

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200480009262.9

[51] Int. Cl.

G02B 6/02 (2006.01)
G02B 6/12 (2006.01)
C03C 25/60 (2006.01)
C03C 25/62 (2006.01)
C03C 3/06 (2006.01)

[45] 授权公告日 2008年1月23日

[11] 授权公告号 CN 100363765C

[22] 申请日 2004.2.10

[21] 申请号 200480009262.9

[30] 优先权

[32] 2003.4.4 [33] US [31] 10/406,926

[86] 国际申请 PCT/US2004/003918 2004.2.10

[87] 国际公布 WO2004/095096 英 2004.11.4

[85] 进入国家阶段日期 2005.10.8

[73] 专利权人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 威廉·V·道尔

尼马尔·K·维斯瓦纳坦

多拉·M·保卢奇

迈克尔·D·巴雷拉

[56] 参考文献

US2002/0121115A1 2002.9.5

US6146713A 2000.11.14

US5059229A 1991.10.22

US6311524B1 2001.11.6

US5104635A 1992.4.14

US5901264A 1999.5.4

US5287427A 1994.2.15

US2003/0039747A1 2003.2.27

审查员 唐文斌

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限
责任公司

代理人 杨林森 谷惠敏

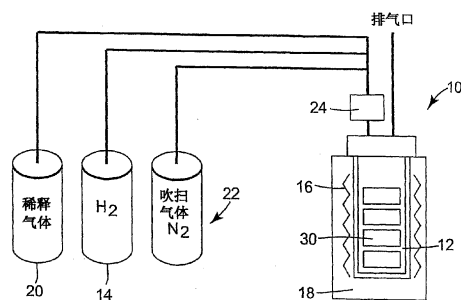
权利要求书 2 页 说明书 13 页 附图 1 页

[54] 发明名称

用于光纤的光敏化的方法和设备

[57] 摘要

本发明涉及增加光纤的光敏性。本发明的一个方面包含一种方法，用于将氢或氘从具有低的总氢含量的气体混合物迅速扩散到光纤中以形成光纤的折射率改变。所得到的光敏纤维可以用于制造包括布拉格光栅和基于布拉格光栅的装置的光学装置。



1. 一种用于增加玻璃态材料的光敏性的方法，所述方法包含：

a)在压力室中放置所述玻璃态材料，该玻璃态材料是从平面波导和光纤中选出的；

b)用气体混合物增压所述室到至少 40Mpa 的总压力，所述混合物包含氢和至少一种稀释气体，其中该至少一种稀释气体是从惰性气体、一氧化二氮、卤化的烃、六氟化硫、一氧化碳、二氧化碳和碳氢化合物组成的组中选择的，其中所述混合物中的所述氢具有第一分压，并且所述混合物中的至少一种所述稀释气体具有第二分压；以及

c)在规定的温度和总压下使所述玻璃态材料暴露于所述气体混合物。

2. 根据权利要求 1 的方法，其中，选择所述稀释气体、所述温度以及所述第一和第二分压，以便所述混合物中的所述氢具有比同样温度和分压条件下的纯氢逸度更大的逸度。

3. 根据权利要求 1 的方法，其中，所述混合物中氢的所述分压小于 0.1MPa。

4. 根据权利要求 1 的方法，其中，所述氢具有小于或等于 4%的体积浓度。

5. 根据权利要求 1 的方法，其中，首先用氢增压所述压力室，然后添加至少一种稀释气体，以形成更高总压下的所述混合物。

6. 根据权利要求 1 的方法，其中，用由氢和至少一种稀释气体组成的预先混和的流体增压所述压力室。

7. 根据权利要求 1 的方法，其进一步包含将所述气体混合物加热

到至少 250℃ 的温度。

用于光纤的光敏化的方法和设备

技术领域

本发明涉及用于增加玻璃态材料的光敏性的设备和方法。具体地，在一个方面，本发明涉及用于将氢或氘从具有低的总氢含量的气体混合物迅速地扩散到光纤中的方法。

背景技术

在信号传输和处理应用中广泛使用光纤和光纤装置。基于光纤的装置在今天的扩展大容量光通信基础设施中是重要的组件。许多这样的装置依靠纤维布拉格光栅(FBG)来操纵光。FBG是在波导的光导区域中沿着其长度具有周期性、非周期性或赝周期性变化的折射率的光纤。在光纤中产生这些折射率扰动的能力是FBG的并因此是许多诸如光学传感器、波长选择滤波器和色散补偿器之类的光学组件的制造的关键。

通常经由光敏现象在光纤中写入光栅。光敏性被规定为通过由玻璃结构的光化辐射诱发的改变而改变玻璃的折射率造成的结果。术语“光化辐射”包括可见光、UV、IR辐射以及在玻璃中诱发折射率改变的其他形式的辐射。当以给予相同辐射剂量的方式在其中诱发更大的折射率改变时，认为给定的玻璃比另一种更光敏。

玻璃光敏性的水平确定了依据光子辐射曝光可以诱发多大的指数改变，并因此设置了实际上可以制造的光栅装置的限制。光敏性同样影响了给定辐射强度可以在玻璃中诱发希望的折射率改变的速度。通过增加玻璃的光敏性，人们可以以更快的速率在其中诱发更大的指数扰动。

高质量光纤的主要组件硅基玻璃的固有光敏性不是很高。使用标准的掺杂锗的纤维，仅仅大约 10^{-5} 的典型地指数改变是可能的。

然而，据观察，通过在用光化辐射照射玻璃之前用分子氢装载它，人们可以显著增加玻璃的光敏性。在一定的温度和压强下使 Ge 掺杂硅光纤暴露于纯氢或纯氖气氛可以使纤维具有光敏性。在氢化的硅光纤中已显示了和 10^{-2} 一样大的指数改变。例如见美国专利号 5,235,695('659)、5,287,427 和 5,500,031, '659 专利的部分继续。

现今由工业写入的大多数光栅包括大约 5cm(2 英寸)以下长度的纤维，这取决于将要写入的光栅的类型。传统上，已教导将整个长度的光纤放置到包含一定温度和压强下的纯氢或纯氖的容器中。光栅制造工艺通常需要下述第一工艺：在包含氢或氖的容器中放置纤维线轴，在炉中放置容器，并且通过纤维的聚合物涂层用氢装载整个纤维。

一旦纤维的长度已被载氢，就从光栅将要被写入的区域剥去涂层(机械地、化学地或通过其他方法)。技术人员然后使用光化辐射源来个别地写入每个光栅。然后通过再次加热纤维以减少光栅的降解曲线来退火纤维。然后重新涂敷被剥去的纤维的部分。

为了用传统的氢化方法在光纤中达到希望的氢水平，典型地将纤维暴露于纯氢气氛好几天，并且有时是好几周。示范性的暴露包括 21°C 和 738atm 下的 600 小时(25 天)或 21°C 和 208atm 下的 13 天。显然，如此长的暴露延长了制造依靠光敏性玻璃的光学装置所需的时间。

响应希望更快和更有效的载氢方法，3M 公司开发了使用更高的温度和/或压强来加速载氢的工艺。在此并入作为参考的美国申请序列号 10/028,837 说明了这样的工艺。

在任何条件下的纯氢或氖装载气氛提出了安全性和成本关注。氢

是高度易燃的。由于在电信应用中由在感兴趣的波长处的吸收引起的损失方面的所得到的改善，常常使用氙。然而，氙的成本高昂，并且优选气体的更有效的使用。希望在减少一些相关的风险和成本的同时能够从载氢光敏效应中获益。

发明内容

本发明的至少一个方面是一种用于增加玻璃态材料的光敏性的方法，该方法包含：在压力室中放置玻璃态材料；用气体混合物增压室，所述混合物包含氢和至少一种稀释气体；其中，混合物中的氢具有第一分压，并且混合物中的稀释气体具有第二分压；以及在规定的温度和总压下使玻璃态材料暴露于气体混合物。

本发明的至少一个方面是一种用于制造光学装置的方法，该方法包含：在压力室中放置玻璃态材料；用气体混合物增压室，所述混合物包含氢和至少一种稀释气体；在规定的温度和总压下使玻璃态材料暴露于气体混合物；以及用光化辐射照射玻璃态材料。在本发明的至少一个实施例中，光学装置可以是光栅，并且光化辐射可以被形成图案。

本发明的至少一个方面是一种光纤，其具有由下述方法产生的增加的光敏性，所述方法包含：在压力室中放置光纤；用气体混合物增压室，所述混合物包含氢和至少一种稀释气体；在规定的温度和总压下氢化光纤；以及使光纤暴露于光化辐射图案。

本发明的至少一个方面是一种由下述方法制备的光学装置，所述方法包含：在压力室中放置玻璃态材料；用气体混合物增压室，所述混合物包含氢和至少一种其他稀释气体；使玻璃态材料暴露于气体混合物；以及用光化辐射照射玻璃态材料。在本发明的至少一个实施例中，光学装置可以是光栅，并且光化辐射可以被形成图案。

本发明的至少一个方面涉及一种方法，该方法利用高压气体混合物中的接近或在 0.1MPa(一个大气压)以下的氢分压，使用传统的纤维能够生成超过 7×10^{-5} 的玻璃态材料的折射率改变。以如此低的 H_2 或 D_2 的分压的方式敏化的纤维允许显著的成本节约并减少一些安全性关注，同时允许纤维被充分敏化。

定义

如在此使用的那样，以下术语具有规定的含义：

- 如在此使用的那样，术语“氢”通常是指氢气(H_2)，但是同样包括氘气(D_2)和氢-氘气体(HD)。
- 如在此使用的那样，术语“稀释气体”是在工艺条件下不和氢或玻璃态材料起化学反应的气体或超临界流体。
- 如在此使用的那样，术语“分压”是指气体或超临界流体混合物中的成分的摩尔分数乘以混合物的总压。
- 如在此使用的那样，术语“增强系数”或“放大系数”被规定为纯载氢样品的压强除以混和气体样品中氢的分压的比率，所述混和气体样品会导致纤维中同样水平的内部氢含量(如通过损失测量方法或光敏性测量方法测量的那样)。

附图说明

图 1 是根据本发明的载氢设备的第一实施例的简化示意图。

具体实施方式

通常，为了改善未敏化纤维，希望大约 5×10^{-5} 以上的由 UV 曝光引起的折射率改变。与本发明相反，在纯的高压氢气氛中，通过在 $60^\circ C$ 下曝光 3 天，能够光敏化典型的光栅质纤维，以给出 1×10^{-3} 的指数改变。可选择地，可以在纯的高压氢气氛中在例如 $260^\circ C$ 的高温下 10 分钟的条件下进行同样的纤维的加速光敏化，得到 4×10^{-4} 的指数改变。

据观察，小于 1MPa 的纯氢压强对于达到希望水平的典型纤维的敏感性是不够的。与此相反，本发明利用小于 1MPa、更典型地接近或在 0.1MPa(一个大气压)以下的氢分压，在包括氢的高压气体混合物中使用传统纤维生成超过 7×10^{-5} 的玻璃态材料的折射率改变。以如此低的 H_2 、 D_2 或 HD 的分压的方式敏化的纤维允许显著的成本节约并减少一些安全性关注，同时允许纤维被充分敏化。这种光敏化工艺适用于诸如平面波导之类的其他材料系统。

图 1 是根据本发明的载氢设备 10 的实施例的简化示意图。载氢设备 10 包括压力容器 12、氢源 14 和稀释气体源 20。在本发明的一个示范性实施例中，容器 12 是高压气体室，能够经受高达约 20MPa 的气压。设备 10 进一步包括加热器单元 16 和在压力容器 12 周围放置的附属绝缘材料 18。还可以提供诸如 N_2 之类的吹扫用气体源 22。

在本发明的方法的实施例中，在压力室中放置诸如平面波导、光纤等等之类的玻璃态材料。然后典型地用气体混合物将室增压到至少大约 40MPa，更优选地至少 100MPa，所述混合物包含氢和至少一种稀释气体。在一个实施例中，选择该混合物的压强、温度和成分，以便混合物中氢的逸度大于同样分压和温度条件下的纯氢的逸度。在一个实施例中，混合物中氢的逸度是纯氢的逸度的至少两倍。在另一个实施例中，至少大 5 倍。该混合物用于氢化玻璃态材料。混合物中氢的初始分压典型地小于 1MPa 和总压，并且气体混合物中氢的体积浓度典型地小于或等于 4%。

通过以预定的浓度比率从已经包含混和气体的源增压室，或者通过现场形成混合物，能够形成气体混合物。在首先用纯氢填充室然后添加稀释气体的情况下，纯氢的初始压强将会小于混和稀释气体之后的氢的初始分压。这种已占体积效应是气体混合物中成分分压的增加(不能由理想气体定律预测)，当添加稀释气体并且混合物压强增加时可以观察到这一点。本发明中教导的稀释高压混合物中氢的逸度增加

不同于已占体积效应。

从由以下组成的组中选择稀释气体：惰性气体(氩(Ar)、氖(Ne)等)、部分或全部卤化(尤其是氟化)的烃、一氧化碳、二氧化碳(CO₂)、氮(N₂)、一氧化二氮(N₂O)、小的碳氢化合物(甲烷(CH₄)、乙烷(C₂H₆)、丙烷(C₃H₈)等)、六氟化硫以及当用作具有氢的混合物中的主要成分时显著增加氢的逸度的其他基本上不起反应的气体。

光敏化玻璃态材料的方法可以包含将气体混合物加热到至少 50 °C、更优选地到至少 80 °C的进一步的步骤。为了加速光敏化工艺，气体混合物可以加热到至少 250 °C。

所得到的光敏性玻璃态材料典型地具有大于 1×10^{-3} dB/m 的第一谐波氢吸收峰值。载氢直接和装载工艺期间氢的逸度相关。在具有稀释气体的系统中，氢的逸度将取决于总压、系统温度、气体种类和氢的分压。

然后可以使所得到的光敏性玻璃态材料或其部分暴露于光化辐射以改变其折射率。光化辐射或暴露于光化辐射的纤维的部分可以被构图。例如，载氢纤维可以用于制造包括诸如布拉格光栅之类的光栅和基于布拉格光栅的装置的光学装置。

实施例

测试方法

使用两种不同的方法测量并量化扩散到纤维中的氢浓度。在第一种方法中，使用在下文中说明的稀释方法测量由纤维芯中的氢引起的在 1.24 微米处的吸收率峰值($\Delta \alpha$)。

锗硅酸盐纤维中的氢吸收具有由在 1.24 微米处的第一吸收谐波引起的特征吸收率峰值。可以通过测量吸收率峰值($\Delta \alpha$)来计算不同

装载条件下的扩散到纤维中的氢浓度。测量方法需要通过纤维发射具有大约 1.2 微米和 1.3 微米之间的波长(λ)的宽带光源(83437-A, Agilent Technologies, Palo Alto, CA)并且使用光谱分析器(AQ6315-A, Ando Electric Co., Ltd. Tokyo, Japan)来测量距离范围内的改变。被称为稀释方法的方法包括将纤维连接到源并测量远端外的功率。然后在检测器附近切断纤维,重新连接,并再次测量功率。通过已知纤维的源处的功率(P_S)和末端处的功率(P_E)以及纤维的长度(L),可以通过计算 $[(P_E - P_S)/L]$ 来确定吸收率峰值(dB/m)。典型地每个纤维每种装载条件进行三次稀释测量,并且比较用于计算增强作用的平均值。

在第二种方法中,根据作为写入时间的函数的(传输中的)光栅强度的测量来计算由在光敏化的纤维中 UV 写入布拉格光栅引起的折射率改变。纤维中的 UV 诱发的折射率改变直接与其光敏性和扩散到纤维中的氢浓度相关。在 244nm 处工作的倍频 CW Ar+激光器(Sabre® FreD™ laser, Coherent, Santa Clara, CA)是用于在不同条件下的载氢纤维中写入光栅的 UV 源。基于 Talbot 干涉仪的 FBG(纤维布拉格光栅)制造系统用于以 1mm×0.1mm 的点尺寸的方式以 100mW 的固定 UV 功率在测试纤维中写入光栅。使用计算机控制的光谱分析器(Q68384, Advantest Corporation, Tokyo, Japan)在光栅刻写期间在传输中监视作为时间的函数的光栅生长。从如下所述的布拉格波长 λ_B 、光栅长度 L_g 和光栅的传输最小值 T_{\min} 中可以计算光栅刻写期间纤维中诱发的作为

$$\Delta n(t) = (\lambda_B / \pi L_g) \tanh^{-1}[\sqrt{1 - T_{\min}(t)}]$$

时间的函数的折射率调制 Δn :

典型地在每个纤维中写入三个光栅大约 10 分钟。然而,在具有增加的光敏性的纤维中,光栅强度在写入的几分钟之内超过了测量系统的动态范围(大约 30dB 的最大值),所以写入时间被减少到了 2-5 分钟,而不是最初使用的 10 分钟写入时间。计算的 Δn 的平均值用于比较经受不同载氢条件的不同纤维的纤维光敏性。比较对于目前披露的标准和稀释载氢条件获得的 $\Delta \alpha$ 和 Δn 值,可以计算本发明中讨论

的增强系数。

纤维

再次参考图 1，提供了诸如具有 Ge 和/或 B 掺杂的芯和/或覆层的硅玻璃光纤的线轴 30 之类的玻璃态材料。从诸如 Corning, Inc. of Corning, NY 之类的公司可以轻易地获得适当的纤维。用于光纤的制造、掺杂和涂敷的方法对本领域技术人员是众所周知的。玻璃态材料被定义为不具有长程结构有序和足够坚固并且足够刚硬而不会在可观察的时间尺度上展示流动的材料。

在本研究中使用了两种不同类型的单模纤维，每种所述纤维都具有用于对照例子(CE)1 到 7 和例子 8 到 23 的 3.5 摩尔百分数的平均核心锗浓度(从 Corning, Corning, NY 可以得到的 SMF-28™ 光纤)，以及用于对照例子 24 到 30 和例子 31 到 43 的 5 摩尔百分数的平均核心锗浓度(从 Corning, Corning, NY 可以得到的 PureMode™HI 1060 光纤)。

对照例子

使用具有纯的高压氢气氛的现有载氢工艺来制备对照样品。在线轴 30 上缠绕将要被氢化的具有涂层的光纤，并且将线轴 30 放置到压力容器 12 中。然后用氮(Air Products and Chemicals Inc., Allentown, PA)吹扫容器三次，并加热容器直到 80°C。用氢(Air Products and Chemicals Inc., Allentown, PA)填充 80°C 容器直到希望的压强(如表 1 和 2 所示)，然后使纤维暴露于含氢气氛 24 小时。24 小时之后，排空压力容器，并且线轴 30 被从容器 12 中迅速移走，并且通过放置到-40°C 的冷冻箱中而被迅速冷却，在所述冷冻箱中，纤维被存储在那里，直到能够评估光敏化或氢结合的程度为止，或者直到用于制造光学设备为止。

对于评估的每种装载条件，使用上述第一种测试方法确定在 1.24

微米处的每单位长度的吸收率(“损失”, 或 $\Delta \alpha$)。使用上述第二种测试方法确定光栅写入的敏感性(“dn”, 或 “ Δn ”)。

例子

使 SMF-28™ 光纤(例子 8 到 23)和 PureMode™ HI 1060 光纤(例子 31 到 43)暴露于稀释气体与氢的混合物, 所述稀释气体为诸如氩、二氧化碳、一氧化二氮、甲烷或乙烷之类。

把将要被氢化的具有涂层的光纤放置到预热到 80°C 的希望的温度度的容器 12 里面, 以实现光敏化。在本例子中, 在线轴 30 上缠绕光纤并将线轴 30 放置到压力容器 12 中。然后用氮吹扫容器三次。根据本发明的方法, 用和氩或二氧化碳气体预先混和的千分之一(ppt)浓度的高纯度级别的压缩氢气(Air Products and Chemicals Inc., Allentown, PA)装载来自同样多的每种纤维类型的一些纤维。对于预先混和的包含氢的气体, 在直到大约 100MPa 的不同压强下用混合物填充吹扫过的 80°C 容器。对于将要在容器中混和的纯气体, 用氢填充 80°C 容器直到大约 1MPa, 然后排空容器到大约 0.1MPa(大气压)。然后用稀释气体增压容器到大约 100MPa 总压, 并且记录压强。Peng-Robinson 状态方程(D. Y. Peng, D. B. Robinson, Ind. Eng. Chem. Fundam., 15, 59(1976))用于计算氢的分压。然后使纤维暴露于希望的光敏化温度下的低分压含氢气氛 24 小时。24 小时之后, 排空压力容器, 并且光纤被从容器 12 中迅速移走, 并且通过放置到-40°C 下的冷冻箱中而被迅速冷却, 在所述冷冻箱中, 纤维被存储在那里, 直到能够评估光敏化或氢结合的程度为止, 或者直到纤维用于制造光学设备为止。

对于评估的每种装载条件, 在和用于用纯氢敏化的纤维的条件相同的条件下确定在 1.24 微米处的每单位长度的吸收率(“损失”, 或 $\Delta \alpha$)。类似地, 在和用于用纯氢敏化的纤维的条件相同的条件下确定光栅写入的敏感性(“dn”, 或 “ Δn ”)。然后这些结果用于计算达到观察的损失或 dn 级别所需的纯氢的压强。在大约 100MPa 和 80°C 下的

CO₂ 稀释气体的情况下，该“计算的所需的等效纯 H₂ 压强”一致超过了实际氢分压的 25 倍。在 Ar 稀释气体的情况下，计算的有效压强对分压的比率接近 2。在表 1 和 2 中显示了结果。

在大约 100MPa(H₂ 分压=0.137MPa)下用 1.37 千分率(ppt)的 CO₂ 中的 H₂ 制备的样品，和在预期需要 5.8MPa 的纯 H₂ 的水平下暴露相比，显示了指数的改变。这个放大倍数超过了 40 倍。当使用在大约 100MPa(D₂ 分压=0.137MPa)下的 1.37ppt 的 CO₂ 中的氘时，和在预期需要 6.27MPa 的纯 D₂ 的水平下暴露相比，显示了指数的改变，导致是 CO₂ 中的氘的分压 45 倍的放大倍数。

使一些 SMF-28™ 光纤和 PureMode™ HI 1060 光纤暴露于大约 100MPa 的混合物压强下，所述混合物由 0.1MPa 的氢添加以下气体中的一种以达到 100MPa 的总压而形成：N₂O(一氧化二氮)、CH₄(甲烷)或 C₂H₆(乙烷)。所得到的纤维不仅测量它们在 1.24 微米处的每单位长度的吸收率(“损失”)，而且测量它们的光栅写入的敏感性(“dn”)。这些和来自用纯氢敏化的纤维的数据进行比较。如前面那样，这些结果用于计算达到观察的损失和 dn 的水平所需的纯氢的压强。一氧化二氮的损失放大系数大约为 11。对于甲烷，大约为 45，而对于乙烷大约为 54。从 Δn 比较中得到的值典型地甚至更大。

表 1 和 2 分别显示了 SMF-28™ 光纤和 PureMode™ HI 1060 光纤的现有载氢工艺和目前披露的低压载氢工艺效果比较的光敏化结果。表中第一列指示了生成气体混合物的方法。“纯”标记指示用纯 H₂ 增压室。“预先混和”标记指示气体混合物由气体供应商制备并用作提供增压室。“现场”标记指示以下过程：向容器添加大约 1MPa 的氢，将室排空到大约 0.1MPa，最后用选择的稀释气体将室增压到希望的水平。表 1 和 2 中的第二列指示给定试验中使用的稀释气体。第三列是填充容器的 H₂ 的摩尔百分数。第五列是规定的压强(列 4)和 80°C 的装载温度下的 H₂ 的分压。第六列是当使用稀释方法测量时的损失。第

七列是在纯氢气氛中达到和对于低分压系统测量的损失数字相同的损失数字所需的氢压强的计算值。第八列是损失放大系数，其为来自列 7 的计算的氢压强数字和系统中的实际氢分压(列 5)的比率。第九列是在用 U-V 辐射写入布拉格光栅 5 分钟之后测量的玻璃的折射率改变。注意，在发现较大的折射率改变的几种情况下，测量值取自仅仅在两分钟内写入的光栅。第十列是在纯氢气氛中达到和对于低分压系统测量的折射率改变相同的折射率改变所需的氢压强的计算值。第十一列是 dn 放大系数，其为来自列 10 的计算的氢压强数字和系统中的实际氢分压(列 5)的比率。

表 1 SMF-28 光纤的现有载氢工艺和低压载氢进行比较的光敏化结果

试验	形成混合物的方法	稀释气体	%H ₂	总压 (MPa)	H ₂ 分压 (MPa)	损失	计算的对于同样损失的纯 H ₂ (MPa)	损失增强系数	Dn	计算的对于同样 Dn 的纯 H ₂ (MPa)	Dn 增强系数
CE1	纯	—	100	0.00	0.00	0.0005	0.000	—	7.11E-05	0.081	—
CE2	纯	—	100	0.83	0.83	0.0048	0.845	1.02	1.60E-04	0.628	0.76
CE3	纯	—	100	2.07	2.07	0.0123	2.310	1.12	3.70E-04	1.926	0.93
CE4	纯	—	100	5.34	5.34	0.0260	4.986	0.93	9.54E-04	5.529	1.03
CE5	纯	—	100	7.34	7.34	0.0390	7.525	1.02	1.27E-03	7.481	1.02
CE6	纯	—	100	10.41	10.41	0.0537	10.396	1.00	1.76E-03	10.506	1.01
CE7	纯	—	100	13.72	13.72	0.0707	13.716	1.00	2.24E-03	13.469	0.98
8	预先混和	Ar	5	42.96	2.07	0.0200	3.806	1.84	7.07E-04	4.006	1.94
9	预先混和	Ar	5	72.16	3.62	0.0290	5.571	1.54	1.22E-03	7.173	1.98
10	预先混和	Ar	5	108.39	5.41	0.0410	7.915	1.46	1.83E-03	10.938	2.02
11	预先混和	Ar	5	176.33	8.83	0.0677	13.130	1.49	2.78E-03	16.802	1.90
12	预先混和	Ar	0.1	41.06	0.04	0.0011	0.118	2.86	7.62E-05	0.113	2.72
13	预先混和	Ar	0.1	77.71	0.08	0.0014	0.173	2.22	9.73E-05	0.242	3.11
14	预先混和	Ar	0.1	112.22	0.11	0.0016	0.224	1.99	1.10E-04	0.324	2.88
15	预先混和	Ar	0.1	147.10	0.15	0.0019	0.275	1.87	1.21E-04	0.386	2.63
16	预先混和	Ar	0.1	181.39	0.18	0.0021	0.325	1.79	1.41E-04	0.510	2.81
17	现场	CO ₂	0.13	110.20	0.14	0.0210	4.010	28.85	1.00E-03	5.832	41.96
18	现场	CO ₂	0.13*	110.20	0.14	—	—	—	1.07E-03	6.271	45.11
19	预先混和	CO ₂	0.13	105.60	0.11	0.0168	3.188	30.36	7.69E-04	4.388	41.97
20	现场	N ₂ O	0.13	104.29	0.14	0.0090	1.665	12.07	2.74E-04	1.377	9.98
21	现场	CH ₄	0.14	106.80	0.15	0.0349	6.724	45.07	1.32E-03	8.363	56.05
22	现场	C ₂ H ₆	0.15	111.66	0.17	0.0470	9.087	53.61	1.63E-03	10.360	61.12
23	现场	C ₂ H ₆	0.23	47.9	0.11	0.0037	0.63	5.82	—	—	—

^a 代替氢(H₂)使用氘(D₂)

表 2 PUREMODE-1060 光纤的现有载氢工艺和低压载氢工艺进行比较的光敏化结果

试验	混合物形式	稀释气体	%H ₂	总压 (MPa)	H ₂ 分压 (MPa)	损失	计算的对于同样损失的纯 H ₂ (MPa)	损失增强系数	Dn	计算的对于同样 Dn 的纯 H ₂ (MPa)	Dn 增强系数
CE24	纯	—	100	0.00	0.00	0			1.07E-04	0.081	—
CE25	纯	—	100	0.83	0.83	—			2.40E-04	0.627	0.76
CE26	纯	—	100	2.07	2.07	0.0123			5.55E-04	1.925	0.93
CE27	纯	—	100	5.34	5.34	0.0253			1.43E-03	5.528	1.03
CE28	纯	—	100	7.34	7.34	0.0377			1.91E-03	7.498	1.02
CE29	纯	—	100	10.41	10.41	0.0520			2.65E-03	10.533	1.01
CE30	纯	—	100	13.72	13.72	0.0684			3.36E-03	13.476	0.98
31	预先混和	Ar	5	42.96	2.07				9.93E-04	3.728	1.80
32	预先混和	Ar	5	72.16	3.62				1.80E-03	7.049	1.95
33	预先混和	Ar	5	108.39	5.41				2.73E-03	10.876	2.01
34	预先混和	Ar	5	176.33	8.83				4.51E-03	18.201	2.06
35	预先混和	Ar	0.1	41.06	0.04				1.07E-04	0.082	1.99
36	预先混和	Ar	0.1	77.71	0.08				1.37E-04	0.205	2.64
37	预先混和	Ar	0.1	112.22	0.11				1.51E-04	0.262	2.34
38	预先混和	Ar	0.1	147.10	0.15				1.82E-04	0.389	2.65
39	预先混和	Ar	0.1	181.39	0.18				2.07E-04	0.495	2.73
40	现场	N ₂ O	0.13	104.29	0.14	0.008	1.498	10.86	2.56E-04	—	—
41	现场	CH ₄	0.14	106.80	0.15	0.034	6.761	45.32	0.00141*	—	—
42	现场	C ₂ H ₆	0.15	111.66	0.17	0.047	9.393	55.42	0.00213*	—	—
43	现场	C ₂ H ₆	0.23	47.90	0.11	0.0048	0.960	8.71	—	—	—

*在光栅写入工艺期间 120 秒 UV 曝光

光栅写入中包括的化学工艺是复杂的。因而，希望改变氢逸度的纤维写入敏感性的结果可以是显著非线性的，尤其是在低氢水平下。同样希望特定纤维的特性将取决于核心成分和提供的氢浓度。尽管在它们的敏感性曲线中从一种纤维到另一种的某些变化是可能发生的，但是用纯氢制备的纤维和在高压下从氢的稀释混合物中制备的同样的纤维之间的比较，提供了关于后者的增强值，所述后者的特征是由于

敏化纤维的混合物中氢的逸度。

在此的披露教导，通过在装载工艺期间使用气体混合物而不是纯氢，可以显著影响载氢材料的光敏性。使用一些稀释气体，玻璃态材料中的氢浓度比基于系统中提供的氢分压而预期得到的氢浓度高出 30 到 50 倍。另外，发现稀释气体的选择严重影响纤维芯中氢的浓度，在类似的时间、温度和压强条件下，一些稀释气体显示出了 30 倍的其他稀释气体的结果。因为稀释气体的选择影响敏化，所以这种放大效果不能单独归功于分压的增加和已占体积效应。更确切地，这些增强作用是由在同样的分压和温度下混合物中氢的逸度相对于纯氢的逸度的增加所引起的。如此水平的放大作用允许氢或氘在非常低的分压下使用，甚至是在纯氢敏化忽略不计的条件下处于或低于 0.1MPa(一个大气压)。如此低的分压允许显著的成本节约以及减少一些安全性关注，同时允许充分敏化纤维以允许使用光敏化的材料制造光学装置。

本领域技术人员会意识到，可以在多种光学组件的制造中使用本发明。尽管参考示范性优选实施例说明了本发明，但是在不背离本发明的范围情况下可以在其他特定形式中包含本发明。因此，应当理解，在此说明和显示的实施例仅仅是示范性的，并且不应当被看作限制本发明的范围。根据本发明的范围可以进行其他改变和修改。

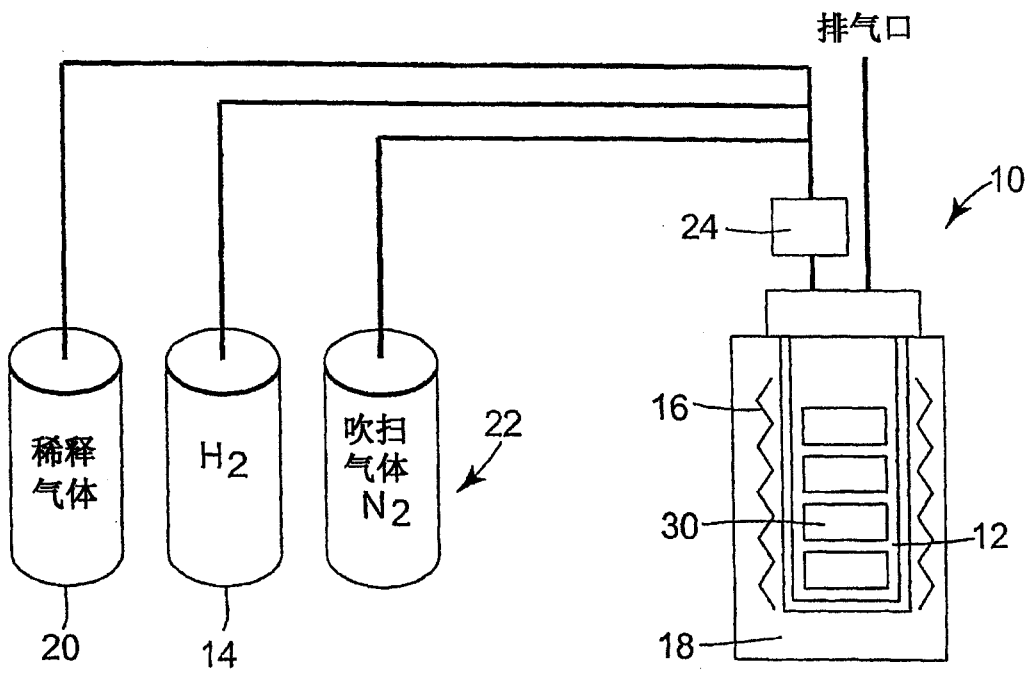


图1