



ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ ОПТИЧЕСКИХ ГРАДАНОВ С РАДИАЛЬНЫМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ

Н. Н. Попов¹, А. С. Филонов¹, С. Н. Бездидько²,
Д. А. Сагалаев¹, Д. С. Афанасов¹

¹Московский государственный университет гео-
дезии и картографии, kafedra-po@miigaik.ru;

²ПАО "Красногорский завод им. С. А. Зверева",
s.bezdidko@zenit-kmz.ru

Граданы, элементы нелинейной оптики, относятся к функциональным материалам оптотехники. Неоднородности структуры граданов приводят к ухудшению их оптических свойств. Представлены результаты исследований локальных шлифованных и полированных площадок цилиндрических граданов с радиальным распределением показателя преломления. Показано, каким образом можно снизить количество дефектов на стадии процесса термического спекания исходной шихты-фритты.

Цель визуализации дефектов структуры материала – обнаружить методами оптической микроскопии особенные локальные структуры, влияющие на изменение свойств исследуемых материалов. Процесс визуализации состоит из цепочки определенных технологических физико-химических операций. Поперечные размеры дефектов могут составлять менее одного нанометра, но именно эти дефекты вызывают элементарный акт формоизменения заготовки или детали при любых видах деформации.

Метод оптической микроскопии в определенном виде и количества дислокаций в материалах применяется давно. В производственном контроле элементов оптических и геодезических приборов широко используются серийные отечественные оптические микроскопы с увеличением до 1500 крат [1]. Так например, обнаружено, что рабочие параметры электронных теодолитов типа Т5Э и тахеометров моделей 2Та5 и 3Та5 при увеличении термомеханических напряжений снижаются

VISUALIZATION OF OPTICAL GRADIENT-INDEX LENS STRUCTURE DEFECTS WITH REFRACTION INDEX RADIAL DISTRIBUTION

N. N. Popov¹, A. S. Filonov¹, S. N. Bezidko²,
D. A. Sagalayev¹, D. S. Afanasov¹

¹Moscow State University of Geodesy and Cartography,
kafedra-po@miigaik.ru;

²PJSC "S. A. Zverev Krasnogorsky Plant",
s.bezdidko@zenit-kmz.ru

Gradient-index lenses, elements of nonlinear optics, refer to the functional materials of optics. Heterogeneity of the gradient-index lens structure leads to a deterioration in optical properties. The study results of local grinding and polishing sites of cylindrical gradient-index lenses with refractive index radial distribution are presented. It is shown how it is possible to reduce the number of defects at the stage of thermal sintering process of the charge frit stock.

The purpose of visualizing defects in the structure of material is to detect by methods of optical microscopy special local structures that influence the change in the properties of the materials under study. The process of visualization consists of a chain of specific technological physical and chemical operations. Transverse sizes of the defects can be less than one nanometer, but it is these defects that cause the elementary act of workpiece or part shape change in any kinds of deformation.

The method of optical microscopy in determining the type and number of dislocations in materials has been used for years. In the production control of elements of optical and geodetic instruments, commercial domestic optical microscopes are widely used with up to 1500x magnification [1]. Thus, for example, it was discovered that the operating parameters of T5E electronic theodolites and 2Ta5 and 3Ta5 tachometers with the increase of thermomechanical stresses are reduced due to formation (generation) and dislocation movement in high-austenitic steels used to produce elastic suspensions of working bodies of geodetic instruments [2].

из-за образования (генерирования) и перемещения дислокаций в высокоазотистых сталях аустенитного класса, из которых изготовлены упругие подвесы рабочих тел геодезических приборов [2].

Неоднородность локальных областей структуры стекла, как и кристаллических дислокационных конструкционных, конструкционно-функциональных материалов, определяет нано- и микрорасслоения и анизотропию не только механических свойств различных по геометрическим размерам участков, но и оптико-физических свойств, особенно при миниатюризации оптических элементов – градианов. Последнее наиболее актуально в связи с широким применением на практике приборов атомного разрешения. Граданы выполняются из прозрачных материалов, придавая им с помощью процессов диффузии заданный закон распределения показателя преломления. Их название происходит от английского gradient-index (GRIN).

В настоящей работе предпринята попытка декорирования (визуализации) микро- и мезодефектов строения аморфной структуры на оптических граданах – типичных образцах нелинейной оптики, которые относятся к основным функциональным материалам оптотехники [3–8].

Широко применяемые для передачи информации оптические волоконные световоды (ОВС) на силикатной основе могут иметь технологические

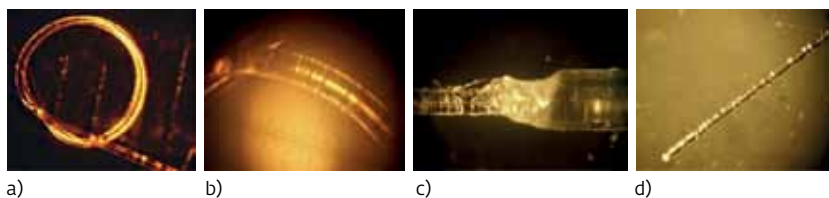


Рис. 1. Мезодефекты строения оптических волоконных световодов (ОВС) на силикатной основе: а) – поперечные мезодефекты, проявляющиеся в случае приложения изгибающих напряжений (фотография получена с помощью микроскопа МБС-10); б) – поперечные мезодефекты, проявляющиеся в случае приложения изгибающих напряжений (фотография получена с помощью микроскопа МИМ-7); в) – поперечные мезодефекты строения в случае приложения одноосных статических растягивающих напряжений, превышающих значение предела прочности; д) – поперечные мезодефекты строения в случае приложения напряжений растяжения до значений предела пропорциональности и изгиба

Fig.1. Mesodefects of the structure of optical fiber lightguides (OFL) of silicate base: а) – transverse mesodefects, manifested in the case of applying bending strains (the photograph was obtained with the help of the MBS-10 microscope; б) – transverse mesodefects manifested in the case of applying bending strains (photo obtained using a microscope MIM-7); в) – transverse mesodefects of the structure in the case of application of uniaxial static tensile stresses exceeding the value of the tensile strength; д) – transverse mesodefects of the structure in the case of applying tensile strains to the values of the proportionality limit and bending

Heterogeneity of local areas of the glass structure as well as crystal dislocation constructional, constructional and functional materials, is defined by nano- and microbundle and anisotropy not only of the mechanical properties in various geometrical areas, but also of the optical-physical properties, especially in the miniaturization of optical elements, i. e. gradient-index lenses. The latter is most relevant in connection with the wide practical application of atomic resolution devices. The gradient-index lenses are made of transparent materials, imparting to them, through diffusion processes, a given law of refractive index distribution. Their name is derived from the English gradient-index (GRIN).



и эксплуатационные поперечные мезодефекты строения (рис. 1). Основная причина дефектообразования в структуре кварцевого стекла – малейшие примеси щелочных оксидов, активно взаимодействующих с кислой кварцевой основой стекла с образованием легкорастворимых в воде соединений. Как показывают экспериментальные данные, полученные разными методами – с помощью мезо-, микроскопического или фрактографического анализа, – причинами возникновения дефектов являются физико-механические факторы. К их числу относят приложенные растягивающие или изгибающие внешние напряжения с уровнем, превышающим значения предела пропорциональности, т.к. параметры пластичности ОВО силикатной основы составляют нулевые значения. В случае бездефектного исходного строения ОВС значения предела прочности на растяжение могут достигать 70 000 МПа, а при наличии мезодефектов величина предела прочности снижается на два порядка.

Боковая поверхность цилиндрических оптических градианов при спекании исходной шихты-фритты в вертикальном положении обладает повышенной шероховатостью. Такая шероховатость возникает вследствие разницы температур размягчения локальных участков стекла, а также движения под действием гравитации локальных участков с преобладанием щелочных или кислотных составляющих. Щелочные составляющие локальных областей поперечного сечения образцов имеют меньшую температуру размягчения по сравнению с кислотной основой SiO_2 . Это приводит к образованию выступов и впадин на боковой поверхности. Первая попытка определения многочисленных параметров шероховатости поверхности градианов по стандарту ИСО 4287:1997 на прецизионном высокоточном измерительном оборудовании представлена в работе [9], а вид различных поверхностных и подповерхностных дефектов строения оптических градианов – в работе [10].

С целью декорирования поверхностных и подповерхностных микро- и мезоструктурных дефектов строения градианов применялись электрохимические методы анализа. Современные основы электрохимии, включающие применяемые растворы электролитов, термодинамику и кинетические аспекты электрохимических реакций, перенос вещества, методы анализа, прикладные аспекты и коррозию, можно найти в работе [11]. Заслуживают внимания различные типы неравномерной или гальванической коррозии, в част-

This paper attempts to decorate (visualize) micro- and mesodefects of the amorphous structure of the optical gradient-index lenses, typical samples nonlinear optics, which are major functional materials of optical engineering [3–8].

Widely used for transmission of information quartz-based optical fiber lightguides (OFL) can have technological and operational transverse structure mesodefects (Fig. 1). The main cause of a quartz glass structure defect is the slightest impurity of alkali metal oxides, actively interacting with the quartz glass base with the formation of the compounds readily soluble in water. As the experimental data obtained by different methods show, using meso- or microscopy or fractography analysis, the causes of defects are physical and mechanical factors. These include the applied stretching or bending external strains exceeding the value limit of proportionality, since the plasticity parameters of the quartz-based OFL are zero. In the case of a defect-free original OFL structure, the values of the tensile strength can reach 70000 MPa, and in the presence of mesodefects the value of the tensile strength decreases by two orders of magnitude.

The lateral surface of the cylindrical optical gradient-index lenses with sintering of initial charge frit in an upright position is increasingly rough. Such roughness occurs due to difference in the softening temperature of local portions of glass, and motion of local areas with a predominance of the alkaline or acidic components caused by gravity. Alkaline components of local cross-sectional areas of samples have a lower softening point in comparison with acid base SiO_2 . This leads to the formation of protrusions and depressions on the lateral surface. The first attempt to determine the numerous parameters of the roughness of the gradient-index lens surface in accordance with ISO 4287:1997 on precision highly accurate measuring equipment is given in [9], and the form of various surface and subsurface defects of the structure of optical gradient-index lens is given in [10].

For the purpose of decorating the surface and subsurface micro- and mesostructural defects of the gradient-index lens structure, electrochemical analysis methods were applied. Modern fundamentals of electrochemistry, including applied solutions of electrolytes, thermodynamics and kinetic aspects of electrochemical reactions, substance transfer, analytical methods, applied aspects and corrosion can be found in [11]. It is worth mentioning different types of heterogenic or galvanic corrosion, and in particular: the role of heterogeneity in a non-



ности: роль неоднородности в неравномерной коррозии, коррозия в условиях дифференциальной аэрации. Зависимость распределения концентрации диффузанта при низкотемпературной ионообменной диффузии в поперечном сечении цилиндрических графанов на силикатной основе с радиальным распределением ПП имеет линейный характер, уменьшаясь от поверхности образца к центру. Поэтому заслуживают внимания эксперименты с дифференциальной аэрацией в специально подобранном электролите. Особенно интересны результаты исследований локальных мест, в которых имеются шлифованные и полированные плоские лыски с удаленным сегментовидным слоем стекла.

Все виды неоднородностей, существующие в материале, становятся причиной возникновения разности потенциалов между двумя фазами (точками) материала. Как результат появляется гальваническая пара (элемент), что ведет к электрохимической неравномерной коррозии. Механизм коррозии представляет собой непрямо перенос электронов от восстановителя к окислителю.

Существует большое число видов неоднородностей или градиентов свойств, определяющих коррозию. Для разработки технологии производства графанов заслуживают внимания такие виды, как: градиент температуры, контакт между двумя различными материалами; градиент состава раствора и градиент химического или минерального состава материала, а также растворенного кислорода – дифференциальная аэрация; зоны повышенных внутренних напряжений в материале от предшествующих технологических операций, например от параметров спекания.

Гальваническая коррозия связана с формированием гальванического элемента при контакте двух различных материалов, погруженных

uniform corrosion and corrosion in the conditions of differential aeration. Dependence of the distribution on the diffusant concentration in low-temperature ion-exchange diffusion in the quartz-based cylindrical gradient-index lens cross-section with RI radial distribution has a linear character, decreasing from the sample surface to the center. Therefore, the experiments with differential aeration in specially selected electrolyte are of particular interest. The results of studies of local areas with grinded and polished flat spots with removed segment-shaped glass layer draws special attention.

All kinds of irregularities existing in the material cause the appearance of potentials difference between two phases (points) of the material. As a result, a galvanic pair emerges (element), which leads to uneven electrochemical heterogenic corrosion. Corrosion mechanism is indirect transfer of electrons from the reductant to the oxidant.

There are a large number of kinds of non-homogeneities or gradients of properties that determine corrosion. For the development of technology for the production of gradient-index lenses, such factors as temperature gradient, contact between two different materials are of particular attention; solution composition gradient and chemical or mineral material composition gradient, as well as the dissolved oxygen, i. e. differential aeration; zones of increased internal strains in the material from previous technological operations, e. g. from the parameters of sintering.

Galvanic corrosion is associated with the formation of a galvanic element upon contact of two different materials, submersed in corrosion and ion-conducting medium. Under these conditions, the material which becomes a negative pole, corrode, while oxygen recovery or water formation occurs on the material, a positive pole. In the formation of contact between materials with different values of electronegativity,

в коррозионную и ион-проводящую среду. В этих условиях материал, который становится отрицательным полюсом, корродирует, тогда как на материале – положительном полюсе – происходят процессы восстановления кислорода или образования воды. При образовании контакта между материалами с различными значениями электроотрицательности коррозия более электроотрицательного материала ускоряется, а коррозия менее электроотрицательного материала прекращается.

Если рассматривать образец градана, наполненную погруженный в электролит, то в верхнем слое электролита концентрация растворенного кислорода оказывается выше, чем в нижнем. В таком случае происходит процесс дифференциальной аэрации [11]. Настоящие граданы содержат как щелочные, так и кислотные фазы упорядоченного стехиометрического строения с различными значениями электронной структуры и локальной электроотрицательности. Поэтому при постоянной температуре (20 ± 2 °C) градиент концентрации кислорода создает внизу заготовки оптического элемента анод, а вверху катод. [10]. Образованный в таких условиях элемент будет стремиться уравнивать концентрацию кислорода в нижней и верхней частях раствора. Коррозия происходит в зоне обедненного по кислороду электролита. Это экспериментально доказывает, что коррозия является электрохимической реакцией, в которой электронный обмен реализуется на различных участках электрода, а не химической окислительно-восстановительной реакцией. В этом случае можно говорить о существовании коррозионной пористости [11].

На рабочих полированных плоскостях образцов граданов, подвергавшихся после операций изготовления длительной транспортировке в условиях переменной температуры и относительной влажности атмосферы, наблюдаются микроскопические и мезоскопические каплеобразные светлые округлые дефекты строения от конденсата. Именно по этой причине продукты коррозии совместно с мельчайшими частицами пыли образуют некий ореол, окружающий каплю воды, а на периферии адгезируются инородные частицы (рис. 2). Все эти дефекты негативно влияют на значения коэффициента пропускания в оптическом диапазоне длин волн и значения рассеяния рабочих лучей.

Для проявления и контрастирования (декорирования) поверхностных и приповерхностных дефектов строения ликвационного происхождения [10] выбирались различные составы электроли-



Рис. 2. Дефекты структуры, обнаруженные на рабочих плоскостях граданов на силикатной основе с радиальным РПП (увеличение $170\times$): а) – фигуры светлой округлой формы, свидетельствующие о местах конденсации влаги; б) – адгезировавшие инородные частицы (свидетельствуют о наличии градиента статического электрического потенциала в поперечном сечении градана); в) – вид округлых раковин на боковой цилиндрической поверхности градана

Fig. 2. Defects of the structure found on the working planes of gradient-index lens on a silicate basis with a radial RRI (magnification $170\times$): a) – figures of light round shape, indicating the places of condensation of moisture; b) – adhering foreign particles (indicate the presence of a gradient of the static electric potential in the cross-section of the gradient-index lens); c) – type of rounded shells on the lateral cylindrical surface of gradient-index lens

corrosion of the more electronegative material is accelerated, and corrosion of the less electronegative material is discontinued.

If you consider gradient-index lens sample, partially submerged in the electrolyte, then the concentration of dissolved oxygen in the upper layer of electrolyte is higher than in the lower one. In this case, we observe the process of differentiation aeration [11]. True gradient-index lenses contain both alkaline and acidic phases of ordered stoichiometric structure with different values of electronic structure and local electronegativity. Thus, at the constant temperature (20 ± 2 °C), oxygen concentration gradient creates anode below the optical element workpiece and cathode at the top [10]. The element formed under such conditions will tend to equalize the concentration of oxygen in the lower and upper parts of the solution. Corrosion occurs in the oxygen-depleted electrolyte. This experimentally shows that corrosion is an electrochemical reaction, wherein the electronic exchange is implemented on the various sections of the electrode, and not in chemical oxidation-reduction. In this case it is possible to say about the existence of corrosion porosity [11].

Microscopic and mesoscopic drop-shaped light round structure condensate-related defects are observed on polished working planes of the gradient-index lens samples exposed to long-term transportations under variable temperature and

тов с содержанием измельченных частиц иттрия и магния в присутствии массивной серебряной платформы-подложки, на которую помещались исследуемые образцы градианов силикатной основы с радиальной формой РПП (рис.3).

В настоящей работе использовался иттрий марки ИтМ-1 вакуумной выплавки в медном водоохлаждаемом кристаллизаторе массой 440 г. с чистотой по сертификату равной 99,945% по массе. Фактические примеси по анализу составляли: гадолиний $\leq 0,005$; тербий $\leq 0,01$; диспрозий $\leq 0,005$; гольмий $\leq 0,005$; железо $\leq 0,01$; кальций $\leq 0,01$ и медь $\leq 0,01$ вес.%.

Разделение слитка выполнялось на универсально-фрезерном станке дисковой пилой из стали Р18, толщиной 1 мм, при скорости вращения инструмента 63 об/мин, продольной подаче менее 13 мм/мин и глубиной фрезерования менее 3мм. Нагрев слитка при разделительной операции составлял менее 60 °С, т.к. отмечалось легкое оплавление поверхностного защитного парафинированного слоя. Стружка отмагничивалась высокоэнергетическим магни-

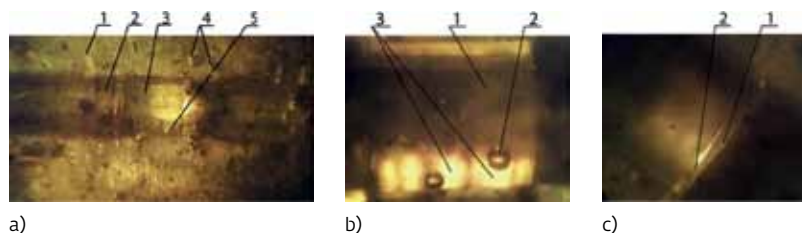


Рис. 3. Мезоструктуры градиана с радиальным РПП после выдержки в электролите (состав ИтМ-1+С₂Н₅ОН+40% дистиллированной воды) без аэрации в течение 1025 часов: а) 1 – серебряная технологическая платформа; 2 – цилиндрическое углубление в платформе; 3 – исследуемый градиан с подсветкой на МБС-10 слева; 4 – частицы нерастворившегося непрочкорродировавшего иттрия; 5 – продукты коррозии в виде газовых пузырьков, увеличение 5^х; б) тот же градиан с плоской шлифованной и полированной лыской, обращенной вниз к платформе: фокусировка микроскопа МБС-10 на газовые пузырьки: 1 – боковая цилиндрическая поверхность градиана; 2 – двойной концентрический вид газовых пузырьков; 3 – вид мезодефектов строения, неравномерно скопившихся на боковой цилиндрической поверхности градиана (расфокусированный), увеличение 22^х; в) древообразная расслаивающаяся к концу мезотрещина вблизи рабочей поверхности градиана: 1 – торцевая рабочая поверхность градиана; 2 – начало мезотрещины; фокусировка на мезотрещину, увеличение 20^х

Fig. 3. Mesostructures of gradient-index lens with radial RRI after aging in the electrolyte (ITM-1 + C₂H₅OH + 40% distilled H₂O) without aeration for 1025 hours: a) 1 – silver technological platform; 2 – cylindrical depression in the platform; 3 – investigated graduation with illumination on MBS-10 on the left; 4 – particles of undissolved non-corroded yttrium; 5 – corrosion products in the form of gas bubbles, 5^x magnification; b) the same gradient-index lens with flat grinded and polished flats facing down to the platform: focusing the MBS-10 microscope on gas bubbles: 1 – lateral cylindrical surface of graduation; 2 – double concentric view of gas bubbles; 3 – type of mesodefects of the structure, unevenly accumulated on the lateral cylindrical surface of gradient-index lens (defocused), 22^x magnification; c) tree-like exfoliating mesotrack near the working surface of gradient-index lens: 1 – end face of gradient-index lens; 2 – beginning of mesocrack; focusing on the mesocrack, 20^x magnification

том интерметаллида состава SmCo_5 . Окончательной разделительной технологической операцией служило опилование бархатным напильником.

Иттрий на воздухе быстро образует трехвалентное соединение и химическое соединение $\text{Y}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ [12]. Происходит быстрая гидратация иттрия в присутствии паров воды. Он имеет структурную нестабильность и высокую химическую активность, термодинамическую неустойчивость. Между иттрием и серебром могут образовываться по четырем эвтектическим реакциям три химических соединения различного стехиометрического соотношения с гексагональной и объемно-центрированной кубической ячейками. Нормальный электродный потенциал серебра составляет 0,7994 В. Он легко соединяется с серой, образуя сульфидную пленку, высокоустойчивую к любым видам воды, этиловому и метиловому спиртам любой концентрации. В соответствии с [13] атомный радиус иттрия составляет 0,181 нм, электроотрицательность – 0,9, потенциал ионизации – 6,38 эВ.

В настоящей работе использовался деформируемый магний промышленной чистоты, стружка из которого получалась по вышеприведенной технологии. В соответствии с работой [13] атомный радиус магния составляет 0,162 нм, электроотрицательность – 0,9, потенциал ионизации – 7,64 эВ, кристаллическая ячейка – гексагональная плотноупакованная. Во влажном воздухе покрывается пленкой $\text{Mg}(\text{OH})_2$, которая не защищает от дальнейшего окисления. Исходный химический состав – 99,95% магния, примеси: менее 0,02% цинка; менее 0,001% железа; менее 0,01% кремния и менее 0,001% алюминия.

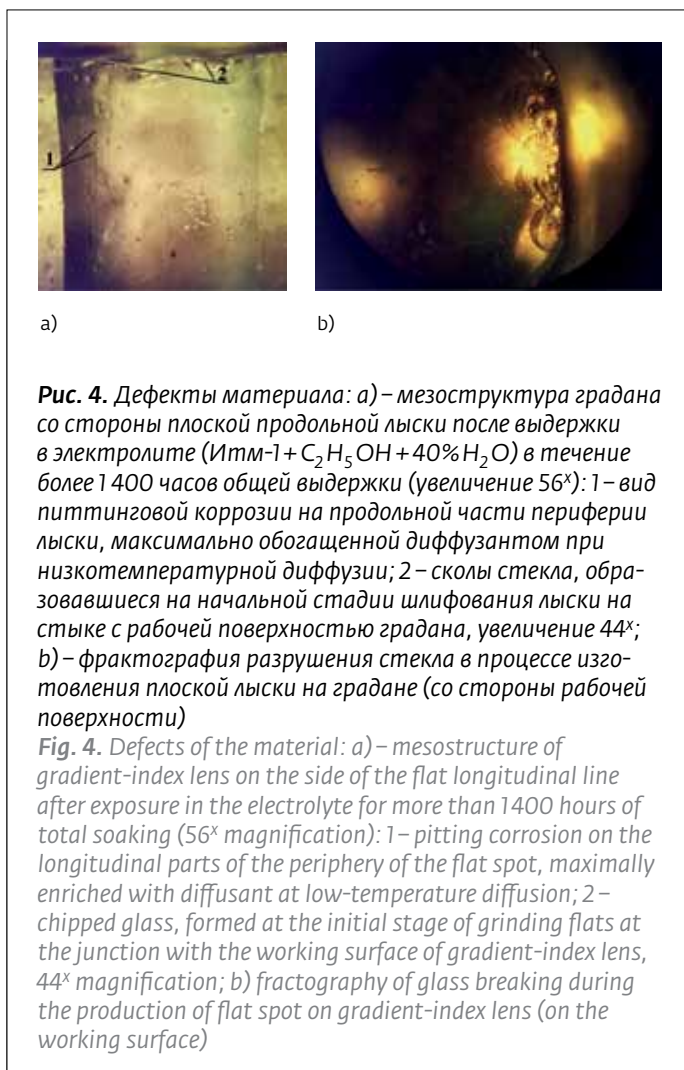
Высокочистый иттрий и магний выбраны для исследования вследствие больших значений электроотрицательности, интенсивного коррозионного разрушения их и перевода продуктов распада в состав рабочего электролита. В присутствии воды, иттрия и спирта в электролите возможно образование следующих химических соединений: бесцветного оксида Y_2O_3 , гидроокиси $\text{Y}(\text{OH})_3$, светло-желтой окраски и щавелевокислого бесцветного кристаллического соединения $\text{Y}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Табл. 1).

В безводном электролите на иттриевой основе внутри поверхностных раковин градана отмечаются единичные микроскопические блестящие образования, на порядок меньшего размера по сравнению со средней величиной раковин, похожие на выделение газов в локальных донных объемах раковин. Одновременно на

relative atmospheric humidity conditions after manufacturing. It is for this reason that the corrosion products together with the small dust particles form a halo surrounding water drop, and foreign particles are adhered at the periphery (Fig. 2). All these defects negatively affect the values of the transmittance ratio in wavelength optical band and the scattering values of the working beams.

For the development and contrasting (decoration) of surface and near-surface defects of the structure of segregation origin [10], various compositions of electrolytes with the content of crushed yttrium and magnesium particles were selected in the presence of a massive silver platform-substrate on which the studied quartz-based gradient-index lens samples with radial RRI shape were placed (Fig. 3).

In this paper, we used yttrium of ItM-1 grade of vacuum smelting in a copper water-cooled crystallizer with a mass of 440 g with a certificate purity of



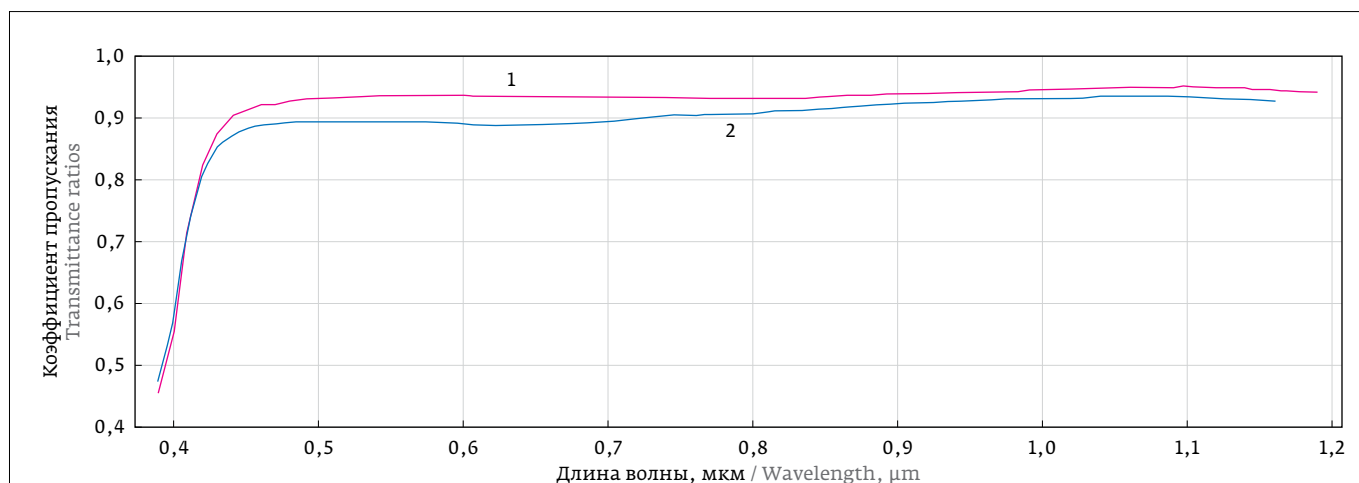


Рис. 5. Изменение коэффициента пропускания в диапазоне рабочих длин волн для цилиндрических градунов на силикатной основе (диаметр 4мм, длина 4мм): 1 – с плоскими рабочими поверхностями, после пребывания в электролитах; 2 – с одной положительной рабочей поверхностью, без пребывания в электролитах

Fig. 5. Change in transmittance ratio in the range of operating wavelengths for cylindrical grades on a silicate basis (diameter 4 mm, length 4 mm): 1 – with flat working surfaces, after exposed to electrolytes; 2 – with one positive working surface, without exposure to electrolytes

плоской лыске градана видны подповерхностные поперечные мезодефекты как непрерывной прямолинейной формы, так и зигзагообразного строения в условиях дифференциальной аэрации.

Некоторые мезодефекты на отдельных участках приобретают разветвленную форму. При добавлении в электролит дистиллированной воды образуются пузыри диаметром от 0,1 мм, которые за 7-10 мин достигают в диаметре до 0,5 мм. Причем на фоне периметра градана количество пузырей на порядок больше по численности по сравнению с другими локальными объемами электролита (лазерная монохроматическая под-

99.945% by weight. The actual impurities for analysis were: gadolinium ≤ 0.005 ; terbium ≤ 0.01 ; dysprosium ≤ 0.005 ; holmium ≤ 0.005 ; iron ≤ 0.01 ; calcium ≤ 0.01 and copper $\leq 0.01\%$ by weight.

Separation of the ingot was performed on a universal milling machine with a circular saw made of R18 steel, 1 mm thick, with a tool rotation speed 63 rpm, a longitudinal feed of less than 13 mm/min and a milling depth of less than 3 mm. Heating of the ingot during the separation operation was less than 60 °C, because there was a slight fusion of the surface protective wax layer. The chips were magnetized by a high-energy magnet of the intermetallic compound



светка совместно со стандартной изменяет окраску и вид пузырей). Такие явления отмечаются в течение 120 часов наблюдения с момента добавления в электролит дистиллированной воды.

На рис. 5 представлены результаты экспериментальных исследований двух образцов графанов (одинаковых геометрических размеров), подвергавшихся низкотемпературной ионообменной диффузии. Первый образец пребывал в вышеприведенных электролитах различных составов более 2000 часов, а второй – не подвергался электрохимическому воздействию.

Метод определения коэффициента пропускания базируется на сравнении направленного потока излучения, падающего на объект, и потока, прошедшего через него. В качестве источника излучения использовался монохроматор МДР-206. Излучение при помощи объектива проецировалось на градан через диафрагму. Диафрагма располагалась непосредственно перед граданом, а сам градан располагался перед фотоприемником.

Спектральное пропускание графанов контролировалось в диапазоне длин волн 400–1100 нм. Спектральное пропускание графанов определялось как отношение потока излучения, прошедшего через градан (сигнал) и в его отсутствие (100%).

Кривые зависимости коэффициентов пропускания (τ_λ) в интервале красно (394 нм) – оранжевом (425 нм) диапазонах спектра для обоих образцов составляют значения от 0,45 до 0,80. По-видимому, это свидетельствует о низкой пропускающей способности за счет наличия гетерофазной структуры стекла ликвационных поперечных дефектов строения графанов вышеуказанных геометрических размеров (400–425 нм). Последнее предположение совпадает с экспериментальными результатами электронно-микроскопического анализа графанов силикатной основы [14].

При увеличении длины волны видимого диапазона спектра более 425 нм происходят неадекватные изменения значений τ_λ для исследованных образцов. На длине волны 450 нм коэффициент пропускания τ_λ образца, побывавшего в электролитах, оказывается на уровне 0,92, а для второго образца τ_λ составляет 0,88. Это различие может быть объяснено с точки зрения законов материаловедения нарушением стехиометрических соотношений поверхностных и приповерхностных избыточных фаз ликвационного происхождения в образце №1 с переводом их в объем электролита. Снижение коэффициента пропускания второго образца в диапазоне длин волн 650±50

нм. The final separating technological operation was the filing with a smooth file.

Yttrium in air rapidly forms three valence compounds and a chemical compound $Y_2(C_2O_4)_3 \cdot 9H_2O$ [12]. There is a rapid hydration of yttrium in the presence of water vapor. It has structural instability and high chemical activity, thermodynamic instability. Between the yttrium and silver, three chemical compounds of different stoichiometric correlation with hexagonal and body-centered cubic cells can be formed along four eutectic reactions. The normal electrode potential of silver is 0.7994 V. It easily combines with sulfur, forming a sulphide film. It is highly resistant to any type of water, ethyl and methyl alcohols of any concentration. In accordance with [13], the atomic radius of yttrium is 0.181 nm, electronegativity is 0.9, and the ionization potential is 6.38 eV.

In this paper, we used deformable magnesium of industrial purity, the chips from which were obtained by the above technology. In accordance with [13], the atomic radius of magnesium is 0.162 nm, electronegativity is 0.9, the ionization potential is 7.64 eV, and the crystal cell is hexagonal close-packed. In moist air, it is covered with a film $Mg(OH)_2$, which does not protect against further oxidation. The initial chemical composition is 99.95% magnesium, impurities: less than 0.02% zinc; less than 0.001% of iron; less than 0.01% silicon and less than 0.001% aluminum.

High-purity yttrium and magnesium are chosen for the study due to large values of electronegativity, intensive corrosive destruction and transfer of the decomposition products into the composition of the working electrolyte. In the presence of water, yttrium and alcohol in the electrolyte, the following chemical compounds are possible: colorless oxide Y_2O_3 , light yellow hydrated oxide $Y(OH)_3$, and oxalate colorless crystalline compound $Y_2(C_2O_4)_3 \cdot 9H_2O$ (Table 1).

In an yttrium-based anhydrous electrolyte, single microscopic shiny formations are noted inside the surface of the gradient-index lens shells, by an order of magnitude smaller than the average size of the shells, similar to the emission of gases in the local bottom volumes of the shells. Simultaneously, sub-surface transverse mesodefьects of both continuous rectilinear shape and zigzag structure under differential aeration conditions are seen on the flat spots of gradient-index lens.

Some mesodefьects in certain areas acquire a branched form. When the distilled water is added to the electrolyte, bubbles with a diameter of 0.1 mm are formed, which in 7–10 minutes reach a diameter

нм до значений $\tau_\lambda = 0,88$ может свидетельствовать о наличии поверхностных и подповерхностных ликвационных мезодефектов большего геометрического размера, что также согласуется с результатами анализа электронной микроскопии [14].

Избыточные фазы, по-видимому, концентрируются (сегрегируют) на поперечных ликвационных мезодефектах строения и относятся к легкорастворимым щелочным химическим элементам типа калий, натрий, кальций, магний и др. Подобное существенное различие в значениях коэффициентов пропускания, как и термических коэффициентах линейного расширения локальных микро- и нанообъемов образцов, сохраняется до ИК-области спектра до 950 нм (см. рис. 5), а затем сохраняется на уровне 0,94–0,95 до длины волны 1150–1200 нм.

Таким образом, наличие поверхностей раздела (или нарушения когерентности) между избыточными микро- и мезоразмерными фазами и силикатной матрицей снижает коэффициент пропускания рабочих лучей в интервале длин волн 394–1200 нм, причем наиболее существенно – в интервале 400–950 нм.

Поскольку в состав оптических градианов входят многочисленные кислотные и щелочные исходные компоненты в виде окислов химических элементов, то основным фактором, определяющим и контролирующим протекание в структуре всевозможных химических реакций, являются не только бинарные, тройные, но и более многокомпонентные равновесные фазовые диаграммы состояния, содержащие эвтектические, эвтектоидные и др. химические реакции [6]. Они неизбежно приводят к микро- и мезо-ликвационной неоднородности строения локальных участков структуры.

Первые экспериментальные исследования параметров шероховатости (27 параметров)

of 0.5 mm. Moreover, against the background of the perimeter of gradient-index lens, the number of bubbles is an order of magnitude larger in comparison with other local volumes of electrolyte (laser monochromatic illumination in conjunction with the standard changes the color and appearance of the bubbles). Such phenomena are observed within 120 hours of observation from the moment of adding distilled water to the electrolyte.

Fig. 5 shows the results of experimental studies of two samples of gradient-index lenses (equal geometric dimensions) exposed to low-temperature ion-exchange diffusion. The first sample stayed in the above electrolytes of different compositions for more than 2000 hours, and the second was not electrochemically exposed.

The method of determining the transmittance ratio is based on comparing the directional flux of radiation incident on the object and the flow that has passed through it. Monochromator MDR-206 was used as a radiation source. Radiation was projected on a gradient-index lens through a diaphragm. The diaphragm was located directly in front of the gradient-index lens, and the gradient-index lens itself was located in front of the photodetector.

The spectral transmission of gradient-index lenses was monitored in the wavelength range 400–1100 nm. The spectral transmission of gradient-index lenses was determined as the ratio of the radiation flux that passed through the gradient-index lens (signal) and without it (100%).

The curves of the transmittance ratios (τ_λ) in the red (394 nm) – orange (425 nm) spectral range for both samples are between 0.45 and 0.80. Apparently, this testifies to the low transmissive capacity due to the segregation transverse defects in the gradient-index lens of the glass heterophase structure with the above geometric dimensions (400–425 nm). The latter assumption coincides with the experimental results



Составы электролитов на основе иттрия, применявшиеся для выявления особенностей структуры граданов (% по массе)

Formulations of yttrium-based electrolytes, used to identify the features of the structure of gradient-index lenses (% wt.)

№ п/п Ser. No	Последовательность применявшихся составов электролитов Sequence of electrolyte compositions used	Внешний вид электролита и особенности структуры граданов Appearance of electrolyte and features of the gradient-index lens structure
1.	ИТМ-1 в C ₂ H ₅ ОН: ITM-1 in C ₂ H ₅ OH:	Электролит прозрачный, светлый. Градан расположен горизонтально плоской лыской вверх Electrolyte is clear, light. Gradient-index lens is horizontal with flat spot upwards
	1.1. Без дифференциальной аэрации в погруженном состоянии 1.1. Without differential aeration in the submerged state	Декорируются мезодефекты строения в виде линейной и кольцевой формы на боковой поверхности градана. Интенсивность декорирования незначительна. Время выдержки в электролите – 400 часов Mesodefects of the structure are decorated in the form of a linear and annular form on the lateral surface of gradient-index lens. The intensity of decoration is negligible. The exposure time in the electrolyte is 400 hours
	1.2. Частично погруженный с дифференциальной аэрацией 1.2. Partially immersed with differential aeration	Проявляются округлые раковины на боковой поверхности, зигзагообразное строение больших мезодефектов вблизи плоской рабочей поверхности, проявляются дополнительные линейные мезодефекты на плоской лыске градана, некоторые мезодефекты приобретают разветвленное строение. Общее время выдержки – 800 часов Rounded shells appear on the lateral surface, a zigzag structure of large mesodefects near a flat working surface, additional linear mesodefects appear on the flat spots of gradient-index lens, some mesodefects have a branched structure. Total exposure time is 800 hours
2.	ИТМ-1+C ₂ H ₅ ОН+40% дистиллированной H ₂ O: ITM-1 + C ₂ H ₅ OH + 40% distilled H ₂ O:	Электролит прозрачный, светлый. 2.1 – градан расположен горизонтально плоской лыской вверх, 2.2 – градан расположен вертикально Electrolyte is clear, light. 2.1 – gradient-index lens is horizontal with flat spot upwards, 2.2 – gradient-index lens is in the vertical position
	2.1. Без дифференциальной аэрации 2.1. Without differential aeration	Бурная химическая реакция над поверхностью градана. Помутнение электролита. На плоской лыске градана происходит интенсивное выделение газовых пузырей вначале одинарной кольцевой формы, а затем вид двойных и тройных концентрических колец. Реакция коррозионного взаимодействия с течением времени затухает. Общее время выдержки – 1025 часов (рис.3) A violent chemical reaction above the surface of gradient-index lens. The turbidity of the electrolyte is observed. On the flat spots of gradient-index lens, intensive emission of gas bubbles occurs at first in a single annular form, followed by a double and triple concentric appearance. The reaction of corrosion interaction attenuates with time. Total exposure time is 1025 hours (Fig. 3)
	2.2. С дифференциальной аэрацией при отборе электролита 2.2. With differential aeration in the selection of electrolyte	Просветление электролита. Отмечается обилие очагов питтинговой коррозии во внешних областях по длине плоской лыски, где максимальная концентрация диффузанта, после низкотемпературной ионообменной диффузии. Проявление длинной продольной трещины по расположению очагов питтинговой коррозии (рис.4а) При вертикальной установке градана отмечается фрактографический чашечный хрупкий излом края стекла, примыкающего к плоской выходной рабочей поверхности градана (рис.4б) Внутри чашечного разрушения стекла отмечаются веерные прямолинейные полосы сдвига (рис.4б) Общее время пребывания образца в электролите составило более 1400 часов Clarification of electrolyte. There is an abundance of foci of pitting corrosion in the outer regions along the length of flat spots, with the maximum concentration of the diffusant after low-temperature ion-exchange diffusion. The occurrence of a long longitudinal crack along the location of pitting cores (Fig. 4a). With a vertical installation of a gradient-index lens, a fractographic cup-shaped brittle fracture of the glass edge adjacent to the flat exit working surface of gradient-index lens is noted (Fig. 4b) Inside the cup breakage of the glass, fan-shaped rectilinear shear bands are noted (Fig. 4b) The total exposure time of the sample in the electrolyte was more than 1400 hours



поверхности отечественных графанов на силикатной основе оснащаются чрезвычайно высокой чувствительностью геометрических характеристик поверхности материала к изменениям внешней среды. Исследования были проведены на прецизионном оборудовании фирмы Taylor Hobson. Сначала контролю подвергали поверхность изготовленных образцов. Затем графаны выдерживали длительное время (до 2000 часов) в электролитах и вновь подвергали осмотру их поверхность. Измерения параметров шероховатости проводились как по исходной боковой цилиндрической поверхности образцов, так и по шлифованной и полированной плоской сегментовидной лыски [9]. Подавляющее большинство параметров шероховатости сильно реагирует на интенсивное протекание химических реакций, происходящих как на боковой поверхности графанов, так и на плоских лысках глубиной до 0,4–0,5 мм [15].

На порядок изменяются значения параметров шероховатости после протекания химических реакций в атмосфере электролитов: "крутизна" боковой цилиндрической поверхности после пребывания в электролитах увеличивается в сто раз; R_{3z} – среднее арифметическое значение третьих высот неровностей профиля – уменьшается

of electron microscopic analysis of the quartz-based gradient-index lens [14].

With an increase in the wavelength of the visible range of the spectrum of more than 425 nm, inadequate changes in the values of τ_λ occur for the investigated samples. At a wavelength of 450 nm, the transmittance ratio τ_λ of the sample that was exposed to electrolytes is 0.92, and for the second sample, τ_λ is 0.88. This difference can be explained from the point of view of the laws of material science by the violation of the stoichiometric relationships of surface and near-surface excess phases of segregation origin in sample No. 1c by transferring to the electrolyte volume. Reducing the transmittance ratio of the second sample in the wavelength range 650–50 nm to $\tau_\lambda=0.88$ may indicate the presence of surface and subsurface segregation mesodeflects of larger geometric sizes, which also agrees with the results of electron microscopy analysis [14].

Excess phases seem to be concentrated (segregated) on the transverse segregation mesodeflects of the structure and refer to readily soluble alkaline chemical elements such as potassium, sodium, calcium, magnesium, etc. Such a significant difference in the values of transmittance ratios, as well as thermal coefficients of linear expansion of local micro- and



в восемь раз; параметр R_{3y} – снижается в девять раз. В два и более раза уменьшаются значения следующих параметров шероховатости боковой цилиндрической поверхности граданов: R_a ; R_p ; R_{da} ; R_g ; R_v ; R_t ; R_{dg} ; R_z ; R_c ; R_z (DIN); R_{dc} ; R_{vo} и R_{pc} , что, по-видимому, свидетельствует о многофазности строения оптического материала исследованных граданов.

Таким образом, декорирование дефектов строения оптических граданов в условиях электролитической аэрации и протекания электрохимических процессов с последующим совместным прецизионным измерением двадцати семи параметров шероховатости боковой цилиндрической поверхности граданов с радиальной и аксиальной формами РПП представляется весьма перспективной научной основой для создания методики исследований связей отдельных параметров шероховатости поверхности со свойствами граданов. Методика позволит разработать рекомендации по уменьшению технологических ликвационных деформационно-сдвиговых дефектов (изъянов) строения отечественных граданов на силикатной основе. Снизить количество дефектов можно на стадии процесса термического спекания исходной шихты-фритты. Для коррекции геометрических параметров и минерального состава исходных порошковых стеклянных материалов нужно использовать вид равновесных фазовых диаграмм состояния компонентов. Эти действия приведут к увеличению коэффициента пропускания лазерного излучения в заданном спектральном диапазоне длин волн, уменьшению рассеяния света и улучшению других оптико-физических параметров оптических граданов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Прокошкин Д.А., Васильева Е.В., Попов Н.Н. О дислокационной структуре сплавов ниобия с титаном. – Физика металлов и металлургия, т. 25, № 5, с. 25–34.
2. Попов П.Н., Михеев В.С. Влияние структуры металлических упругих элементов на качество работы геодезических приборов. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 1997, № 1, с. 133–142.
3. Попов Н.Н., Филонов А.С., Донцов Г.А. и др. Функциональные материалы оптических модулей космических аппаратов. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2013, т. 57, № 5, с. 109–117.
4. Попов Н.Н., Филонов А.С., Донцов Г.А. и др. Перспективные функциональные градиентные оптические среды для оптических модулей космических аппаратов. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2014, т. 58, № 2, с. 124–130.
5. Афанасов Д.С., Попов Н.Н. Классификация материалов оптических и оптико-электронных приборов. – Тезисы доклада на научно-технической конф. Красноярского завода им. С.А. Зверева, 16–17 янв. 2014, с. 26–27.

nanoscale samples, is preserved up to the IR spectral region up to 950 nm (see Fig. 5), and then is kept at a level of 0.94–0.95 to a wavelength of 1150–1200 nm.

Thus, the presence of interfaces (or coherence violation) between the excess micro- and mesodimensional phases and quartz matrix reduces the transmittance ratio of working beams in the wavelength range of 394–1200 nm, most significantly in the range of 400–950 nm.

Since the composition of optical gradient-index lenses includes numerous acid and alkaline starting components in the form of oxides of chemical elements, the main factor that determines and controls the flow in the structure of all possible chemical reactions are not only binary, ternary, but also more multicomponent equilibrium phase state diagrams containing eutectic, eutectoid, and other chemical reactions [6]. They inevitably lead to micro- and meso-segregation heterogeneities of local sections of the structure.

The first experimental studies of the roughness parameters (27 parameters) of the surface of domestic quartz-based gradient-index lenses are encouraged by the extremely high sensitivity of the geometric characteristics of the material surface to changes in the external environment. The research was conducted on precision equipment by Taylor Hobson. First, the surface of the samples was subjected to inspection. Then the gradient-index lenses were exposed for a long time (up to 2000 hours) in electrolytes and their surface was inspected once again. Measurements of the roughness parameters were carried out both with respect to the initial lateral cylindrical surface of the samples, and over the grinded and polished flat segmented flat spot [9]. The overwhelming majority of parameters of roughness strongly reacts to the intensive chemical reactions occurring both on the lateral surface of gradient-index lenses and on flat spots with a depth of 0.4–0.5 mm [15].

The values of roughness parameters change by an order of magnitude after chemical reactions in the atmosphere of electrolytes: the "steepness" of the lateral cylindrical surface, after exposure to electrolytes increases a hundredfold; R_{3z} , the average arithmetic value of the third heights of profile irregularities, decreases by eight times; parameter R_{3y} decreases by a factor of nine. The values of the following roughness parameters of the lateral cylindrical surface of gradient-index lens decrease by two or more times: R_a ; R_p ; R_{da} ; R_g ; R_v ; R_t ; R_{dg} ; R_z ; R_c ; R_z (DIN); R_{dc} ; R_{vo} and R_{pc} , which, apparently, indicates the multiphase structure of the optical material of the studied gradient-index lenses.



6. **Попов Н. Н., Проходцева Л. В., Матвеев Д. С. и др.** Систематизация классов материалов оплотехники. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2014, т.58, № 5, с.104–111.
7. **Попов Н. Н., Проходцева Л. В., Андреев А. Н. и др.** Методы исследования наноструктур материалов оплотехники. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2014, т.58, № 5, с.116–124.
8. **Попов Н. Н., Голыгин Н. Х., Матвеев Д. С. и др.** Влияние структуры материалов на размерную стабильность деталей оплотехники. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2015, т.59, № 2, с. 105–115.
9. **Попов Н. Н., Голыгин Н. Х., Филонов А. С. и др.** Текстура поверхности оптических градианов силикатной основы. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2016, т.60, № 3, с.126–134.
10. **Попов Н. Н., Филонов А. С., Донцов Г. А. и др.** Строение градианов с аксиальной формой распределения показателя преломления. – Изв. вузов. "Геодезия и аэрофотосъемка", 2016, т. 60, № 4, с.119–126.
11. **Миомандр Ф., Садки С., Одебер П., Меалле-Рено.** Электрохимия. – Изд. М.: Техносфера, 2008.
12. **Малышев В. М., Румянцев Д. В. Серебро.** – М.: Metallurgizdat, 1997.
13. **Бобылев А. В.** Механические и технологические свойства металлов. Справочник. – М.: Metallurgiya, 1987.
14. **Попов Н. Н., Филонов А. С., Андреев А. Н., Матвеев Д. С., Сагалаев Д. А., Афанасов Д. С.** Строение оптических градианов со сферической формой распределения показателя преломления. – Изв. вузов "Геодезия и аэрофотосъемка". – 2017, т.61, № 1, с. 107–115.

Thus, the decoration of defects in the structure of optical gradient-index lenses under conditions of electrolytic aeration and electrochemical processes followed by a joint precision measurement of twenty-seven parameters of roughness of the lateral cylindrical surface of gradient-index lenses with RI radial and axial forms seems to be a very promising scientific basis for creating a methodology for studying the relationships of individual parameters of the surface roughness properties of gradient-index lens. The technique will make it possible to develop recommendations on the reduction of technological segregation deformation-shear defects (flaws) in the structure of domestic quartz-based gradient-index lens. It is possible to reduce the number of defects at the stage of the thermal sintering process of the initial charge-frit. To correct the geometric parameters and the mineral composition of the initial powder glass materials, one must use the form of equilibrium phase diagrams of the state of the components. These actions will lead to an increase in the transmittance ratio of laser radiation in a given spectral range of wavelengths, a decrease in the scattering of light, and the improvement of other optical-physical parameters of optical gradient-index lenses.