

УДК 532.71; 532.73–3  
PACS 42.60. -v, 42.60. Jf

## Физико-химические особенности процесса травления оптического волокна с буферным слоем ксилола

Д. А. Корнилин<sup>†</sup>, Р. С. Пономарев, В. А. Демин

Пермский государственный национальный исследовательский университет, Пермь, Россия

<sup>†</sup>kornilin.daniil@mail.ru

Экспериментально методом химического травления получена зависимость длины конуса заготовки линзованного оптического волокна от толщины защитного слоя, в роли которого выступал ксилол. Исследование проведено с целью совершенствования технологии торцевания оптического волокна для ввода излучения в фотонную интегральную схему. Показано, что при реализации технологического процесса необходимо учитывать толщину буферного слоя для получения заготовок линзованных оптических волокон с конусами требуемой длины и углом раствора. Определено влияние капель кислоты, образующихся на оптическом волокне в воздушной среде в ходе травления. Установлено, что конденсат негативно влияет на прочностные характеристики оптического волокна вследствие утоньшения из-за происходящих на его поверхности химических реакций. Выявлено влияние толщины буферного слоя на динамику каплеобразования на поверхности кварцевой оболочки одномодового оптического волокна в воздушной среде. Получены оптимальные значения толщины буферного слоя, способствующего минимизации негативного влияния капель травителя в воздушной среде и росту повторяемости при получении определенной длины конуса и угла раствора заготовок линзованного оптического волокна.

**Ключевые слова:** химическое травление; линзованное волокно; буферный слой

Поступила в редакцию 19.02.2025; после рецензии 25.02.2025; принята к опубликованию 25.02.2025

## Physicochemical characteristics of the etching of optical fiber with a xylene buffer layer

D. A. Kornilin<sup>†</sup>, R. S. Ponomarev, V. A. Demin

Perm State University, Perm, Russia

<sup>†</sup>kornilin.daniil@mail.ru

An experimental study has been conducted to determine, using the chemical etching technique, the dependence of the cone length of lens-tapered optical fibers on the thickness of the xylene layer during the fabrication of preforms. The study demonstrates that the buffer layer thickness must be taken into account to obtain lens-tapered optical fiber preforms with cones of the required length and angle. The influence of etchant droplets forming on the optical fiber in an air environment during etching has been investigated. These droplets have been found to negatively affect the mechanical strength of the optical fiber due to the thinning caused by chemical reactions occurring on its surface. The effect of the buffer layer thickness on the droplet formation at the surface of the quartz cladding of single-mode optical fibers in an air environment has been established. Optimal values of the buffer layer thickness have been determined, these contributing to minimizing the adverse effects of etchant droplets in an air environment and to improving the reproducibility of obtaining a specific cone length when fabricating lens-tapered optical fiber preforms. This research provides valuable insights

into optimizing the fabrication of lens-tapered optical fibers ensuring enhanced performance and reliability in practical applications.

**Keywords:** chemical etching; lens-tapered fibers; buffer layer

Received 19 February 2025; revised 25 February 2025; accepted 25 February 2025

doi: 10.17072/1994-3598-2025-1-39-43

## 1. Введение

Линзованное оптическое волокно активно используется при стыковке оптических компонентов в интегральной оптике, позволяя добиться довольно точного ввода излучения и уменьшения потерь на стыках [1–4]. Существует множество способов изготовления линзованных оптических волокон, например, электродуговое оплавление, механическая полировка, формирование клеевой линзы на торце волокна, изготовление при помощи аддитивных технологий, объемное химическое травление и др.

Каждый из этих методов имеет ряд преимуществ и недостатков [5–9]. Метод формирования заготовок при помощи химического травления позволяет добиться большей остроты конца конуса и обеспечить лучшую повторяемость при найденных оптимальных условиях. В ранних работах было замечено, что толщина буферного слоя в значительной степени влияет на форму конуса линзованных оптических волокон, однако числовая зависимость не была получена [10]. Также наблюдалось образование капель жидкости в воздушной среде на поверхности оболочки оптического волокна, которые яным образом несут негативный характер, влияя на его прочностные характеристики за счет уменьшения общей толщины световода.

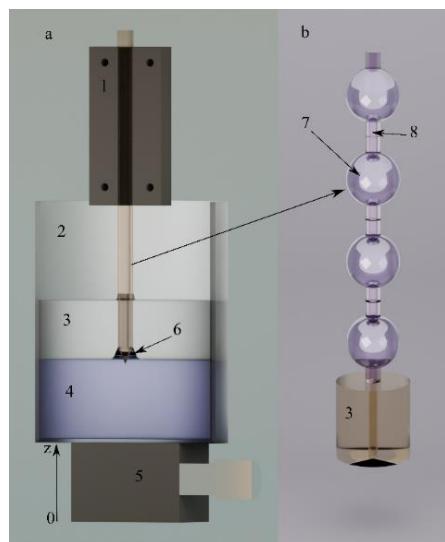
Целью данной работы является нахождение зависимости длины и формы конуса от толщины буферного слоя при объемном химическом травлении, а также определение влияния толщины буферного слоя на процесс каплеобразования травителя на оболочке оптического волокна в воздушной среде.

## 2. Экспериментальная часть

### 2.1. Описание установки

Для получения заготовок линзованных оптических волокон методом объемного химического травления была использована установка, состоящая из химически стойкой полипропиленовой емкости, фиксатора оптического волокна, микропозиционера с движением вдоль вертикальной оси  $z$  с разрешением 10 мкм. Волокно закреплялось в фиксаторе таким образом, чтобы оно располагалось перпендикулярно поверхности буферного слоя и травителя, а затем опускалось ниже границы раздела «травитель-буферный слой» на 1–2 мм (рис. 1, a). В

качестве буферного слоя использовался органический растворитель – ксиол, а в роли травителя выступал 40%-ный раствор плавиковой кислоты. Полный процесс травления заготовки продолжался в течение 1.5 ч при температуре 25°C. Однако иногда длительность травления могла быть меньше. Поддержание нужной температуры осуществлялось при помощи контролируемого подогрева снизу, а установка изолировалась от внешнего воздействия в боксе.



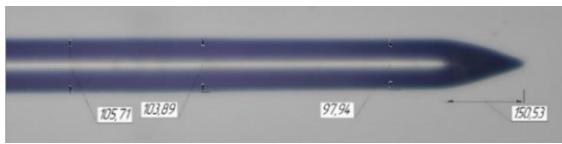
**Рис. 1.** Схема установки для множественного травления оптических волокон: a) – общая картина травления, b) – модельное представление об образовании капель; 1 – фиксатор волокна, 2 – емкость для травления, 3 – ксиол, 4 – травитель, 5 – микропозиционер, 6 – мениск на границе раздела травитель-ксиол, 7 – капли на поверхности волокна в воздушной среде, 8 – оптическое волокно

Толщина буферного слоя при определении зависимости варьировалась от 4 до 15 мм. Для визуализации процесса производилась видеосъемка с помощью объективов с 5- и 10-кратным увеличением. Определение размеров конуса оптического волокна и толщина области в воздушной среде, оставшейся после процесса изготовления заготовок, осуществлялось при помощи программного обеспечения. Референсным размером служил диаметр кварцевой оболочки оптического волокна до травления. Его размер был принят равным 125 мкм.

Во время процесса ввода волокна в травитель происходило образование мениска, в объеме которого и происходило вытравление конуса заготовок линзованных оптических волокон (см. рис. 1, b).

## 2.2. Обработка результатов

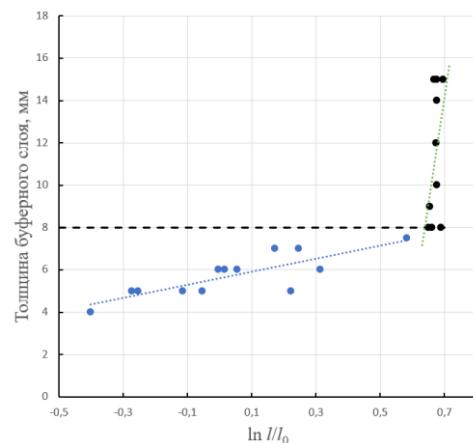
После окончания процесса получения линзованных оптических заготовок по указанной методике при помощи камеры и оптического микроскопа с 20-кратным увеличением производились фото-съемка и последующее измерение параметров конуса на конце оптического волокна (рис. 2). На рисунке представлен пример обработки кончика волокна, удовлетворяющий требованиям, предъявляемым к линзированию. Форма конуса слегка выпуклая, кончик имеет правильную, в меру заостренную форму, само волокно в буферном слое практически не испытывало на себе действия травителя, т.е. его толщина практически одинакова по длине. Эксперимент проведен при толщине буферного слоя ксиола 6 мм. Величина мениска плавиковой кислоты в буферном слое составляла  $164 \pm 40$  мкм. В данном случае время выдержки волокна было равно 1 час 20 мин. В ходе изготовления представленного образца имело место умеренное каплеобразование травителя в воздушной среде.



**Рис. 2.** Измеренный образец линзованного оптического волокна; визуализация при помощи программы «КОМПАС»

В ходе исследования была проведена серия экспериментов по измерению длины конуса  $l$  линзованных оптических волокон для различных толщин буферного слоя при неизменных остальных параметрах системы (рис. 3). Сравнение производилось с толщиной оптического волокна  $l_0$  в начальный момент времени. Отношение  $l/l_0$  представляет собой нормировку значений длины конуса по начальному диаметру кварцевой оболочки оптического волокна. Анализируя данный график, можно сделать заключение о том, что в интервале буферного слоя 4–8 мм происходит значительное изменение длины конуса, при этом для значений толщины буферного слоя менее 6 мм наблюдается значительный разброс измерений, что говорит о низкой повторяемости процесса. Напротив, в интервале 9–15 мм толщина практически не меняется. Повторяемость результатов в этом случае остается довольно высокой и составляет примерно 80 %.

Штриховая линия на рис. 3 указывает на наличие порогового эффекта насыщения, когда увеличение толщины слоя ксиола в какой-то момент практически перестает влиять на параметры конуса линзованного волокна.



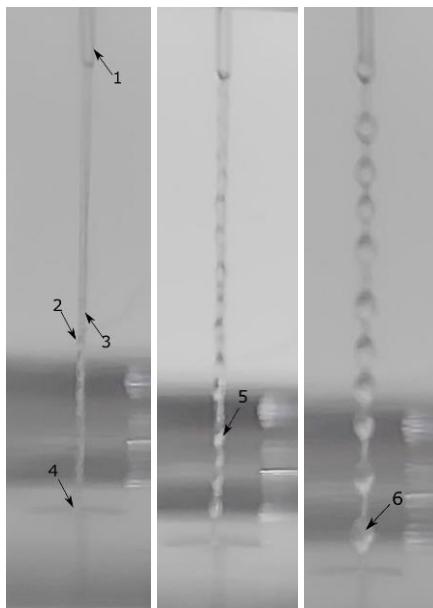
**Рис. 3.** График зависимости толщины буферного слоя от длины конуса  $l$  с нормированной на толщину оптического волокна  $l_0$  в логарифмическом масштабе

## 2.3. Влияние процесса каплеобразования на характеристики заготовок

Также на видеокамеру фиксировался процесс образования капель на оптическом волокне в воздушной среде при помощи оптики с 5-кратным увеличением. Установлено, что в роли конденсата на волокне выступает травитель. Образование капель на поверхности кварцевой оболочки оптоволокна происходит следующим образом: на поверхности участка волокна, находящегося в воздушной среде, на равноудаленных участках происходило образование капель жидкости, визуально четко определяемых уже через 3–5 мин после начала эксперимента [10]. По мере роста капель наблюдалось их постепенное слияние на небольшом расстоянии над поверхностью границы раздела ксиол-воздух, затем данные капли с большим объемом постепенно стекали вниз по волокну под действием поля тяжести. Стоит отметить, что движение таких объектов имело в определенном смысле пульсационный характер. Хотя капля преимущественно и имеет направленное движение вниз, при слиянии с каплями меньшего объема, находящимися выше, происходит небольшой подъем этого объема вверх по волокну. Данный процесс наблюдается до тех пор, пока не происходит накапливается масса капли, достаточная для преодоления силы поверхностного натяжения и скатывания капли в объем ксиола (рис. 4). Это происходит примерно спустя 1 ч после начала процесса. Примечательно, что капли, скатившиеся в объем ксиола, могли либо оставаться там некоторое время, пока не наберут нужную массу, чтобы двигаться дальше вниз по волокну в объем травителя, либо сразу попасть в объем травителя, скатываясь из воздушной среды через ксиол.

Явление каплеобразования травителя имеет негативный характер, так как способствует утоньшению кварцевой оболочки, что напрямую ведет к

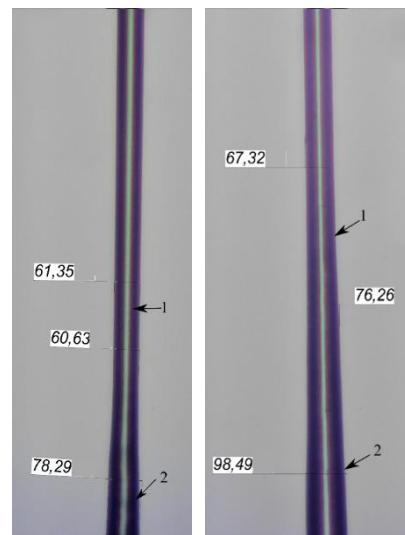
снижению прочностных характеристик изделия, а в случае волокна с тонкой оболочкой теоретически может повлиять на увеличение оптических потерь. В экспериментах с одномодовым оптическим волокном smf-28 начальный диаметр кварцевой оболочки составляет 125 мкм, а сердцевины – около 9 мкм, при этом в процессе получения заготовок линзованных оптических волокон уменьшение диаметра может составлять вплоть до половины диаметра сердцевины и более (рис. 5). Увеличение толщины буферного слоя помогает частично решить данную проблему, однако при последующем повышении толщины ксиола выше 7–8 мм значительного снижения утоньшения волокна не происходит. Нетрудно заметить, что утоньшение волокна также происходит в той части, которая во время процесса находилась в объеме ксиола, однако данное уменьшение диаметра значительно меньше, чем в воздушной среде.



**Рис. 4.** Процесс каплеобразования в воздушной среде: слева – 2 мин после начала процесса травления, посередине – 15 мин после начала процесса, справа – 40 мин длительности процесса: 1 – полимерная оболочка; 2 – зародыши капли травителя на поверхности кварцевой оболочки оптического волокна; 3 – кварцевая оболочка оптического волокна в воздушной среде; 4 – мениск на границе раздела воздух – ксиол; 5 – капля травителя на поверхности кварцевой оболочки оптического волокна; 6 – большая капля, образовавшаяся в результате слияния нескольких капель травителя

Капли травителя в ксиоле в меньшей степени расплавляют волокно, чем в воздухе, т.к. имеет место непрерывная конденсация паров свежей кислоты на волокне и стекание капель вниз по волокну. В то же время в слое ксиола отток продуктов реакции затруднен вследствие фактически нейтральной

плавучести продуктов реакции в окружении ксиола. В результате в среде ксиола меньшее число молекул кислоты контактирует с оптоволокном в единицу времени нежели в воздухе.



**Рис. 5.** Утоньшение кварцевой оболочки оптического волокна в воздухе в процессе каплеобразования: 1 – часть волокна в воздушной среде, 2 – участок в мениске на границе раздела ксиол-воздух; толщина слоя ксиола слева 6 мм, справа 15 мм

### 3. Заключение

В результате исследования были выявлены оптимальные значения толщины буферного слоя, позволяющие минимизировать влияние травителя в воздушной среде, а также добиться высокой повторяемости длин конусов заготовок линзованных оптических волокон, получающихся в результате химического травления.

Работа выполнена в рамках государственного задания «Разработка элементной базы фотонных систем для задач телекоммуникаций и сенсорных применений» №124050300016-0.

### Список литературы

- Плеханов А. И., Шелковников В. В. Оптические волокна с концевыми фотополимерными микролинзами // Российские нанотехнологии. 2006. Т. 1 (1–2). С. 240–244.
- Күчмижак А.А. и др. Технология создания волоконных микроаксиконов для фокусировки лазерного излучения и генерации Бесселевых пучков // Вестник ДВО РАН. 2014. Т. 6. С. 123–131.
- Grattan K. T. V., Sun T. Fiber optic sensor technology: an overview // Sensors and Actuators A. 2000. Vol. 82. N. 1–3. P. 40–61.
- Udd E., Spillman W.B. Jr. Fiber Optic Sensors. New York: Wiley, 2011. 512 p.
- Yuan Y. et al. Theory, experiment, and application of optical fiber etching // Appl. Opt. 2012. Vol. 51. N. 24, 5845.

6. Mononobe S., Ohtsu M. Fabrication of a pencil-shaped fiber probe for near-field optics by selective chemical etching // *Journal of Lightwave Technology*. 1996. Vol. 14. N. 10. P. 2231–2235.
7. Васильев М. Г. и др. Метод ступенчатого травления оптического волокна // Журнал неорганической химии. 2016. Т. 61. № 9. Р. 1218–1220.
8. Eisenstein G., Vitello D. Chemically etched conical microlenses for coupling single mode lasers into single mode fibers // *Applied Optics*. 1982. Vol. 21. P. 3470–3474.
9. Minh P.N. et al. Batch fabrication of microlens at the end of optical fiber using self-photolithography and etching techniques // *Opt Rev.* 2003. Vol. 10. N. 3. P. 150–154.
10. Корнилин Д. А., Пономарев Р. С., Демин В. А. Экспериментальное исследование влияния толщины буферного слоя на форму заготовок для линзованных оптических волокон // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2024. Т. 21. № 3. Р. 396–403.

## References

1. Plekhanov A. I. Shelkovnikov V. V. Photopolymer microlenses on a fiber tip. *Nanotechnologies in Russia*, 2006, vol. 1 (1–2), pp. 240–244. (In Russian).
2. Kuchmizhak A. A. et al. Technology for fabrication of fiber microaxicons for laser focusing and generation of Bessel beams. *Vestnik of the Far Eastern*
- Branch of the Russian Academy of Sciences, 2014, no. 6, pp. 123–131 (In Russian).
3. Grattan K. T. V., Sun T. Fiber optic sensor technology: an overview. *Sensors and Actuators A*, 2000, vol. 82, no. 1–3, pp. 40–61.
4. Udd E., Spillman W.B. Jr. *Fiber Optic Sensors*. New York: Wiley, 2011. 512 p.
5. Yuan Y. et al. Theory, experiment, and application of optical fiber etching. *Appl. Opt.*, 2012, vol. 51, no. 24, 5845.
6. Mononobe S., Ohtsu M. Fabrication of a pencil-shaped fiber probe for near-field optics by selective chemical etching. *Journal of Lightwave Technology*, 1996, vol. 14, no. 10, pp. 2231–2235.
7. Vasil'ev M. G. et al. Method for stepped etching of optical glass fibers. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2016, vol. 61, no. 9, pp. 1160–1162.
8. Eisenstein G., Vitello D. Chemically etched conical microlenses for coupling single mode lasers into single mode fibers. *Applied Optics*, 1982, vol. 21, pp. 3470–3474.
9. Minh P. N. et al. Batch fabrication of microlens at the end of optical fiber using self-photolithography and etching techniques. *Opt. Rev.*, 2003, vol. 10, no. 3, pp. 150–154.
10. Kornilin D. A., Ponomarev R. S., Demin V. A. Experimental investigation of the effect of buffer layer thickness on the shape of lensed optical fibers. *Fundamental Problems of Modern Materials Science*. 2024, vol. 21, no. 3, pp. 396–403 (In Russian)

## Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Корнилин Д. А., Пономарев Р. С., Демин В. А. Физико-химические особенности процесса травления оптического волокна с буферным слоем ксиолола // Вестник Пермского университета. Физика. 2025. № 1. С. 39–43. doi: 10.17072/1994-3598-2025-1-39-43

## Please cite this article in English as:

Kornilin D. A., Ponomarev R. S., Demin V. A. Physicochemical characteristics of the etching of optical fiber with a xylene buffer layer. *Bulletin of Perm University. Physics*, 2025, no. 1, pp. 39–43. doi: 10.17072/1994-3598-2025-1-39-43

## Сведения об авторах

1. Корнилин Даниил Алексеевич, аспирант; Пермский государственный национальный исследовательский университет, ул. Букирева, 15, Пермь, 614068.
2. Пономарев Роман Сергеевич, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры нано- технологий и микросистемной техники, заведующий молодежной лабораторией интегральной фотоники; Пермский государственный национальный исследовательский университет, ул. Букирева, 15, Пермь, 614068.
3. Демин Виталий Анатольевич, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой теоретической физики; Пермский государственный национальный исследовательский университет, ул. Букирева, 15, Пермь, 614068.

## Author information

1. Daniil A. Kornilin, Postgraduate Student, Perm State University; 15, Bukireva st., Perm, 614068, Russia.
2. Roman S. Ponomarev, Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor at the Department of Nanotechnology and Microsystems Engineering, Head of the Youth Laboratory of Integrated Photonics; 15, Bukireva st., Perm, 614068, Russia
3. Vitaly A. Demin, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Head of the Department of Theoretical Physics; 15, Bukireva st., Perm, 614068, Russia