

УДК 621.762.2 + 536.46

DOI dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2021-2-22-30

Прочность и трещиностойкость кварцевых волокон с полиимидными покрытиями

© 2021 г. М.И. Булатов, А.А. Шацов

Пермский национальный исследовательский политехнический университет (ПНИПУ), г. Пермь, Россия

Статья поступила в редакцию 03.08.20 г., доработана 28.10.20 г., подписана в печать 13.11.20 г.

Аннотация: Полиимидные покрытия в настоящее время обеспечивают наиболее высокие эксплуатационные свойства кварцевых волокон. Целью работы являлось определение прочности, твердости, динамической усталости, периода сохранения работоспособности и трещиностойкости оптических волокон с полиимидными покрытиями. Методом осевого растяжения на расстояние между кабестанами 500 мм определен предел прочности волокон, который составил 4,8–6,0 ГПа при скорости нагружения 10–500 мм/мин. Построены графики статистики В. Вейбулла в координатах, связывающих вероятность разрушения с прочностью, длиной волокна и параметром, описывающим предельную прочность. Найден показатель динамической усталости (n), который по физическому смыслу соответствует тангенсу угла наклона $\operatorname{tg}\alpha = 1/(1+n)$ в двойных логарифмических координатах. Значения твердости и трещиностойкости кварцевых волокон измерены методом индентирования. Для вычисления трещиностойкости (K_{1c}) использовали полуэмпирическую зависимость А. Ниихары, связывающую размер отпечатка, длину радиальной трещины и трещиностойкость. С помощью сканирующей электронной микроскопии рассчитана исходная длина трещины и определен размер характерного дефекта. Методом термогравиметрии показано, что волокна с полиимидным покрытием сохраняют термическую стабильность до 450 °С. На основе данных по динамической усталости определен срок службы оптических волокон, который при нагрузке 0,2 ГПа составил не менее 25 лет. Параметр распределения (m), описывающий предельную прочность оптических волокон, был тем больше, чем сильнее отличался нижний уровень прочности от верхнего при испытании на растяжение отрезков волокон. Значения этого параметра характеризуют качество волокна: $m = 50 \pm 100$ для волокон с покрытием и $m = 1 \pm 5$ без него.

Ключевые слова: прочность, оптическое волокно, трещиностойкость, распределение В. Вейбулла.

Булатов М.И. – аспирант кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» ПНИПУ (614990, г. Пермь, Комсомольский пр., 29). E-mail: BylatovMI@gmail.com.

Шацов А.А. – докт. техн. наук, профессор кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» ПНИПУ. E-mail: shatsov@pstu.ru.

Для цитирования: Булатов М.И., Шацов А.А. Прочность и трещиностойкость кварцевых волокон с полиимидными покрытиями. Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2021. Т. 15. № 2. С. 22–30. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2021-2-22-30.

Strength and fracture resistance of quartz fibers with polyimide coatings

M.I. Bulatov, A.A. Shatsov

Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russia

Received 03.08.2020, revised 28.10.2020, accepted for publication 13.11.2020

Abstract: Polyimide coatings currently provide the highest performance properties of quartz fibers. The purpose of this research is to determine the strength, hardness, dynamic fatigue, performance period and crack resistance of optical fibers with polyimide coatings. The strength limit of fibers determined by the method of axial stretching over the distance between capstans of 500 mm was 4.8–6.0 GPa at a loading speed of 10–500 mm/min. W. Weibull distribution curves were plotted in coordinates that relate the probability of failure to the strength, fiber length, and parameter describing the ultimate strength. The dynamic fatigue parameter n was found, which in physical sense corresponds to the slope $\operatorname{tg}\alpha$ equal to $1/(1+n)$ in double logarithmic coordinates. Hardness and crack resistance values of quartz fibers were measured by indentation. Crack resistance K_{1c} was calculated using the A. Niihara semi-empirical dependence, which connects the indentation size, radial crack length, and crack resistance. The initial crack length was calculated and the size of the characteristic defect was determined using scanning electron microscopy. Thermogravimetric analysis demonstrated that polyimide coated fibers maintain thermal stability up to 450 °C. The service life of optical fibers was determined based on the dynamic fatigue data, and it amounted to at least 25 years at a load of 0.2 GPa. The greater the difference

between the lower strength level and the upper one in the stretch tests of fiber segments, the higher the distribution parameter m describing the ultimate strength of optical fibers. The values of this parameter are determined by the fiber quality: $m = 50 \div 100$ for coated fibers and $m = 1 \div 5$ for uncoated ones.

Keywords: strength, optical fiber, crack resistance, W. Weibull distribution.

Bulatov M.I. – Postgraduate student, Department of the metals science and heat treatment technologies of steel and high-strength alloys, Perm National Research Polytechnic University (614990, Russia, Perm, Komsomolsky pr., 29). E-mail: BylatovMI@gmail.com.

Shatsov A.A. – Dr. Sci. (Eng.), Prof., Department of the metals science and heat treatment technologies of steel and high-strength alloys, Perm National Research Polytechnic University. E-mail: shatsov@pstu.ru.

For citation: *Bulatov M.I., Shatsov A.A. Strength and fracture resistance of quartz fibers with polyimide coatings. Izvestiya Vuzov. Poroshkovaya Metallurgiya i Funktsional'nye Pokrytiya (Powder Metallurgy and Functional Coatings). 2021. Vol. 15. No. 2. P. 22–30 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2021-2-22-30.*

Введение

Кварцевое волокно широко применяют в приборостроении для лазеров и гироскопов [1, 2]. Рост потребления оптических волокон (ОВ) в промышленности связан с расширением областей их применения: нефтяные скважины, атомная энергетика, подводные лодки и др. [3–5]. Требования к ОВ по прочности, коррозионной стойкости, температуре эксплуатации, а также иным свойствам и их сочетанию постоянно возрастают. Так, уже производят ОВ для функционирования в агрессивной окружающей среде, для применения в датчиках распределения температуры, а также с повышенной радиационно- или водородостойкостью.

Внешнее защитное покрытие обеспечивает герметизацию поверхности ОВ, препятствуя деградации и ухудшению механических характеристик, что положительно влияет на работу в экстремальной окружающей среде. К примеру, акрилатные покрытия позволяют использовать ОВ при температурах до 85 °С, в то время как современные полиимидные покрытия обладают повышенной термостойкостью (350 °С), низким коэффициентом трения и высокими механическими свойствами [6, 7].

На сегодняшний день полиимидные покрытия для ОВ производятся с помощью полиамидокислоты, которая подвергается химическим превращениям (имидизации) после нанесения покрытия [8]. Синтез полиамидокислоты для образцов ОВ проводят с помощью одностадийной высокотемпературной поликонденсации в растворе [9]. Ключевым фактором успешного нанесения покрытия на ОВ является вязкость раствора полиимидного лака [10], так как при низкой ее величине на поверхности волокон образуются капли.

Теоретический предел прочности ОВ находится в диапазоне $\sigma_{\text{теор}} = 20 \div 25$ ГПа [11], тогда при

прочности волокна $\sigma_{\text{вол}} = 5,5$ ГПа коэффициент концентрации напряжений составит

$$K = \sigma_{\text{теор}} / \sigma_{\text{вол}} = 3,6 \div 5,5. \quad (1)$$

Теоретические его значения могут быть определены из выражения [12]

$$K_{\text{теор}} = 1 + 2\sqrt{l/r} = 3,8 \div 4,4. \quad (2)$$

Основной дефект структуры кварцевых волокон — микротрещины. При расстоянии между ними, существенно большем размеров трещины, коэффициент концентрации напряжений (K) определяют только длина (l) и радиус (r) в вершине дефекта согласно формуле (2). Наименьший радиус дефекта находится на границе применимости континуальных представлений и составляет порядка межчастичного (молекулы, атомы, ионы) расстояния, характерного для данного вещества. В аморфном кварце расстояние между частицами находится в диапазоне от 7 до 10 нм, т.е. близко к расстоянию между образующими стекло молекулами [13]. При вычислении $K_{\text{теор}}$ по аналогии с данными работы [14] исходили из того, что минимальный размер радиуса трещины примерно равен расстоянию между частицами.

«Залечивание» микротрещин, образующихся в защитных покрытиях при вытяжке ОВ, наблюдали авторы [15]. При нанесении полимера на поверхность волокон материалы покрытий заполняют поверхностные дефекты, тем самым создавая внутри них сжимающие напряжения, которые затрудняют раскрытие микротрещины (эффект Ребиндера в полимерах [16]). Напряжения могут уменьшаться у вершин дефектов в десятки раз. Предельная прочность и долговечность ОВ с залеченными микротрещинами значительно возрастает [15].

Для определения концентрации напряжений, соответствующей контролируемому росту трещины, используют зависимость скорости роста трещины ($\ln V$) от величины коэффициента интенсивности напряжений (K_I), содержащую 3 области: в первой — скорость роста трещины быстро возрастает с увеличением K_I , что связывают с присутствием в окружающей среде молекул воды, активирующих разрыв химических связей в кварцевом стекле [17]; во второй — величина $\ln V$ остается постоянной [18] и зависит от количества влаги; в третьей — скорость роста трещины увеличивается и уже не зависит от условий окружающей среды [19]. Максимально допустимая величина концентрации напряжений, при которой происходит разрушение, может быть определена из значений K_{Ic} . Таким образом, скорость роста трещины в кварцевых волокнах контролирует их трещиностойкость.

Цель работы состояла в определении прочности, твердости, динамической усталости, периода сохранения работоспособности и трещиностойкости оптических волокон с полиимидными покрытиями.

Материалы и методика экспериментов

Объектом исследования являлось кварцевое волокно без покрытия и с полиимидным покрытием (рис. 1).

Кварц имел аморфную структуру, содержащую хаотически распределенные дефекты длиной 20 нм.

При исследовании поверхностные дефекты представляли в виде эллипса. Процесс вытяжки ОВ начинался на верху башни, где заготовка фиксировалась в центрирующем патроне. Нижний конец заготовки был помещен в высокотемпературную печь и нагревался до температуры 2100 °С. Графитовый нагревательный элемент защищен инертной атмосферой аргонового газа. Заготовка медленно опускалась сверху в печь, в то время как ОВ вытягивалось вниз к выходу из печи.

Нанесение полиимидного лака производства «HD Micro Systems» (США) на оптическое волокно производилось в процессе вытяжки с использованием открытых фильер на стандартной вытяжной установке. Лак наносился в 2 слоя; диаметр сердцевины оптического волокна составил 9 мкм; разница показателей преломления сердцевины и оболочки $\Delta n = 0,0105$; длина волны отсечки $\lambda_c = 1,38$ мкм; внешний диаметр по кварцу оптического волокна — 125 ± 1 мкм; результирующая толщина покрытия ~ 15 мкм.

Из одной заготовки было вытянуто 4000 м оптического волокна. Скорость вытяжки варьировали в диапазоне 15–20 м/мин. На выходе из фильеры слой полимерного покрытия высушивали, для чего использовали 6-секционную печь, температуру в которой изменяли в пределах 300–350 °С.

Для измерения предельной прочности ОВ использовали разрывную машину Instron 5969 (США) (ошибка 0,4 % от измеренного значения). Образец ОВ длиной 1,2 м располагали вертикаль-

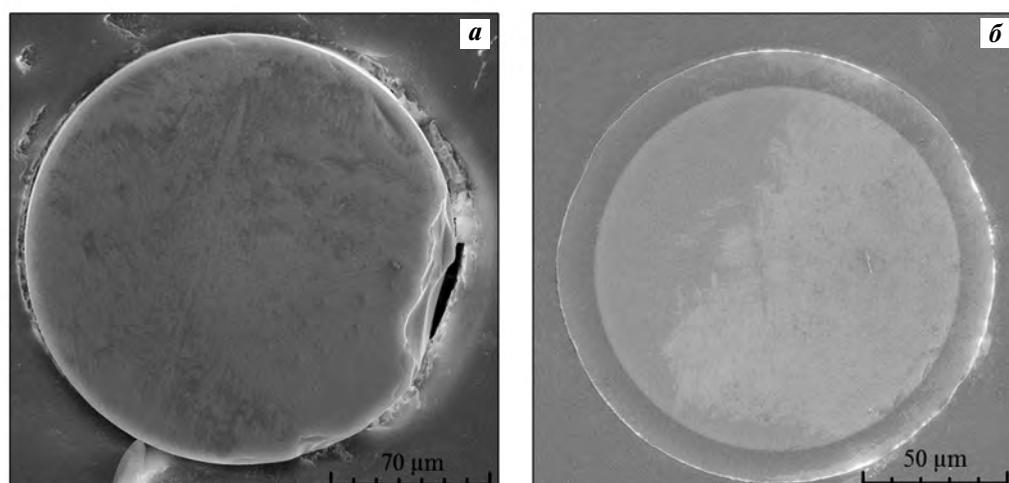


Рис. 1. Поперечный излом оптического волокна без покрытия (**а**) и с полиимидным покрытием (**б**)
Изображения получены с помощью сканирующего электронного микроскопа

Fig. 1. Transverse fracture of optical fiber without any coating (**a**) and with polyimide coating (**b**)
Images were obtained using a scanning electron microscope

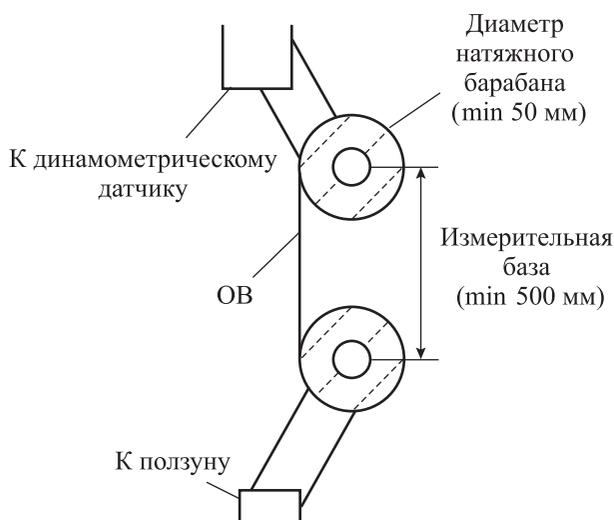


Рис. 2. Схема осевого растяжения оптического волокна

Fig. 2. Optical fiber axial tension diagram

но и наматывали на натяжные барабаны (рис. 2) с обоих концов. С целью уменьшения проскальзывания применяли специальный держатель. Расстояние между кабестанами составляло 500 мм. Волокно вытягивали с постоянной скоростью 10, 50, 100 и 500 мм/мин и выполняли по 15 измерений на каждой из них. Все образцы предварительно подвергали кондиционированию не менее 12 ч при относительной влажности $RH = 50 \pm 5\%$ и температуре $t = 23 \pm 2^\circ\text{C}$.

Образцы ОВ растягивали до предельных значений прочности, при этом фиксировали нагрузку, перемещение и время разрыва. Предельные напряжения, предшествующие разрушению при испытаниях на растяжение, определяли из выражения [20]

$$\sigma = \frac{P \cdot 10^3}{\pi R^2}, \quad (3)$$

где P — максимальная сила, при которой происходит разрыв, Н; πR^2 — площадь поперечного сечения ОВ, мм^2 .

Для определения вероятности хрупкого разрушения волокон заданного размера использовали статистику В. Вейбулла, предполагавшего статистическую зависимость распределения дефектов ОВ по размерам [21].

Для оценки разрушения ОВ применили модель «слабого звена», согласно которой с увеличением размеров волокна возрастает вероятность появления крупных дефектов. Вероятность F ,

того что предельная прочность ОВ длиной L окажется менее известной величины напряжения σ , с учетом статистики В. Вейбулла определяет уравнение [21]

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - F(\sigma)} \right) \right] = m \ln \sigma + \ln L + \text{const}, \quad (4)$$

где параметр m описывает предельную прочность ОВ: чем больше его значение, тем в меньшей степени отличается нижний уровень прочности от верхнего. Полученные данные для серии образцов укладываются на прямую линию в координатах: по оси абсцисс — $\ln(\sigma)$, по оси ординат — $\ln[\ln(1/(1 - F))]$.

Срок службы (τ) функционирующего под постоянной нагрузкой ($\sigma_{\text{раб}}$) волокна можно оценить с помощью перемотки ОВ при повышенном натяжении ($\sigma_{\text{пер}}$) [22]:

$$\tau = B \frac{(\sigma_{\text{пер}})^{n-2}}{(\sigma_{\text{раб}})^n}. \quad (5)$$

Здесь $n = 21,5 \pm 1,5$ — параметр динамической усталости, характеризующий влияние влаги и по физическому смыслу соответствующий тангенсу угла наклона $1/(1 + n)$ [23] в координатах $\log \sigma - \log \sigma_v$ (где σ_v — скорость изменения напряжения); $B \approx 10^{-3} \text{ ГПа}^2 \cdot \text{с}$ — характеристика дефектности образца, параметр усталости, зависящий от температуры и влажности [24].

Таким образом, по формуле (5) возможно оценить продолжительность функционирования волокон при заданной нагрузке.

Для определения интенсивности напряжения при критическом размере дефекта в условиях плоской деформации используют коэффициент K_{1c} , являющийся константой материала — показателем трещиностойкости. Для определения последней была адаптирована методика А. Ниихары [25]:

$$K_{1c} = 0,203 a^2 H_v c^{-3/2}, \quad (6)$$

где a — полудиагональ отпечатка индентора, мкм ; H_v — твердость материала, МПа ; c — длина радиальной трещины, мкм .

Измерения твердости и трещиностойкости проводили с помощью микротвердомера КВ 30S по методике, описанной в работе [25], при нагрузке 100 г. Для изготовления шлифа отрезки ОВ длиной 20 мм прикрепляли с помощью пластилина внутри металлического кольца и заливали эпок-

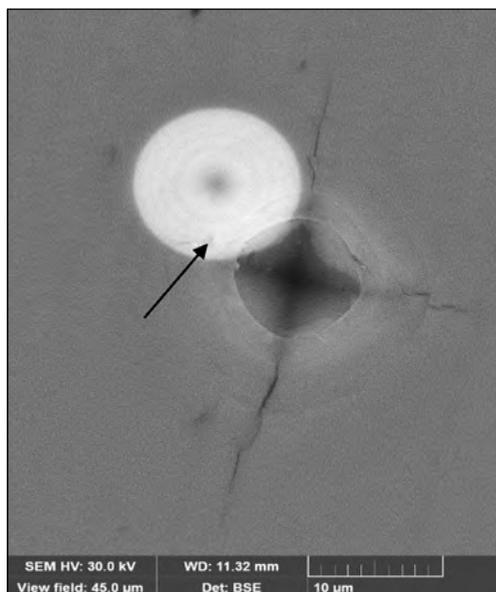


Рис. 3. Внешний вид отпечатка индентора в кварцевом волокне
Стрелкой указана сердцевина оптического волокна
Fig. 3. Appearance of indentation in quartz fiber
Optical fiber core is indicated by an arrow

сидной смолой. Процесс затвердевания длился 15 мин, диаметр шлифа составлял 20 мм, высота — 15 мм. После затвердевания его обрабатывали на шлифовально-полировальном станке Metaserv 250 (Германия) с использованием набора наждачной бумаги с размером зерна от 55 до 8 мкм и окончательно полировали абразивом шероховатостью от 3 до 1 мкм. Длину трещины и полудиагонали отпечатков индентора (рис. 3) оценивали на сканирующем электронном микроскопе Tescan MIRA 3 (Чехия).

Расчетную величину K_{Ic} определяли для трещин размером $l \sim 20$ нм (именно такую длину имели дефекты, обнаруженные у волокон методом электронной микроскопии при больших увеличениях — до $300\times$, рис. 4).

$$K_{Ic} = C\sigma\sqrt{\pi l} = 1,54 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}, \quad (7)$$

где $C \sim 1$ — коэффициент, учитывающий форму образца; σ — критическая прочность для данного размера дефекта, ГПа. Для кварцевых волокон с полиимидным покрытием была принята экспериментально определенная ее величина $\sigma = 5,5$ ГПа.

Зависимость потери массы покрытия от температуры исследовали термогравиметрическим методом на дериватографе STA 449C Jupiter (Германия) на воздухе при скорости нагрева $5^\circ\text{C}/\text{мин}$.

Результаты и их обсуждение

Применение фильтра позволило выявить размер характерного дефекта структуры ОВ: средняя длина трещины составляла примерно 20 нм (рис. 4), что хорошо согласуется со значениями K_{Ic} при прочности 5,5 ГПа.

Для экспериментального определения трещиностойкости применили формулу (6). Результаты показаны на рис. 5.

Средняя длина радиальных трещин составила около 11 мкм (без покрытия) и 8 мкм (с покрытием), полудиагональ отпечатка индентора $a = 6,5$ мкм. Твердость ОВ без покрытия и с полиимидным покрытием составила 950 и 1000 НВ, а трещиностойкость $K_{Ic} = 1,17 \pm 0,33$ и $1,45 \pm 0,38 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ соответственно.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что полиимидное покрытие оказывает положительное влияние на прочность и трещиностойкость благодаря возникновению сжимающих напряжений на поверхности при усадке и высокой смачиваемости кварца полиимидом. В ряде работ приведено значение $K_{Ic} = 0,78 \div 1,75 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ [26, 27], что в целом согласуется с данными настоящего исследования.

Испытания методом термогравиметрического анализа показали, что полиимидное покрытие сохраняет свою структуру, деградация при температуре 400°C отсутствует. Аналогичные данные

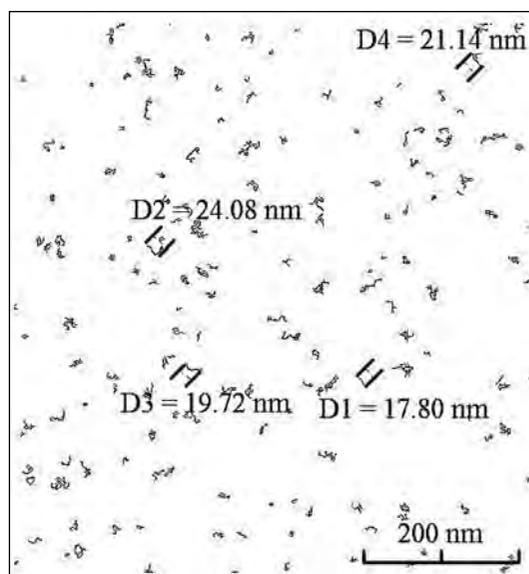


Рис. 4. Структура кварцевых волокон с применением детектора Канни
Fig. 4. Quartz fiber structure using the Canny detector

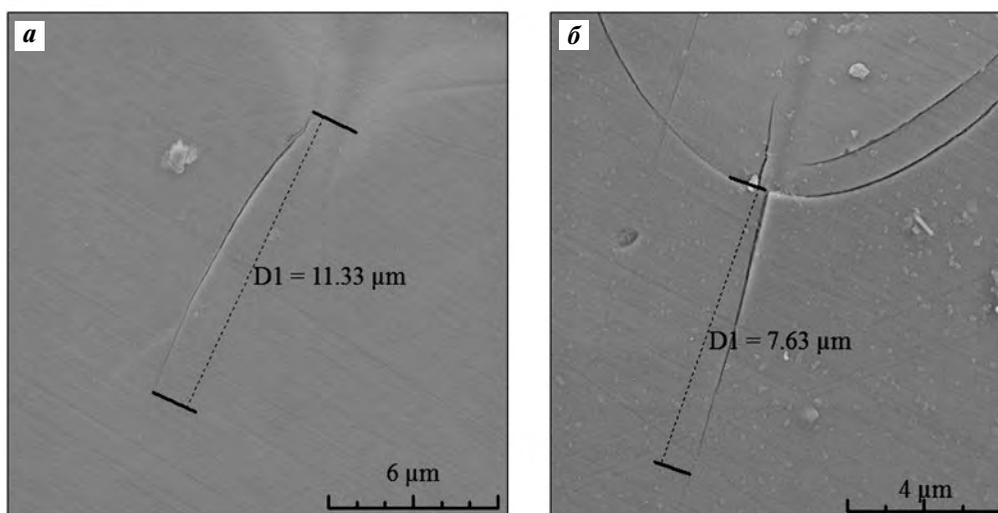


Рис. 5. Характерные размеры отпечатка и трещины в кварцевых волокнах без покрытия (*a*) и с полиимидным покрытием (*б*)

Изображения получены с помощью сканирующего электронного микроскопа

Fig. 5. Characteristic sizes of indentation and crack in quartz fibers without any coating (*a*) and with polyimide coating (*b*)

Images were obtained using a scanning electron microscope

получены авторами работы [28]: потеря массы составила меньше 1 % (рис. 6).

Термогравиметрические исследования показали, что при нагреве до температуры порядка 450 °С активно развивалась деструкция, и к 634 °С потеря массы составляла 77 %. Дальнейшее по-

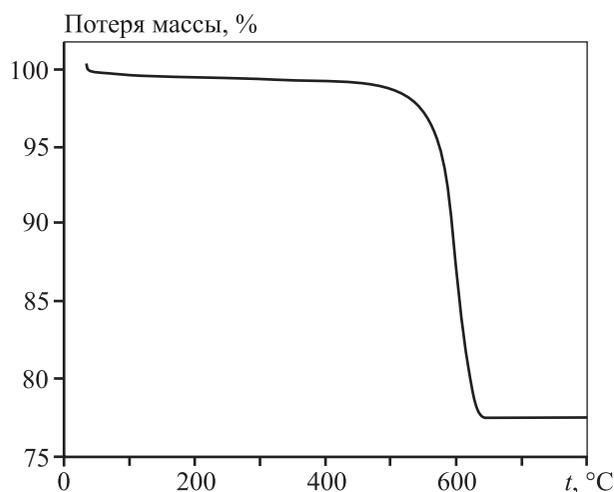


Рис. 6. Зависимость потери массы полиимидного покрытия от температуры нагрева
Данные получены с помощью термогравиметрического анализа

Fig. 6. Dependence of polyimide coating mass loss on heating temperature

Data were obtained using thermogravimetric analysis

вышение температуры не приводило к изменениям массы волокна (на воздухе). Полученный результат позволяет утверждать, что в интервале $t = 450 \div 650$ °С покрытие полностью взаимодействует с окружающей средой и разрушается. В работе [29] выявлено, что при нагревании образцов с полиимидным покрытием выше температуры 590 ± 5 °С происходит деформация полимерной оболочки в воздушной атмосфере более интенсивно, чем в случае инертной среды.

По формуле (3) рассчитана предельная прочность оптических волокон с полиимидным покрытием, построен график статистики В. Вейбулла (рис. 7) и определен параметр динамической усталости (рис. 8). Последний по своей природе является одной из важнейших характеристик ОВ в прогнозировании срока службы: чем выше его значение, тем больше работоспособность оптических волокон.

В таблице представлены результаты испытаний на растяжение, предельную прочность (m) и динамическую усталость (n) волокон с полиимидным покрытием при разных скоростях нагружения. Из ее данных следует, что, при увеличении скорости нагрузки возрастает и предел прочности ОВ. Большинство публикаций подтверждают тот факт, что величина σ для волокон с покрытием находится в интервале 5–6 ГПа [31–33]. Из таблицы также видно, что пре-

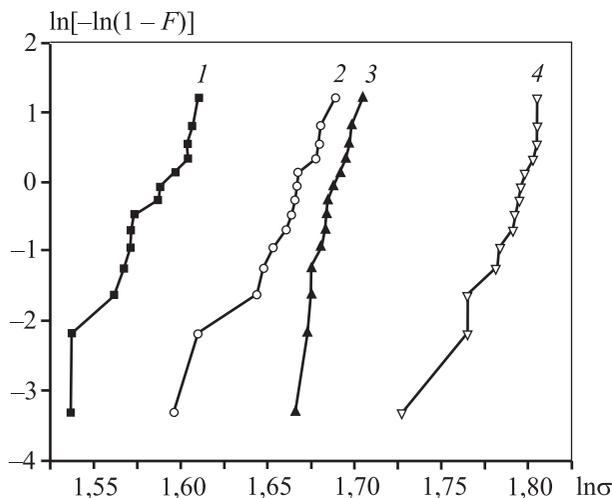


Рис. 7. Распределение по В. Вейбуллу для волокон с полиимидным покрытием при различных скоростях нагружения 1 – $v = 10$ мм/мин, 2 – 50, 3 – 100 и 4 – 500

Fig. 7. W. Weibull distribution for fibers in polyimide coating at different loading speed 1 – $v = 10$ mm/min, 2 – 50, 3 – 100 and 4 – 500

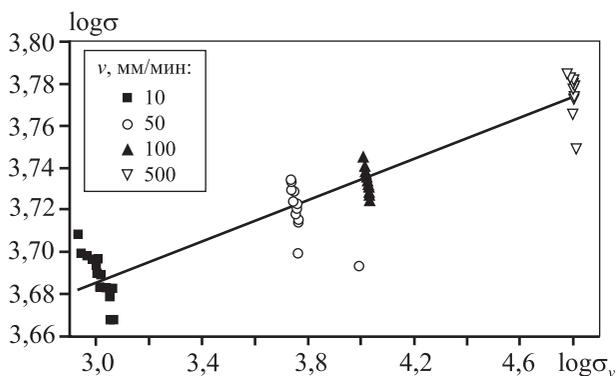


Рис. 8. Зависимость разрывного усилия от скорости изменения напряжения

Fig. 8. Dependence of breaking force on stress rate

дел прочности у ОВ без покрытия низкий, как и параметр m . Чем выше значения m , тем меньше дефектов у ОВ и выше его надежность. По формуле (5) для волокон с покрытием срок службы составил ~ 27 лет при $\sigma_{пер} = 0,69$ ГПа и $\sigma_{раб} = 0,20$ ГПа, а минимальное его значение должно быть не менее 25 лет [34].

В связи с корреляцией между K_{Ic} и $\sigma_{вол}$ у кварца следовало ожидать, что одновременно с прочностью повысится трещиностойкость новых волокон с покрытиями, что и было подтверждено экспериментально.

Результаты механических испытаний оптических волокон

Mechanical test results for optical fibers

ОВ	v , мм/мин	σ , ГПа	m	n
С полиимидным покрытием	10	$4,85 \pm 0,06$	50	19,45
	50	$5,25 \pm 0,07$	46	
	100	$5,39 \pm 0,03$	110	
	500	$5,97 \pm 0,07$	54	
Без покрытия	30 [30]	1,18 [30]	3,44 [30]	–
	30 [30]	0,94 [30]	3,41 [30]	–

Таким образом, методика, основанная на традиционных представлениях о разрушении [12], позволяет прогнозировать трещиностойкость кварцевых волокон. Хорошее соответствие между данными, представленными в литературе, и расчетными и экспериментальными значениями K_{Ic} , а также значениями, определенными по методу А. Ниихары [25], свидетельствует о корректности его методики применительно к кварцевым волокнам.

Выводы

1. С помощью сканирующей высокоразрешающей микроскопии с применением детектора коррективы изображения определены средний размер и дисперсия дефектов кварцевых волокон, ответственных за разрушение.

2. Показано, что метод А. Ниихары [25] позволяет определять трещиностойкость ОВ. Установлено наличие функциональной связи между пределом прочности и K_{Ic} волокон с полиимидным покрытием.

3. Прочность и трещиностойкость ОВ с полиимидным покрытием выше аналогичных показателей кварцевых волокон без покрытия, что, по-видимому, обусловлено созданием сжимающих напряжений при нанесении покрытия.

4. Параметр динамической усталости (n) кварцевых волокон несколько превышает минимальные его значения, определенные нормативными документами. Повышенная величина n по сравнению с результатом ранее проведенных исследований связана с улучшением качества поверхности вытянутых ОВ (уменьшением размеров и количества дефектов), что также обуславливает рост их прочности и трещиностойкости.

Авторы выражают признательность магистру кафедры нанотехнологий и микросистемной техники Пермского государственного национального исследовательского университета А.В. Булатовой за помощь в проведении исследования на сканирующем электронном микроскопе.

Acknowledgments: The authors express their gratitude to A.V. Bulatova, Master of the Department of Nanotechnologies and Microsystems Engineering at the Perm State University, for assistance in the study conducted on the scanning electron microscope.

Литература/References

1. Delobelle B., Perreux D., Delobelle P. Failure of nano-structured optical fibers by femtosecond laser procedure as a strain safety-fuse sensor for composite material applications. *Sensors and Actuators A: Physical*. 2014. Vol. 210. P. 67–76. DOI: 10.1016/j.sna.2014.02.008.
2. Sumukh N.R., Srivastava S., Gowrishankar R. Non-reciprocal biasing for performance enhancement of the resonant fiber gyroscope with «Reflector» using In-line Faraday rotators: Design, analysis and characterization. *Optical Fiber Technology*. 2019. Vol 53. 2019. P. 1–8. DOI: 10.1016/j.yofte.2019.102038.
3. Overton B.J., Gooijer F., Krabsuis G. An optical fiber with advanced polyimide coating. In: *Proceedings of the 61-th International Wire and Cable Symposium Providence*. 2012. P. 321–328.
4. Lei H., Robert S.D., Ralph J.L., Stolov A.A., Jie Li. Mechanical properties of polyimide coated optical fibers at elevated temperatures. *Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications*. 2016. Vol. 9702. P. 1–8. DOI: 10.1117/12.2210957.
5. Lemaire P.J. Reliability of optical fibers exposed to hydrogen: prediction of long-term loss increases. *Optical Eng.* 1991. Vol. 30 (6). P. 780–789. DOI: 10.1117/12.55865.
6. Stolov A.A., Simoff D.A., Jie Li. Thermal stability of specialty optical fibers. *J. Lightwave Technol.* 2008. Vol. 26. P. 3443–3451. DOI: 10.1109/jlt.2008.925698.
7. Stolov A.A., Slyman B.E., Simoff D.A., Hokansson A.S., Allen R.S., Earnhardt J.P. Optical fibers with polyimide coatings for medical applications. *Design and Quality for Biomedical Technologies*. 2012. Vol. 8215. P. 1–10. DOI: 10.1117/12.916858.
8. Семенов С.Л., Сапожников Д.А., Ерин Д.Ю., Забегаява О.Н., Куштавкина И.А., Нищев К.Н., Выгодский Я.С., Дианов Е.М. Высокотемпературное полиимидное покрытие для волоконных световодов. *Квантовая электроника*. 2015. Т. 45(4). С. 330–332. DOI: 10.1070/QE2015v045n04ABEH015720. Semjonov S.L., Sapozhnikov D.A., Erin D.Yu., Zabegaeva O.N., Kustavkina I.A., Nishchev K.N., Vygodskii Ya.S., Dianov E.M. High temperature polyimide coating for optical fibers. *Quantovaya Electronika*. 2015. Vol. 45 (4). P. 330–332 (In Russ.).
9. Виноградова С.В., Васнев В.А., Выгодский Я.С. Кардовые полигетероарилены. Синтез, свойства и своеобразие. *Успехи химии*. 1996. Т. 65. No. 3. С. 249–277. Vinogradova S.V., Vasnev V.A., Vygodskii Ya.S. Cardiac polyheteroarylenes. Synthesis, properties and originality. *Uspekhi khimii*. 1996. Vol. 65. No. 3. P. 249–277 (In Russ.).
10. Косолапов А.Ф., Пластинин Е.А., Семенов С.Л., Байминов С.Л., Сапожников Д.А., Алексеева Д.Д., Выгодский Я.С. Высокотехнологичный полиимидный лак для изготовления волоконного световода. *Краткие сообщения по физике ФИАН*. 2017. No. 6. С. 9–14. Kosolapov A.F., Plastinin E.A., Semjonov S.L., Bayminov B.A., Sapozhnikov D.A., Alekseeva D.D., Vygodskii Y.S. Advanced polyimide varnish for optical fiber coating fabrication. *Bulletin of the Lebedev Physics Institute*. 2017. Vol. 44. No. 6. P. 159–162. DOI: 10.3103/S1068335617060021.
11. France P.W., Dunn P.L., Reeve M.H. Plastic coating of glass fibers and its influence on strength. *Fiber and Integrated Optics*. 1979. Vol. 2. P. 267–286. DOI: 10.1080/01468037908202106.
12. Либовиц Г. Математические основы теории разрушения. Т. 2. М.: Мир, 1975. Libowitz G. Mathematical foundations of the theory of destruction. Vol. 2. Moscow: Mir, 1975 (In Russ.).
13. Иоффе А.Ф. Физика полупроводников. М.: АН СССР, 1957. Ioffe A.F. Semiconductor physics. Moscow: AN SSSR, 1957 (In Russ.).
14. Метклаф А.Дж., Эберт Л.Дж., Райт П.К., Кляйн М.Дж. Поверхности раздела в металлических композитах. Т. 1. Композиционные материалы. Пер. с англ. М.: Мир, 1978. Metclough A.J., Ebert L.J., Wright P.K., Klein M.J. Interfaces in metallic composites. Vol. 1. Composite materials. Moscow: Mir, 1978 (In Russ.).
15. Дяченко А.А., Шушпанов О.Е. Термодинамическая модель разрушения кварцевого стекла и световодов. *Нелинейный мир*. 2009. Т. 7. No. 4. С. 239–283. Dyachenko A.A., Shushpanov O.E. Thermodynamic model of the destruction of quartz glass and optical fibers. *Nelineinyi mir*. 2009. Vol. 7. No. 4. P. 239–283 (In Russ.).
16. Вольнский А.Л. Эффект Ребиндера в полимерах. *Природа*. 2006. No. 11. С. 11–20. Volynsky A.L. The Rebinder effect in polymers. *Priroda*. 2006. No. 11. P. 11–20 (In Russ.).
17. Glaesemann G.S., Gulati S.T. Design methodology for the mechanical reliability of optical fiber. *Optical Eng.* 1991. Vol. 30. P. 709–715. DOI: 10.1117/12.55870.

18. *Wiederhorn S.M.* Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass. *J. Amer. Ceramic Soc.* 1967. Vol. 50 (8). P. 407–414. DOI: 10.1111/j.11512916.1967.tb15145.x.
19. *Hillig W.B.* Sources of weakness and the ultimate strength of brittle amorphous solids. In: *Modern aspects of the vitreous state* (Ed. MacKenzie Y.D.). 1962. Vol. 2. P. 152–194.
20. *Chean V., Robin E., Abdi R., Sangleboeuf J.* Study of the mechanical behavior of the optical fiber by a mark-tracking method. *Eur. Phys. J. Conf.* 2010. Vol. 6. P. 1–8. DOI: 10.1051/epjconf/20100634002.
21. *Weibull W.* A statistical distribution function of wide applicability. *J. Appl. Mech.* 1951. Vol. 18. P. 293–297.
22. *Богатырев В.А., Бубнов М.М., Вечканов Н.Н., Гурьянов А.Н., Семенов С.Л.* Прочность стеклянных волоконных световодов большой длины. *Труды ИОФ РАН. Волоконная оптика.* 1987. Т. 5. С. 60–72.
Bogatyrev V.A., Bubnov M.M., Vechkanov N.N., Guryanov A.N., Semenov S.L. Durability of glass fiber optical fibers of large length. *Trudy of the IOF RAS. Volokonnaya optika.* 1987. Vol. 5. P. 60–72 (In Russ.).
23. *Dipak R.B.* Characterization of polyimide-coated optical fibers. *Optical Eng.* 1991. Vol. 30. No. 6. P. 772–775. DOI: 10.1117/12.55860.
24. *Craig S.P., Duncan W.J., France P.W., Snodgas J.E.* The strength and fatigue of large flaws in silica optical fiber. *Proc. 8-th European Conf. on Optical Communication.* 1982. P. 205–208.
25. *Гогоци Г.А., Башта А.В.* Исследование керамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса. *Проблемы прочности.* 1990. No. 9. С. 49–54.
Gogotsi G.A., Bashta A.V. The study of ceramics with the Vickers diamond pyramid. *Problemy prochnosti.* 1990. No. 9. P. 49–54 (In Russ.).
26. *Wiederhorn S.M.* Fracture surface energy of glass. *J. Amer. Ceram. Soc.* 1969. Vol. 52. P. 99–105. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1969.tb13350.x.
27. *Sebastian B., Kurt E.J., Hamad U.R., George M.P.* Constitutive modeling of indentation cracking in fused silica. *J. Amer. Ceram. Soc.* 2017. P. 1–13. DOI: 10.1111/jace.14734.
28. *Булатов М.И., Азанова И.С., Косолапов А.Ф., Смирнова А.Н., Саранова И.Д.* Исследование влияния отрицательных температур на оптические потери волоконного световода в защитно-упрочняющем покрытии на основе полиамидокислоты. *Краткие сообщения по физике ФИАН.* 2019. No. 9. С. 9–13.
Bulatov M.I., Azanova I.S., Kosolapov A.F., Smirnova A.N., Saranova I.D. Effect of Below-Freezing Temperature on Optical Loss of Polyimide-Coated Optical Fibers. *Kratkie soobshcheniya po fizike FIAN.* 2019. Vol. 46. No. 9. P. 9–13. DOI:10.3103/S1068335619090021 (In Russ.).
29. *Ахмед Б.Б., Нищев К.Н., Пыленков А.А., Моисеев Н.В.* Определение термостойкости оптических волокон. *Ж. прикл. физики.* 2017. No. 5. С. 82–86.
Akhmed B.B., Nishchev K.N., Pynenkov A.A., Moiseev N.V. Determination of the thermal stability of optical fibers. *Zhurnal prikl. fiziki.* 2017. No. 5. P. 82–86 (In Russ.).
30. *Zhangwei Ma, Zhifeng Wang, Huanhuan Liu, Fufei Pang, Zhenyi Chen, Tigyun Wang.* Tensile strength and failure behavior of bare single mode fibers. *Optical Fiber Technol.* 2019. No. 52. P. 1–5. DOI: 10.1016/j.yofte.2019.101966.
31. *Vincenzo M.S., Diego P., Francesco S., Nadia G.B., Edoardo C., Giuseppe F., Daniel M.* Mechanical properties of resorbable calcium-phosphate glass optical fiber and capillaries. *J. Alloys Compd.* 2019. No. 778. P. 410–417. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.11.033.
32. *Biswas D.R.* Optical fiber coatings for biomedical applications. *Optical Eng.* 1992. Vol. 31. P. 1400–1403. DOI: 10.1117/12.57701.
33. *Melin G., Guitton P., Montron R., Gotter T., Robin T., Overton B., Rizzolo S., Girard S.* Radiation resistant single-mode fiber with different coatings for sensing in high dose environments. *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 2018. No. 7. P. 1657–1662. DOI: 10.1109/TNS.2018.2885820.
34. *Ricardo E.M.* Mechanical properties of weak optical fibers. *Optical Fiber Reliability and Testing.* 1999. No. 3848. P. 28–33.