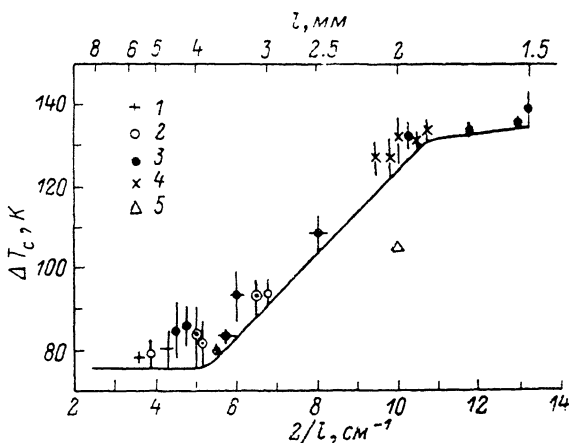


## ТЕРМОСТОЙКОСТЬ ОПТИЧЕСКИХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ ФТОРИДА МАГНИЯ В УСЛОВИЯХ ЖЕСТКОГО ОХЛАЖДЕНИЯ

И. Д. Зверев, Ю. Б. Малко, Ю. Ф. Помазунов

Термостойкость является важной, но недостаточно изученной характеристикой поликристаллических оптических материалов. Об оптических поликристаллах фторида магния опубликованы только две работы. Согласно [1], круглая пластинка размером  $20 \times 2$  мм выдерживает без разрушения термоудар от температуры 398 до 293 К при охлаждении в воде. В работе [2] сообщалось об усредненном времени, в течение которого сохраняет целостность квадратная пластина размером  $40 \times 40 \times 4$  мм, нагреваемая сфокусированным солнечным светом ( $30 \text{ Вт/см}^2$ ). Настоящая работа имела целью получение информации для оценки коэффициента теплоотдачи оптических поликристаллов фторида магния при охлаждении в воде.

Образцы поликристаллов из порошков, соответствующих техническим условиям ТУ 6-09-689-76 или ТУ 6-09-4920-80, изготовлены методами горячего прессования на воздухе с последующей механической обработкой. Использованы также заготовки керамики



Зависимость нижнего предела критического перепада температур от удвоенной обратной толщины образцов.

1 — мениски  $\varnothing 60\text{--}65$  мм; 2 — пластины  $30 \times 30$  мм; 3, 4 — диски  $\varnothing 20\text{--}30$  и  $14$  мм соответственно; 5 — данные [1].

КО-1 и КО-12 из порошков по ТУ 6-09-4920-80. Плоские поверхности круглых пластин полировались до шероховатости  $R_a \approx 0.08$  мкм, а цилиндрические поверхности обрабатывались на круглошлифовальном станке алмазным кругом АСМ 100/80  $M=1\text{--}100$  %. Кромки шлифовались путем снятия фаски алмазным кругом. Квадратные поверхности пластин размером  $30 \times 30 \times (3\text{--}5)$  мм полировались до шероховатости  $R_a \approx 0.1$  мкм, а боковые шлифовались алмазным инструментом. Кромки притуплялись так же, как у круглых пластин.

Испытывались образцы с размерами  $14 \times (1.5\text{--}2)$ ,  $20 \times (1.5\text{--}2)$ ,  $25 \times (3.5\text{--}4)$ ,  $30 \times (2\text{--}4)$ ,  $30 \times 30 \times (3\text{--}5)$  мм и мениски диаметром  $60\text{--}65$  мм со стрелкой прогиба  $19\text{--}21$  мм.

Образцы нагревались на подвесе из кремнеземной нити в вертикальной печи до заданной температуры, выдерживались 30 мин, затем сбрасывались в находящийся под печью сосуд с водой объемом  $5000 \text{ см}^3$ , глубиной слоя  $30$  см и температурой  $(293 \pm 3)$  К. После выдержки в воде в течение 30 мин образец извлекался из воды и высушивался, после чего производилось оптическое детектирование трещин. Если трещины не обнаруживались, то этот же образец вновь помещался в печь, нагревался до более высокой температуры, чем предыдущая, и подвергался еще одному термоудару, и т. д. Таким путем были найдены ориентировочные значения нижних пределов термостойкости для образцов каждого размера. На следующем этапе исследований эти значения термостойкости были использованы как отправные. Чтобы уменьшить влияние случайных факторов, испытывали по несколько образцов каждого размера. Всего на втором этапе экспериментов испытано 250 образцов.

Следуя методике [3], представляем экспериментальные результаты в виде зависимости критического перепада температур  $\Delta T_c$  от параметра  $2/l$ , где  $l$  — толщина образца (см. рисунок).

Видно, что в интервале толщин от  $\sim 1.9$  до 4 мм величина  $\Delta T_c$  прямо пропорциональна  $2/l$ . Для  $l > 4$  мм нижний предел термостойкости практически постоянен. Для  $l \geq 1.9$  мм зависимость на рисунке близка по характеру к полученной авторами [3] для боросиликатного стекла, стеклокерамики и керамики из нитрида кремния. Различия состоят в том, что для поликристаллов фторида магния значения критического перепада температур и наклона линейного участка зависимости  $\Delta T_c = f(2/l)$  намного меньше ( $\sim 11$  против  $\sim 75$  К·см у керамики нитрида кремния). Отсюда следует, что для образцов толщиной от  $\sim 1.9$  до 4 мм в нашем случае можно провести анализ, базирующийся на результатах расчетов [3]. Согласно [3], наклон  $m$  прямолинейного участка зависимости  $\Delta T_c = f(2/l)$  дается выражением

$$m = B\sigma_f(1-\nu)/E\alpha \cdot \frac{h}{k},$$

где  $B = \text{const}$  (для пластин  $B = 3.25$ ),  $E$  — модуль Юнга,  $\alpha$  — коэффициент теплового расширения,  $\sigma_f(1-\nu)$  — нижний предел разрушающего термонапряжения,  $h$  — коэффициент теплоотдачи,  $k$  — коэффициент теплопроводности.

Значения  $k$  для поликристаллов фторида магния и нитрида кремния равны соответственно  $\sim 0.15$  [4] и  $0.18$  Вт/см·К [3], т. е. отличаются всего в 1.2 раза. Поэтому меньший наклон прямолинейного участка зависимости  $\Delta T_c = f(2/l)$  для поликристаллов фторида магния можно объяснять или большим значением коэффициента теплоотдачи  $h$ , или (и) увеличением  $h$  при повышении температуры [3]. Последнее маловероятно из-за малых значений  $\Delta T_c$ . Допущение примерного постоянства  $h$  в наших экспериментах позволяет оценить нижний предел коэффициента теплоотдачи поликристаллов фторида магния  $h_{\text{MgF}_2} > h_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 4$  Вт/см<sup>2</sup>·К. Имея в виду значения  $\alpha_{\text{MgF}_2} = 10.7 \cdot 10^{-6}$  К<sup>-1</sup>,  $E_{\text{MgF}_2} = 13.9 \cdot 10^9$  Н/мм<sup>2</sup> [5, 6], получаем, что  $27 < h/k < 38$  см<sup>-1</sup>;  $\beta = (2Vh)/kS \geq 2.4$  (модуль Био,  $V$  — объем образца,  $S$  — площадь поверхности);  $4 < h_{\text{MgF}_2} < 5.6$  Вт/см<sup>2</sup>·К. Отсюда нижний предел разрушающего термонапряжения  $\sigma_f(1-\nu) \geq 130$  Н/мм<sup>2</sup>.

Переход к  $\Delta T_c$ , не зависящему от толщины образцов, происходит для  $\text{MgF}_2$  при  $l \geq 4$  мм (см. рисунок). Это значение является промежуточным между верхними «критическими» толщинами образцов стеклокерамики  $\text{SiK}$  ( $\sim 3$  мм) и нитрида кремния ( $\sim 5$  мм) [3], т. е. имеется качественное согласие с неравенством коэффициентов теплопроводности указанных материалов:  $k_{\text{MgF}_2} \leq 0.15$ ,  $k_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 0.18$ ,  $k_{\text{SiK}} = 0.03$  Вт/см·К.

В отличие от высокотермостойких конструкционных материалов на основе окислов и нитрида кремния [3] оптические поликристаллы фторида магния имеют нижнюю «критическую» толщину  $\sim 1.9$  мм. В области  $l > 1.9$  мм наклон зависимости  $\Delta T_c = f(2/l)$  примерно в 7 раз меньше, чем в области  $1.9 \leq l \leq 4$  мм. Учитывая вышеизложенное, следует полагать, что наблюдаемый эффект во фториде магния связан с дополнительными динамическими нагрузками на образец за счет пузырьков пара во вскипающем слое воды, контактирующем с поверхностью образца. Это подтверждается тем, что при повышении температуры охлаждающей воды  $\Delta T_c$  уменьшается.

Более высокую термостойкость исследованных образцов по сравнению с данными [1] (см. рисунок) можно объяснить тем, что средние размеры зерен наших поликристаллов в 1.5—6 раз меньше (в зависимости от исходного сырья и режимов прессования), чем у американских аналогов [7, 8].

Авторы благодарны М. Ф. Волоचेку за предоставленные заготовки образцов поликристаллов марок КО-1 и КО-12, а также С. И. Шешинной и В. В. Антоновой за помощь в изготовлении образцов.

### Список литературы

- [1] Kodak IRTRAN infrared optical materials. Rochester (USA): Eastman Kodak Co., 1974. 51 p.
- [2] Захаров П. А., Пушкинкова В. К., Пучкина Л. М., Рейтеров В. М. // Опт.-мех. пром-сть. 1982. № 10. С. 31—33.
- [3] Becher P., David Lewis III, Carman K., Gonzalez A. // Amer. Ceram. Soc. Bull. 1980. Vol. 59. N 5. P. 542—545, 548.
- [4] Мень А. А., Чечельницкий А. З., Волюнец Ф. К., Смирная Е. П. // Опт.-мех. пром-сть. 1974. № 1. С. 41—43.
- [5] Артюх Е. П., Волюнец Ф. К. // Опт.-мех. пром-сть. 1974. № 8. С. 77—78.

- [6] Гилев И. С., Кашкай А. Д. // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1980. Т. 16. № 11. С. 2077—2079.
- [7] Wu C., Freiman S., Rice R., Mecholsky J. // J. Mater. Sci. 1978. Vol. 13. N 12. P. 2659—2670.
- [8] Rice R., Mecholsky J., Becher P. // J. Mater. Sci. 1981. Vol. 16. N 4. P. 853—862.

Научно-производственное  
объединение «Монокристаллреактив»  
Харьков

Поступило в Редакцию  
11 января 1989 г.

04

Журнал технической физики, т. 59, в. 11, 1989

## ПРИЛИПАНИЕ ЭЛЕКТРОНОВ К КАРБЕНИЛАМ ЖЕЛЕЗА И НИКЕЛЯ В ПЛАЗМЕ НЕСАМОСТОЯТЕЛЬНОГО РАЗРЯДА В АЗОТЕ

В. А. Гурашвили, С. В. Изюмов, С. М. Куркин, В. Г. Наумов,  
В. М. Пашков, Е. Ю. Щекотов

Прилипание электронов к  $\text{Fe}(\text{CO})_5$  и  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  исследовалось в целом ряде работ [1, 2]. Однако большой разброс приводимых значений константы скорости прилипания (от  $10^{-7}$  до  $10^{-10}$   $\text{см}^3 \cdot \text{с}^{-1}$ ) не позволяет надежно оценить его роль в условиях несамостоятельного разряда, используемого для накачки рабочих смесей СО лазера.

Эксперименты проводились на установке, в основном описанной в [3] и представляющей собой типичную моноимпульсную разрядную камеру для исследования несамостоятельного разряда, поддерживаемого пучком быстрых электронов. Длительность импульса пучка составляла 50—100 нс, плотность тока быстрых электронов (энергия электронов ~100 кэВ) за фольгой варьировалась в диапазоне  $10^{-2}$ —10  $\text{мА} \cdot \text{см}^{-2}$ . Разряд поддерживался между плоским катодом и анодом, выполненным в виде металлических прутьев  $\varnothing 1$  мм, расположенных с шагом 4 мм. Межэлектродный зазор составлял 20 мм. Эксперименты проводились с использованием в качестве рабочего газа азота особой чистоты при давлении 100—600 Тор, к которому добавлялись пары карбониллов при давлении 0.01—1 Тор. Разрядная камера предварительно откачивалась до давления не хуже  $10^{-2}$  Тор и промывалась чистым азотом.

Определение скорости прилипания электронов в разряде проводилось, исходя из уравнений баланса заряженных частиц на квазистационарной стадии разряда

$$S = \nu_a n_e + \alpha n_e n_+ , \quad \nu_a n_e = \beta n_- n_+ , \quad n_+ = n_e + n_- , \quad (1)$$

где  $S$  — скорость ионизации газа пучком быстрых электронов;  $\nu_a$  — частота прилипания;  $\alpha$  и  $\beta$  — коэффициенты электрон-ионной и ион-ионной рекомбинаций;  $n_e$ ,  $n_+$ ,  $n_-$  — концентрации электронов, положительных и отрицательных ионов соответственно.

В экспериментах измерялся ток нагрузки электронного ускорителя, который на основании специальных калибровочных экспериментов в чистом азоте [3] позволяет определить скорость ионизации газа пучком быстрых электронов. Измерялись также электрическое поле ( $E$ ) с помощью двух электростатических зондов и плотность тока разряда в его центральной части

$$j_p = e (n_e \nu_e + n_+ \nu_+ + n_- \nu_-) , \quad (2)$$

где  $\nu_e$ ,  $\nu_+$  и  $\nu_-$  — скорости дрейфа электронов, положительных и отрицательных ионов в измеренном электрическом поле  $E$ .

Решая совместно систему уравнений, аналогичных (1), (2), записанную для результатов измерений при двух существенно различных значениях  $S$  при постоянном  $E$  (использовались несколько таких пар), мы определяли одновременно как значение частоты прилипания  $\nu_a$ , так и значение коэффициента электрон-ионной рекомбинации  $\alpha$ . При обработке данных принято  $\nu_- = \nu_+$ , а значения  $\nu_+$  и  $\nu_e$  взяты из [4, 5] как для чистого азота. Значение коэффициента ион-ионной рекомбинации  $\beta$  взято из [5] как для плазмы воздуха. Отметим, что варьирование значений  $\nu_+$  и  $\beta$  в пределах фактора 2 не повлияло на величину частоты прилипания в пределах точности наших измерений, которую мы оцениваем в 20 %. Это обусловлено незначительностью вклада ионных токов в общий ток разряда.