

В процессе эксперимента величины n и k имели положительные значения, однако при оценке погрешностей измерений диэлектрических параметров в интервале возможных значений k в ряде случаев попадали отрицательные значения, не имеющие физического смысла и связанные со статистической обработкой измеренных данных.

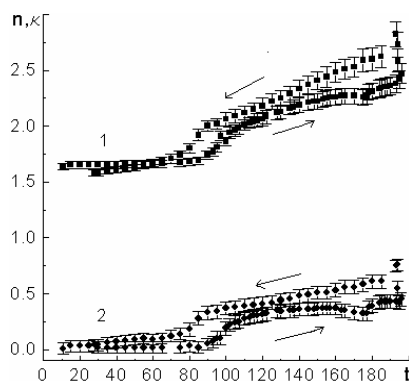


Рисунок 1 – Зависимости показателей преломления (1) и поглощения (2) кристаллогидратов карбоната натрия от температуры в цикле "нагревание – остывание"

Экспериментально было установлено, что в интервале 15...196°C диэлектрические характеристики безводного карбоната натрия от t не зависят, а для $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ наблюдается нелинейная зависимость n и k от t . При этом зависимости $n(t)$ и $k(t)$, полученные при нагревании и охлаждении образца, не воспроизводятся – наблюдается гистерезис.

Как видно из рис. 1 n и k в диапазоне $t = 15...90^\circ\text{C}$ с изменением t остаются постоянными, а в интервалах 100...110 и 180...190 °C наблюдается их резкое возрастание. Первый

участок резкого возрастания n и k в интервале 100...110°C можно связать с высвобождением кристаллизационной воды в результате фазового перехода, что хорошо коррелирует с изломом на кривой растворимости [3]. Второй участок при 180...190°C, видимо, обусловлен отклонением реальной системы от состояния равновесия. Водно-солевой раствор, находящийся в замкнутом контейнере, в данном температурном интервале не насыщен по карбонату натрия. Водяной пар начинает растворять соль, что в свою очередь приводит к образованию свободных молекул воды в жидкой фазе.

Процессы, протекающие при нагревании образцов карбоната натрия в замкнутом контейнере, относятся к фазовым переходам I рода, для которых характерны гистерезисные явления, имеющие кинетическую природу. Это является причиной возникновения гистерезиса n и k кристаллогидратов карбоната натрия в циклах нагревание – охлаждение.

ЛИТЕРАТУРА

1. Романов А.Н. Влияние термодинамической температуры на диэлектрические характеристики минералов и связанной воды в микроволновом диапазоне // Радиотехника и электроника. – 2004. – Т.49. – №1. – С. 91-95.
2. Комаров С.А., Миронов В.Л., Романов А.Н. Аэрокосмическое зондирование гидрологического состояния почв радиофизическими методами. – Барнаул: Изд-во АГУ, 1997. – 104 с.
3. Киргинцев А.Н., Трушников Л.И., Лаврентьев В.Н. Растворимость неорганических соединений в воде. – Л.: Химия. Ленингр. отд. – 1972. – 243 с.

ОПТИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ СВЕТОВОДОВ

Ю.А. Фадеев, Н.И. Крумликова

Приведен способ исследования и оценки однородности длинных монокристаллических волокон галогенидов тяжелых металлов (CsI, TlBr, TlCl) и двухслойных волокон, основанный на высокой структурной чувствительности механических свойств кристаллических тел.

Большой практический интерес к волоконно-оптической технологии и системам связи обусловлен тем, что решение задач в этой области непосредственно влияет на технологический уровень развития страны. Прогресс,

достигнутый в настоящее время в производстве оптических волокон, позволяет передавать информацию со скоростями в сотни Гбит/с на большие расстояния без регенерации сигнала.

Однако потребности в увеличении скорости передачи информации ставят задачи о практической реализации и использовании терабитных каналов связи. Единственной передающей средой, способной надежно обеспечить такие информационные потоки является оптическое волокно. Прогресс в развитии волоконной оптики и световой связи невозможен без разработки технологии получения высококачественных световодов с однородными по своей длине свойствами.

Существуют различные методы контроля и изучения однородности световодов.

В настоящей работе описан способ исследования и оценки однородности длинных монокристаллических волокон галогенидов тяжелых металлов CsI , TlBr , TlCl и двухслойных волокон, основанный на высокой структурной чувствительности механических свойств кристаллических тел. А также проведено сопоставление механических свойств монокристаллических волокон TlBr и двухслойных кристаллических волокон, сердцевина которых состоит из TlBr , а светоотражающая оболочка представляет собой твердый раствор $\text{TlBr}_{0.5}\text{Cl}_{0.5}$.

Волокна выращены из особо чистого сырья методом капиллярного формообразования [1]. При выращивании двухслойных волокон в центр платинового формообразователя и на периферию подавались расплавы TlBr и $\text{TlBr}_{0.5}\text{Cl}_{0.5}$ соответственно. Кристаллографическая ориентация оси роста [11].

Сущность способа состоит в том, что испытаниям на растяжение подвергались последовательно отдельные отрезки длинного волокна (или световода). Затем строились зависимости, полученные из диаграмм растяжения макроскопических характеристик – предела текучести σ_T , предела прочности

σ_p и предельной пластической деформации

перед разрушением ε_p – от номера отрезка,

отражающие вариацию механических свойств по длине волокна. Полученные значения подвергались статистической обработке, определялся вид функции распределения и оценивался коэффициент вариации.

Приведем выполненные исследования однородности монокристаллических волокон на примере CsI . Волокна длиной более 1 метра разрезались на участки длиной 20 мм, которые испытывались на растяжение на

специально сконструированной микродеформационной машине, аналогичной описанной [2]. Силоизмерительным элементом машины служил механотрон типа 6 МХ 1С, имеющий линейную характеристику в диапазоне нагрузок 0...300 мН и отличающейся высокой стабильностью при длительной эксплуатации [3]. Для расширения предела измерений до нескольких десятков ньютонов использовался промежуточный упругий элемент в виде плоской пружины из стали марки 65Г. Механотрон был включен в мостовую схему, в диагонали которой имелся набор резисторов – делитель напряжения, позволяющий подавать на вход электронного самопишущего потенциометра КСП – 4 часть электрического сигнала с механотрона. Силоизмерительный элемент тщательно калибровался с помощью гирь, одновременно проверялась линейность его характеристики в каждом диапазоне делителя напряжения. Точность измерения деформирующих усилий составляла 1...3%. Жесткость системы образец – машина 6,5 кН/м. Подвижный захват машины с помощью электродвигателя ДСД-2 через редуктор приводился в поступательное движение с постоянной скоростью 7 мкм/с.

Центрирование захватов осуществлялось с помощью системы микровинтов под горизонтально расположенным стереоскопическим микроскопом МБС-9 при увеличении 8...100 $\times$, с помощью которого велось также наблюдение за процессом крепления образца в захватах, измерение его рабочей длины и наблюдение за зарождением, развитием и распространением полос скольжения в ходе пластического течения образца.

Для уменьшения вероятности повреждения образцов в захватах испытательной машины использовался способ крепления, описанный в [4] для нитевидных кристаллов.

Как известно, механические свойства твердых тел наиболее полно описываются диаграммами деформации, которые представляют собой зависимости между механическими напряжениями σ , возникающими в твердом теле при приложении к нему внешней силы, и деформациями ε . Из диаграмм деформации получают систему различных характеристик прочности таких как, например, пределы прочности, текучести, упругости и др. Диаграммы деформаций не зависят от геометрических размеров образца, т.к. σ и ε являются удельными величинами.

На рис.1. представлена типичная диаграмма растяжения отрезков монокристалли-

ческого волокна Csl. О характере распределения механических характеристик можно судить по гистограммам, приведенным на рис. 2. Видно, что распределения близки к нормальным. Обсчет результатов позволил подтвердить это предположение.

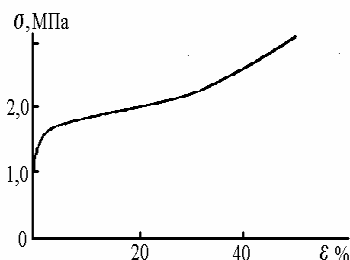


Рисунок 1 – Диаграмма растяжения отрезка волокна Csl

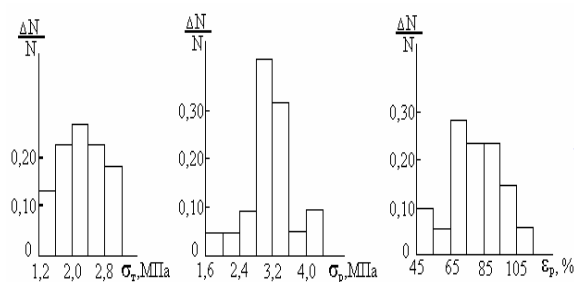


Рисунок 2 – Гистограммы механических характеристик отрезков волокна Csl

Таблица 1
Коэффициенты корреляции механических характеристик отрезков волокон Csl

r	Волокно № 1	Волокно № 2
$r_{\sigma_T \epsilon_P}$	- 0,58	-0,38
$r_{\sigma_T \sigma_P}$	0,68	0,68
$r_{\sigma_P \epsilon_P}$	- 0,04	0,07

Сопоставление значений предела текучести и предельной пластической деформации перед разрушением разных отрезков одного волокна позволяет выявить следующую закономерность: большему значению предела текучести соответствует меньшее значение предельной пластической деформации и наоборот.

Об этом же свидетельствуют и данные таблица 1, в которой приведены полученные значения коэффициентов корреляции r между разными парами механических характеристик для двух волокон Csl.

Из таблицы 1 видно, что коэффициент корреляции $r_{\delta_T \epsilon_P}$ отрицателен, что соот-

ветствует отмеченному выше характеру зависимости между этими величинами.

Для пределов текучести и прочности коэффициент корреляции положительный и достаточно большой. Это свидетельствует о том, что отрезок волокна, обнаруживший более высокую прочность по отношению к началу пластического течения, разрушается также при более высоких значениях деформирующего напряжения. Что касается характера и степени взаимосвязи предела прочности и предельной пластической деформации, то коэффициент корреляции между этими величинами очень мал. Это связано с тем, что величина деформации, которую образец выдерживает до разрушения, определяется скоростью накопления различных деформационных дефектов, особенно микротрещин; скорость накопления этих дефектов зависит не только от величины приложенных напряжений, но и от числа действующих систем скольжения, концентрации и мощности барьеров для движущихся дислокаций и других факторов.

За меру степени однородности волокон принят коэффициент вариации " K ", равный отношению среднего квадратичного отклонения к среднему значению механической характеристики волокна. Для волокна Csl коэффициенты вариации K_{σ_T} , K_{σ_P} , K_{ϵ_P} были соответственно равны 23%, 16%, 21%.

На рис.3 представлены типичные диаграммы растяжения отрезков однослойных (кривая 1) и двухслойных (кривая 2) волокон. Кривая деформации однослойного волокна TlBг характерна для монокристаллов. Визуальное наблюдение за отрезками этого волокна в процессе деформации позволило установить, что пластическое течение происходит путем трансляционного скольжения, причем в ходе деформации наблюдается последовательное и равномерное сужение поверх-

ности образца, содержащей направление скольжения.

Отметим, что диаграмма растяжения двухслойного волокна (рис. 3, кривая 2) имеет ступенчатый вид. Другой характерной ее особенностью является скачкообразное изменение деформирующего напряжения, которое особенно отчетливо наблюдается на участке диаграммы вскоре после предела текучести и до первого резкого спада нагрузки. Для выяснения процессов, ответственных за эти особенности диаграммы, наряду с визуальным наблюдением за образцом в процессе деформирования осуществлялись металлографические исследования на микроскопе МИМ-7 образцов, деформация которых прекращалась после достижения определенной степени пластической деформации (вскоре после начала прерывистого изменения нагрузки, сразу после первого резкого спада нагрузки и т.п.).

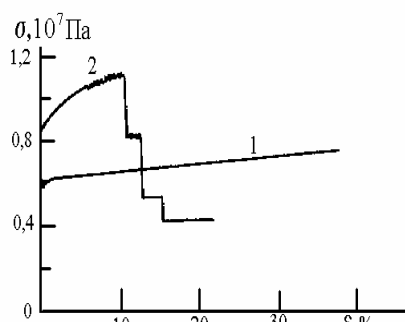


Рисунок 3 – Типичные диаграммы растяжения отрезков волокон TlBr (1) и TlBr – TlBr_{0,5}Cl_{0,5} (2)

После каждого металлографического исследования деформирование образцов продолжалось. Установлено, что скачкообразное изменение деформирующего напряжения связано с зарождением в образце на границе сердцевина – оболочка продольной трещины (рис.4) и ее неравномерным продвижением по образцу, сопровождающемся постепенным раскрытием трещины. Резкий спад нагрузки происходит в результате образования в оболочке ответвляющейся от продольной поперечной трещины, вследствие чего часть поперечного сечения оболочки оказывается ненагруженной. В ходе последующего деформирования происходит дальнейшее распространение продольной трещины или ее зарождение и распространение в другом месте волокна. Образование новой поперечной трещины в оболочке приводит к новому спаду нагрузки. Разрушение сердцевины двухслой-

ного волокна происходит на заключительном этапе деформации. Торцевая поверхность места разрушения имеет вид, представленный на рис. 5.

Полосы скольжения в двухслойном волокне выражены очень слабо (рис.4), так как оболочка мало пластична. Отчетливо полосы скольжения, принадлежащие одной системе скольжения, наблюдаются в волокне TlBr (рис.6). Характер следов скольжения позволяет утверждать, что основным механизмом, обеспечивающим пластическое течение волокон, является трансляционный сдвиг по одной из систем скольжения $\{110\} \langle 100 \rangle$. Именно поэтому сечение волокна после деформации становится эллипсоидальным, как это видно на рис.5. Фактор Шмидта для действующей системы скольжения равен 0,35.

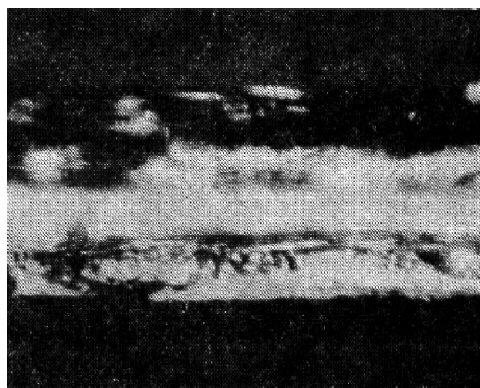


Рисунок 4 – Продольная трещина в двухслойном волокне; увеличение 40^x

В таблице 2 приведены средние значения предела текучести σ_T , условные значения предела прочности σ_R и предельной пластической деформации ϵ_R однослойных и двухслойных волокон и их средние квадратичные отклонения. Для сравнения приведены также полученные нами данные для монокристаллического волокна TlCl той же кристаллографической ориентации. Значения σ_T и ϵ_R для двухслойного волокна соответствуют появлению первой продольной трещины в образце, т.е. началу скачкообразного изменения деформирующего напряжения. Видно, что двухслойное волокно более прочное, чем чистые волокна TlBr и TlCl, но менее пластичное. Уже после деформации 6...7% на границе сердцевина – оболочка зарождается продольная трещина, первые

поперечные трещины в оболочке образуются обычно после относительного удлинения 10...12%, сердцевина из TiBr разрушается после деформации 18...20%.

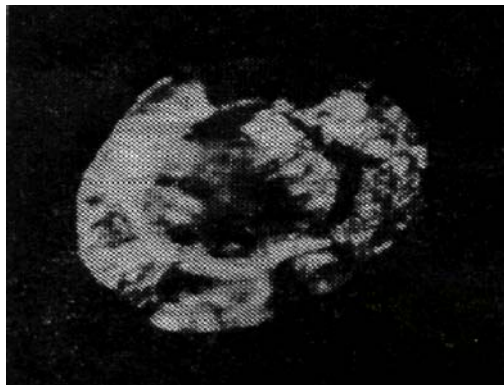


Рисунок 5 – Торцевая поверхность места разрушения двухслойного волокна; увеличение 50^x

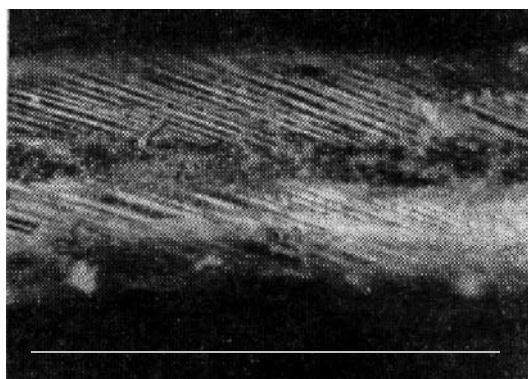


Рисунок 6 – Полосы скольжения в монокристаллическом волокне TiBr; увеличение 50^x

Более высокие прочностные свойства двухслойных волокон, по-видимому, обусловлены упрочняющим действием примеси хлора, содержание которого в оболочке очень велико ($\approx 50\%$) и который ввиду высокой температуры выращивания волокон, несомненно, диффундирует в сердцевину. Именно этим можно объяснить меньшую пластичность сердцевины двухслойного волокна по сравнению с чистым волокном TiBr.

Однослойные монокристаллические волокна TiBr выдерживают без разрушения деформацию 50%. Средние значения критических сдвиговых напряжений были равны 1,9 и 3,8 МПа для однослойного и двухслойного волокна TiBr соответственно, для TiCl составляли 2,3 МПа.

Таблица 2
Механические характеристики однослойных волокон TiBr и TiCl и двухслойного волокна TiBr – TiBr_{0,5}Cl_{0,5}

Механические характеристики	Волокно TiBr	Двухслойное волокно TiBr – TiBr _{0,5} Cl _{0,5}	Волокно TiBr
σ_T , МПа	$5,4 \pm 1,2$	$10,8 \pm 3,3$	$6,5 \pm 2,4$
σ_P , МПа	$7,3 \pm 2,5$	$13,6 \pm 4,3$	$8,8 \pm 2,5$
ε_P , %	52 ± 18	$6,8 \pm 2,6$	72 ± 25

Обнаруженные в работе особенности разрушения двухслойных волокон связаны с различием параметров элементарной ячейки внутреннего и наружного слоев волокна, а следовательно, и с различием модулей упругости. Известно [8], что упругие модули бромидов щелочных металлов меньше, чем хлоридов, а для твердых растворов имеет место лишь небольшое отклонение от аддитивности. Можно полагать, что для галогенидов таллия характерны аналогичные закономерности. Поэтому при достижении определенной степени удлинения двухслойного волокна внутреннее напряжение в оболочке оказывается выше, чем в сердцевине. Особенно сложное напряженное состояние возникает на границе слоев.

Неудивительно, что именно в этой области двойного волокна зарождается продольная трещина, а поперечное разрушение захватывает сначала оболочку и лишь затем сердцевину.

Таким образом, механические свойства двухслойных волокон в значительной степени определяются различием упругих модулей слоев волокна. Это необходимо учитывать при подборе состава сердцевины и светоотражающей оболочки двухслойных волокон для обеспечения не только требований, связанных с прохождением светового потока, но и высоких эксплуатационных механических свойств этих волокон.

ЛИТЕРАТУРА

1. Дмитрук Л.Н., Шелюбский В.И. Многокапиллярное выращивание волокон лейкоаппифра. – Кристаллография, 1979. – Т. 24, в.4. – С.876-878.
2. Гольденберг С.У., Аверичев Ю.Д. Уставка для автоматической записи диаграмм растяжения образцов нитевидной формы на основе механотрона. – Деп. ВИНТИ № 164-81 от 13 января 1981 г.

3. Берлин Г.С., Розентул С.А. Механотронные преобразователи и их применение. – М.: Энергия, 1974.

4. Келси Р. Механические испытания монокристаллических волокон. В кн.: Монокристаллы, волокна и армированные ими материалы. – М.: Мир, 1973. – С. 129-147.

5. Берлин Г.С. Механотроны. М.: Радио и связь, 1984. – 248 с.

6. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. – М.: Мир, 1972. – 408 с.

7. Бернер Р., Кронмюллер Г. Пластическая деформация монокристаллов. – М.: Мир, 1969. – 272 с.

8. Воробьев А.А. Механические и тепловые свойства щелочно-галогенидных кристаллов. – М.: Высшая школа, 1968. – 270 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА УДАЛЕНИЯ ПРОДУКТОВ ФОТОТРАВЛЕНИЯ С ПОВЕРХНОСТИ МЕДИ

Е.Е. Сироткина, А.И. Хлебников, Н.Г. Домина, С.А.Зуйкова

Определен состав продуктов твердофазного фототравления меди композициями на основе поливинилхлорида. Разработаны составы для удаления продуктов фототравления, не изменяющие оптических характеристик поверхности.

Фазовый рельеф образуется на поверхности меди при взаимодействии ее с продуктами фотолиза полимерной фотоактивной маски под действием ультрафиолетового излучения в диапазоне лампы ДРШ-500 при экспонировании контактным способом через фотосаблон. Для исследования глубины фазового рельефа и качества нанесенного рисунка, в первую очередь, необходимо удалить продукты реакции, причем снижение оптических качеств поверхности при этом недопустимо. Проявление фазового рельефа, т.е. удаление продуктов фотохимической реакции, осуществлялось по разработанной нами методике растворением их в различных смесях органических и неорганических растворителей [1, 2].

Можно предположить, что при взаимодействии продуктов фотодеструкции полимерной пленки с поверхностью меди образуются малорастворимые галогениды меди (I) и, при их окислении, галогениды меди (II). Наименьшей растворимостью обладают галогениды меди (I): растворимость $\text{CuCl} = 0,0062 \text{ г/100 г H}_2\text{O}$, $\text{CuBr} = 0,00105 \text{ г/100 г H}_2\text{O}$, в то время как галогениды меди (II) хорошо растворяются в воде и водно-спиртовых растворах: растворимость $\text{CuCl}_2 = 77,4 \text{ г/100 г H}_2\text{O}$, $\text{CuBr}_2 = 107,5 \text{ г/100 г H}_2\text{O}$ при 25°C [3].

Исследования растворимости в водно-спиртовых растворах продуктов фототравления меди показали, что растворения последних практически не происходит, следовательно, галогениды меди (II) либо отсутствуют, либо их очень мало по отношению к галогенидам меди (I). С целью выбора составов для растворения продуктов фототравления была исследована растворимость CuCl (навеска во всех случаях составляла 0,005 моль) в водно-спиртовых растворах соединений, обычно используемых в аналитической химии для комплексонометрического и фотометрического определения меди (таблица 1).

Из приведенных в таблице данных следует, что CuCl растворяется полностью в водном спирте в присутствии комплексообразователя 2,2'-дипиридила, а также частично в водно-спиртовом растворе тиосульфата натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) и ЭДТА. Другие реагенты оказались неэффективными.

Поскольку CuCl в водно-спиртовых составах не растворяется, кроме того, оптическая поверхность меди в водных растворах подвергается коррозии, была исследована растворимость CuCl в предварительно очищенных органических растворителях и их смесях (таблица 2).