

ПОДХОД К ПОЛУЧЕНИЮ 3D-НАНОСТРУКТУРНОГО ДВУХФАЗНОГО СИТАЛЛОВОГО СТЕКЛА, ОСНОВАННЫЙ НА ИНТЕНСИВНОМ КРУЧЕНИИ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

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

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

Аннотация

В статье исследуется возможность получения прозрачного объемного нанокристаллического ситаллового стекла с 3D-градиентом линейного коэффициента преломления для изготовления рабочего тела (смесителя) оптического устройства управления диаграммой направленности антенной решетки. Изначальный материал являлся двухфазным. Описаны режимы обработки материала, представлены фотографии полученных образцов. Выявлен оптимальный способ обработки, включающий выбранные режимы нагрева и охлаждения образцов. Выполнен анализ степени деформации наноструктурной обработки образцов.

Ключевые слова: нанокристаллический материал, ситалловое стекло, коэффициент преломления, уникальная научная установка, полностью оптические сети.

Цитирование: Андреанова, А.В. Подход к получению 3D-наноструктурного двухфазного ситаллового стекла, основанный на интенсивном кручении под высоким давлением / А.В. Андреанова, И.Л. Виноградова, А.Х. Султанов, И.К. Мешков, Г.И. Абдрахманова, Е.П. Грахова, А.А. Ишимьяров, Л.З. Янтилина // Компьютерная оптика. – 2016. – Т. 40, № 4. – С. 489-500. – DOI: 10.18287/2412-6179-2016-40-4-489-500.

Введение

Современные волоконно-оптические технологии предполагают использование устройств, которые позволяют управлять сигналами за счет оптико-оптических процессов в материале либо в микронаномасштабных структурах. Это обеспечивает реализацию принципа «свет-управляет-светом», что позволяет создавать так называемые полностью оптические сети (AON – *All Optical Networks* [1]), обеспечивает значительную миниатюризацию устройств, наряду с их хорошими эксплуатационными характеристиками. Немаловажное значение имеют устройства для гетерогенных оптико-радиотехнических систем типа RoF (*Radio-over-Fiber*) [2–4], особенно если управление, например, расположением лепестка радиоизлучения антенной решетки, выполняется полностью оптическими средствами, как это представлено в [5].

Так, в [5] показано, что для решения задачи управления сетью используется сложный интерферометр, центральным элементом которого является оптическое объемное тело вращения с зауженной средней частью – далее смеситель. Согласно расчетам, представленным в [5], последний должен обладать 3D-градиентом линейного коэффициента преломления не менее $\Delta n \cong 0,0030 \dots 0,0035$ относительно значения $n_0 = 1,544700 \pm 0,000475$ на расстоянии (на ширине смесителя) порядка 30...50 мкм. Аналогичным образом коэффициент преломления должен меняться и на длине смесителя (составляющей порядка 200 мкм). Кроме того, материал смесителя должен быть совместим со световодами: допускать приклеивание, выполнение отверстий и механическую обработку – полировку торцов смесителя и напыление отражающего покрытия.

Такое оптическое тело невозможно получить путём легирования материала, например, кварцевого стекла, с последующим изготовлением из него требуемой объемной формы. Поэтому для решения задачи

была изучена возможность применения техники объёмного преобразования свойств материала [6, 7]. Но методика, представленная в [6, 7], была признана непригодной для изготовления смесителя – главным образом по причине невозможности выполнения 3D-протяжённого (как в длину, так и в ширину) равномерного (без областей со скачкообразно изменяющимися параметрами, например, с $\Delta n \cong 0,0020 \dots 0,0025$) распределения коэффициента преломления в необходимых геометрических размерах. Кроме того, перечисленная методика в настоящее время находится пока только в стадии становления и не может быть применена для изготовления экспериментального образца. Принималось во внимание также и её зарубежное происхождение – устройство управления антенной решеткой с указанным смесителем разрабатывалось для систем связи специального назначения.

В качестве способа реализации смесителя было рассмотрено применение фотонно-кристаллических структур и наноструктур [8], разрабатывающихся как в России, так и за рубежом. Так, например, в [9] показано, что нанопокрывание совместно с системой взаимосвязанных наноразмерных элементов при использовании в оптическом волокне может изменять свойства проходящей световой волны и тем самым проявляться как среда с градиентом коэффициента преломления. Можно привести и другие примеры проявления наноразмерных образований, составляющих основу фотонно-кристаллических материалов, в виде такого макросвойства, как градиент преломления.

Но указанная технология также не была взята за основу при решении поставленной задачи ввиду недостаточной проработанности вопроса (к настоящему времени) об изготовлении оптического тела требуемой объемной формы из подобных структур. Кроме того, оставалась неопределённость с выполнением конечного отверстия на торце смесителя с последующей

полировкой плоских частей данных торцов и нанесения отражающего покрытия, если тело смесителя представляет неравномерный (с выполнением требования по градиенту коэффициента преломления) фотонно-кристаллический объект. Тем не менее, авторы считают весьма интересным исследование о возможности выполнения смесителя подобным образом.

Для изготовления смесителя предполагалось опробовать метод, основанный на механическом «домешивании» примеси к материалу с показателем преломления порядка n_0 (в случае, когда основной материал допускает пластическую деформацию), который обеспечит получение заготовок с требуемыми параметрами. Из них далее предполагалось вырезать подходящие по градиенту Δn области в виде требуемого объёмного тела. Данный метод механической обработки материала разработан в России и успешно применяется для изготовления металлических объёмных наноструктурных металлов с наноразмерным доменом, основанный на интенсивном кручении под высоким давлением (ИКВД) [10]. Метод реализуется с применением Уникальной научной установки (УНУ-ИКВД) [11].

Привлечение УНУ-ИКВД для исследования оптических свойств материалов осуществлялось авторами и ранее [12, 13] – по отношению к ситалловому кристаллитному однофазному стеклу [14], совместимому по коэффициенту преломления с оптоволоконными (ОВ, в частности, ОВ типа SMF-28). Были получены образцы материала с наноразмерным зерном (с характерным размером 30÷70 нм), что позволяет причислить его к нанокристаллическому объёмному материалу (НКОМ). Характерный размер зерна в изначальных ситалловых образцах составлял более 1000 нм. Полученные образцы характеризовались допустимым (для световодных компонентов) затуханием и новым свойством (по отношению к традиционным материалам, применяемым в волоконной оптике) – скачкообразным безгистерезисным характером изменения нелинейного коэффициента преломления, что представляет интерес для построения устройств АОН, в частности [15, 16]. Зафиксированное новое свойство, по-видимому, может быть связано с существенным увеличением объёма (по отношению к изначальному материалу – более, чем в 2400 раз) неравновесных уширенных межзёренных границ [17], что как раз и достигается методом ИКВД. Результаты, представленные в [13], были получены впервые при применении метода ИКВД к хрупкому оптически прозрачному материалу с получением фрагментов, сохранивших оптическую прозрачность. Новые физические свойства материалов с наноразмерными структурными единицами с использованием УНУ-ИКВД были зафиксированы также для металлов и пластичной керамики [18, 19].

С этой точки зрения представлялось интересным привлечь метод ИКВД к обработке ситалловых кристаллитных двухфазных образцов/заготовок (возможно, с перенастройкой УНУ) с целью последующего использования фрагментов полученного прозрачного материала для изготовления смесителя, составляющего основу устройства [5]. Характерный размер фрагмен-

тов, которые решено было признать пригодными для достижения поставленной цели, должен быть не менее 300 мкм. Учитывая, что в процессе ИКВД кроме смешивания фаз материала неизбежно происходит ещё размельчение зёрен кристаллита и увеличение объёма неравновесных межзёренных границ, такая наноструктурная обработка (НСО), скорее всего, также приведёт к получению новых физических свойств, в частности, проявляющихся в характере нелинейного преломления. Так как последнее является интересным для компонентов АОН, и ввиду новизны применения метода ИКВД к хрупкому двухфазному оптическому материалу (что осуществляется впервые), его использование для решения поставленной задачи было признано предпочтительным.

1. Выбор материала для получения оптического НКОМ

Выбор материала для НСО определялся следующими критериями:

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

- наличием двух фаз с близкими значениями линейного коэффициента преломления;

- наличием кристаллитной структуры изначального материала и зоны пластичности на его деформационной кривой [20], допускающей механическую обработку.

По данным критериям с учётом доступности материала были выбраны образцы двухфазного ситаллового стекла литиевой группы $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ в кристаллитном состоянии, полученного с инициатором кристаллизации TiO_2 [14, 21]. 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 ($\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{K}_2\text{O}-\text{F}$) [14]. Материал обладает некоторой пластичностью в отличие от кварцевого стекла (SiO_2) с нулевой зоной пластичности, для которого механическая НСО (в частности, методом ИКВД) невозможна [22]. Наличие слюдоситалла влияет на линейный коэффициент преломления в сторону его увеличения. Это свойство, косвенно выявленное ещё при проведении исследований [12, 13], позволило предварительно определиться с требованиями к содержанию примеси в заготовках.

Усреднённый по объёму линейный коэффициент преломления материала n на длине волны света $\lambda = 1550$ нм составляет 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 $0,5 \pm 2,5$ мкм.

Все образцы, задействованные в исследованиях, 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.

2. Отбор ситалловых заготовок для решения поставленных задач

Для проведения исследований были поставлены следующие задачи:

- разработка требований по количественному содержанию и характеру распределения примеси к отбираемым заготовкам, удобным для изготовления впоследствии из них (из их фрагментов) смесителя;
- выбор (определение) режима НСО заготовок на базе метода ИКВД, обеспечивающего получение фрагментов материала, содержащих области с характерным размером не менее 300 мкм и 3D-градиентом линейного коэффициента преломления в диапазоне $\Delta n \cong 0,003 \dots 0,0035$ на расстоянии $\cong 30 \dots 50$ мкм;
- определение методики инструментальных измерений, подтверждающей 3D-градиент линейного коэффициента преломления выбранных областей;
- анализ механических свойств полученных фрагментов НКМ, представляющих интерес для дальнейшего изготовления из них элементов волоконно-оптических устройств.

Решено было для исследований отобрать образцы с общим процентом слюдоситалла порядка 22...25 %, что представляет, фактически, его наибольшее содержание (из доступных заготовок, не требующих специального изготовления на заказ). Согласно техническим условиям производителя [21], примесные вкрапления характеризуются геометрически правильной (близкой к овальной) формой практически без смешивания фаз (т.е. без градиента коэффициента преломления). При этом вкрапления могут иметь малые размеры (до 50÷70 мкм), распределенные практически равномерно в образце (с долей неравномерности не более 5...6 %), вплоть до крупных макрообластей (размером порядка 1 мм и более) – с пониженным (не более 1÷2 %) и повышенным (20 % и более) содержанием примеси в них соответственно. Такой выбор объяснялся необходимостью получения нескольких примесных областей (более одной) во фрагментах НКМ для эффективности проведения дальнейших исследований с ними.

Для определения «удобных» с описанной точки зрения ситалловых заготовок (всего исследовалось 873 образца) все они были изучены на инфракрасном Фурье-спектрометре (FTIR-8400S «Shimadzu» – СП-1), где было выявлено общее содержание примеси (по группе MgO). Далее для выявления характера распределения примеси все отобранные образцы были изучены на дифференциальном энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре (EDX 800 HS-m «SHIMADZU» – СП-2). При измерениях на приборе СП-2 образец закрепляется в перемещаемую кювету, движение которой (перпендикулярно оси просвечивающего луча) выполнялось при помощи электронно-механических микроподвижек, управляемых программным способом от компьютера, подключенного к прибору. Для фокусировки излучения использовался коллиматор. Результаты измерений, представляющие собой размерную карту примесных

областей, выводились на экран ПК. Строго говоря, приборы СП-1 и СП-2 обладают близкими характеристиками с точки зрения получения спектра. Но СП-2 позволяет использовать доукомплектовку перемещаемой кюветой и внешним (дополнительным) коллиматором, что даёт возможность выполнять дифференциальную спектроскопию. Безусловно, проведённый анализ заготовок вполне можно было выполнить только на базе СП-2, но потребовалось бы перенастраивать прибор, включая – изъятие/дополнение его выносным оборудованием. Учитывая, что в Центре коллективного пользования [23], где выполнялись исследования, имелась возможность выполнения интегральных измерений с привлечением СП-1, то данная метода и была принята за основу.

Так были отобраны 97 образцов, содержащих примесные макрообласти с характерным размером не менее 300 мкм и расположенных по единственной такой области на толщине образца L_0 . Далее с учётом полученных карт был измерен дифференциальный профиль линейного коэффициента преломления с применением измерителя профиля показателя преломления P-101 «York Technology». Это позволило приближённо количественно связать процент содержания примеси (по группе MgO) в единице объёма (дифференциальный процент) со значением коэффициента преломления этой единицы объёма. Наименьший объём, разрешаемый прибором, по которому результат измерений получается как усреднённый, равен $0,004 \text{ мкм} \times 0,004 \text{ мкм} \times L_0$. В предположении, что данные величины взаимосвязаны линейно, было получено соотношение:

$$n = 1,54089 + 3,46 \times 10^{-4} \left[\%^{-1} \right] \times \kappa, \quad (1)$$

где κ – дифференциальный процент, %.

Далее был дополнительно проведён отбор образцов, для которых такие макрообласти образовывали преимущественно 2D-распределение n по (вдоль) диаметру, а не по толщине образцов. Это было обусловлено следующими причинами:

- в результате НСО, как было установлено ранее [12, 13], удается получить фрагменты материала со значительным размером (порядка 4...5 мм) вдоль диаметра изначального образца; поперечный же размер, как правило, оказывается заметно уменьшенным – 0,5 мм и менее. Фрагменты таких размеров следует признать пригодными для последующего изготовления из них элементов оптических устройств, т.к. указанные получаемые размеры допускают технологические запасы на скалывание, полировку и т.д. для получения смесителя длиной порядка 200 мкм и толщиной до 50 мкм. Следовательно, и градиентное распределение n должно быть выраженным вдоль наибольшего размера, т.е. по диаметру образца, что обеспечивало бы выбор в расположении вырезаемой (под смеситель) области относительно границ фрагмента;
- отработка методики получения необходимых оптических элементов целесообразна для выбранного направления распределения n также и ввиду того, что «удобное» распределение примеси в ситалловых за-

готовках может быть специально оговорено при заказах на их изготовление предприятию-изготовителю.

Далее отобранные образцы были переданы на НСО, выполняемой на УНУ-ИКВД.

3. Выполнение НСО для двухфазных ситалловых образцов

Результаты, представленные в [12, 13], также были получены на данной установке, но ставилась задача добиться как можно большей степени деформации (раздробления зёрен кристаллита) без необходимости получения каких-либо градиентов физических свойств. 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 предыдущей задаче более высокая степень деформации была нужна для того, чтобы получить как можно более выраженный (по значению критической интенсивности) отложенный режим нелинейного преломления [13]. 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. Обработ-

ка на установке ИКВД предполагает давление и одновременно кручение (рис. 1).

Изначально установка ИКВД создавалась для обработки металлов, т.е. высоко пластичных материалов, что определяет в конечном итоге скорость деформации. Так как в данном случае решалась весьма трудная задача для данной установки – использовался хрупкий материал, к тому же способный к расслаиванию (продольному скалыванию), а требовалось получить крупные фрагменты, скорость обработки априори была снижена в 100 раз относительно ее нормативного значения – на основании экспертного мнения. Процесс производился медленнее, чем при предыдущих исследованиях с ситаллами [12, 13]. Кроме того, перед обработкой поверхность образцов шлифовалась (рис. 1б), что не выполнялось ранее, и на нее наносилась смазка, представляющая собой нитрид бора (BN).

На рис. 2–5 показаны результаты обработки исследуемого материала, полученные на установке ИКВД, а на рис. 2 и рис. 3 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.

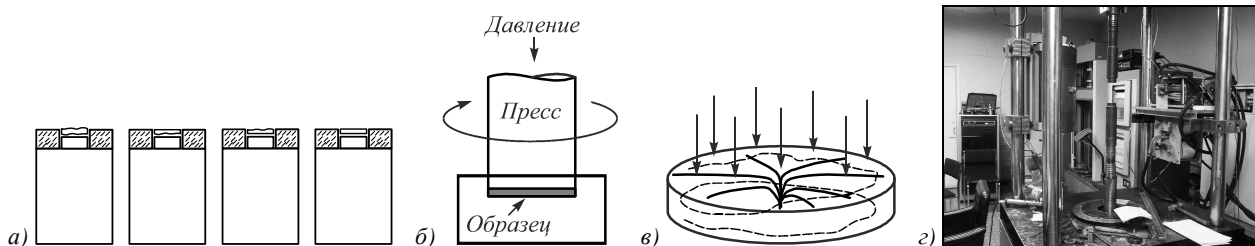


Рис. 1. Операции при ИКВД-обработке ситаллов: а) шлифовка поверхности образца на посадочном месте установки; б) схема выполнения деформации на посадочном месте; в) иллюстрация «силовых линий» деформации, т.е. направлений с наибольшим градиентом деформации; и г) фото одного из прессов, входящих в состав ИКВД-установки

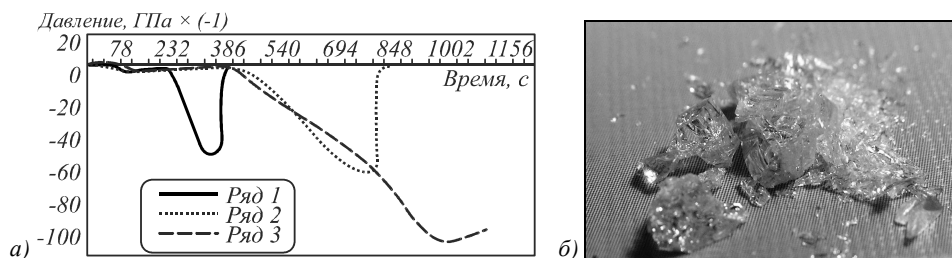


Рис. 2. Изготовление образца при комнатной температуре: а) динамические характеристики работы пресса; б) получившийся образец, содержащий крупные фрагменты, признанные в данном случае непригодными, $D_0 = 9,65$ мм; $T^0 = 25^\circ\text{C}$

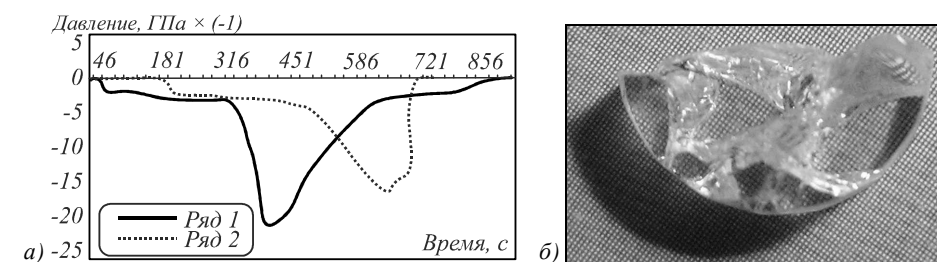


Рис. 3. Изготовление образца после подогрева: а) динамические характеристики работы пресса; б) получившийся образец, $L_0 = 2,12$ мм; $L_{кон} = 2,11$ мм; $\Delta L = 0,01$ мм; измерения проводились микрометром; $D_0 = 10$ мм; наибольшая температура в эксперименте $T^0 = 150^\circ\text{C}$; охлаждение выполнялось на воздухе

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. Скорость вращения основания пресса при работе УНУ-ИКВД всегда остаётся неизменной величиной. При проведении настоящих исследований она была установлена наименьшей и составляла порядка $\vartheta \cong 1,976$ рад/мин.

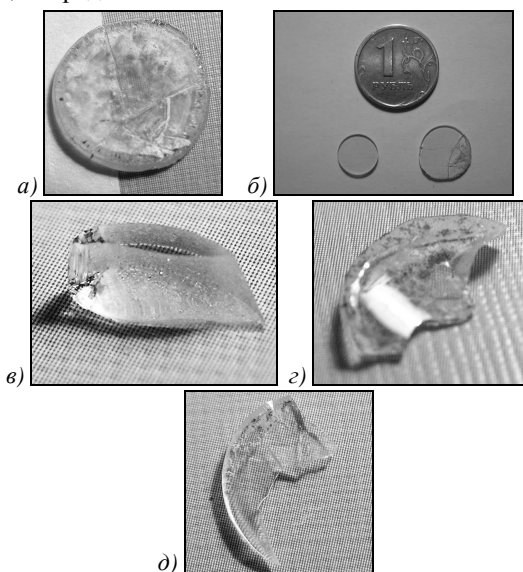


Рис. 4. Фото ситалловых НКОН, признанных удовлетворительными, полученных обработкой за два прохода пресса: а) параметры: $L_0 = 2,007$ мм; $L_{кон,э} = 1,5$ мм; $D_0 = 9,8$ мм; $D_{кон,э} = 13$ мм; $\theta_{\Sigma} = 82$ рад; $T_{max}^o = 215$ °С; суммарная длительность деформации $t_{\Sigma} \cong 41,5$ мин; охлаждение в печи-калорифере; б) фото-иллюстрация обработанного и необработанного образцов; в) параметры: $L_0 = 2,01$ мм; $L_{кон,э} = 1,52$ мм; $D_0 = 9,85$ мм; $T_{max}^o = 200$ °С; $\theta_{\Sigma} = 85$ рад; $t_{\Sigma} \cong 43$ мин; г) параметры: $L_0 = 2,008$ мм; $L_{кон,э} = 1,16$ мм; $D_0 = 10,0$ мм; $T_{max}^o = 250$ °С; $\theta_{\Sigma} = 91$ рад; $t_{\Sigma} \cong 46$ мин; д) параметры: $L_0 = 2,015$ мм; $L_{кон,э} = 1,1$ мм; $D_0 = 9,8$ мм; $T_{max}^o = 230$ °С; $\theta_{\Sigma} = 88$ рад; $t_{\Sigma} \cong 44,5$ мин

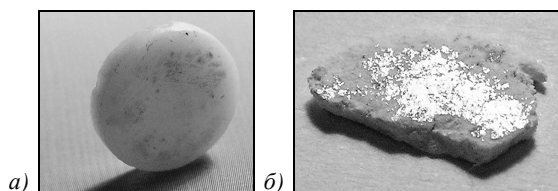


Рис. 5. Примеры образцов, потерявших прозрачность в процессе обработки: а) ситалловый образец: $T^o = 190$ °С; $\theta_{\Sigma} = 0,75$ рад; охлаждение с печью; смазка нитрид бора (BN); б) кварцевый образец (для сравнения), полученный при тех же параметрах

Уже первые результаты ИКВД-обработки показали, что отобранные образцы разрушаются существенно, чем однородные образцы, которые были исследованы ранее. Так, на рис. 2 показано, что даже при самом медленном режиме обработки из принци-

пиально возможных (хотя для замедления работы на Установку была смонтирована дополнительная редукторная передача, отсутствовавшая ранее) образцы, тем не менее, разрушались. Причем непригодными признавались даже их относительно крупные фрагменты – ввиду приобретения ими существенной дисперсности (внутреннего растрескивания), а значит, катастрофического снижения прозрачности. Из-за чего было принято решение выполнить нагревание образца перед выполнением обработки.

Нагревание образцов производилось в печи-калорифере Установки, расположенной в составе одного из прессов, в пределах температуры до +250 °С, не приводящей к изменению структуры материала, в частности – к аннигиляции кристаллита, но увеличивающей ширину зоны пластичности на 18...20% [14, 24]. Аннигиляция кристаллита ситаллового стекла, т.е. его расплавление и появление аморфной структуры наблюдается, согласно [14], при 1100÷1200 °С.

После чего выполнялась ИКВД-обработка, и относительная средняя логарифмическая степень деформации для выбранного режима в рассматриваемом диапазоне параметров материала приблизительно определялась [10]:

$$\sigma = \mu \cdot \ln \left[\theta \cdot |L_{кон,э} - L_0| \cdot \sum_1^m \frac{P_{max,m}}{P_0^*} \cdot (T_m^o)^{\gamma} \right], \quad (2)$$

где θ – угол вращения основания пресса в радианах, рассчитывается как $\theta = \vartheta \cdot \tau$, где τ – время, отсчитываемое от момента начала движения пресса, представляемое в управляющей прессом программе; m – количество проходов пресса; L_0 и $L_{кон,э}$ – начальная и конечная эффективная (усредненная) толщина образца, мм; $P_{max,k}$ – наибольшее давление пресса, ГПа, достигаемое за m -й проход; P_0^* – коэффициент, определяющийся жесткостью материала, в данном случае был принят $P_0^* = 12,3$ ГПа; T_k^o – наибольшая температура подогрева при k -м проходе, °С; γ – коэффициент, определяющийся пластичностью и текучестью материала, в данном случае был принят $\gamma = 0,18$; μ – коэффициент, определяющийся зависимостью внутреннего напряжения в материале от относительной степени его деформации, иначе говоря, «рабочей точкой» на деформационной кривой, в данном случае был принят $\mu = 1,1$. Расчетные коэффициенты были определены по аналогии с методикой определения для керамических материалов, для которых проводились аналогичные исследования [10, 25], и уточнены в процессе консультирования со специалистами предприятия-изготовителя образцов материала. Соотношение (2) сконструировано на базе анализа экспериментально получаемых образцов керамических материалов с различной степенью деформации (НСО-обработки) авторской группой, разработавшей метод ИКВД и создавшей УНУ-ИКВД [10].

В результате подогрев позволил сократить длительность обработки как за счет ускорения процесса ИКВД, так и уменьшения количества проходов прес-

са. При этом значения σ были примерно сохранены – за счет возможности уменьшить конечную толщину $L_{\text{кон},\sigma}$ и увеличить угол θ (от $\sim 0,2$ рад до $\sim 0,8 \dots 1$ рад). На рис. 4 представлены полученные крупные фрагменты двухфазного ситалла, что позволило сделать заключение о состоятельности выбранного режима НСО заготовок.

Но в достижении поставленной цели ИКВД-обработка рассматривается как способ выполнить взаимный сдвиг слоев материала, придав тем самым коэффициенту преломления 3D-градиент. При этом было понятно, что смещение слоев материала, имеющее место в процессе поворота основания пресса, происходит для всех секторов площади заготовок одинаково (рис. 1в), т.е. безотносительно к выявленным областям вкрапления слюдоситалла. Это снижает эффективность получения материала с требуемыми свойствами.

Поэтому для того, чтобы смещение слоев производить для каждого образца индивидуально с учётом расположения слюдоситалла, было принято решение о выполнении подогрева следующим образом: сначала в печи-колорифере до температуры приблизительно $T_0 = 150^\circ\text{C}$ (значение T_0 уточнялось в процессе ИКВД-обработки), а затем индивидуально – на устройстве лазерного разогрева и резки, входившем в состав Установки. Фокусатор устройства лазерного разогрева управляется компьютером, поэтому была произведена настройка модуля программы таким образом, чтобы лазерный прогрев производился только по краям примесных областей. Последние задавались картами заготовок, полученными в процессе дифференциальной спектроскопии. Значение T_0 уточнялось (относительно изначально установленного значения – в сторону уменьшения) для каждой последующей обрабатываемой заготовки (на УНУ-ИКВД обработка производится последовательно по одной заготовке). Критерием прекращения уменьшения температуры являлось получение крупных фрагментов (как на рис. 4). После первых обработанных 11 заготовок было установлено фиксированное значение $T_{0,\text{ф}} = 142^\circ\text{C}$. Дальнейшее снижение температуры уже приводило к результату, показанному на рис. 2б, когда даже крупный фрагмент был сильно растрескавшимся и не пригодным к дальнейшим исследованиям.

Значения температуры T_{max}^0 для фрагментов, представленных на рис. 4, складывались из установленного начального значения $T_{0,\text{ф}}$ и индивидуальных величин ΔT_j , где j – номер образца, достигаемых на устройстве лазерного разогрева и резки. Последние определялись исходя из следующего приблизительного соотношения:

$$\Delta T \cong 35^\circ\text{C} + 0,652 [\%^{-1} \cdot \text{мкм}^{-1}] \times \kappa \times \Omega, \quad (3)$$

где Ω – характерная толщина области разогрева, мкм. Коэффициенты в (3) были определены методом подбора для пробно обрабатываемых образцов с последующим анализом динамики изменения параметров вкраплений на приборе СП-2 с привлечением экспертного мнения. В (3) входит также величина κ , т.к.

согласно [14], слюдоситалл является более тугоплавким, чем ситалл. Внешне фрагменты получаемого НКМ с привлечением и без устройства лазерного разогрева и резки выглядят идентично.

Кроме отработки методики разогрева, был определён ещё и метод охлаждения образцов, применяемый после их ИКВД-обработки. Сначала охлаждение образцов производилось на воздухе при комнатной температуре – после их доставания из печи сразу по завершении ИКВД-обработки. Это приводило к появлению дополнительных трещин, иногда – к разрушению образца (рис. 3б). Поэтому часть образцов после ИКВД-обработки были оставлены в печи и остывали вместе с ней (на рис. 4а представлен образец, охлаждаемый вместе с печью).

Однако, несмотря на способность сохранить целостность образца, охлаждение в печи не было принято за основу, т.к. выяснилось, что при медленном охлаждении даже при небольшой степени деформации многие образцы существенно теряют прозрачность. Так, на рис. 5а представлен ситалловый образец, полностью потерявший прозрачность при таком охлаждении. Для сравнения здесь же представлен кварцевый образец, полученный ранее при ИКВД-обработке [13]. Потеря его прозрачности связана с превращением в мелкозернистую структуру, что не позволяет использовать абсолютно хрупкое кварцевое стекло, не имеющее зоны пластичности в отличие от ситаллового стекла, при решении поставленных задач. Следовательно, решено было выполнять охлаждение образцов на воздухе, вынимая их из печи после ИКВД-обработки.

4. Результаты получения ситаллового НКМ

Так, по разработанной методике: нагревания, ИКВД-обработки и охлаждения заготовок всего в общей сложности был получен 51 крупный фрагмент ситаллового стекла с различными значениями степени деформации σ и с характерными размерами, представленными в табл. 1.

Эти фрагменты вновь были исследованы на приборе СП-2 с целью выявления характера примесных областей, а затем с целью анализа возможности применения соотношения (1) к ИКВД-обработанному материалу, на профилемере Р-101. Была установлена справедливость предположения о возможности перемешивания фаз материала двухфазного ситаллового стекла методом ИКВД с изменением геометрической формы и градиента процентного содержания примеси для исследуемых областей.

На рис. 6 представлен пример (для фрагмента, показанного на рис. 4з) изменения характера примесной области в результате ИКВД-обработки. Фото на рис. 6б соответствует примесной области, содержащейся в необработанной заготовке (из которой получен рассматриваемый фрагмент). Соответственно, фото на рис. 6г соответствует примесной области в обработанном фрагменте. Выбор изображения осуществляется с компьютера (внутри выделяемого квадрата (рис. 6а)).

Табл. 1. Характерные размеры полученных фрагментов ситаллового стекла

Номера фрагментов, σ	1 ÷ 5, $\sigma = 3,0 \div 3,1$	6, 7, 13-25 $\sigma = 3,5 \div 3,6$	8 $\sigma = 3,8$	9, 10, 12 $\sigma = 4,1 \div 4,2$	11 $\sigma = 4,1$	26 ÷ 33 $\sigma = 4,4 \div 4,5$	34 $\sigma = 4,0$	35 ÷ 41 $\sigma = 4,5 \div 4,6$	42 ÷ 47 $\sigma = 4,8 \div 4,9$	48 ÷ 51 $\sigma = 4,8 \div 4,9$
Характерная толщина, $\cong L_{кон,з}$, мм	0,8	0,85	0,78	1,26	0,94	0,27	0,75	0,91	1,34	1,42
Характерный поперечный размер, $\cong D_{кон,з}$, мм	11	12	14,3	13	12	11	11,5	8,8	6,2	7,2

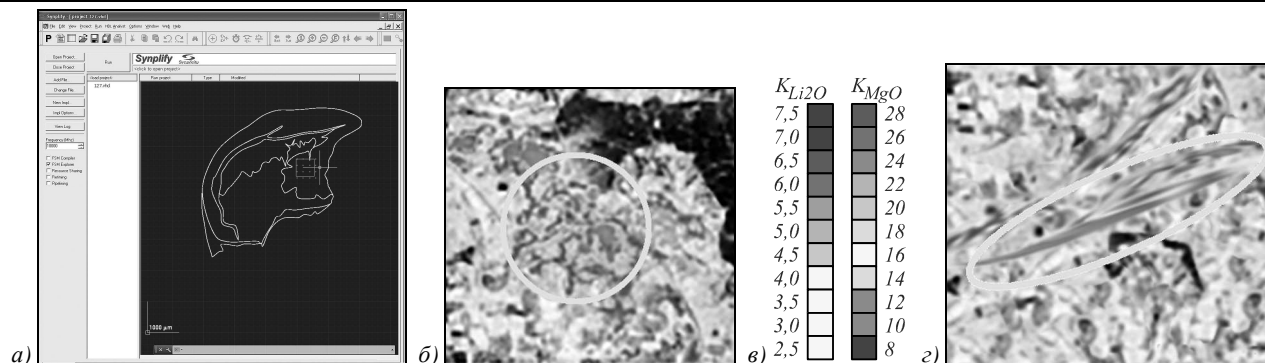


Рис. 6. Фотографии примесной области полученного фрагмента ситаллового стекла: а) изображение фрагмента и выбор интересующей области; б) фото до обработки; в) шкала тональности (цветности), характеризующая значения дифференциального процента содержания вещества; г) фото после обработки

Было установлено, что вкрапления слюдоситалла стали протяженными и теперь характеризуются узкой вытянутой формой (в ряде образцов – с длиной до 1000 мкм) с существенным градиентом к, что и планировалось получить.

Обнаружено большое количество областей вкраплений слюдоситалла с поперечными размерами 30...50 мкм, которые, согласно зависимости (1), могут иметь градиент профиля показателя преломления порядка $\Delta n \cong 0,0030...0,0035$ относительно усредненного значения $n_0 = 1,544700 \pm 0,000475$, что пригодно для изготовления смесителя устройства, представленного в [5]. Анализ изображений примесных областей до и после ИКВД-обработки показал, что характерный их размер (в частности, вытягивание в длину) изменяется не более, чем в $2,4 \div 2,5$ раза, т.е. остаётся приблизительно того же порядка. В ширину размер уменьшается существенно (в 10 раз и более), характерно разделение (расслаивание) областей. Изначально мелкие примесные области также расслаиваются, но в конечном итоге так и не образуют единого целого – примесь распределяется ещё более равномерно. Это подтверждает необходимость обрабатывать заготовки с крупными примесными областями для получения материала, представляющего интерес при изготовлении смесителя. Важным также является использование заготовки с высоким содержанием слюдоситалла, что обеспечивает в них несколько примесных областей, а значит, большую вероятность того, что в получившемся крупном фрагменте материала будет находиться примесная область.

Подтвердилась возможность применения (1) к эмпирическим расчётам коэффициента преломления для ИКВД-обработанного материала.

Учитывая, что НСО меняет характер нелинейного преломления ситаллового стекла, что представляет

интерес в случае применения его в АОН, решено было проанализировать степень измельчённости кристаллита полученных фрагментов. Для этого с привлечением оборудования Автоматизированного комплекса для выполнения структурного анализа материала (АКВСАМ) с атомно-силовым микроскопом Agilent 5500 и оборудованием для уточнения фотографий методом сканирующей g-резонансной мессбауэрографии, основанных на получении спектров поглощения γ -квантов по энергиям с последующим совмещением фотографий на компьютере, было выполнено фотографирование поверхности фрагментов в контактном режиме. На рис. 7 представлены такие фотографии. В левом верхнем углу представлены электроннограммы состояния материала.

Тональность (цветность) на изображениях рис. 7 соответствует плотности электронных состояний, полученной методом мессбауэрографии [17]. На изображении (рис. 7в) светлых областей с высокой ПКС существенно больше, что говорит об увеличении возбужденного вещества, находящегося в неравновесном состоянии после ИКВД-обработки. По значению ПКС можно оценить, в частности, энергию границ кристаллита: с увеличением ПКС растёт и степень возбуждённости границ [17] и при неизменности температуры свидетельствует об увеличении расстояний между структурными элементами материала, т.е. об уширении границ. Можно это трактовать ещё и так: чем шире граница, тем электронных состояний больше, т.е. выше ПКС.

Анализ среднего характерного размера кристаллитного зерна фрагментов с высокой степенью обработки показал, что последний составляет порядок $70 \div 80$ нм. Это несколько больше, чем полученные ранее значения (при проведении исследовании с однофазным ситаллом [12, 13]), тем не менее, авторы счи-

тают возможным отнести полученный материал к категории НКМ. В частности, согласно классификации объёмных нанокристаллических материалов, пред-

ставленной в [10], кристаллиты с размером зерна до $70 \div 90$ нм относятся к наноструктурным материалам.

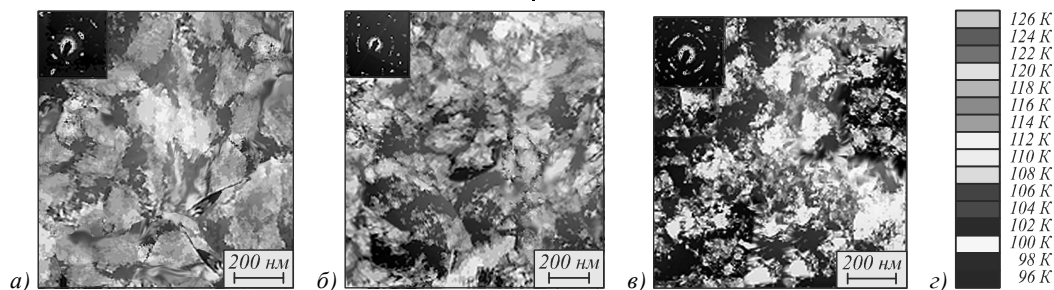


Рис. 7. Фотографии кристаллитно-зёрновой структуры полученных ситалловых фрагментов: а) соответствует изначальным заготовкам; б) средняя степень обработки, соответствует значениям $\sigma = 3,6 \pm 3,8$; в) значительная степень обработки, $\sigma = 4,8 \pm 4,9$; г) шкала тональности, характеризующая значения плотности колебательных состояний (ПКС) материала

Далее было проведено изучение механических свойств материала с точки зрения возможности изготовления из него элементов устройств АОН. Такое изучение было необходимо ввиду априори известной информации о повышении твердости материала после его ИКВД-обработки, [10], что могло явиться препятствием при проведении дальнейших работ.

Была выполнена полировка поверхности для шести фрагментов – по три из групп с высокой и средней степенью обработки. Затем была измерена величина шероховатости этих поверхностей с использованием оборудования «Зондовая нанолaborатория NTEGRA AURA». Было установлено, что возможна полировка поверхности материала с шероховатостью величиной до $30 \dots 27$ ангстрем независимо от величины σ , что достаточно для выполнения отражающих поверхностей при изготовлении устройств. Затем на полированной поверхности двух образцов со средней и значительной степенью обработки было выполнено углубленное ступенчато-коническое отверстие симметричной формы с наибольшим диаметром (у основания) – $20_0 \pm 0,5$ мкм, глубиной – $14 \pm 0,5$ мкм с использованием оборудования «Комплекс для вакуумной экструзии пластичных керамических масс ECT-Piston Press, KP 300A». После чего было выполнено исследование термостабильности обработанных поверхностей, содержащих конические отверстия, с использованием оборудования «Термоанализатор TGA/DSC 1 «Mettler Toledo» в диапазоне температур $25 - 200$ °С в динамическом режиме со скоростью нагрева 250 °С/мин, и затем – с использованием оборудования «Дифференциальный сканирующий калориметр DSC» в диапазоне температур $25 - 200$ °С в динамическом режиме со скоростью нагрева: 300 °С/мин. Было установлено, что после остывания образцов на воздухе относительное изменение параметров отверстий и значений шероховатости полированных поверхностей не превысили 7 %, что позволяет считать эти операции реализуемыми с точки зрения цели применения материала. Все это позволяет сделать предположение о возможности применения полученного материала для изготовления устройств волоконной оптики.

Заключение

Таким образом, в результате выполненных исследований было установлено, что возможно получение прозрачного материала с протяженным 3D-распределением линейного коэффициента преломления на основе двухфазного кристаллитного ситаллового стекла, подходящего для изготовления смесителя устройства [5].

Для достижения результата следует выбирать заготовки (изначальные ситалловые образцы) с крупными примесными областями с характерным размером не менее $250 \div 300$ мкм, расположенные по единственной такой области на толщине образца. Содержание слюдоситалла в заготовках должно быть не менее 20 %, что обеспечивает эффективность попадания примеси в крупный фрагмент обработанного материала.

Получение крупных фрагментов ИКВД-обработанного двухфазного ситалла оказалось возможным после предварительного разогрева (до температуры 142 °С) заготовок в печи-калорифере, использовании демпфирующей смазки нитрида бора (BN) и дополнительном замедлении движения пресса по сравнению с обработкой металлических заготовок. Для эффективного изменения параметров примесных областей в процессе ИКВД перед обработкой выполнялся сфокусированный лазерный разогрев в соответствии с картой расположения примесей для каждого изначального образца. Охлаждение образцов после обработки следует проводить на открытом воздухе (при комнатной температуре) с целью сохранения их оптической прозрачности. Анализ характерного размера кристаллитного зерна получившегося материала позволил причислить его к категории нанокристаллических объёмных материалов.

Для определения/подтверждения градиента линейного коэффициента преломления границ примесных областей можно воспользоваться дифференциальным спектрометром, позволяющим выполнить дифференциальное сканирование состава вещества (по объёму) с последующим пересчётом значения n из соотношения (1). Можно также дополнительно воспользоваться измерителем профиля коэффициента преломления.

Успешное выполнение полировки поверхности полученных фрагментов материала, а также сверление отверстий на полированной поверхности свиде-

тельству о возможности их механической обработки, представляющей интерес для изготовления элементов устройств АОН. Получение данного НКМ (учитывая наличие Российского производителя ситалловых заготовок, а также наличие аппаратных средств для выполнения обработки и анализа свойств) следует признать доступным для проведения дальнейших исследований по созданию объёмного оптического смесителя, и далее – экспериментально-образца устройства, представленного в [5].

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. **Mukherjee, B.** Optical Communication Networks / B. Mukherjee. – NY: Mc.Graw-Hill, 2005. – 576 p.
2. **Burla, M.** Multiwavelength-Integrated Optical Beamformer Based on Wavelength Division Multiplexing for 2-D Phased Array Antennas / M. Burla, D.A.I. Marpaung, L. Zhuang, M.R. Khan, A. Leinse, W. Beeker, M. Hoekman, R.G. Heideman, C.G.H. Roeloffzen // Journal of Lightwave Technology. – 2014. – Vol. 32(20). – P. 3509-3520. – DOI: 10.1109/JLT.2014.2332426.
3. **Vidal, B.** Fast Optical Beamforming Architectures for Satellite-Based Applications / B. Vidal, T. Mengual, J. Marti // Hindawi Publishing Corporation Advances in Optical Technologies. – 2012. – Vol. 2012. – 385409 (5 p). – DOI: 10.1155/2012/385409.
4. **Zhuang, L.** Novel ring resonator-based integrated photonic beamformer for broadband phased array receive antennas – Part II: Experimental prototype / L. Zhuang, C.G.H. Roeloffzen, A. Meijerink, M. Burla, D.A.I. Marpaung, A. Leinse, M. Hoekman, R.G. Heideman, W. van Etten // Journal of Lightwave Technology. – 2010. – Vol. 28, Issue 1. – P. 19-31. – DOI: 10.1109/JLT.2009.2032137.
5. **Султанов, А.Х.** Способ подключения антенных излучателей для RoF с применением оптического устройства и методика расчета его параметров / А.Х. Султанов, И.Л. Виноградова, И.К. Мешков, А.В. Андреанова, Г.И. Абдрахманова, А.А. Ишмияров, Л.З. Янтилина // Компьютерная оптика. – 2015. – Т. 39, № 5. – С. 728-737. – DOI: 10.18287/0134-2452-2015-39-5-728-737.
6. **Ams, M.** Investigation of Ultrafast Laser-Photonic Material Interactions: Challenges for Directly Written Glass Photonics / M. Ams, G.D. Marshall, P. Dekker, M. Dubov, V.K. Mezentsev, I. Bennion, M.J. Withford // IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics. – 2008. – Vol. 14, Issue 5. – P. 1370-1381. – DOI: 10.1109/JSTQE.2008.925809.
7. **Мезенцев, В.К.** Применение фемтосекундной записи для фотоники среднего ИК диапазона / В.К. Мезенцев, М.В. Дубов, А.Г. Охримчук, Х. Каракузу, С. Босколо, Л.А. Мельников, Ю.А. Мажирина, N.V. Lichkova, V.N. Zagorodnev // Материалы 6-го Российского семинара по волоконным лазерам. – 2014. – Т. 1 – С. 111-112.
8. Компоненты волоконной оптики, основанные на фотонно-кристаллических структурах [Электронный ресурс]. – URL: http://laser-portal.ru/content_550 (дата обращения 10.04.2016).
9. **Zamarreño, C.R.** Nanofabrication techniques applied to the development of novel optical fiber sensors based on nanostructured coatings / C.R. Zamarreño, I.R. Matias, F.J. Arregui // IEEE Sensors Journal. – 2012. – Vol. 12(8) – 2699-2710. – DOI: 10.1109/JSEN.2012.2199750.
10. **Валиев, Р.З.** Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: Логос, 2000. – 346 с.
11. Уникальные научные установки. Установка для интенсивной пластической деформации кручением. [Электронный ресурс]. – URL: <http://www.ckp-rf.ru/usu/327604/> (дата обращения 10.04.2016).
12. **Султанов, А.Х.** Распространение электромагнитной волны в прозрачной среде, подверженной деформационным изменениям / А.Х. Султанов, И.Л. Виноградова, А.И. Салихов // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. – 2006. – Т. 7, № 1. – С. 170-175.
13. **Султанов, А.Х.** Исследование нелинейного режима преломления для наноструктурного ситалла / А.Х. Султанов, И.Л. Виноградова, А.И. Салихов // Нелинейный мир. – 2009. – № 5. – С. 360-369.
14. Химическая энциклопедия в 5 томах: Полимерные – Трипсин / Под ред. Н.С. Зефирова, Н.Н. Куклова. – М: Советская Энциклопедия, 1995. – Т. 4. – 639 с.
15. **Султанов, А.Х.** Подход к построению коммутаторов оптических сигналов, управляемых оптическим излучением / А.Х. Султанов, И.Л. Виноградова // Компьютерная оптика. – 2005. – Вып. 26. – С. 56-64.
16. **Султанов, А.Х.** Нелинейный волоконно-оптический переключатель / А.Х. Султанов, И.Л. Виноградова, А.И. Салихов // Вестник УГАТУ. Серия: Управление, информатика и вычислительная техника. – 2008. – № 1. – С. 205-217.
17. **Страумал, Б.Б.** Фазовые переходы на границах зёрен / Б.Б. Страумал. – М.: Наука, 2003. – 327 с.
18. **Valiev, R.Z.** Ultrafine grained materials produced by severe plastic deformation / R.Z. Valiev, ed. // Annales de Chimie. Special issue: Science des Materiaux. – 1996. – Vol. 21. – P. 369-554.
19. **Alexandrov, I.V.** The X-ray characterization of the ultrafine-grained Cu processed by defferent methods of severe plastic deformation / I.V. Alexandrov, K. Zhang, A.R. Kilmametov, K. Lu, R.Z. Valiev // Materials Science and Engineering: A. – 1997. – Vol. 234-236. – P. 331-334. – DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00135-4.
20. **Епифанов, Г.И.** Физика твёрдого тела / Г.И. Епифанов. – М.: Высшая школа, 1965. – 274 с.
21. ЗАО Обнинское научно-техническое предприятие «Технология» [Электронный ресурс]. – URL: www.technologiya.ru (дата обращения 10.04.2016).
22. **Sultanov, A.H.** Results of experimental research deformed transparent specimens / A.H. Sultanov, V.I. Kanakov, I.L. Vinogradova // Proceedings of SPIE. – 2004. – Vol. 5485. – P. 56-62. – DOI: 10.1117/12.564919.
23. Центры коллективного пользования. ЦКП при БашГУ [Электронный ресурс]. – URL: http://www.ckp-rf.ru/ckp/?arrFilter_ff%5BNAME%5D=&arrFilter_pf%5BFEDERAL%5D=&arrFilter_pf%5BSUPERCOMP%5D=&arrFilter_pf%5BSUPPORTED%5D=&arrFilter_pf%5BSUPPORTED20%5D=&arrFilter_pf%5BBASE_ORG_LINK%5

D=82949&arrFilter_pf%5BPARENT%5D=2919&arrFilter_pf%5BPN%5D=&arrFilter_pf%5BFO%5D=104&arrFilter_pf%5BREGION_LIST%5D=&set_filter=Y&set_filter=%D0%9F%D0%BE%D0%B8%D1%81%D0%BA (дата обращения 20.04.2016).

24. Хирт, Дж. Теория дислокаций / Дж. Хирт, И. Лоте. – М.: Атомиздат, 1972. – 600 с.
25. Кувыркин, Г.Н. Термомеханика деформируемого твердого тела при высокоинтенсивном нагружении / Г.Н. Кувыркин. – М.: МГТУ, 1993. – 142 с.

Сведения об авторах

Андреанова Анна Владимировна, 1990 года рождения, в 2012 году окончила Уфимский государственный авиационный технический университет по специальности «Многоканальные телекоммуникационные системы», работает заведующим лабораториями на кафедре телекоммуникационных систем. Область научных интересов: волоконная оптика, телекоммуникационные системы, сверхширокополосные системы передачи. E-mail: annette210590@gmail.com.

Виноградова Ирина Леонидовна, 1970 года рождения, доктор технических наук, доцент, в 1992 году окончила Уфимский авиационный институт (УАИ, ныне – Уфимский государственный авиационный технический университет – УГАТУ) по специальности «Информационно-измерительная техника», работает ведущим научным сотрудником на кафедре телекоммуникационных систем в УГАТУ. Область научных интересов: волоконная оптика, телекоммуникационные системы, математическая обработка сигналов, широкополосные системы передачи, антенная техника. E-mail: vil-4@mail.ru.

Султанов Альберт Ханович, 1950 года рождения, доктор технических наук, профессор, в 1973 году окончил Новосибирский электротехнический институт связи (НЭИС, ныне – Сибирский государственный университет телекоммуникаций и информатики – СибГУТИ) по специальности «Многоканальная электросвязь», работает заведующим кафедрой телекоммуникационных систем в Уфимском государственном авиационном техническом университете (УГАТУ). Область научных интересов: полупроводниковая и антенная техника, оптика, связь, обработка изображений. E-mail: tk@ugatu.ac.ru.

Мешков Иван Константинович, 1985 года рождения, кандидат технических наук, доцент, в 2007 году окончил Уфимский государственный авиационный технический университет по специальности «Радиосвязь, радиовещание и телевидение», работает старшим научным сотрудником на кафедре телекоммуникационных систем в УГАТУ. Область научных интересов: обработка сигналов, спутниковые данные, обработка цифровых сигналов. E-mail: mik.ivan@bk.ru.

Абдрахманова Гузель Идрисовна, 1988 года рождения, кандидат технических наук, в 2010 году окончила Уфимский государственный авиационный технический университет (УГАТУ) по специальности «Многоканальные телекоммуникационные системы», работает старшим научным сотрудником на кафедре Телекоммуникационных систем в УГАТУ. Область научных интересов: сверхширокополосные системы передачи, антенная техника, волоконная оптика, телекоммуникационные системы, математическая обработка сигналов. E-mail: guzel.idrisovna@gmail.com.

Грахова Елизавета Павловна, 1990 года рождения, в 2012 году окончила Уфимский государственный авиационный технический университет по специальности «Радиосвязь, радиовещание и телевидение», работает младшим научным сотрудником на кафедре телекоммуникационных систем. Область научных интересов: обработка сигналов, сверхширокополосные системы передачи, антенная техника. E-mail: eorlingsbest@mail.ru.

Ишмияров Арсен Арамаисович, 1991 года рождения, в 2013 году окончил Уфимский государственный авиационный технический университет по специальности «Радиосвязь, радиовещание и телевидение», работает младшим научным сотрудником на кафедре телекоммуникационных систем. Область научных интересов: обработка сигналов, формирующие фильтры, сверхширокополосные системы передачи. E-mail: air-wolf91@yandex.ru.

Янтилина Лилия Зуфаровна, 1991 года рождения, в 2013 году окончила Уфимский государственный авиационный технический университет по специальности «Многоканальные телекоммуникационные системы», работает инженером на кафедре телекоммуникационных систем. Область научных интересов: волоконная оптика, телекоммуникационные системы, сверхширокополосные системы передачи. E-mail: kleo-bai@mail.ru.

Поступила в редакцию 18 мая 2016 г. Окончательный вариант – 1 августа 2016 г.

AN APPROACH TO SYNTHESIZING A 3D NANOSTRUCTURED GLASS-CERAMIC MATERIAL BASED ON INTENSIVE HIGH-PRESSURE TORSION

A.V. Andrianova, I.L. Vinogradova, A.Kh. Sultanov, I.K. Meshkov,
G.I. Abdrakhmanova, E.P. Grakhova, A.A. Ishmiyarov, L.Z. Yantilina
Federal State Budget Educational Institution of Higher Professional Education
"Ufa State Aviation Technical University", Ufa, Russia

Abstract

The paper investigates the possibility of obtaining transparent bulk nanocrystalline pyroceram glass with a 3D-gradient of the refractive index for a mixer of an optical device to control the radiation pattern of an array antenna. The starting material was biphasic. Operating modes are described and photographs of the resulting samples are presented. An optimal method of treatment is identified, comprising the selected heating and cooling modes of samples. The analysis of the degree of deformation due to nanostructural processing of the samples is conducted. The resulting material will be used for the development of fiber-optic telecommunications systems.

Keywords: nanocrystalline material, pyroceram glass, refractive index, unique scientific installation, all-optical network.

Citation: Andrianova AV, Vinogradova IL, Sultanov AKh, Meshkov IK, Abdrakhmanova GI, Grakhova EP, Ishmiyarov AA, Yantilina LZ. An approach to synthesizing a 3D nanostructured glass-ceramic material based on intensive high-pressure torsion. *Computer Optics* 2016; 40(4): 489-500. DOI: 10.18287/2412-6179-2016-40-4-489-500.

Acknowledgements: This work was financially supported by the Ministry of Education and Science of Russian Federation, subsidy agreement No. 14.574.21.0058. The project unique identifier is RFMEFI57414X0058.

The authors wish to thank the staff of the Center for Collective Use at the Bashkir State University, Ufa, and the staff of the Institute of Problems of Superplasticity of Materials of the RAS, Ufa, serving a unique scientific installation IKVD, for the opportunity to conduct the research and consultations.

References

- [1] Mukherjee B. *Optical Communication Networks*. New York: Mc.Graw-Hill; 2005.
- [2] Burla M, Marpaung DAI, Zhuang L, Khan MR, Leinse A, Beeker W, Hoekman M, Heideman RG, Roeloffzen CGH. Multi-wavelength-Integrated Optical Beamformer Based on Wavelength Division Multiplexing for 2-D Phased Array Antennas. *Journal of lightwave technology* 2014; 32(20): 3509-3520. DOI: 10.1109/JLT.2014.2332426.
- [3] Vidal B, Mengual T, Marti J. Fast Optical Beamforming Architectures for Satellite-Based Applications. *Hindawi Publishing Corporation Advances in Optical Technologies* 2012; 2012: 385409. DOI:10.1155/2012/385409.
- [4] Zhuang L, Roeloffzen CGH, Meijerink A, Burla M, Marpaung DAI, Leinse A, Hoekman M, Heideman RG, van Zhuang W, Etten L. Novel Ring Resonator-Based Integrated Photonic Beamformer for Broadband Phased Array Receive Antennas – Part II: Experimental Prototype. *Journal of lightwave technology* 2010; 28(1): 19-31. DOI: 10.1109/JLT.2009.2032137.
- [5] Sultanov AKh, Vinogradova IL, Meshkov IK, Andrianova AV, Abdrakhmanova GI, Ishmiyarov AA, Yantilina LZ. A method for connecting antenna radiators to ROF systems using an optical device and calculating its parameters [In Russian]. *Computer Optics* 2015; 39(5): 728-737. DOI: 10.18287/0134-2452-2015-39-5-728-737.
- [6] Ams M, Marshall GD, Dekker P, Dubov M, Mezentsev VK, Bennion I, Withford MJ. Investigation of Ultrafast Laser-Photonic Material Interactions: Challenges for Directly Written Glass Photonics. *IEEE journal of selected topics in quantum electronics* 2008; 14(5): 1370-1381. DOI: 10.1109/JSTQE.2008.925809.
- [7] Mezentsev VK, Oaks MV, Okhrimchuk AG, Karakuzu H, Boscolo S, Melnikov LA, Mazhirina Y, Lichkova NV, Zagorodnev VN. The use of femtosecond record for photonics mid-IR [In Russian] *Proceedings of the 6th Russian workshop on fiber lasers* 2014; 1: 111-112.
- [8] Components fiber optics based on photonic crystal structures. Source: http://laser-portal.ru/content_550.
- [9] Zamarréño CR, Matias IR, Arregui FJ. Nanofabrication techniques applied to the development of novel optical fiber sensors based on nanostructured coatings. *IEEE Sens J* 2012; 12(8): 2699-2710. DOI: 10.1109/JSEN.2012.2199750.
- [10] Valiev RZ, Aleksandrov IV. Nanostructure materials received by intensive plastic deformation [In Russian]. Moscow: "Logos" Publisher; 2000.
- [11] Unique Science Equipment. Source: <https://http://www.ckp-rf.ru/usu/327604/>.
- [12] Sultanov AKh, Vinogradova IL, Salikhov AI. Electromagnetic wave propagation in transparent medium exposed to deformation changes [In Russian]. *Herald of USATU* 2006; 1: 170-175.
- [13] Sultanov AKh., Vinogradova IL, Salikhov AI. Nonlinear refractive mode research for nanostructure pyroceramics [In Russian]. *Nonlinear world* 2009; 5: 360-369.
- [14] Zefirov NS, Kuklov NN, eds. *Chemistry encyclopedia in 5 volumes: Polimer – Tripsin* [In Russian]. Moscow: Soviet Encyclopedia; 1995.
- [15] Sultanov AKh, Vinogradova IL. Optical signals switch design approach controlled by light emission [In Russian]. *Computer Optics* 2005; 26: 56-64.
- [16] Sultanov AKh, Vinogradova IL, Salikhov AI. Nonlinear fiber optic switch [In Russian]. *Herald of USATU* 2008; 1: 205-217.
- [17] Straumal BB. Phase crossing at the boundary of grain [In Russian]. Moscow: "Nauka" Publisher; 2003.
- [18] Valiev RZ, ed. Ultrafine grained materials produced by severe plastic deformation. *Annales de Chimie. Spécial issue: Science des Matériaux* 1996; 21: 369-554.

- [19] Alexandrov IV, Zhang K, Kilmametov AR, Lu K, Valiev RZ. The X-ray characterization of the ultrafine-grained Cu processed by different methods of severe plastic deformation. Mater Sci Eng A 1997, 234-236: 331-334. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00135-4.
- [20] Epifanov GI. Solid body physics [In Russian]. Moscow: "Vysshaya Shkola" Publisher; 1965.
- [21] CJSC Obninsk science technical company "Technology". Source: <https://www.technologiya.ru>.
- [22] Sultanov AH, Kanakov VI, Vinogradova IL. Results of experimental research deformed transparent specimens. Proc SPIE 2004; 5485: 56-62. DOI: 10.1117/12.564919.
- [23] The site for collective use centers – CCU at BSU Source: http://www.ckp-rf.ru/ckp/?arrFilter_ff%5BNAME%5D=&arrFilter_pf%5BFEDERAL%5D=&arrFilter_pf%5BSUPERCOMP%5D=&arrFilter_pf%5BSUPPORTED%5D=&arrFilter_pf%5BSUPPORTED20%5D=&arrFilter_pf%5BBASE_ORG_LINK%5D=82949&arrFilter_pf%5BPA-RENT%5D=2919&arrFilter_pf%5BPN%5D=&arrFilter_pf%5BFO%5D=104&arrFilter_pf%5BREGION_LIST%5D=&set_filter=Y&set_filter=%D0%9F%D0%BE%D0%B8%D1%81%D0%BA.
- [24] Hirth JP, Lothe J. Theory of Dislocations. NY: McGraw-Hill Book Company, Inc.; 1968.
- [25] Kuvyrkin GN. Thermomechanics of deformed solid body with high intensity pressure [In Russian]. Moscow: "MSTU" Publisher; 1993.

Authors' information

Anna Vladimirovna Andrianova (b. 1990) received Eng. Deg. in 2012 in Multichannel Telecommunication Systems from Ufa State Aviation Technical University. Currently she is the head of laboratories of Telecommunication Systems department in USATU. Her research interests include fiber optics, telecommunication systems, ultra wideband systems. E-mail: annette210590@gmail.com.

Irina Leonidovna Vinogradova (b. 1970), Doctor of Technical Science, Assistant Professor, graduated from Ufa Aviation Institute in 1992 (presently – Ufa State Aviation Technical University), majoring in Information and Measuring Equipment. She works as the lead researcher at the Telecommunication Systems department in USATU. Her research interests are currently focused on fiber optics, telecommunications systems, mathematical signal processing, broadband transmission systems, antenna technology. E-mail: vil-4@mail.ru.

Albert Khanovich Sultanov (b. 1950), Doctor of Technical Science, Professor, graduated from Novosibirsk Electrotechnical Institute of Telecommunications in 1973 (presently – Siberia State University of Telecommunications and Informatics), majoring in Multichannel Electrocommunication. Currently he is the Head of Telecommunication Systems department in Ufa State Aviation Technical University (USATU). Research interests include semiconductor and antenna techniques, optics, communication and image processing. E-mail: tk@ugatu.ac.ru.

Ivan Konstantinovich Meshkov (b. 1985), Candidate of Technical Science, Assistant Professor, received Eng. Deg. in 2007 in Radiocommunication, Radiobroadcasting and Television from Ufa State Aviation Technical University. He works as the senior researcher at the Telecommunication Systems department in USATU. His research interests include signal processing, satellite data processing, digital signal processing. E-mail: mik.ivan@bk.ru.

Guzel Idrisovna Abdrakhmanova (b. 1988), Candidate of Technical Science, received her Eng. Deg. in Multichannel Telecommunication Systems in 2010 from Ufa State Aviation Technical University. She works as the senior researcher at the Telecommunication Systems department in USATU. Her research interests include ultra wideband transmission systems, antennas, fiber optics, telecommunication systems, mathematical signal processing. E-mail: guzel.idrisovna@gmail.com.

Elizaveta Pavlovna Grakhova (b. 1990), received Eng. Deg. in 2012 in Radiocommunication, Radiobroadcasting and Television from Ufa State Aviation Technical University. Currently she works as junior researcher at Telecommunication Systems department in USATU. Her research interests include signal processing, ultra wideband transmission systems, antenna technology. E-mail: eorlingsbest@mail.ru.

Arsen Aramaisovich Ishmiyarov (b. 1991) received Eng. Deg. in 2013 in Radiocommunication, Radiobroadcasting and Television from Ufa State Aviation Technical University. Currently he works as junior researcher at Telecommunication Systems department in USATU. His research interests include signal processing, pulse shaping filtering, ultra wideband transmission systems. E-mail: airwolf91@yandex.ru.

Liliya Zufarovna Yantilina (b. 1991) received Eng. Deg. in 2013 in Multichannel Telecommunication Systems from Ufa State Aviation Technical University. Currently she works as the engineer at Telecommunication Systems department in USATU. Her research interests include fiber optics, telecommunication systems, ultra wideband transmission systems. E-mail: kleo-bai@mail.ru.

Received May 18, 2016. The final version – August 1, 2016.
