

## Секция 1:

# КОМПЬЮТЕРНАЯ ОПТИКА И НАНОФОТОНИКА

## ПОДХОД К ПОЛУЧЕНИЮ 3D-НАНОСТРУКТУРНОГО ОПТИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СМЕСИТЕЛЯ С ПРИВЛЕЧЕНИЕМ ОБОРУДОВАНИЯ УНИКАЛЬНОЙ НАУЧНОЙ УСТАНОВКИ

А.В. Андрианова, И.Л. Виноградова, А.Х. Султанов, И.К. Мешков, Г.И. Абдрахманова, Е.П. Грахова, А.А. Ишмияров, Л.З. Янтилина

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уфимский государственный авиационный технический университет», Уфа, Россия

В статье исследуется возможность получения прозрачного объемного нанокристаллического ситаллового стекла для изготовления рабочего тела (смесителя) оптического устройства управления диаграммой направленности антенной решетки. Изначальный материал являлся двухфазным. Описаны режимы обработки материала, представлены полученные образцы. Выявлен оптимальный способ обработки, включающий выбранные режимы нагрева и охлаждения образцов. Выполнен анализ степени деформации наноструктурной обработки исследуемых образцов.

**Ключевые слова:** нанокристаллический материал, ситалловое стекло, коэффициент преломления, коэффициент затухания, волоконно-оптические системы передачи

### Введение

Современные волоконно-оптические технологии предполагают использование устройств, которые позволяют управлять сигналами за счет физических процессов в материале или в микро-нано-масштабных структурах. Это обеспечивает значительную миниатюризацию наряду с хорошими их эксплуатационными характеристиками. С этой точки зрения представляет интерес исследование и моделирование оптических свойств нанокристаллического объемного материала (НКОВ), из которого могут быть выполнены элементы таких устройств. Так, например, в [1] показано, что для эффективного построения волоконно-оптического интерференционного преобразователя сигналов необходим материал с 3D-распределением линейного коэффициента преломления. Такое распределение невозможно получить традиционными средствами, например, путем легирования. Распространены также задачи, в которых представляет интерес использование нелинейного коэффициента преломления прозрачного материала [2, 3] с характеристиками, отличающимися от собственных оптоволокон (ОВ). Это приводит к необходимости осуществлять поиск новых способов получения материалов со сложными

оптическими свойствами, в том числе – с использованием специфики наноструктурной обработки (НСО) материалов [4].

Изучение физических свойств НКМ в других физических задачах показало, что наноструктурная обработка, вообще говоря, приводит к существенному изменению параметров материалов, которые не могут быть обеспечены при использовании традиционных подходов [5, 6]. Следовательно, получение прозрачного НКМ с целью применения его в волоконно-оптических системах, даст возможность подбирать не один, а даже несколько параметров, которые могут быть заложены в основу функционирования волоконно-оптических преобразователей.

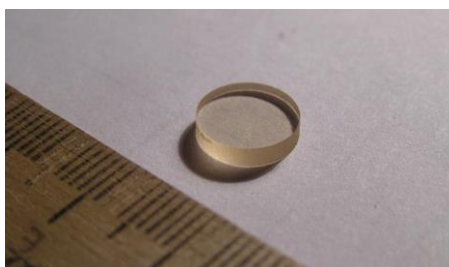
## 1 Выбор материала для получения оптического НКМ

Выбор материала для НСО определялся следующими критериями:

наличием кристаллитной структуры изначального материала и зоны пластичности на его деформационной кривой [7], и

близостью значений его линейного коэффициента преломления и линейного светопропускания к аналогичным параметрам для материала сердцевины ОВ типа SMF-28 (по рек. МСЭ-T G.652), наиболее распространенных в качестве линий связи в России.

По данным критериям, а также исходя из доступности материала, были выбраны образцы ситаллового стекла, рис. 1, литиевой группы  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  в кристаллитном состоянии, полученного с инициатором кристаллизации  $\text{TiO}_2$  [8, 9]. Точнее говоря, указанный материал представляет собой смесь сподумено-эвкрипитовых составов (эвкрипит  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-2\text{SiO}_2$  и сподумен  $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_4-4\text{SiO}_2$ ) со слюдоситаллом ( $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{K}_2\text{O}-\text{F}$ ) [8], что обеспечивает материалу определенную пластичность и тем самым позволяет выполнять его механическую НСО. Усредненный по объему линейный коэффициент преломления  $n$  на длине волны света  $\lambda=1550$  нм равен 1,5447. Температурный коэффициент изменения линейного коэффициента преломления на той же длине волны в интервале  $\pm 20^\circ\text{C}$ , равен  $1,43 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Область прозрачности при толщине образца 10 мм с коэффициентом светопропускания не менее 80% составляет  $0,5 \div 2,5$  мкм.



**Рис. 1.** Фото изначального (необработанного) ситаллового образца. Все исследуемые образцы имели диаметр  $D_0 = 10$  мм с разбросом не более  $\Delta D = \pm 0,05$  мм и толщину  $L_0 = 2$  мм с разбросом не более  $\Delta L = \pm 0,01$  мм

При этом процент слюдоситалла в общем объеме, согласно техническим условиям производителя [9], не превосходит 22...25 %, и равномерность его распределения существенно различается от образца к образцу – от практически равномерного (с долей

неравномерности до 5...6%) до существенно неравномерного. В последнем случае могут быть выделены макрообласти (с характерным размером порядка 1 мм и даже более) с пониженным содержанием примеси, в которых процент слюдоситалла не превышает 1...2%, и, соответственно, с повышенным содержанием примеси (20% и выше). Безусловно, наличие слюдоситалла сказывается и на линейный коэффициент преломления материала – в сторону его увеличения. Это свойство материала, косвенно выявленное еще при проведении исследований [10, 11], позволяет выявить заготовки (изначальные ситалловые образцы) с градиентом линейного показателя преломления.

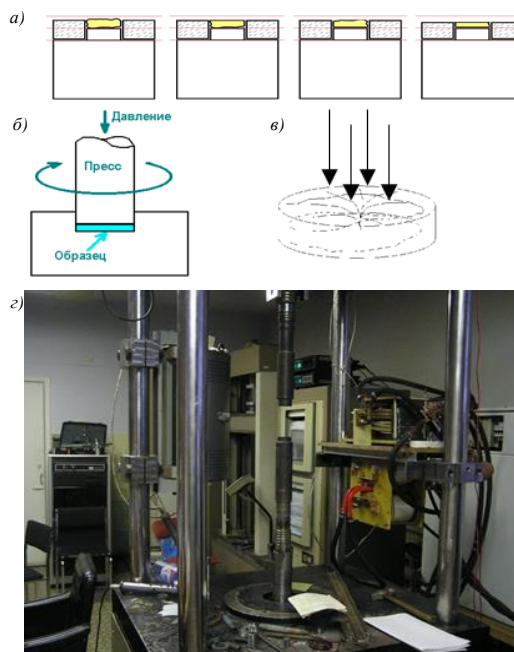
Для проведения исследований были поставлены следующие задачи:

- выбор доступного способа получения ситалловых заготовок с 2D-градиентом линейного коэффициента преломления с долей неравномерности не менее 10%;
- выбор режима объемной НСО заготовок, обеспечивающего получение фрагментов материала с наименьшим продольным размером не менее 300 мкм и 3D-градиентом коэффициента преломления в диапазоне  $\Delta n \cong 0,003...0,0035$  на расстоянии (на ширине) порядка 30...50 мкм;
- подтверждение 3D-градиента коэффициента преломления в результате оптических измерений;
- анализ механических свойств полученных фрагментов НКОН для элементов волоконно-оптических устройств.

## 2 Выполнение НСО для двухфазных ситалловых образцов

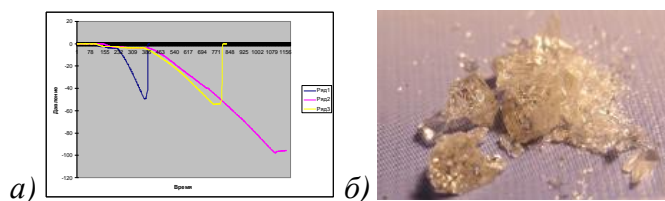
Результаты, представленные в [10, 11], были получены на установке интенсивного кручения под высоким давлением (ИКВД), но там ставилась задача добиться как можно большей степени деформации без необходимости получения каких-либо градиентов линейного коэффициента преломления. Кроме того, по результатам предыдущих исследований было выявлено, что образцы со значительным содержанием слюдоситалла в процессе ИКВД, как правило, расслаиваются, и тем самым разрушаются быстрее, чем однородные по составу образцы. В данном случае отложенный режим нелинейного преломления также интересен, но все же рассматривается как второплановый. В первую очередь ставится задача получения 3D-распределения для  $n$  в заданном диапазоне параметров при условии получения крупных фрагментов материала. Обработка на установке ИКВД предполагает давление и одновременно кручение, рис. 2.

Изначально установка ИКВД создавалась для обработки металлических изделий, что определяет в конечном итоге скорость деформации. Так как в данном случае решалась весьма трудная задача для данной установки – использовался хрупкий материал, способный к расслаиванию (продольному скалыванию), и требовалось получить крупные фрагменты, скорость обработки была снижена в 100 раз относительно ее нормативного значения. Процесс производился медленнее, чем при предыдущих исследованиях. Кроме того перед обработкой поверхность образцов шлифовалась, рис. 2, в, что не выполнялось ранее, и на нее наносилась смазка, представляющая собой нитрид бора (BN).

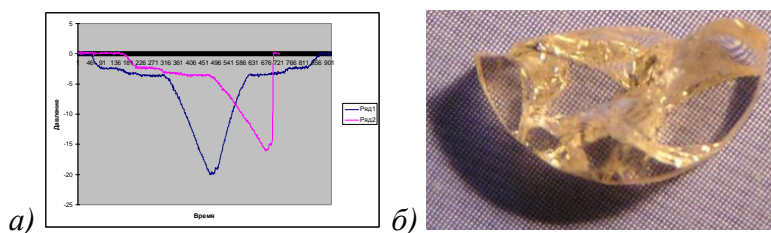


**Рис. 2.** Операции при ИКВД-обработке ситаллов: а) – шлифовка поверхности образца на посадочном месте установки; б) – схема выполнения деформации на посадочном месте; в) – иллюстрация «силовых линий» деформации, т.е. направлений с наибольшим градиентом деформации; и г) – фото одного из прессов, входящих в состав ИКВД-установки

На рис.3 - 6 показаны результаты обработки, полученные на установке ИКВД, а на рис. 3 и рис. 4 представлены также и графики изменения давления пресса, фиксируемые на протяжении процесса ИКВД-обработки. Снижение давления на графиках объясняется тем, что контроль состояния установки (измерение давления) осуществляется компьютером, и рассчитывается исходя из объема рабочего тела пресса. При этом изначально (на момент времени, когда пресс приготовлен к работе) рабочее тело устанавливается максимальным. В процессе работы объем рабочего тела уменьшается, что и фиксируется программой. Обозначение «Ряд1», «Ряд2» и «Ряд3» соответствует первому, второму и третьему проходам пресса. Обработка образцов проводилась в 2 - 3 прохода.



**Рис. 3.** Изготовление образца при комнатной температуре: а) динамические характеристики работы пресса; б) получившийся образец, содержащий крупные фрагменты, признанные в данном случае непригодными,  $D_0 = 9,65$  мм;  $T^\circ = 25$  °С; время представлено в секундах, давление в ГПа×(-1)



**Рис. 4.** Изготовление образца после подогрева: а) динамические характеристики работы пресса; б) получившийся образец,  $L_0 = 2,12$  мм;  $L_{кон} = 2,11$  мм;  $\square L = 0,01$  мм; измерения проводились микрометром;  $D_0 = 10$  мм; наибольшая температура в эксперименте  $T^\circ = 150$  °С; охлаждение выполнялось на воздухе

Уже первые результаты ИКВД-обработки показали, что образцы с отобранными свойствами разрушаются существенно, чем однородные образцы, которые были исследованы ранее. Так на рис. 3 показано, что даже при самом медленном режиме обработки из принципиально возможных (для замедления работы на установку была смонтирована дополнительная редукторная передача, отсутствовавшая ранее) образцы разрушались. Причем непригодными признавались даже их относительно крупные фрагменты – ввиду приобретения ими существенной дисперсности (внутреннего растрескивания), а значит – снижения прозрачности. Это привело к необходимости обеспечить нагревание образца перед выполнением обработки.

Нагревание образцов производилось печи-калорифере Установки, расположенной в составе одного из прессов, в пределах температуры +250 оС, не приводящей к изменению структуры материала, в частности – к аннигиляции кристаллита 1, но увеличивающей ширину зоны пластичности на 18...20% [8, 12].

После чего выполнялась обработка, и относительная средняя логарифмическая степень деформации для выбранного режима в рассматриваемом диапазоне параметров материала приблизительно определялась [4]:

$$\sigma = \mu \cdot \ln \left[ \vartheta \cdot |L_{\text{кон,э}} - L_0| \cdot \sum_1^k \frac{P_{\text{max,k}}}{P_0^*} \cdot (T_k^{\circ})^{\gamma} \right], \quad (1)$$

где  $\vartheta$  – угол вращения основания пресса в радианах,  $k$  – количество проходов пресса;  $L_0$  и  $L_{\text{кон,э}}$  – начальная и конечная эффективная (усредненная) толщина образца, мм;  $P_{\text{max,k}}$  – наибольшее давление пресса, ГПа, достигаемое за  $k$ -й проход;  $P_0^*$  – коэффициент, определяющийся жесткостью материала, в данном случае был принят  $2 P_0^* = 12,3$  ГПа;  $T_k^{\circ}$  – наибольшая температура подогрева при  $k$ -м проходе, оС;  $\gamma$  – коэффициент, определяющийся пластичностью и текучестью материала, в данном случае был принят  $\gamma = 0,18$ ;  $\mu$  – коэффициент, определяющийся зависимостью внутреннего напряжения в материале от относительной степени его деформации, иначе говоря – «рабочей точкой» на деформационной кривой, в данном случае был принят  $\mu = 1,1$ .

Подогрев позволил сократить длительность обработки как за счет ускорения процесса ИКВД, так и уменьшения количества проходов пресса. При этом значения  $\sigma$  были примерно сохранены – за счет возможности уменьшить конечную толщину  $L_{\text{кон,э}}$  и увеличить угол  $\vartheta$  (от  $\sim 0,2$  рад до  $\sim 0,8...1$  рад). ИКВД-обработка в решении поставленных задач исследования рассматривается как способ выполнить взаимный сдвиг слоев материала, придав тем самым показателю преломления 3D-распределение. Ситалловые НКОН, представленные на рис. 5, уже можно было считать хорошим результатом, позволявшим проводимые исследования признать состоявшимися. Однако было понятно,

<sup>1</sup> Расплавление кристаллита и появление аморфной структуры ситалла наблюдается при 1100 – 1200 оС, [8].

<sup>2</sup> Расчетные коэффициенты были определены по аналогии с хрупкими керамическими материалами, для которых проводились аналогичные исследования [13], и уточнены в процессе консультирования со специалистами предприятия-изготовителя образцов материала.

что смещение слоев материала, имеющее место в процессе поворота основания пресса, происходит для всех образцов одинаково, рис. 2, в, без относительно к выявленным ранее областям вкрапления слюдоситалла. Это снижало эффективность получения НКОМ с требуемыми свойствами. Поэтому для того, чтобы смещение слоев производить для каждого образца индивидуально, было принято решение о том, чтобы подогрев образцов производить следующим образом: сначала в печи-колорифере до температуры приблизительно 150 оС (значение уточнялось в процессе обработки), а затем индивидуально – на установке лазерного разогрева и резки, входившей в состав Установки, управляемой с компьютера в соответствии с картой профиля линейного коэффициента преломления образца, составленной в процессе дифференциальной спектроскопии. При этом карта профиля коэффициента преломления для выполнения лазерного подогрева загружалась в компьютер после доработки – разогревать следовало места пограничных зон смесей материалов, а не весь объем вкраплений.

### **Заключение**

Таким образом, в результате выполненных исследований было установлено, что возможно получение прозрачного материала с продольно-поперечным 3D-распределением показателя преломления на основе кристаллитного ситаллового двухфазного стекла, совместимого по линейному коэффициенту преломления и по линейному светопропусканию с кварцевым стеклом, составляющим основу ОВ типа SMF-28. Полученные образцы НКОМ являются пригодным для последующей механической обработки, необходимой в процессе изготовления устройств волоконной оптики. Получение данного НКОМ как с точки зрения приобретения изначального ситаллового стекла в крупнозернистом состоянии, так и обработки последнего, представляется доступным для проведения дальнейших исследований и создания экспериментального образца устройства [1].

### **Благодарности**

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ, соглашение о предоставлении субсидии №14.574.21.0058. Уникальный идентификатор проекта RFMEFI57414X0058.

Авторы выражают благодарность сотрудникам Центра коллективного пользования при Башкирском государственном университете, г. Уфа, и сотрудникам Института проблем сверхпластичности материалов РАН, г. Уфа, обслуживающих Уникальную научную установку ИКВД, за предоставленную возможность проведения исследований и консультирование.

### **Литература**

1. Султанов А.Х., Виноградова И.Л., Мешков И.К., Андрианова А.В., Абдрахманова Г.И., Ишмияров А.А., Янтилина Л.З. Способ подключения антенных излучателей для RoF с применением оптического устройства и методика расчета его параметров // Компьютерная оптика. 2015. № 39 (5). С. 728–737.
2. Султанов А.Х., Виноградова И.Л. Подход к построению коммутаторов оптических сигналов, управляемых оптическим излучением // Компьютерная оптика. 2005. № 26. С. 56–64.

3. Султанов А.Х., Виноградова И.Л., Салихов А.И. Нелинейный волоконно-оптический переключатель // Вестник УГАТУ. Сер. Управление, информатика и вычислительная техника. 2008. № 1. С. 205–217.
4. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 346 с.
5. Valiev R.Z. Ultrafine grained materials produced by severe plastic deformation // Special issue Annales de Chimie - Science des Materiaux. 1996. V.21. P.369–520.
6. Alexandrov I.V., Zhang K., Kilmametov A.R., Lu K., Valiev R.Z. The X-ray characterization of the ultrafine-grained Cu processed by defferent methods of severe plastic deformation // Mater.Sci.Eng. 1997. V.A 234–236. P.331–334.
7. Епифанов Г.И. Физика твёрдого тела. М.: Высшая школа, 1965. 274 с.
8. Химическая энциклопедия в 5 томах: Полимерные – Трипсин / Под ред. Н.С. Зефирова, Н.Н. Куклова. М: Советская Энциклопедия 1995, Т.4. 639 с.
9. Сайт ЗАО «Обнинское научно-техническое предприятие «Технология» – [www.technology.ru](http://www.technology.ru)
10. Султанов А.Х., Виноградова И.Л., Салихов А.И. Исследование нелинейного режима преломления для наноструктурного ситалла // Нелинейный мир. 2009. № 5. С. 360–369.
11. Султанов А.Х., Виноградова И.Л., Салихов А.И. Распространение электромагнитной волны в прозрачной среде, подверженной деформационным изменениям // Вестник УГАТУ. 2006. № 1. С. 170–175.
12. Дж.Хирт, И.Лоте. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972. 600 с.
13. Кувыркин Г.Н. Термомеханика деформируемого твердого тела при высокоинтенсивном нагружении. М.: МГТУ, 1993. 142 с.
14. Страумал Б.Б. Фазовые переходы на границах зёрен. М.: Наука, 2003. 327 с.