности их применения в инфракрасной спектроскопии, термографии и лазерной микроскопии живых тканей.

Личный вклад автора в диссертационную работу заключается в постановке задач исследований, выборе путей их решения, проведении экспериментов, интерпретации и обобщении результатов, формулировке защищаемых положений и выводов. В работах, опубликованных в соавторстве, автору принадлежат результаты, сформулированные в защищаемых положениях и выводах. Выращивание кристаллов и получение световодов на их основе выполнялось совместно с сотрудниками ИВЦ «ЦИВТ» ХТИ УрФУ. Исследование радиационной стойкости материалов систем AgCl – AgBr, AgBr – Tl и AgBr – ($\text{TlBr}_{0,46}\text{I}_{0,54}$) выполнено совместно с Корсаковым А.С., Салимгареевым Д.Д. и Львовым А.Е. Исследование поляризационных свойств галогенидсеребряных волоконныхборок проведено совместно с Тофайлом Сайедом, Аладином Мани, Сарой Маркхэм (кафедра физики, Бернальский институт, Лимерикский университет, Ирландия).

Степень достоверности и апробация результатов. Достоверность и обоснованность полученных результатов обеспечивается использованием современной приборной базы, стандартных экспериментальных и расчетных методик, достаточной статистикой эмпирических данных, их воспроизводимостью, согласованностью основных результатов и выводов с данными других авторов, а

также независимыми экспертными оценками рецензентов научных журналов, в которых опубликованы статьи, содержащие результаты диссертации. Основные результаты исследований, изложенные в диссертации, и сформулированные в защищаемых положениях, докладывались и обсуждались в рамках выступлений с устными и стендовыми докладами на международных конференциях и форумах: 18th Conference Alternative Energy: Materials, Technologies, and Devices 2018 (г. Екатеринбург), Лазерно-информационные технологии в медицине, биологии, геоэкологии и транспорте 2017, 2018 (г. Новороссийск), Материалы нано-, микро-оптоэлектроники и волоконной оптики: физические свойства и применение 2018 (г. Саранск), Инноватика-2018 (г. Томск), Photonics Ireland Conference 2018 (Cork, волоконной оптике 2011 (г. Пермь), Высокочистые вещества и материалы 2011 (г. Н. Новгород).

Внедрение результатов. Результаты настоящей диссертационной работы используются в ИВЦ «ЦИВТ» при изготовлении инновационной ИК волоконной продукции, а также легли в основу совместной работы между УрФУ и Лимерикским университетом (Ирландия) по созданию систем конфокальной сканирующей лазерной микроскопии, включающих ИК волоконные сборки, и многоточечных спектральных приборов для медицины.

Публикация результатов работы. Основные результаты работы изложены в ВАК, Scopus и WOS, 14 – в тезисах и материалах международных и российских конференций, одном патенте РФ, 1 заявке на изобретение, 2 – в других изданиях.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и приложения, содержит 164 страницы машинописного текста, включая 8 таблиц и 86 рисунков, библиографический список включает 174 наименования цитируемой литературы.

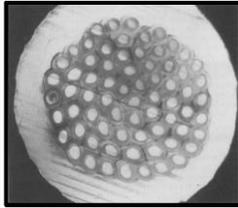
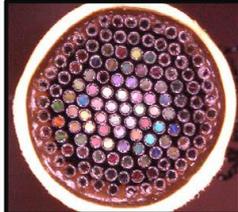
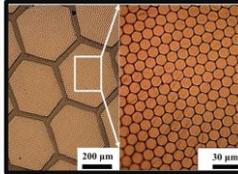
ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** аргументирована актуальность проведенных исследований, сформулирована цель и поставлены задачи работы, отражены научная новизна и практическая значимость полученных результатов, приведены основные положения, выносимые на защиту, показана степень разработанности темы, обоснована надежность и достоверность экспериментальных результатов, приведены сведения об апробации диссертационной работы.

В первой главе рассмотрены виды волоконных сборок для среднего ИК диапазона, приведена их сравнительная характеристика (Таблица 1), показан принцип действия и вывод фундаментальных характеристик, проанализированы методы численного моделирования волоконных сборок. Обоснован выбор галогенидсеребряных кристаллов и поликристаллических ИК световодов на их основе в качестве предпочтительных материалов для создания волоконных сборок для среднего инфракрасного диапазона. Описаны физико-химические свойства кристаллов галогенидов серебра, в том числе легированных галогенидами таллия (I), а также возможные варианты изготовления из них волоконных сборок высокого разрешения. Рассмотрены потенциальные области применения.

Вторая глава посвящена компьютерному моделированию ИК волоконных сборок, работающих в среднем ИК диапазоне, в программных пакетах SMTP и COMSOL Multiphysics. Приведены теоретические основы реализуемых этими программами методов – модернизированного метода моментов и метода конечных элементов.

Таблица 1 – Сравнительная характеристика волоконных сборок для среднего ИК диапазона

Материал	Диапазон пропускания, мкм	Мин. размер пикселя, мкм	Оптические потери, дБ/м	Недостатки сборок	Внешний вид
Волоконные сборки на основе галогенидов серебра [4, 6]	2-18	110 80 (получены методом многостадийной экструзии)	2,3 9,4 ($\lambda=10,6$ мкм)	большие опт. потери из-за несовершенства технологии изготовления	
Полые волоконные сборки [5]	2-12	100 150	260 25 ($\lambda=10,6$ мкм)	большие опт. потери	
Халькогенидные волоконные сборки [2]	1-7 (сульфиды) 2-9 (селениды) 3-12 (теллуриды)	35 45 17	7,7 (длина волны не указана в источнике)	токсичны, хрупкие, наличие пиков поглощения	

В ходе работы проводили анализ модового распределения по поперечному сечению волоконной сборки. Смоделированы механические сборки из однослойных световодов с гексагональной укладкой, сборки единичных волокон с гексагональной и сетчатой укладками в общей матрице. В качестве параметров моделей

использованы параметры кристаллов твердых растворов систем $\text{AgCl} - \text{AgBr}$, $\text{AgBr} - \text{Tl}$ и $\text{AgBr} - (\text{KPC-5})$ разного состава. Рассмотрены следующие рабочие длины волн: 9,2 – 9,4 мкм, 8 – 14 мкм, 10,6 мкм. Для механических сборок в программе SMTP исследовали перекрестные помехи при разных диаметрах и количествах световодов. Для сборок с общей матрицей варьировали составы сборок, с учетом дисперсии показателей преломления по длинам волн [1]. Для нахождения оптимальных пар материалов, формирующих маломодовый режим работы, варьировали диаметры единичных волокон (вставок), расстояние между границами волокон (p) и количество единичных волокон в сборке.

Предварительно была проведена валидация программы COMSOL Multiphysics с помощью программы SMTP, которая зарекомендовала себя, как надежная программа по моделированию галогенидсеребряных световодов. Выявлена хорошая сходимость результатов. Заметим, что оба пакета дополняли друг друга: SMTP позволяет моделировать сборки с высоким контрастом показателей преломления (механические волоконные сборки), а COMSOL Multiphysics позволяет моделировать большие массивы единичных волокон (в общей матрице). Примеры оптимальных структур, найденных в результате моделирования, приведены на рисунках 1 – 3. Помимо этого, был теоретически установлен частный случай влияния количества единичных волокон в сборке с общей матрицей на величину перекрестных помех, которые можно определить величиной вытекания излучения из волокна в матрицу (Рисунок 4).

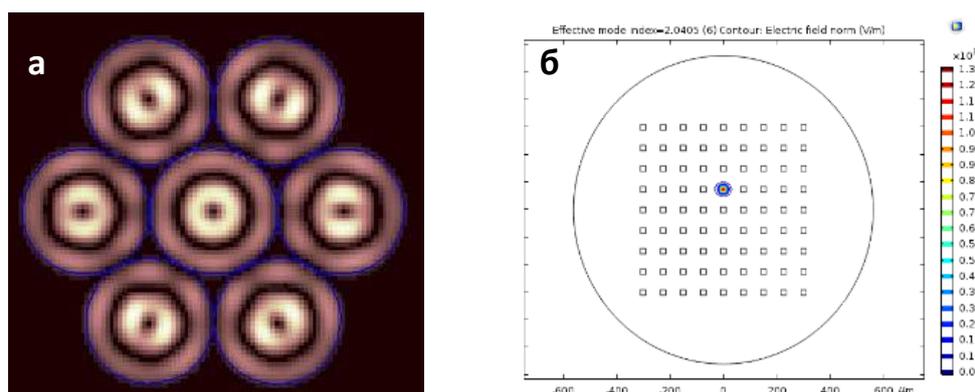


Рисунок 1 – Модовое распределение ($\lambda=10,6$ мкм): а) 7 однослойных волокон Ø 525 мкм состава $\text{Ag}_{0,95}\text{Tl}_{0,05}\text{Br}_{0,95}\text{I}_{0,05}$, б) 7x7 вставок состава $\text{AgCl}_{0,5}\text{Br}_{0,5}$ размером 30 мкм и p 60 мкм в общей матрице $\text{AgCl}_{0,75}\text{Br}_{0,25}$

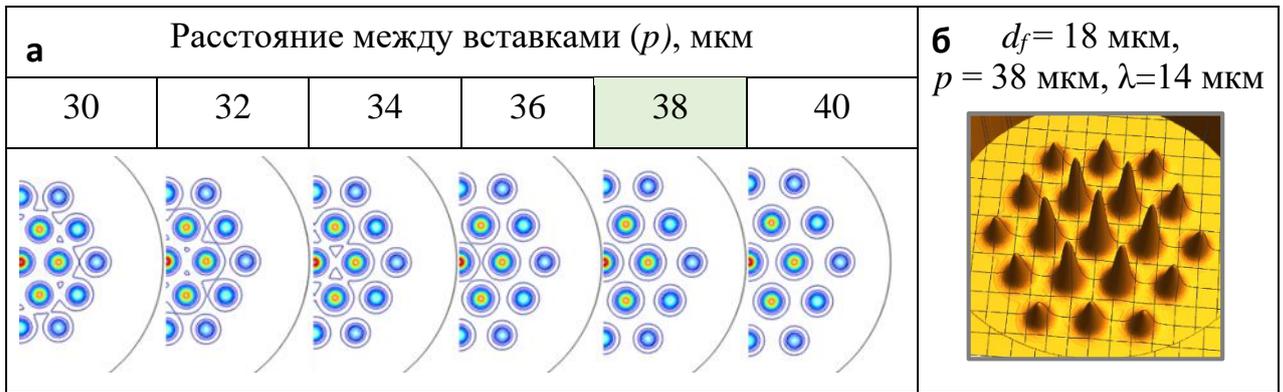


Рисунок 2 – а) изменение перекрестных помех с увеличением p для гексагональной сборки из 19 волокон $\varnothing 18$ мкм, состав вставок $\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$ состав матрицы $\text{AgBr}_{0,99}\text{Pb}_{0,01}\text{I}_{0,01}$, б) 3D картина модового распределения по сечению оптимальной структуры сборки

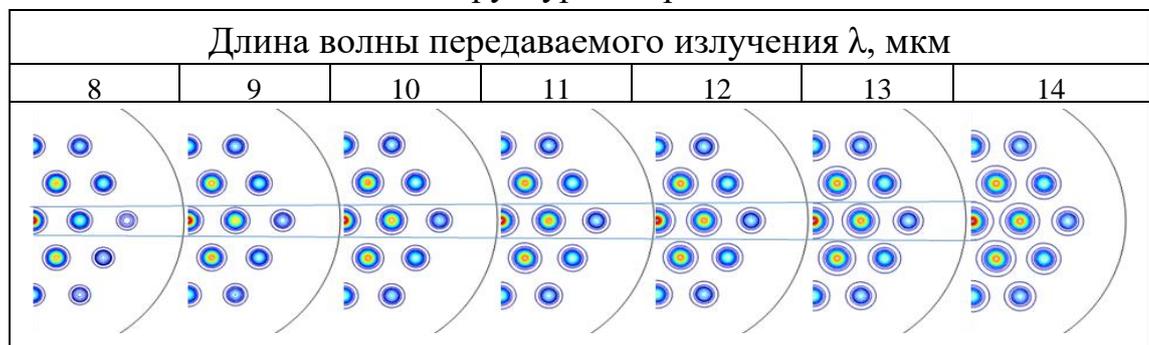


Рисунок 3 – Изменение модового распределения сборки из 19 волокон диаметром 18 мкм ($p = 38$ мкм) состав вставок $\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$ состав матрицы $\text{AgBr}_{0,99}\text{Pb}_{0,01}\text{I}_{0,01}$ с ростом длины волны

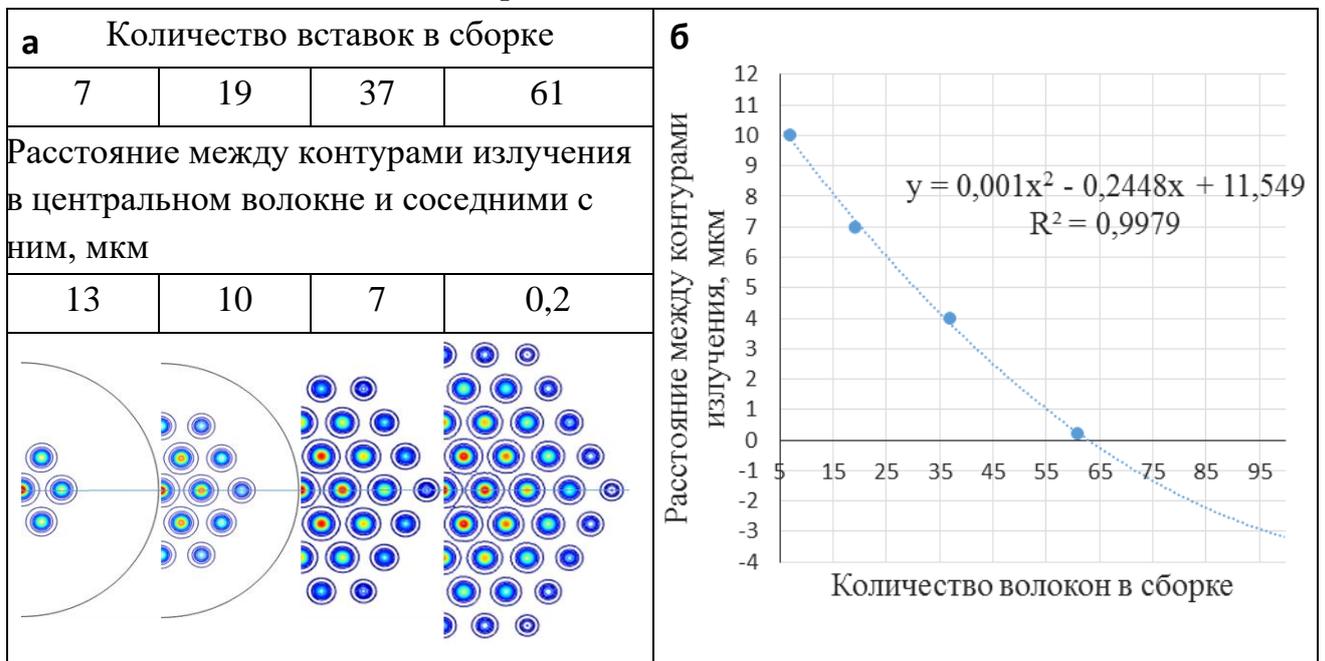


Рисунок 4 – Волоконные сборки с гексагональной укладкой волокон ($\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$) в общей матрице ($\text{AgCl}_{0,5}\text{Br}_{0,5}$), $\lambda = 9,4$ мкм: а) результаты моделирования перекрестных помех в зависимости от количества вставок; б) график зависимости расстояния между контурами излучения от количества волокон в сборке

В **третьей главе** представлены данные по разработке технологии изготовления поликристаллических волоконно-оптических сборок высокого разрешения. На рисунке 5 представлен полный технологический цикл изготовления ИК волоконной продукции.



Рисунок 5 – Производственный цикл изготовления волоконных сборок

Описаны все этапы изготовления: синтез высокочистой однофазной шихты методом термозонной кристаллизации-синтеза, рост монокристаллов методом Бриджмена, химико-механическая обработка заготовок, изготовление световодов методом экструзии и получения волоконных сборок.

В ходе выполнения поставленных задач, была разработана методика изготовления волоконных сборок, сочетающая в себе этапы горячего прессования и экструзии (см. Рис. 6). Эта схема позволяет достичь более качественной границы раздела единичного волокна и матрицы, и, тем самым, получить более низкие оптические потери на рассеяние. С использованием данной методики получена волоконная сборка из 49 волокон сечением 30x30 мкм и длиной 2 м.

Кроме того, разработан способ изготовления однослойных поликристаллических световодов диаметром 110 мкм и менее (Рисунок 7). Для этого создана модернизированная оснастка, позволяющая проводить прямую высокотемпературную экструзию волокон. Стоит отметить, что ранее минимальный диаметр подобных световодов был равен 300 мкм. Впервые получены галогенидсеребряные световоды диаметром 110 мкм и длиной 3 м, из которых изготовлены механические волоконные сборки гексагональной структуры.

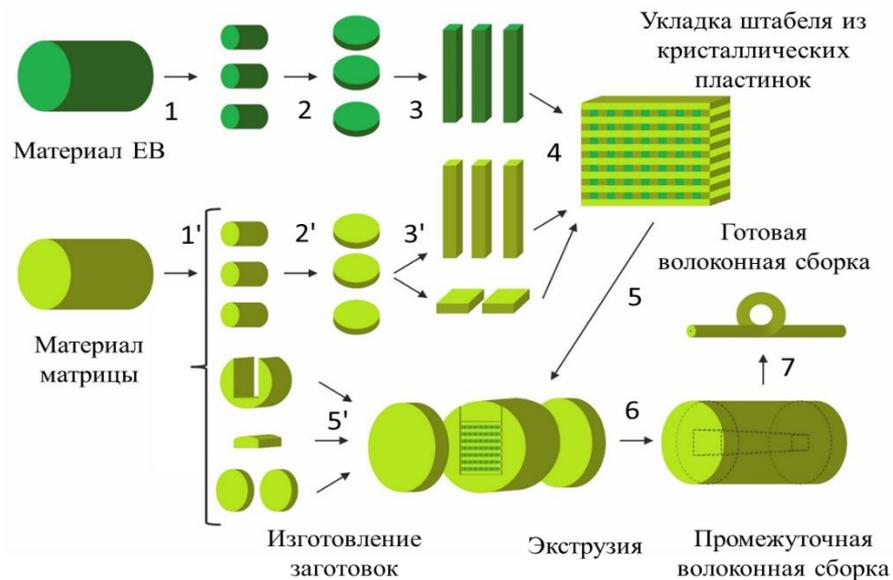


Рисунок 6 – Схема изготовления ИК волоконных сборок состава: вставки - $\text{AgCl}_{0,5}\text{Br}_{0,5}$, матрица – $\text{AgCl}_{0,75}\text{Br}_{0,25}$ с сетчатой укладкой волокон в общей матрице

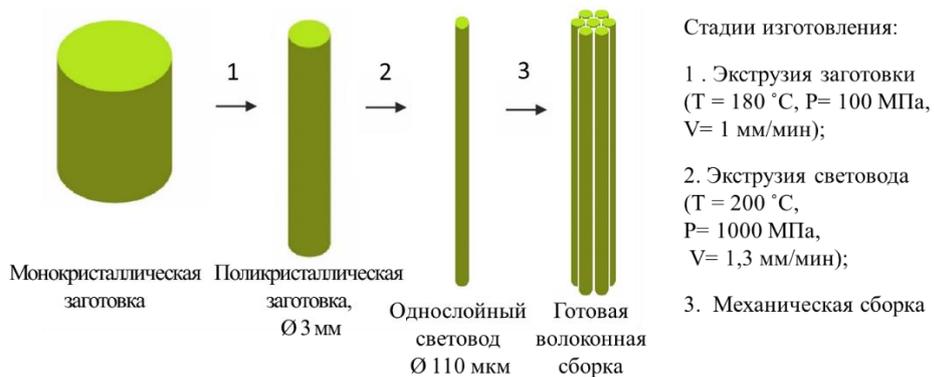


Рисунок 7 – Схема процесса изготовления волоконных сборок с механической укладкой из галогенидсеребряных однослойных световодов диаметром 110 мкм

Были также изготовлены другие механические волоконные сборки – с разным количеством вставок, разной длины и диаметра, на базе систем $\text{AgCl} - \text{AgBr}$, $\text{AgBr} - \text{ТII}$ и $\text{AgBr} - (\text{KPC-5})$ (Рисунок 8). Сборки на основе систем $\text{AgBr} - \text{ТII}$ и $\text{AgBr} - (\text{KPC-5})$ отличаются фото- и радиационной стойкостью.

Четвертая глава посвящена изучению функциональных характеристик разработанных волоконных сборок. Методом ИК-Фурье спектроскопии было исследовано спектральное пропускание световодов, составляющих волоконные сборки: они высоко прозрачны без окон поглощения от 2 до 25 мкм (Рисунок 9).

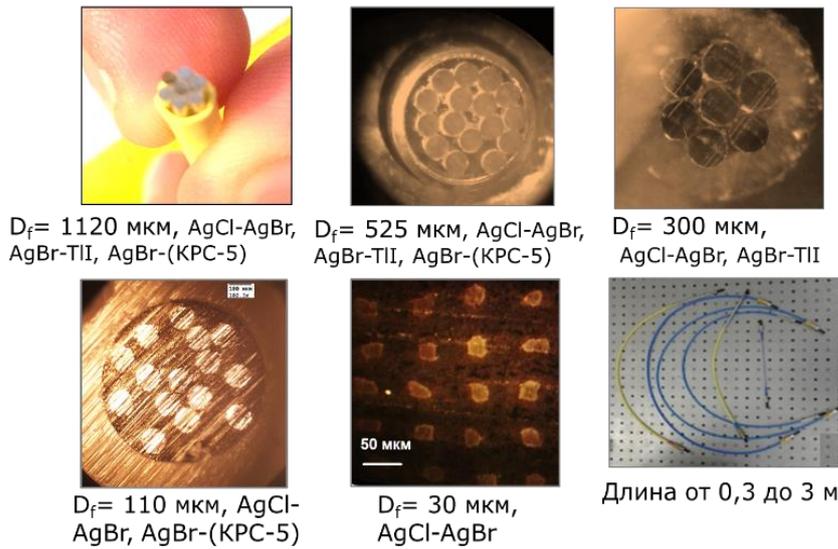


Рисунок 8 – Внешний вид и внутренняя структура волоконных сборок с различными диаметрами поликристаллических световодов

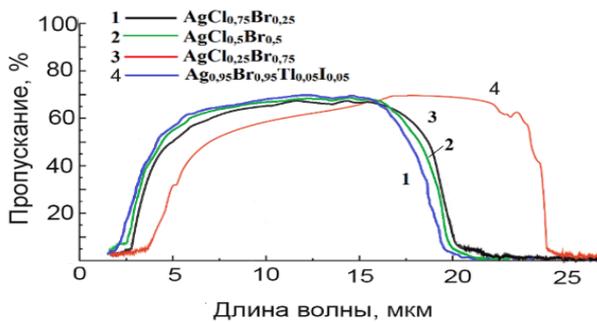


Рисунок 9 – Спектры пропускания световодов ИК волоконных сборок

Оптические потери волокна состава $\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$ \varnothing 110 мкм, измеренные методом отрезков (Рисунок 10), составили 0,4 дБ/м на длине волны 10,6 мкм (аналоги с единой матрицей имеют потери 2,3 дБ/м). Таким же образом были измерены оптические потери единичного волокна в сборке из 49 волокон в общей матрице – они составили 5 дБ/м, в то время, как мировые аналоги имеют потери 9,4 дБ/м.

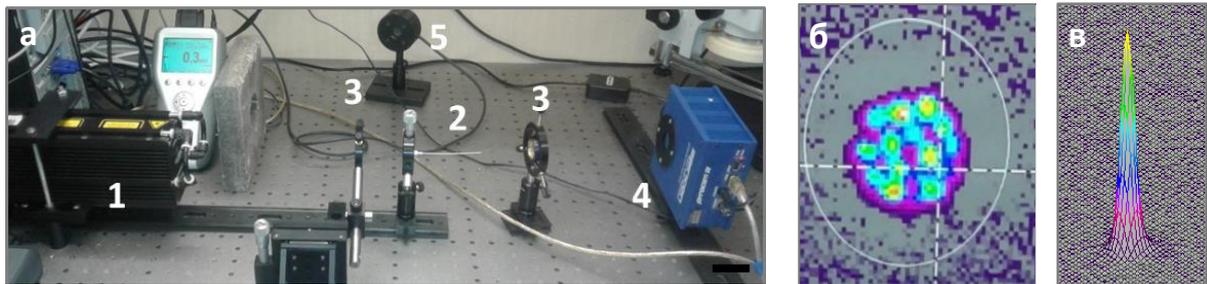


Рисунок 10 – Стенд для измерения оптических потерь, перекрестных помех, изучения распределения модового излучения в дальнем поле ($\lambda = 10,6 \text{ мкм}$): а) фото стенда 1 – CO_2 лазер, 2 – сборка, 3 – ZnSe линзы, 4 – CCD камера, 5 – термоголовка; б) 2D распределение несфокусированного излучения, прошедшего через механическую волоконную сборку из 16-и световодов \varnothing 525 мкм ; в) 3D распределение модового излучения световода \varnothing 110 мкм с фокусировкой

Для оценки перекрестных помех между соседними волокнами сборки использовали схему установки, изображенную на Рисунке 11. Лазерный луч фокусировали на одном из единичных волокон, получали 2D распределение передаваемого излучения и оценивали перекрестные помехи по формуле:

$$C = \frac{\Sigma P_{surround}}{\Sigma P_{surround} + P_{fiber}}, \quad (1)$$

где $\Sigma P_{surround}$ – суммарная мощность излучения, выходящего из волокон, соседних с исследуемым, P_{fiber} – мощность излучения, выходящего из исследуемого волокна. Данные были получены для каждого волокна в сборке, затем они были усреднены. Таким образом, было обнаружено, что перекрестные помехи между соседними волокнами не превышают 5%.

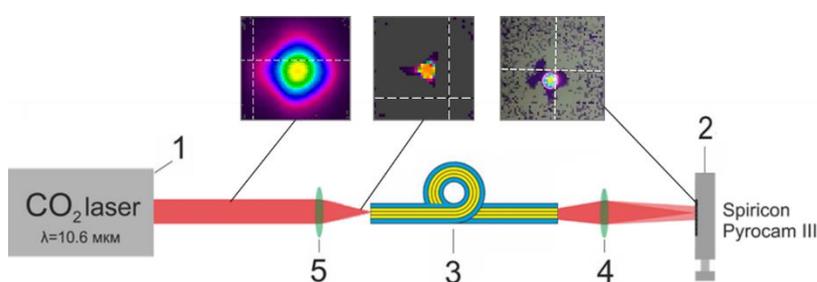


Рисунок 11 – Схема установки по исследованию перекрестных помех в волоконных сборках: 1 – CO₂ лазер, 2 – CCD камера, 3 – 16-волоконная сборка ($d_f = 525$ мкм), 4, 5 – ZnSe линзы

Было также исследовано пространственное разрешение сборок. В качестве детектируемого объекта использовали зачерненную проволоку из нержавеющей стали с диаметром, сопоставимым с диаметром единичных волокон. Она имела комнатную температуру, в качестве нагретого фона использовали элемент Пельтье, нагретый до 90°C (Рисунок 12). Показано, что поликристаллические волоконные сборки позволяют передавать тепловые изображения с размерами, равными диаметру единичного волокна (Рисунок 13).

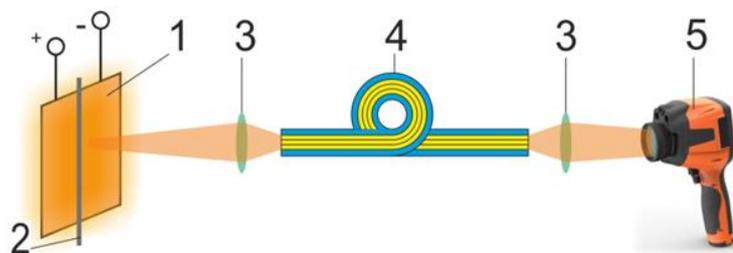


Схема установки:

- 1 – элемент Пельтье;
- 2 – зачерненная стальная проволока Ø 0,5 мм (коэффициент черноты 0,95);
- ZnSe линзы;
- 4 – ИК волоконная сборка;
- 5 – тепловизор

Рисунок 12 – Схема установки по исследованию пространственного разрешения ИК волоконной сборки

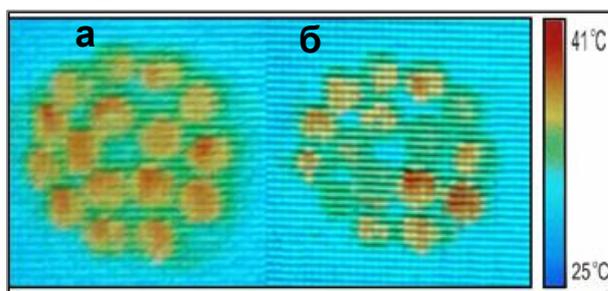


Рисунок 13 – Тепловые изображения, переданные через механическую сборку из 16 световодов ($d_f = 525$ мкм):
 а – изображение элемента Пельтье;
 б – изображение зачерненной проволоки диаметром 500 мкм

Тепловые изображения были получены и с помощью сборки из 15 однослойных световодов состава $\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$ диаметром 110 мкм (Рисунок 14 а). Максимальное разрешение этой механической волоконной сборки ставляет 5 линий на мм. (Рисунок 14 б).

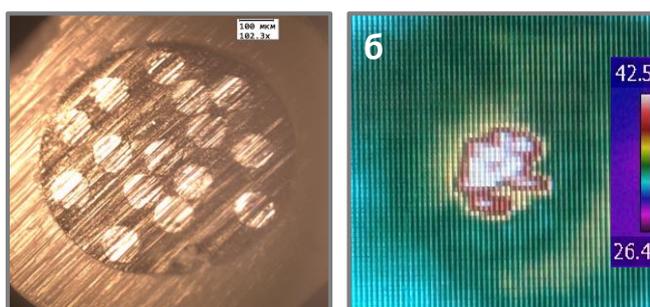


Рисунок 14 – а) микрофотография торца 15-и волоконной сборки $d_f = 110$ мкм, б) тепловое изображение элемента Пельтье ($T = 100$ °С), переданное данной сборкой

При исследовании влияния температуры сборки на искажение передаваемых сигналов была выявлена прямая линейная зависимость детектируемой температуры от нагревания дистального конца (Рисунок 15). Отсюда следует, что некоторые искажения в измерении температуры можно исключить с помощью соответствующего аппаратно-программного обеспечения.

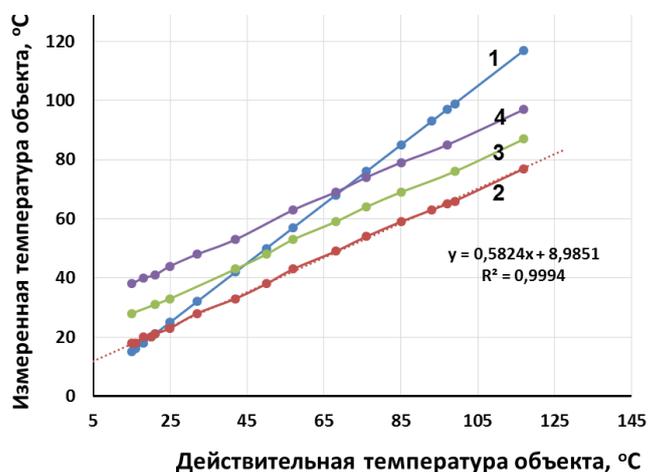


Рисунок 15 – Калибровочные кривые: 1 – линия равных значений температур, 2 – температура, измеренная с помощью сборки при комнатной температуре дистального конца сборки, 3 – то же, только при температуре дистального конца сборки 60 °С, 4 – при температуре дистального конца сборки 70 °С

Исследование поляризационных свойств на примере механической волоконной сборки из 7 световодов диаметром 300 мкм показало, что указанная сборка поддерживает поляризацию ИК излучения, что важно для инфракрасной спектроскопии и лазерной микроскопии живых тканей (Рисунок 16). Следует отметить, что ранее в литературных источниках поляризационные свойства галогенидсеребряных световодов не были описаны.

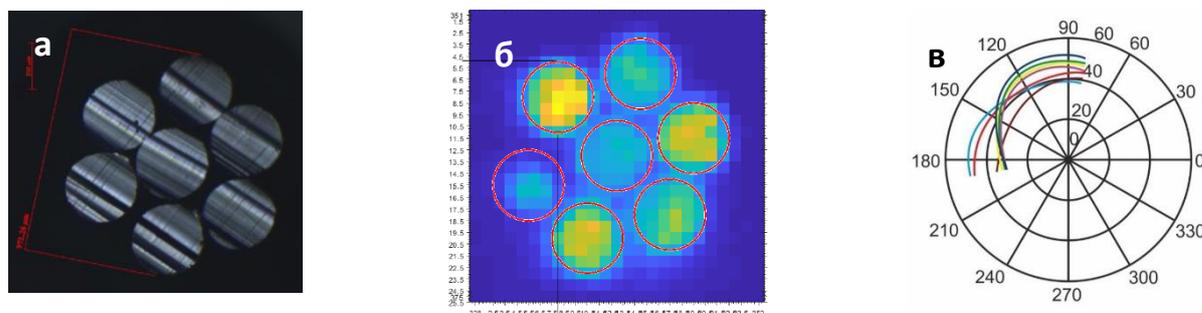


Рисунок 16 – а) внешний вид механической сборки из 7 единичных волокон $d_f = 300$ мкм состава $\text{AgCl}_{0,25}\text{Br}_{0,75}$, б) поляризованное тепловое излучение, переданное сборкой, в) полярная диаграмма, показывающая значения температуры для каждого световода в сборке, размещенной в установке «поляризатор-анализатор»

Исследования показали, что галогенидсеребряные волоконные сборки могут быть применимы в ИК-термографии промышленного и медицинского назначения. В первом случае это могут быть системы метрологии продукции, системы неразрушающего контроля состояния различных агрегатов, в том числе в сложных производственных условиях и локациях с высоким уровнем ионизирующего излучения. Кроме того, это могут быть системы интраоперационного мониторинга (контроль перегрева тканей пациента во время лазерной хирургии), системы раннего обнаружения рака внутренних органов по повышенной температуре из-за усиленного кровотока вблизи новообразований и т.д. Применение разработанныхборок не ограничивается методом ИК-термографии, они могут быть использованы также в многоточечной ИК-микроскопии, ИК-спектроскопии, как канал передачи лазерного излучения различных длин волн, например, для малоинвазивной лазерной деструкции тканей.

В **заключении** диссертационной работы сформулированы научные достижения в области оптики, а также приведены основные результаты и выводы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Диссертационная работа посвящена разработке основ изготовления волоконно-оптическихборок высокого разрешения на основе поликристаллических

ИК световодов, работающих в спектральном диапазоне от 2 мкм до 25 мкм. В результате теоретических и экспериментальных исследований, разработано 2 способа изготовления волоконных сборок на основе галогенидсеребряных поликристаллических световодов. Смоделированы и изготовлены волоконные сборки с улучшенными характеристиками по оптическим потерям и пространственному разрешению – основным показателям производительности волоконных сборок. Исследованы оптические и механические свойства разработанных сборок, позволяющие говорить о применимости данных оптических элементов в различных областях, включая медицину и промышленность. ИК волоконные сборки на основе твердых растворов галогенидов серебра и одновалентного таллия предназначены для ИК- термографии, - спектроскопии, - микроскопии, могут быть использованы в качестве канала доставки лазерного излучения. Применение данных сборок позволит значительно расширить возможности указанных методов. Совокупность полученных результатов, обобщений и выводов диссертационной работы имеет конкретное значение для развития ИК волоконной оптики. Кроме того, в данной научно-квалификационной работе изложены новые научно обоснованные технические, технологические и иные решения и разработки, имеющие существенное значение для развития страны.

Основные результаты диссертационной работы состоят в следующем:

1. Выполнено численное моделирование ИК волоконных сборок на основе поликристаллических галогенидсеребряных световодов, в том числе модифицированных, найдены оптимальные параметры для достижения высокого разрешения и низких перекрестных помех для работы на длинах волн 9,2 – 9,4 мкм, 10,6 мкм, 8 – 14 мкм.

2. Разработаны способы и технологические основы полного цикла изготовления двух типов миниатюризированных регулярных волоконных сборок на основе поликристаллов галогенидов серебра и таллия (I) для работы в среднем инфракрасном диапазоне: массив световодов в единой матрице, полученный комбинированным методом горячего прессования и экструзии; механическая волоконная сборка из однослойных световодов рекордно малого диаметра с гексагональной укладкой;

3. Впервые получены однослойные поликристаллические галогенидсеребряные световоды с диаметром 110 мкм и оптическими потерями 0,4 дБ/м (при $\lambda = 10,6$ мкм), позволяющие изготавливать из них механические волоконные сборки с улучшенными функциональными свойствами. Таким образом,

минимальный диаметр поликристаллического однослойного галогенидсеребряного волокна был снижен в три раза;

4. Впервые созданы поликристаллические ИК волоконные сборки на основе кристаллов твердых растворов систем AgBr – TlI, AgBr – (KPC-5), имеющие более широкий диапазон пропускания (до 25 мкм) и повышенную фото- и радиационную стойкость;

5. Впервые комбинированным способом горячего прессования и экструзии получены волоконные сборки с сетчатой укладкой 7x7 единичных волокон с размером пикселя 90 мкм и оптическими потерями 5 дБ/м на длине волны 10,6 мкм;

6. Исследованы функциональные свойства полученных ИК волоконныхборок: диапазон пропускания, оптические потери, перекрестные помехи, пространственное разрешение, модовое распределение на длине волны CO₂ лазера в дальнем поле, влияние нагрева волоконныхборок на искажение передаваемого сигнала, поляризационные свойства. Показана пригодность разрабатываемых волоконныхборок для использования в промышленной и медицинской ИК-термографии.

Цитируемая литература

1. Zhukova, L.V. Domestic developments of IR optical materials based on solid solutions of silver halogenides and monovalent thallium / L.V. Zhukova, A.E. Lvov, A.S. Korsakov, D.D. Salimgareev, V.S. Korsakov // *Optics and Spectroscopy*. – 2018. – Vol. 125, № 6. – P. 933–943.

2. Zhang, B. High-resolution chalcogenide fiber bundles for infrared imaging / B. Zhang [et al.] // *Optics Letters*. – 2015. – Vol. 40, № 19. – P. 4384–4387.

3. Shiryayev, V.S. Trends and prospects for development of chalcogenide fibers for mid-infrared transmission / V.S. Shiryayev, M.F. Churbanov // *Journal of Non-Crystalline Solids*. – 2013. – Vol. 377 – P. 225–230.

4. Paiss, I. Properties of silver halide core–clad fibers and the use of fiber bundle for thermal imaging / I. Paiss, F. Moser, A. Katzir // *Fiber and Integrated Optics*. – 1991. – Vol. 10. – P. 275–290.

5. Matsuura, Y. Flexible hollow optical fiber bundle for infrared thermal imaging / Y. Matsuura, K. Naito // *Biomedical optics express*. – 2011. – Vol. 2, № 1. – P. 65–70.

6. Specialty fibers for broad spectra of wavelength and power / V. Artyushenko [et al.] // *Proc. of SPIE : Optical Fibers. Technology*. – 2005. – Vol. 5951. – P. 595103.

**Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:
Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, определенных
ВАК, Scopus и Web of Science:**

1. Stability of MIR transmittance of silver and thallium halide optical fibres in ionizing β - and γ -radiation from nuclear reactors / **Korsakova, E.**, Lvov, A., Salimgareev, D., Korsakov, A., Markham, S., Mani, A., Silien, S., Syed, T.A.M., Zhukova, L. // *Infrared Physics and Technology*. – 2018. – Vol. 93. – P. 171-177 (0,412 п.л. / 0,046 п.л.).
2. Thermal imaging by means of IR-fiber bundle for medical applications / **Korsakova, E.A.**, Zhukova, L. V., Korsakov, A. S., Shmygalev, A.S., Korsakov, M.S. // 18th International Conference on Laser Optics 2018. St. Petersburg, Russia. – 2018. –P. 529 (0,059 п.л./ 0,015 п.л.).
3. Simulation of photonic crystal fibers at a wavelength of 5.75 μm / Zhukova, L. V., Korsakov, A. S., **Korsakova, E.A.**, Lashova, A.A. // 18th International Conference on Laser Optics 2018. St. Petersburg, Russia. – 2018. – P. 375 (0,059 п.л./ 0,015 п.л.).
4. Structure modeling and growing $\text{AgCl}_x\text{Br}_{1-x}$, $\text{Ag}_{1-x}\text{Tl}_x\text{Br}_{1-x}\text{I}_x$, and $\text{Ag}_{1-x}\text{Tl}_x\text{Cl}_y\text{I}_z\text{Br}_{1-y-z}$ crystals for infrared fiber optics / Korsakov, A., Zhukova, L., **Korsakova, E.**, Zharikov, E. // *Journal of Crystal Growth*. – 2014. – Vol. 386. – P. 94-99 (0,353 п.л. / 0,088 п.л.).
5. Investigating the properties of infrared PCFs based on AgCl-AgBr, AgBr-TII, AgCl-AgBr-AgI(TII) crystals theoretically and experimentally / Korsakov, A.S., Zhukova, L.V., Vrublevsky, D.S., **Korsakova, E.A.** // *Optics and Spectroscopy (English translation of Optika i Spektroskopiya)*. – 2014. – Vol. 117. – No. 6. – P. 960-963 (0,235 п.л. / 0,059 п.л.).
6. Thermodynamic research of the crystals of AgBr-TII system and obtaining of infra-red light conductors with nanocrystallic structure, based on these crystals / Korsakov, A.S., Zhukova, L.V., **Korsakova, E.A.**, Zhukov, V.V., Korsakov, V.S. // *Tsvetnye Metally*. – 2013. – Vol. 4. – P. 62-66 (0,294 п.л. / 0,059 п.л.).

Патенты РФ:

Одномодовый кристаллический инфракрасный световод: положительное решение от 17.01.2019 по заявке на патент Рос. Федерации 2018112863 от 09.04.2018. / А.С. Корсаков, Л.В. Жукова, **Е.А. Корсакова**, А.А. Лашова, М.С. Корсаков; заявитель ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Оптический монокристалл: пат. 2495459 Рос. Федерации, МПК G02B1/02. / А.С. Корсаков, Л.В. Жукова, Н.Е. Терлыга, **Е.А. Корсакова**, В.С. Корсаков; заявитель и патентообладатель ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», заявл. 11.05.2012; опубл. 10.10.2013.

Кроме того, другие издания:

9. IR thermographic system supplied with an ordered fibre bundle for investigation of power engineering equipment and units / **Korsakova, E.A.**, Korsakov, A.S., Korsakov, V.S., and Zhukova, L.V. // ASRTU Conference Alternative Energy: Materials, Technologies, and Devices. – 2018. – Vol. 2018. – P. 231-236. (0,353 п.л./ 0,088 п.л.).
10. Optical fibers based on modified silver halide crystals for nuclear power / Salimgareev, D. D., Lvov, A. E., **Korsakova, E.A.**, Korsakov, A.S., Zhukova, L.V. // ASRTU Conference Alternative Energy: Materials, Technologies, and Devices. – 2018. – Vol. 2018. – P. 223-230. (0,471 п.л./ 0,118 п.л.).
11. Моделирование упорядоченных волоконных сборок из галогенидов серебра для ИК термографических систем / **Е.А. Корсакова**, Е.И. Кутявина, И.А. Кашуба, А.С. Корсаков, Л.В. Жукова // Лазерно-информационные технологии в медицине, биологии, геоэкологии и транспорте 2018: труды XXVI Международной Конференции. Новороссийск: РИО ГМУ имени адмирала Ф.Ф. Ушакова. – 2018. – С. 93-94 (0,118 п.л. / 0,024 п.л.).
12. Моделирование структуры фотонно-кристаллических ИК световодов / **Е.А. Корсакова**, А.А. Лашова, Н.А. Муфтахитдинова, А.Е. Львов, А.С. Корсаков, Л.В. Жукова // Лазерно-информационные технологии в медицине, биологии, геоэкологии и транспорте 2018: труды XXVI Международной Конференции. Новороссийск: РИО ГМУ имени адмирала Ф.Ф. Ушакова. – 2018. – С. 92-93 (0,118 п.л. / 0,020 п.л.).
13. ИК волоконные пучки для исследования распределения теплового поля внутренней поверхности объектов / **Е.А. Корсакова**, Н.А. Муфтахитдинова, А.С. Корсаков, Л.В. Жукова // Материалы нано-, микро-, оптоэлектроники и волоконной оптики: физические свойства и применение. Труды XVII Международной научной конференции. Саранск: Изд-во Мордов. унив-та. – 2018. – С. 37 (0,059 п.л. / 0,020 п.л.).
14. Моделирование фотонно-кристаллических световодов для длины волны 5,75 мкм / А.А. Лашова, **Е.А. Корсакова**, А.С. Корсаков, А.С. Литвинова, Л.В. Жукова // Инноватика-2018: сборник материалов XIV Международной школы-конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. Томск: STT. – 2018. – С. 62-64 (0,175 п.л. / 0,035 п.л.).
15. Optical characterisation of MIR imaging fiber / Markham, S., Mani, A.A., Korsakova, E.A., Korsakov, A.S., Zhukova, L.V., Silien, C., and Tofail, S.A.M. / Photonics Ireland Conference. Cork, Ireland. – 2018. – P. 111 (0,059 п.л. / 0,008 п.л.).
16. Световоды для среднего ИК диапазона спектра в конфокальной лазерной сканирующей микроскопии для биологических исследований / **Е.А. Корсакова**, А.С.

Корсаков, А.С. Литвинова, Л.В. Жукова // Лазерно-информационные технологии в медицине, биологии, геоэкологии и транспорте 2017: труды XXV Международной Конференции. Новороссийск: РИО ГМУ имени адмирала Ф.Ф. Ушакова. – 2017. – С. 28-29 (0,118 п.л. / 0,029 п.л.).

17. Теоретическое обоснование и экспериментальное исследование процесса термозонной кристаллизации-синтеза при получении высокочистых галогенидов серебра и одновалентного таллия / А. С. Корсаков, Л. В. Жукова, Д. Д. Салимгареев, **Е. А. Корсакова**, А. Ю. Черепанова // Бутлеровские сообщения. – 2013. – Т. 37, № 3. – С. 18-26 (0,538 п. л. / 0,215 п. л.).

18. Термодинамические функции процессов растворения галогенидов одновалентного таллия и серебра в воде и галогенводородных кислотах / А. С. Корсаков, Л. В. Жукова, Д. Д. Салимгареев, **Е. А. Корсакова**, А. А. Тимина // Бутлеровские сообщения. – 2013. – Т. 37, № 3. – С. 27-36 (0,610 п. л. / 0,218 п. л.).

19. Нано- и микроструктурированные ИК-световоды / А.С. Корсаков, А.И. Чазов, Л.В. Жукова, Д.С. Врублевский, **Е. А. Корсакова** // Высокочистые вещества и материалы. Получение, анализ, применение: тезисы докладов XIV Международной конференции. Нижний Новгород: ИХВВ РАН. – 2011. – С. 33-34 (0,118 п.л./ 0,024 п.л.).

20. Синтез высокочистых кристаллов $Ag_xTl_{1-x}Br_yI_{1-y}$, $Ag_xTl_{1-x}Cl_yBr_zI_{1-y-z}$ / А.С. Корсаков, Л.В. Жукова, **Е. А. Корсакова**, Д.С. Врублевский // Высокочистые вещества и материалы. Получение, анализ, применение: тезисы докладов XIV Международной конференции. Нижний Новгород: ИХВВ РАН. – 2011. – С. 111 (0,059 п.л. / 0,015 п.л.).

21. Исследование и разработка кристаллов $Ag_{1-x}Tl_xCl_yI_zBr_{1-y-z}$, $Ag_{1-x}Tl_xBr_{1-x}I_x$ для ИК-световодов / Л.В. Жукова, А.С. Корсаков, **Е. А. Корсакова**, Ю.В. Агишев, В.В. Жуков // Лазеры. Измерения. Информация-2011: сборник трудов Международной конференции. Санкт-Петербург: Политехнический институт. – 2011. – Т. 3. – С. 415-430 (0,353 п.л. / 0,071 п.л.).

22. Исследование и разработка нано- и микрокристаллических ИК-световодов / А.И. Чазов, Л.В. Жукова, А.С. Корсаков, Д.С. Врублевский, **Е.А. Корсакова** // Фотон-экспресс. – 2011. – Т. 94, № 6. – С. 200-201 (0,118 п.л./ 0,024 п.л.).

23. Новые фотостойкие ИК-световоды на основе кристаллов твердых растворов галогенидов серебра и таллия / А.С. Корсаков, Л.В. Жукова, А.Н. Черепанов, В.С. Корсаков, А.В. Новиков, **Е.А. Корсакова** // Фотон-экспресс. – 2011. – Т. 94, № 6. – С. 250-251 (0,118 п.л./ 0,020 п.л.).

24. Моделирование и выращивание новых нанодфектных ИК-кристаллов на основе твердых растворов галогенидов серебра / Л.В. Жукова, А.С. Корсаков, **Е.А. Корсакова**, А.И. Чазов, Д.С. Врублевский, В.С. Корсаков // Прикладная оптика-2010: сборник трудов IX Международной конференции. Санкт-Петербург: ГУАП. – 2010. – Т2. – С. 105-108 (0,235 п.л. / 0,039 п.л.).
25. Термодинамическое исследование диаграммы фазовых равновесий кристалл-расплав в гетерогенной системе AgBr - TlI / Л. В. Жукова, А. С. Корсаков, **Е. А. Корсакова**, А. И. Чазов // Расплавы. – 2010. – № 6. – С. 76-84 (0,529 п.л./ 0,132 п.л.).

Подписано в печать 15.04.2019г. Бумага писчая. Усл. печ. л. 2,0.

Уч.-изд. л. 2,0. Ризография. Тираж 100 экз. Заказ № 42

Ризография НИЧ УрФУ 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19