

КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ

МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЗАГОТОВОК И ВОЛОКНА
ИЗ КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА

© 2021 г. С. В. Вихман¹, М. А. Ероньян²*, П. А. Лесников¹, И. К. Мешковский³,
П. С. Парфенов³, Е. Е. Татаринев², А. А. Реуцкий²

¹Санкт-Петербургский технологический институт (технический университет),
Московский пр., 24/26, Санкт-Петербург, 190013 Россия

²АО «Концерн «Центральный научно-исследовательский институт «Электроприбор»,
Малая Посадская, 30, Санкт-Петербург, 197046 Россия

³Университет ИТМО, Кронверкский пр., 49, Санкт-Петербург, 197101 Россия

*e-mail: eronyan@mail.ru

Поступила в редакцию 09.04.2019 г.

После доработки 09.07.2019 г.

Принята к публикации 07.08.2019 г.

Методом атомно-силовой микроскопии исследован рельеф поверхности заготовок и волокна из кварцевого стекла. Инфракрасным пирометром произведена запись изменения температуры в процессе естественного остывания заготовки. Результаты измерения шероховатости заготовки и волокна могут свидетельствовать о влиянии времени остывания кварцевого стекла на морфологию его поверхности.

Ключевые слова: кварцевое стекло, заготовки, волокно, атомно-силовой микроскоп, морфология, шероховатость, глобулы

DOI: 10.31857/S013266512003021X

Кварцевое стекло (КС), обладающее рядом уникальных физико-химических и технологических свойств, является перспективным конструкционным материалом для ряда изделий различной техники. Сегодня этот материал является незаменимым для широкомасштабного производства волоконных световодов. Требования в ряде случаев применения оптического волокна диктуют необходимость повышения их прочностных свойств. Предельная прочность световодов стандартного диаметра 125 мкм (6 ГПа) ограничена микронеоднородностями состава КС [1] и морфологией поверхности стекловолокна [2, 3]. При вытягивании кварцевого волокна на его поверхности возможно образование кристаллического слоя толщиной около 6 нм в процессе естественного охлаждения с 1700 до 1200°C в течение 0.058 с [2]. Уменьшение диаметра волокна от 125 мкм до 120 нм приводит к увеличению его прочности с 6 до 26 ГПа [4]. Это, вероятно, обусловлено резким снижением длительности процесса кристаллизации стекла. Результаты изучения морфологии поверхности КС от скорости его охлаждения являются важными для разработки технологии высокопрочных световодов.

Цель работы – исследование методом атомно-силовой микроскопии морфологии поверхности кварцевых заготовок и волокна, скорость естественного охлаждения которых существенно отличается.

В качестве образца для исследований использовали цилиндрическую заготовку из КС марки F-300 с диаметром 13 мм и длиной 500 мм. Термическую обработку проводили на станке для изготовления заготовок световодов модифицированным методом

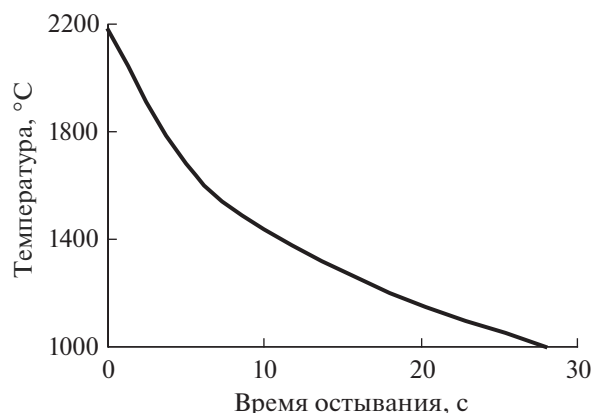


Рис. 1. Изменение температуры поверхности заготовки в процессе ее естественного остывания.

химического парофазного осаждения. Станок укомплектован системой автоматического регулирования и записи температуры пламенного нагрева заготовок из КС. Температуру поверхности вращающейся заготовки измеряли инфракрасным оптическим пирометром с ошибкой не более 1% от измеряемой величины. Перед установкой на станок образец выдерживали 10 мин в 10% водном растворе HF, промывали дистиллированной водой и сушили в атмосфере фильтрованного воздуха при комнатной температуре.

Термическую обработку заготовки, вращающейся со скоростью 40 об./мин, проводили в два этапа. Подвергали пламенной полировке по всей длине при температуре 2200°C и скорости перемещения горелки 50 мм/мин. На втором этапе осуществляли локальное нагревание края заготовки до 2300°C неподвижной горелкой с шириной высокотемпературной зоны 15–20 мм. После резкого отключения горелки осуществляли запись температуры в процессе естественного остывания КС до 1000°C.

Часть заготовки, которая была подвергнута закалке, отрезали алмазным диском при герметичной изоляции ее поверхности от пыли окружающей среды, и исследовали на атомно-силовом микроскопе.

Из остальной части заготовки вытягивали волокно диаметром 125 мкм со скоростью 10 м/мин при нагревании заготовки в графитовой печи с экранировкой КС от нагревателя потоком особо чистого аргона. Для исследований на микроскопе брали отрезок волокна до его вхождения в фильеру с полимерной композицией. Образцы заготовки и волокна промывали в 5% водном растворе HCl, дистиллированной воде, ацетоне особой чистоты и сушили в воздушной атмосфере при 60°C.

Анализ рельефа поверхности образцов осуществляли на атомно-силовом микроскопе Solver PRO-M. Исследование проводили в контактном режиме с помощью зонда NSG01 с радиусом закругления острия 10 нм, что обеспечивало разрешение по горизонтали до 20 нм, а по вертикали менее 0.1 нм.

Динамика охлаждения заготовки (рис. 1) свидетельствует о длительности ее нахождения в температурном диапазоне 1200–1700°C в течение 13 с, что в 224 раза превышает длительность остывания волокна (0.058 с) [2].

Результаты измерений на атомном силовом микроскопе показали, что шероховатость у волокна (рис. 2а) несколько ниже, чем у заготовки (рис. 2б). Учитывая разный масштаб вертикальной и горизонтальной осей, реальный рельеф поверхности образцов имеет сглаженный характер. Наличие критических для прочности трещин в стекле связано, оче-

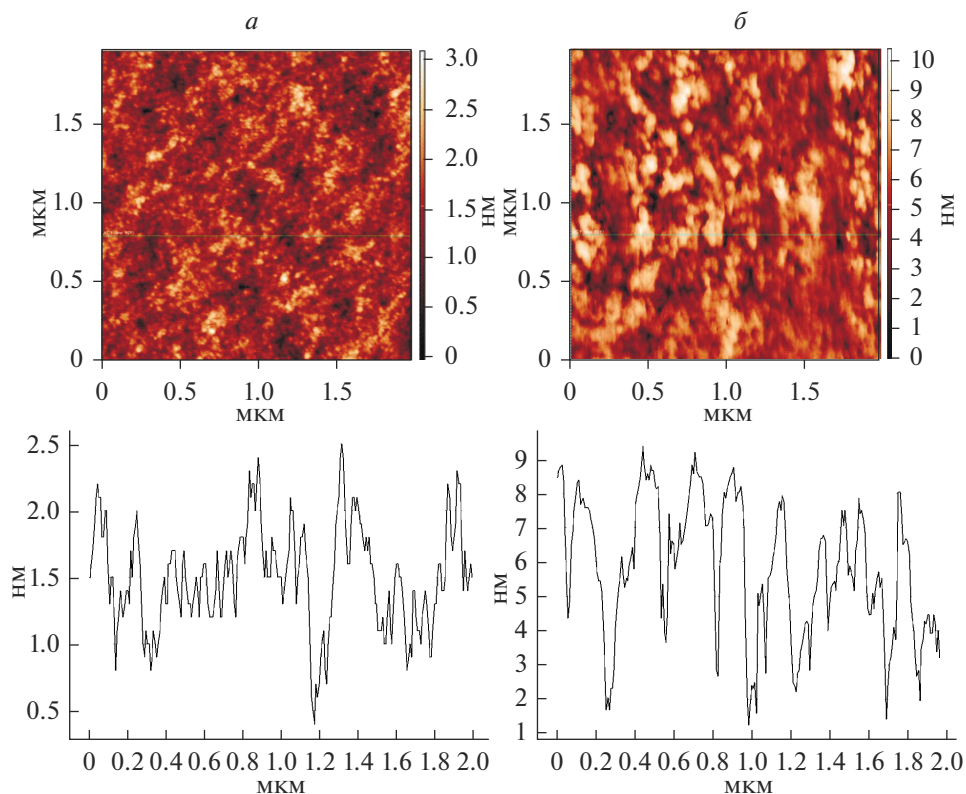


Рис. 2. Топографические изображения поверхностей, полученные на атомно-силовом микроскопе (вверху), и профили поверхностей (внизу), для волокна (а) и заготовки (б). Шероховатость поверхности волокна и заготовки 0.3 и 1.2 нм соответственно.

видно, с уровнем его шероховатости. Разрешающая способность кантилевера не позволяет выявить узкие трещины шириной менее 10 нм.

Поверхность образца кварцевого стекла, после длительной выдержки в воздушной атмосфере при 80% влажности [5], имеет аналогичную картину в части периодичности распределения шероховатостей по сравнению с нашими результатами. Трехмерное изображение поверхности стекла в этой работе имеет глобулярную структуру, параметры которой существенно зависят от истории термической обработки КС [6].

Результаты нашей работы показали, что более чем стократное уменьшение как длительности охлаждения, так и диаметра образцов из КС незначительно по сравнению с ожиданиями снижает шероховатость его поверхности. Без проведения специальных исследований невозможно определить что больше влияет на прочность КС: его глобулярная структура или кристаллизация.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ероньян М.А., Злобин П.А., Козлова М.А., Левит Л.Г., Ромашова Е.И., Хохлов А.В., Цибиногина М.К. Влияние физико-химического состояния примесей на прочность кварцевого волокна // Физ. и хим. стекла. 2006. Т. 32. № 6. С. 855–860.

2. *Kulesh A., Eronyan M., Meshkovskii I., Zolotarev V., Bisyarin M. and Tsibinogina M.*, Crystallization of quartz glass fibers during the drawing process // *Crystal Growth & Design*. 2015. V. 15. P. 2831–2834.
3. *Кондюрин А.М., Верещака В.В., Тамазов М.В., Довженко И.Г., Тамазова Н.А.* Исследование причин обрывности стекловолокна методом атомно-силовой микроскопии // *Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова*, 2012. № 1. С. 132–135.
4. *Brambilla G., Payne D.N.* The ultimate strength of glass silica nanowires // *Nano Letters*. 2009. V. 9. P. 831–835.
5. *Carter M.M.C., McIntyre N.S., King H.W., Pratt A.R.* The aging of silicate glass surfaces in humid air // *J. Non-Crystalline Solids*. 1997. V. 220. P. 127–138.
6. *Доланчи С.М., Денисова О.А.* Глобулы и их внутреннее строение // *Электротехнические и информационные комплексы и системы*. 2017. Т. 13. № 2. С. 106–111.