

И. И. Лятун, П. А. Ершов, В. В. Азарова

**ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ
ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА
ЛИНЕЙНОГО РАСШИРЕНИЯ
ОТ ИНТЕГРАЛЬНОЙ ИНТЕНСИВНОСТИ ОСНОВНОГО ПИКА
СИТАЛЛОВОЙ ПОДЛОЖКИ**

Представлены результаты исследований параметров оптических деталей из стеклокерамического материала ситалла СО-115 методом рентгеновской дифрактометрии. Показана возможность технологического прецизионного контроля качества ситалловых деталей с помощью рентгеноструктурных методов. Выявлена прямая зависимость температурного коэффициента линейного расширения от интегральной интенсивности пика на рентгеновской дифрактограмме ситалла.

This paper presents the results of studies of the parameters of optical components of a glassceramic material CO-115 by X-ray diffractometry. The possibility of technological precision quality control glassceramic parts using X-ray diffraction methods. The direct dependence of the temperature coefficient of linear expansion of the integrated intensity of the X-ray diffraction peak at the glassceramic.

Ключевые слова: ситалловая деталь, температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР), лазерный гироскоп, рентгеновская дифрактометрия.

Key words: glassceramic component, coefficient of linear thermal expansion, laser gyroscope, x-ray diffractometry.

Требования к параметрам оптических поверхностей и характеристикам лазерных зеркал прецизионных приборов очень высоки. Однако для удовлетворения современных требований к материалам, используемым для создания зеркал, недостаточно создать материал с нулевым значением температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР), важно добиться высокой его однородности в заготовке, чтобы избежать связанных с температурой искажений формы.



Например, для главного зеркала телескопа SALT необходимо, чтобы в рабочем интервале температур от 0 до +20°С максимальное отклонение ТКЛР от среднего значения не превышало $1,5 \cdot 10^{-8} \text{ К}^{-1}$ в пределах заготовки одиночного сегмента. Для контроля ТКЛР таких материалов нужна измерительная аппаратура соответствующего уровня точности. Используемые ранее в промышленности интерференционные dilatометры, обеспечивающие определение ТКЛР с погрешностью $5 \cdot 10^{-8} \text{ 1/}^\circ\text{С}$, непригодны для контроля материалов заготовок астрономических зеркал [1; 2]. Усовершенствование более точных методов определения ТКЛР является наиболее важной задачей для создания больших зеркал. Разработка новых материалов с заданными свойствами и технологический контроль на производстве требуют применения современных высокотехнологичных методов исследования качественного и количественного состава вещества, его строения; состава и свойств поверхности. Данная работа посвящена разработке современной и точной технологии контроля качества основных элементов лазерных гироскопов, отвечающих за их функциональные свойства – ситалловых моноблочных корпусов резонаторов кольцевых лазеров [3].

Ситаллы – это неорганические материалы, получаемые направленной кристаллизацией различных стекол при их термической обработке, которые состоят из одной или нескольких кристаллических фаз. В ситаллах мелкодисперсные кристаллы (до 200 нм) равномерно распределены в стекловидной матрице. Количество кристаллических фаз в ситаллах может составлять 20–95 % (по объему). Изменением состава стекла, типа инициатора кристаллизации (катализатора) и режима термической обработки, получают ситаллы с различными кристаллическими фазами и заданными свойствами. Материалы, подобные ситаллам, за рубежом называются пирокерамом, девитрокерамом, стеклокерамом [4; 5].

Основными определяющими параметрами для гироскопов, работающих на основе газовых лазеров, служит температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) ситалловых моноблочных корпусов резонаторов кольцевых лазеров [6].

Согласно общим представлениям температурный коэффициент расширения ситалла складывается из ТКЛР кристаллической фазы (β эвкритит) ($\alpha_{\text{крист}}$) и ТКЛР аморфной фазы ($\alpha_{\text{аморф}}$):

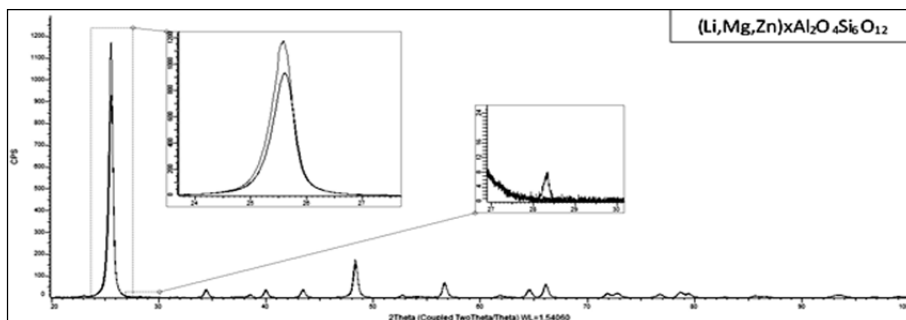
$$\alpha = \alpha_{\text{крист}} \cdot N + \alpha_{\text{аморф}} \cdot (1 - N),$$

где N – доля кристаллической составляющей ситалла. Поскольку ТКЛР кристаллической фазы отрицательный, а ТКЛР аморфной – положительный, то, варьируя N , можно контролировать ТКЛР ситалла. Несмотря на то что зависимость ТКЛР от температуры нелинейная, его линейная аппроксимация на участке -30°С до 30°С дает возможность охарактеризовать материал на весь диапазон температур.

При исследовании образцов b_a и b_b методами рентгеновской дифрактометрии было обнаружено различие в интенсивности пика



$\theta \sim 26$ (1,0,1), что говорит о разной степени кристалличности образцов (рис. 1), кристаллическая структура ситалла CO-115 описывается формулой $(Li,Mg,Zn)_xAl_2O_4Si_6O_{12}$.



15

Рис. 1. Сравнение дифрактограмм образцов 6_а (сер.) и 6_б (черн.), полученных на дифрактометре Bruker D8 DISCOVER

Основные различия в образцах 6_а и 6_б наблюдаются в степени кристалличности более 90 % и менее 89 % и среднем размере кристаллитов 22 нм и 20 нм соответственно. Возможна разработка и выявление взаимного соответствия между коэффициентом термического расширения и данными рентгеновской дифрактометрии. У обоих образцов наблюдается высокая степень однородности основной кристаллической фазы. Наличие дополнительного пика (рис. 1) говорит о том, что высокая степень кристалличности может способствовать дополнительной кристаллизации зерен другой симметрии и параметров решетки. Также этот пик может быть определяющим в диагностике ситаллов на наличие примесей (рис. 2).

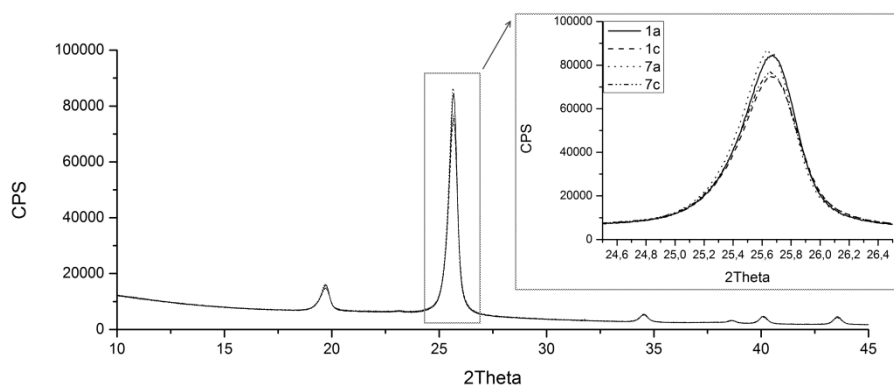


Рис. 2. Сравнение данных рентгеновской дифрактометрии, пик (1,0,1), $\theta \sim 26$ (четырёх образцов)



При анализе серии образцов с заранее известными параметрами ТКЛР (определенных по методу дилатометрии) была выявлена зависимость между интенсивностью пика (рис. 1) (1, 0, 1) и ТКЛР ситалловых подложек (рис. 3). Установлено, что при большей интегральной интенсивности пиков ТКЛР ситалла меньше, что объясняется большим количеством кристаллической фазы с отрицательным ТКЛР.

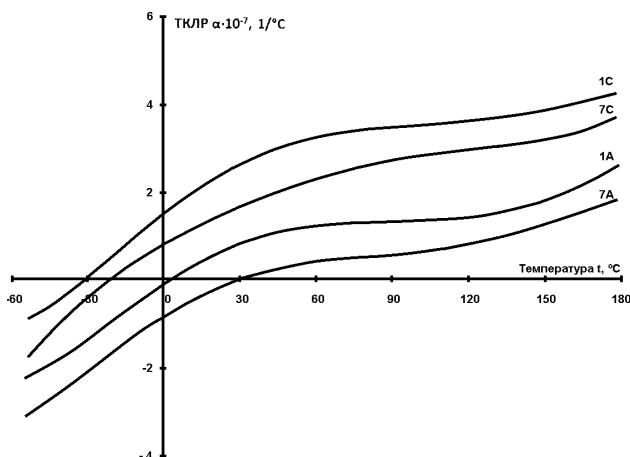


Рис. 3. Сравнение ТКЛР четырех образцов ситалловых подложек, полученных методом дилатометрии

Таким образом, методика рентгеновской дифрактометрии применима для оценки ТКЛР ситаллов в случае, когда нет примесей и образец однороден. Возможна диагностика качества ситалловой подложки по интегральной интенсивности одного (самого интенсивного) пика, что займет меньшее количество времени для оценки пригодности изучаемого материала.

Новизна метода определения качества ситалловых подложек заключается в использовании данных рентгеновской дифрактометрии основного пика (1, 0, 1) для оценки основных параметров ситалловых подложек на производстве. В работе показано, что наличие дополнительного пика в дифрактограмме ситалловой подложки наличие смещения пиков или различных интенсивностей основного пика относительно эталонной дифрактограммы подложки являются причиной отклонения параметров данного образца относительно эталона и служат определяющими факторами при оценке качества ситалловой подложки. Установлена зависимость ТКЛР ситалла от интегральной интенсивности пика в методе рентгеновской дифрактометрии. Таким образом, определен инструмент экспресс-анализа в условиях технологического контроля качества ситалловых подложек для высокоточного приборостроения.

Работа выполнена в Балтийском федеральном университете им. И. Канта в рамках реализации проектов по Постановлениям Правительства №218 (договор с Минобрнауки 02.G25.31.0086 от 23.05.2013) и №220.



Список литературы

1. Галявов И. Р., Патрикеев А. П., Понин О. В. и др. Интерференционные дилатометры для измерения ТКЛР термостабильных оптических материалов // Прикладная оптика – 2010 : тезисы IX международн. конф. СПб., 2010.
2. Ponin O. V. et. al. Demonstrating the suitability of Sitall for the SALT primary mirror // Proc. of SPIE, 2003. Vol. 4837. P. 795–804.
3. Павлушкин Н. М., Саркисов П. Д., Левина В. С. Исследование некоторых физико-химических свойств железосодержащих стекол // Использование в стекольном производстве недефицитных материалов. М., 1971. С. 72–81.
4. Павлушкин Н. М. Основы технологии ситаллов. М., 1970.
5. Дуброво С. К. Стеклообразные силикаты лития. М., 1964.
6. Азарова В. В., Голяев Ю. Д., Дмитриев В. Г. Кольцевые газовые лазеры с магнитооптическим управлением в лазерной гироскопии // Квантовая электроника. 2000. №2. С. 30.
7. Шаров А. А. и др. Способ определения неоднородности коэффициента линейного расширения оптической заготовки : пат. на изобретение №2254567, G01N 25/16, G09B 9/02 от 20.06.2005. Бюл. №17.

Об авторах

Иван Игоревич Лятун – асп., старший лаборант научно-образовательного центра «Функциональные наноматериалы», Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград.

E-mail: Ilyatun@innopark.kantiana.ru

Петр Александрович Ершов – асп., инженер научно-образовательного центра «Функциональные наноматериалы», Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград.

E-mail: PErshov@innopark.kantiana.ru

Валентина Васильевна Азарова – канд. физ.-мат. наук, начальник отдела НИИ «Полюс» им. М. Ф. Стельмаха, Москва.

E-mail: azarovav@hotmail.ru

About the authors

Ivan Lyatun – PhD student, senior laboratory of Research and Education Centre «Functional Nanomaterials», I. Kant Baltic Federal University, Kaliningrad.

E-mail: Ilyatun@innopark.kantiana.ru

Petr Ershov – PhD student, engineer of Research and Education Centre «Functional Nanomaterials», I. Kant Baltic Federal University, Kaliningrad.

E-mail: PErshov@innopark.kantiana.ru

Azarova Valentina – PhD, the head of R&DI «Polyus» named M.F. Stelmakh department.

E-mail: azarovav@hotmail.ru