

На правах рукописи



БУЛАТОВ КАМИЛЬ МАРАТОВИЧ

**КОНТРОЛЬ ПОВЕДЕНИЯ ВЕЩЕСТВ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ
И ТЕМПЕРАТУРАХ МЕТОДОМ ГИПЕРСПЕКТРАЛЬНОЙ
АКУСТООПТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ**

Специальность: 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ,
материалов и изделий

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Москва – 2021

Работа выполнена в лаборатории экстремального состояния вещества ФГБУН «Научно-технологический центр уникального приборостроения Российской академии наук», г. Москва

Научный руководитель: **Зинин Павел Валентинович**, кандидат физико-математических наук

Официальные оппоненты: **Буга Сергей Геннадьевич**, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов» (г.Троицк).

Клопотов Анатолий Анатольевич, доктор физико-математических наук, профессор кафедры прикладной механики и материаловедения, ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурно-строительный университет» (г.Томск).

Защита диссертации состоится « 27 » декабря 2021 года в на заседании диссертационного совета ДС.ТПУ.13 на базе ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», по адресу: г. Томск, ул. Савиных, 7, ауд. 215.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» и на сайте: dis.tpu.ru

Автореферат разослан «10» ноября 2021 г.

Учёный секретарь

диссертационного совета

к.т.н., доцент



Шевелева Е.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Исследования поведения вещества в экстремальных условиях интересны как для фундаментальной науки, так и для решения прикладных задач. Разработка методов получения первых искусственных алмазов послужила началом развития техники высоких давлений и привела к их широкому применению в промышленности. Дальнейшее развитие техники высокого давления дало толчок исследованиям в области физики и химии высоких давлений: изучению фазовых переходов, получению драгоценных камней, новых металлов и магнетики, разработкам в геологии, биологии и т.п. В частности, успехи в развитии методов высоких давлений позволили построить модель внутреннего строения Земли и получить первые представления о процессах, происходящих в ядре Земли.

Лазерный нагрев в ячейках высокого давления является единственной экспериментальной техникой создания экстремальных статических давлений ($P < 500$ ГПа) и температур ($T < 6000$ К), поэтому широко применяется в исследованиях внутренней структуры Земли, при изучении фазовых переходов при высоких давлениях, а также для синтеза новых сверхтвёрдых материалов.

Для исследования образцов при высоких статических давлениях и температурах используются ячейки с алмазными наковальнями (diamond anvil cell, DAC). Алмазные наковальни слабо поглощают электромагнитное излучение в широком диапазоне энергий, включая оптическую и инфракрасную части спектра, и практически прозрачны для рентгеновских лучей. Эти особенности превращают алмазные наковальни в уникальный инструмент для изучения минеральных фаз глубоких недр Земли, а также для исследований фазовых переходов при высоких давлениях.

Для нагрева вещества в ячейках высокого давления (laser heating, LH-DAC) используется сфокусированный непрерывный инфракрасный лазер с длиной волны около одного микрона и мощностью 10–200 Вт. LH-DAC является одним из наиболее фундаментальных инструментов в арсенале физики высоких давлений. Системы лазерного нагрева используются в большинстве лабораторий, занимающихся исследованиями в области физики, геофизики и химии при высоких давлениях.

Контроль температуры в образце достигается путём измерения спектра теплового излучения, испускаемого образцом во время лазерного нагрева. Последующая подгонка экспериментально измеренного спектра и теоретической кривой теплового излучения (закон Планка) позволяет определить температуру в образце, созданную лазерным нагревом. К сожалению, распределение температуры в области нагрева лазерным излучением очень неоднородно, и стандартный метод определения температуры в образце с использованием дифракционного спектрометра даёт лишь усреднённую температуру.

Дальнейший прогресс в исследованиях физики высоких давлений и физики минералов, в частности контроль теплопроводности, контроль температуры плавления материалов в экстремальных условиях, тесно связан с развитием методов LH-DAC, в частности с возможностью контроля распределения температуры и излучательной способностью образца в алмазной наковальне при

лазерном нагреве. Попытки измерения распределения температуры по поверхности образца с использованием четырёх изображений, полученных на 4 длинах волн (четырёх-цветный метод измерения), не получили распространения. Это связано со сложностью юстировки, высокой стоимостью такой системы и значительной статистической погрешностью. В 2016 г. в Научно-технологическом центре уникального приборостроения Российской академии наук (НТЦ УП РАН) был предложен новый метод контроля распределения температуры, основанный на использовании двойного акустооптического видео-спектрометра (tandem acousto-optical filter, TAOF).

В диссертационной работе продемонстрирована эффективность нового подхода к контролю распределения температуры и лазерного излучения на поверхности образца при высоких давлениях и температурах акустооптическим видео-спектрометром. Устройства данного типа отличаются высоким спектральным разрешением, достаточно широким диапазоном перестройки по спектру, произвольной спектральной адресацией, высоким качеством изображения, высоким быстродействием отстройки, отсутствием подвижных элементов. Главное, в этом методе то, что температура в каждой точке нагретого лазером тела определяется по большому набору экспериментальных точек на кривой Планка, что приводит к высокой точности определения температуры. **Объектом исследования** является поведение веществ при высоких давлениях и температурах.

Предметом исследования являются методы гиперспектральной акустооптической спектрометрии для контроля поведения вещества в экстремальных условиях.

Цель работы – разработка методов гиперспектральной акустооптической спектроскопии для контроля поведения вещества в ячейке высокого давления в процессе лазерного нагрева. А именно: (а) контроля распределения температуры, (б) контроля распределения интенсивности лазера на поверхности нагреваемых тел, (в) наблюдения динамики плавления, (г) контроля статической теплопроводности металлов при высоких давлениях, а также (д) исследования фазовых переходов материалов при высоких давлениях и температурах.

Основные задачи исследования:

- проведение анализа современных методов и способов контроля поведения веществ при высоких давлениях и температурах;
- разработка схемы лазерного нагрева образцов в ячейке высокого давления, в которой система лазерного нагрева и оптическая система измерения распределения температуры разделены;
- разработка метода контроля фокусировки ИК лазерного излучения в ячейках высокого давления путём визуализации при помощи акустооптического фильтра (ТАОФ);
- разработка метода определения температуры плавления на основе спекл-интерферометрии;
- разработка многофункциональной установки измерения комбинационного рассеяния совместно с лазерным нагревом в ячейках высокого давления;

– разработка метода контроля статической теплопроводности образцов в ячейке высокого давления на основе гиперспектральной акустооптической спектроскопии;

– апробация разработанных методов на Fe, В-С, W, системе нанодIAMONДОВ и Ni, при высоких давлениях и температурах.

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что:

1. Предложена новая схема и проведено моделирование системы лазерного нагрева образцов DAC, в которой лазерный нагрев и система оптического наблюдения объекта и система измерения распределения температуры поверхности нагретого лазером образца разделены. Это обеспечивает возможность юстировки оптической системы получения гиперспектральных изображений независимо от юстировки ИК лазера, а также позволяет получить оптимальное пятно ИК лазера на образце путём использования подвижной линзы с фокусным расстоянием 30-40 мм.

2. Впервые продемонстрировано, что совмещение системы LH-DAC с TAOF (LH-DAC-TAOF) позволяет одновременно контролировать (а) относительное инфракрасное (ИК, 1070 нм) распределение мощности на поверхности образца в DAC; (б) распределение температуры при лазерном нагреве образца под высоким давлением в DAC.

3. Впервые предложена новая формулировка метода наименьших квадратов для закона Планка, что позволило свести двухмерный поиск минимума суммы квадратов отклонений к одномерному, а также значительно уменьшить время обработки экспериментальных данных и улучшить точность контроля распределения температуры в области лазерного нагрева.

4. Впервые предложен дистанционный метод контроля температуры плавления исследуемых веществ в DAC на основе спекл-интерферометрии.

5. Впервые предложен способ измерения статической теплопроводности материалов при высоких давлениях и температурах на основе гиперспектральной акустооптической спектроскопии, основанный на одновременном контроле профиля лазерного интенсивности лазерного пучка и профиля распределения температуры на поверхности нагретого вещества.

6. Разработана многофункциональная установка измерения комбинационного рассеяния в ячейках высокого давления совместно с лазерным нагревом для контроля фазовых переходов материалов при высоких давлениях.

7. Разработано мультипоточное программное обеспечение в среде Matlab, позволяющее проводить контроль распределения абсолютной температуры и лазерного излучения на основе гиперспектральных данных, а также проводить анализ статистической погрешности при расчете температуры.

Практическая значимость работы. Разработанные в диссертационной работе методы гиперспектральной визуализации процессов, происходящих с веществом при высоких давлениях и температурах, позволяют исследовать динамику плавления твёрдых веществ, контролировать теплопроводность веществ при высоких давлениях и температурах, что было невозможно в прошлом.

Возможность контроля неоднородного распределения температуры важна при различных технологических процессах, включая лазерную сварку и лазерную обработку поверхности материалов. Предложенный метод также может быть

применён для исследования процессов на Солнце и при извержении вулканов. Прогресс в разработке новых типов многоэлементных высокочувствительных матричных фотоприемников, а также изображающих акустооптических фильтров, способных работать в видимых диапазонах спектра оптического излучения, открывает новые перспективы для дальнейшего развития методов полихроматической пирометрии.

Разработанный в диссертации математический аппарат и компьютерная программа могут быть использованы при дистанционном контроле температуры веществ с неизвестным коэффициентом излучения.

Методы исследования. При проведении экспериментальных исследований по контролю теплопроводности железа в экстремальных условиях, по контролю фазовых переходов систем В-С, по нагреву системы наноалмазов и Ni, при контроле температуры плавления, изучении структуры фокуса лазерного пятна в DAC использовались методы лазерного нагрева, спектральной пирометрии и КР в ячейках высокого давления.

Для моделирования и цифровой обработки полученных экспериментальных данных использовался пакет Matlab и языки программирования C++, C#.

Положения, выносимые на защиту:

1. Разработанный метод поляризационного разделения системы лазерного нагрева и оптической системы, сопряжённой с ТАOF и позволяющей контролировать распределение температуры на поверхности вещества, находящегося в алмазной наковальне при высоких давлениях, обеспечивает возможность изменения пятна нагрева от 5 мкм до 100 мкм.

2. Разработанный математический метод контроля абсолютной температуры серого тела на основе одномерной минимизации метода наименьших квадратов для закона Планка увеличивает скорость вычисления более чем в 100 раз. Предложенный метод был использован в программном обеспечении (ПО), написанном автором диссертационной работы, для расчёта температур.

3. Разработанный метод контроля распределения интенсивности излучения ИК лазера на поверхности образца в DAC с использованием ТАOF был применен: 1) для выбора оптимального положения фокусированного лазерного излучения в DAC, 2) для одновременного контроля как распределения температуры, так и распределения лазерного излучения и был апробирован на Pt, находящейся в DAC под давлением 40 ГПа.

4. Разработанный метод бесконтактного контроля температуры начала плавления на основе спекл-интерферометрии, был апробирован при контроле точки плавления вольфрама.

5. Разработанная многофункциональная установка контроля комбинационного рассеяния, совмещённая с установкой LH-DAC-TAOF, позволяющая контролировать спектр КР с точностью до $\Delta\nu=1\text{ см}^{-1}$, была применена для контроля фазовых переходов в В-С системах.

6. Разработанный метод контроля статической теплопроводности образцов в ячейке высокого давления был использован для контроля теплопроводности Fe при давлении 54 ГПа и температуре 2200 К.

Личный вклад автора. Все исследования, результаты которых изложены в диссертационной работе, были проведены автором лично. Во всех совместных

работах, которые выполнены в соавторстве, автор участвовал в формулировке цели и задачи исследования, в разработке методов и их применении, в проведении эксперимента, а также проводил обработку и анализ результатов. Из совместных работ включен тот материал, который принадлежит непосредственно соискателю, заимствованный материал представлен в работе ссылками.

Достоверность результатов обеспечивается а) совокупностью больших объемов экспериментальных данных, которые были получены на УНУ «Исследования вещества при экстремальных давлениях и температурах», включающей в себя сертифицированные приборы ведущих мировых производителей ImageSource, Hamamatsu, Solar System, GeoHeat, Thorlabs, а также НТЦ УП РАН; б) корреляцией экспериментальных результатов с теоретическими расчетами; в) использованием нескольких методов.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы были представлены на российских и международных научных конференциях: международная конференция «Акустооптические и радиолокационные методы измерений и обработки информации» (Суздаль, 2018), международная научно-техническая конференция «Оптические методы исследования потоков» (МЭИ, 2019), 20-я международная конференция «Conference on Photoacoustic and Photothermal Phenomena» (Москва, 2019), «Interaction of Intense Energy Fluxes with Matter March» (Эльбрус, 2018-2019), третья международная молодежная конференция «Информационные технологии и технологии коммуникации: современные достижения» (Астрахань, 2019).

Отдельные результаты диссертационной работы получены в рамках проведения исследований, поддержанных РФФИ (проект 18-35-20047), РФФИ (проект 17-12-01535).

За работы, которые являются частью диссертационного исследования, автору присуждены стипендии Президента Российской Федерации и Правительства Российской Федерации молодым учёным и аспирантам 2018-2020 гг.

Публикации: по тематике диссертационного исследования опубликовано 15 работ, в т.ч. 8 публикаций в изданиях, индексируемых в базах данных Scopus и Web of Science, 1 свидетельство на регистрацию программы ЭВМ.

Объем и структура диссертационной работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и библиографии. Общий объем диссертации 131 страница, включая 63 рисунок и 2 таблицы. Библиография включает 106 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** обоснована актуальность темы диссертации, научная новизна и практическая значимость, а также формулируются цели работы. На основе сформулированных целей поставлены основные задачи исследований и представлены основные положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** даётся обзор литературы методов контроля вещества при высоком давлении и температурах. Проводится анализ области применения поведения веществ в DAC, описываются известные методы лазерного нагрева вещества в ячейках высокого давления, особое внимание уделяется типам лазеров нагрева и устройству ячеек высокого давления, описаны известные методы дистанционного зондирования температур в ячейках высокого давления, а также

их преимущества и недостатки. Рассмотрены методы пространственного распределения температуры. Проведена оценка возможностей применения методов для контроля поведения вещества при высоких давлениях и температурах. Описан принцип работы акустооптического фильтра. В основе АО-приборов лежит физический процесс дифракции света на возмущениях среды, создаваемых акустической волной. Возникающие изменения показателя преломления вследствие упруго-оптического эффекта создают в среде распределённую пространственно-периодическую фазовую структуру, представляющую собой объёмную дифракционную решётку, которая оказывает влияние на распространение света. На основе выполненного обзора литературы сделан вывод, что в настоящее время единственным достоверным методом контроля термодинамической температуры в ячейках высокого давления является метод получения распределения температуры на основе обработки оптических гиперспектральных данных области нагрева.

Вторая глава посвящена разработке многофункциональной схемы лазерного нагрева в DAC с ТАОФ и методу дистанционного контроля распределения температур в ячейках высокого давления с использованием ТАОФ. Принципиальная схема разработанной экспериментальной установки для изучения распределения термодинамической температуры, ключевым элементом которой является ТАОФ представлена на рисунке 1.

Лазерный нагрев осуществляется при помощи волоконного лазера fiber laser 1064, излучение которого юстируется посредством двух зеркал M1, M2, проходит через формирователь π -Shaper и фокусируется на образце линзой L6. При этом на образец попадает поляризованное излучение, т.к спонтанное излучение лазера проходит через поляризационный куб PBS1, часть которого попадает на поглотитель ИК излучения LB1. DAC устанавливается на трехкоординатный моторизованный столик. Тепловое излучение от нагретого образца собирается объективом OBJ x20 и попадает в ТАОФ. В результате акустооптического взаимодействия излучение, удовлетворяющее условию Брэгга, меняет свою линейную поляризацию, выделенную входным поляризатором ТАОФ, на ортогональную и проходит через выходной поляризатор. Прошедшее через ТАОФ излучение фокусируется линзой L1 на матрицу видеокамеры Cam. Изменяя частоту f акустической волны, пьезоэлектрически возбуждаемой в ТАОФ по командам персонального компьютера, можно перестраивать период дифракционной решётки и получать изображение объекта на произвольной задаваемой длине волны λ в диапазоне 650-1000 нм. Избыточное отражённое лазерное излучение высокой интенсивности обрезаются узкополосным фильтром (1064 nm line filter). Оптические ветви с подсветкой во время проведения экспериментов отключаются посредством смещения светоделителей BS1, BS2 с оптической оси для увеличения интенсивности оптического сигнала и исключения паразитной засветки.

В схеме установлен лазер с длиной волны 532 нм с дополнительным узкополосным фильтром 532 nm line filter. Его излучение направляется на отражающий фильтр M5 при помощи юстировочных зеркал M10, M9. Данный фильтр обеспечивает отражение только излучения в диапазоне 530 – 534 нм (отражается только излучение лазера).

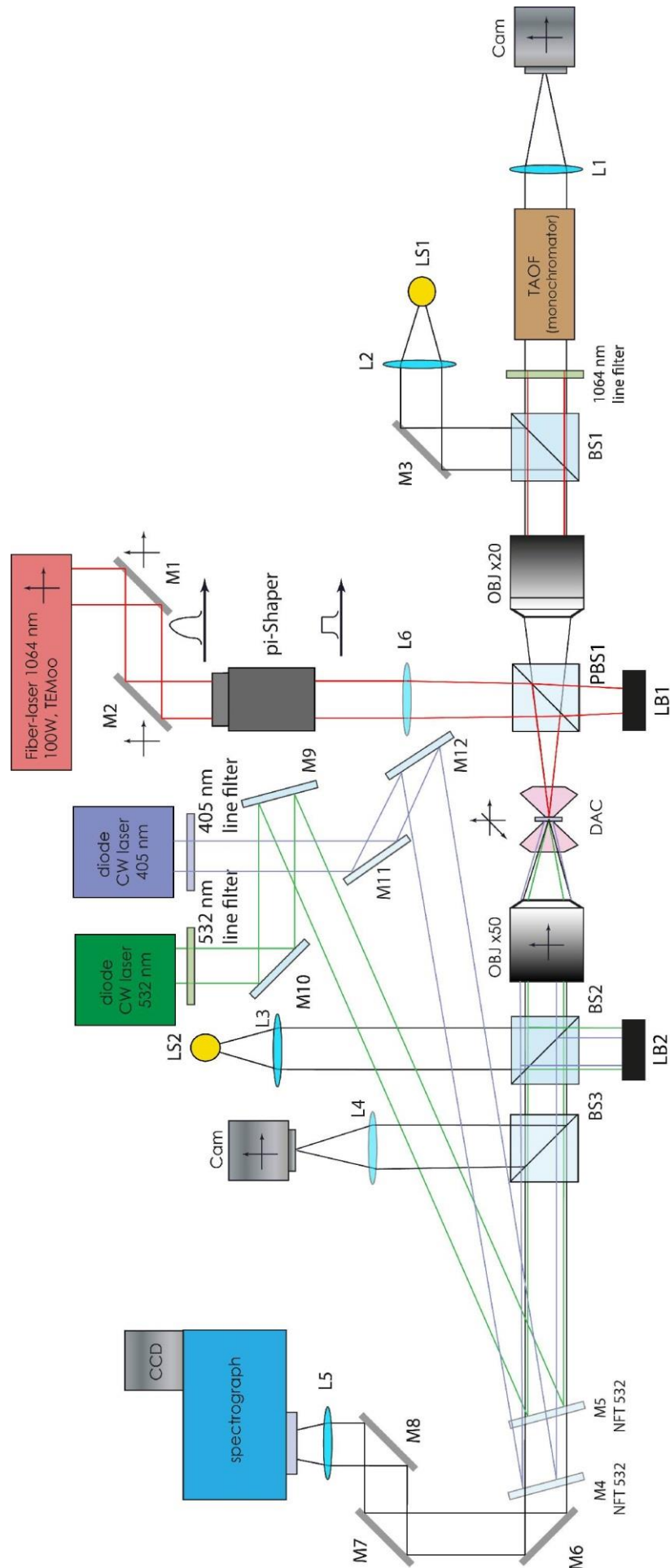


Рисунок 1 – Принципиальная схема LH DAC.

Отражённое излучение от фильтра М5 фокусируется на образце в ДАС при помощи объектива OBJ x50 с большим рабочим отрезком. Комбинационное излучение образца, флуоресценция и отражённое лазерное излучение собираются OBJ x50 и проходят через фильтр М5, который пропускает через себя только излучение КР и флуоресценции, но не пропускает отраженный луч лазера и Рэлеевское рассеяние. При помощи юстировочных зеркал М6, М7, М8 и цилиндрической линзы L5 излучение фокусируется на входную щель дифракционного спектрометра Solar M266 и собирается на охлаждаемой ПЗС матрице CCD.

Для образцов с высоким уровнем флуоресценции был использован лазер 405 нм, его спектральная чистота обеспечивается дополнительным фильтром (405 nm line filter). Излучение лазера при помощи юстировочных зеркал М11, М12 направляется на отражающий фильтр М4. Данный фильтр обеспечивает отражение только излучения в диапазоне 400–410. Отражённое от фильтра М4 излучение фокусируется на образце в ДАС при помощи объектива OBJ x50 с большим рабочим отрезком. Комбинационное излучение образца, флуоресценция и отраженное лазерное излучение собираются OBJ x50 и проходят через фильтр М4, который пропускает через себя только излучение КР и флуоресценцию. Затем рассеянный на образце свет попадает в спектрометр и регистрируется. Благодаря тому, что фильтры М4 и М5 стоят на откидывающихся держателях (Flip Mounts), измерения спектров КР на двух разных возбуждающих длинах волн можно проводить независимо друг от друга. Подсветка образца осуществляется системой, состоящей из источника света LS2, линзы L3, светоотражающего кубика BS2 и поглотителя излучения LB2. При этом сам образец можно наблюдать посредством оптической системы, состоящей из камеры Cam, линзы L4 и светоделителя BS3.

В главе также приводится описание нового метода обработки экспериментальных данных для получения распределения температуры на поверхности вещества, нагреваемого лазером. Температуру нагретого вещества можно контролировать посредством измерения спектральной плотности излучения, испускаемого образцом, и подгонки экспериментальных данных к уравнению Планка серого тела (1):

$$I(\lambda, \varepsilon, T) = \varepsilon g(\lambda, T), \text{ где } g(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^5 (\exp(\frac{c_2}{\lambda T}) - 1)}, \quad (1)$$

где I – спектральная интенсивность, ε – излучательная способность образца, λ – длина волны, T – температура, а c_1 и c_2 – физические константы ($c_1 = 2\pi c^2$, $c_2 = hc / k = 0,01432 \text{ м} \cdot \text{К}$), c – скорость света, h – постоянная Планка, а k – постоянная Больцмана. Стандартный метод определения температуры по экспериментально определенным $I(\lambda_i)$ данным заключается в использовании подгонки по методу наименьших квадратов (МНК), т.е. нахождении таких значений, как T_0 и ε_0 , при которых функция $S(\varepsilon, T)$ минимальна (2):

$$S(\varepsilon, T) = \sum_{i=1}^N [I(\lambda_i) - \varepsilon g(\lambda_i, T)]^2, \quad (2)$$

где $S(\varepsilon, T)$ сумма квадратов отклонения, номер длины волны, на которой производилось измерение интенсивности излучения серого тела, N – количество

измерений. Для уменьшения времени расчёта ε_0 и T_0 , была предложена новая процедура поиска минимума функции (2) методом наименьших квадратов. Она основана на том факте, что коэффициент теплового излучения ε в выражении (1) является линейным параметром. Как следует из теоремы о необходимом условии существования экстремума непрерывной функции, $S(T, \varepsilon)$ имеет минимум при таких значениях T_0 и ε_0 , при которых выполняются следующие условия: $\partial S / \partial \varepsilon |_{\varepsilon = \varepsilon_0, T = T_0} = 0$, $\partial S / \partial T |_{\varepsilon = \varepsilon_0, T = T_0} = 0$. Решение первого уравнения даёт значение ε в минимуме при заданном значении температуры:

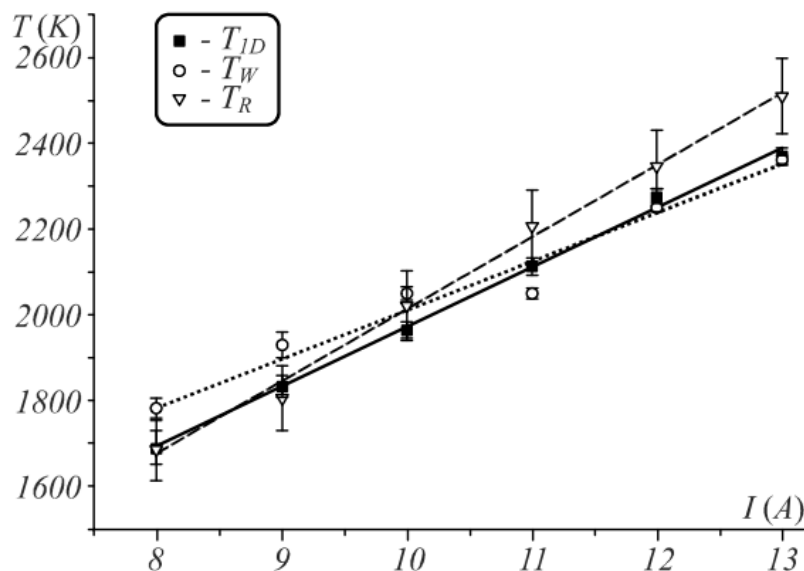
$$\varepsilon = \frac{\sum_{i=1}^N [I(\lambda_i) \cdot g(\lambda_i, T)]}{\sum_{i=1}^N [g^2(\lambda_i, T)]} \quad (3)$$

Чтобы получить значение T_0 , можно использовать уравнение $\partial S / \partial T |_{\varepsilon = \varepsilon_0, T = T_0} = 0$. Действительно, подставив выражение (3) в уравнение (2), получаем:

$$S(T) = \sum_1^N \left[I(\lambda_i) - \frac{\sum_{i=1}^N [I(\lambda_i) \cdot g(\lambda_i, T)]}{\sum_{i=1}^N [g^2(\lambda_i, T)]} \cdot g(\lambda_i, T) \right]^2. \quad (4)$$

В выражении (4) функция $S(T)$ зависит только от одного параметра – температуры. Это означает, что описанная выше процедура сводит двумерную нелинейную минимизацию функции (2) к одномерному поиску минимума функции (4). Это приводит к значительному сокращению времени расчёта температуры, что особенно важно для изучения распределения температуры нагретой лазером поверхностью, а также корректному вычислению ошибки эксперимента.

Для проверки работоспособности и точности метода контроля температуры использована температурная лампа СИ6-100. Зависимость средней термодинамической температуры поверхности вольфрама в инертном газе от силы тока представлена на рисунке 2. Видно, что значения температуры, определенной с использованием предложенной процедуры МНК, хорошо согласуются со значениями температур, полученными из эксперимента по контактному нагреву, но хуже согласуются со значениями, определяемыми методом Вина.



исунок 2 – Сравнение значений температур, полученных методов одномерной минимизации T_{ID} , метода Вина T_w и контактного контроля температуры T_R лампы СИ6-100.

По результатам экспериментов лазерного нагрева вольфрама в инертном газе была проведена оценка статистической погрешности контроля температуры в диапазоне температур 1100-3300 К и при излучательной способности 0.39, которая составила ± 70 К. На рисунке 3 показано поведение функции суммы квадратов отклонений $S(T)$ при температуре 2033 К. Анализ полученных экспериментальных данных позволил установить, что метод применим для лазерного нагрева в ячейках высокого давления.

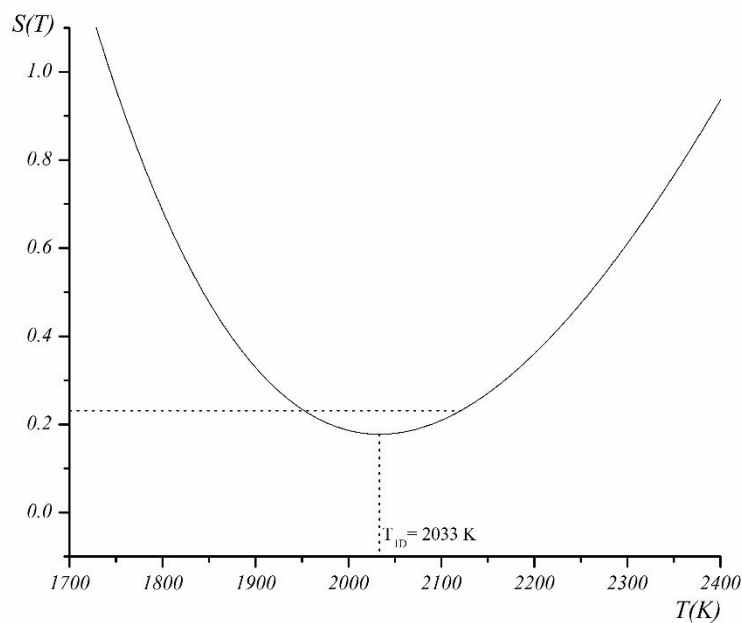


Рисунок 3 – Функция $S(T)$, с минимумом при $T = 2033$ К.

Было проведено моделирование установки LH DAC TAOF с разделённой системой фокусировки с последующим её внедрением в установку контроля поведения вещества в экстремальных условиях с целью независимой фокусировки лазерного излучения и системы TAOF. Система нагрева образцов в ячейке высокого давления, в которой система лазерного нагрева и оптическая система измерения распределения температуры разделены, представлена на рисунке 4.

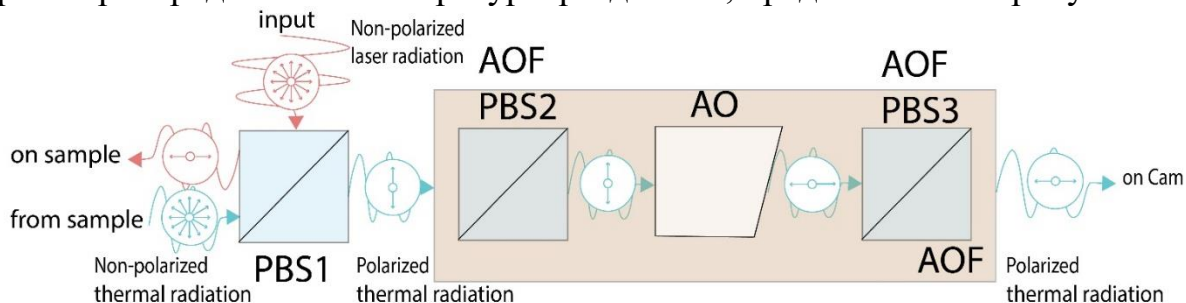


Рисунок 4 – Принципиальная схема разделения поляризаций при лазерном нагреве.

В завершении главы поднят вопрос о возможности контроля фазовых превращений веществ под действием лазерного нагрева методом ИК. Для контроля фазовых переходов в В-С системе при высоких давлениях и температурах требуется комбинация методов, позволяющих контролировать как температуру,

так и сам фазовый переход. Наиболее точным и простым методом контроля фазового перехода является метод комбинационного рассеяния. В работе показано, что совместное применение методов ТАОФ и КР предоставляет эффективное средство для контроля фазовых переходов в В-С системе при высоких давлениях и температурах.

В итоге многофункциональный стенд позволяет:

- 1) исследовать структуру вещества методом КР света с использованием двух лазеров, работающих на длинах волн 532 и 405 нм;
- 2) проводить сканирование структуры образца с использованием КР сигнала;
- 3) использовать поляризаторы для ввода лазерного излучения и увеличения интенсивности сигнала на детекторе, что ведёт к повышению точности измерения;
- 4) направить луч нагревающего лазера на образец, минуя объектив оптической системы;
- 5) контролировать распределение интенсивности лазерного луча на образце, используя ТАОФ;
- 6) осуществлять контроль плавления металлов методом спекл-интерферометрии;
- 7) контролировать теплопроводность металлов при высоких давлениях и температурах.

В главе 3 описан метод контроля распределения интенсивности лазерного излучения на поверхности нагреваемого образца. Метод основан на фильтрации приходящего излучения с поверхности образца при помощи ТАОФ с перестройкой на длину волны лазерного излучения, нагревающего образец. На рисунке 5 представлены измерения распределения интенсивности лазерного излучения в зависимости от положения фокуса.

Предложенный метод может быть использован для контроля степени фокусировки излучения ИК лазера в ячейках высокого давления при помощи π -формирователя. На рисунке 6а представлена зависимость интенсивности лазерного луча на поверхности нагреваемого твёрдого тела как функция позиции фокуса объектива. Видно, что глубина ИК фокуса составляет 200 мкм, когда положение π -формирователя фиксируется в положении – 4 мм.

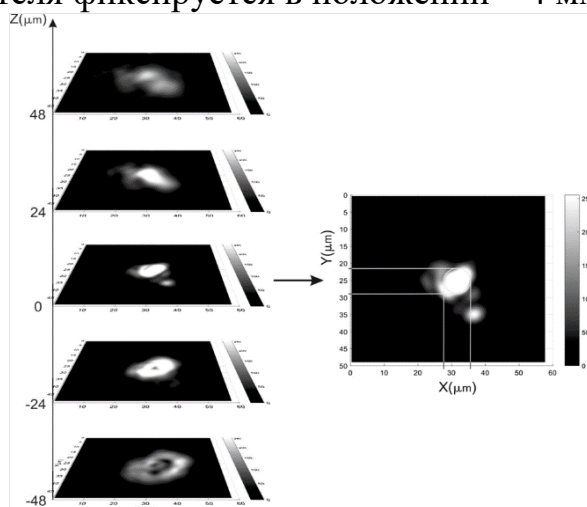


Рисунок 5 – Боковые сканы лазерного луча с длиной волны 1070 нм, снятые ТАОФ на длине волны 1038 нм, в разных положениях z без π -формирователя. Положение $z = 0$ соответствует фокусировке лазера на поверхности пластины Pt.

При этом излучение сфокусировано за образцом, что позволяет не разрушить ДАС. На рисунке 6 б показано распределение интенсивности ИК лазерного излучения на стальной прокладке при положении π -формирователя – 3 мм. Как видно из графика, фокус ИК лазера находится перед образцом, внутри алмазной наковальни, что может привести к разрушению наковальни в процессе ЛН.

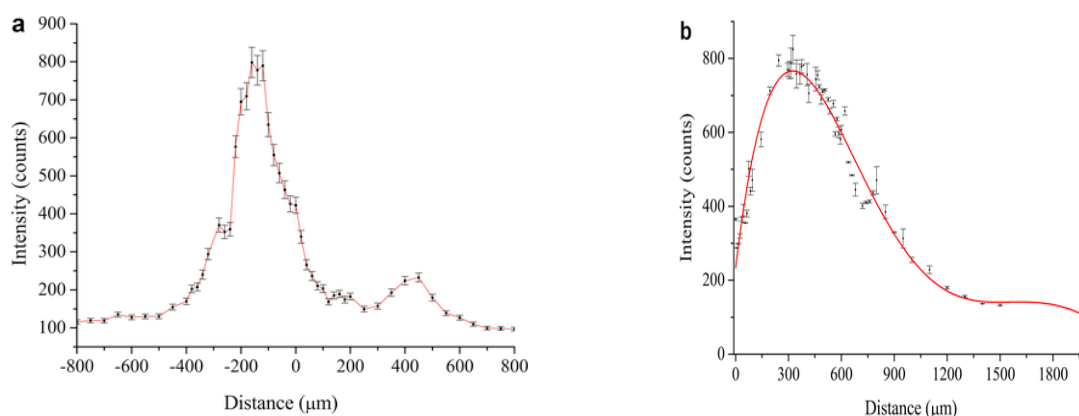


Рисунок 6 – Распределение интенсивности ИК лазерного излучения на стальной прокладке в ячейке высокого давления при 1 ГПа, как функция расфокусировки, когда настройка π -формирователя составляет а) –4 мм; б) 3 мм. Нулевое положение совпадает с фокальной плоскостью оптической системы.

Глава 4 содержит описание нового метода, позволяющего контролировать температуру плавления веществ в ячейках высокого давления. Он базируется на определении температуры плавления веществ на основе изменения спекл-картин лазерного излучения, полученных при помощи ТАOF. Метод спекл-интерферометрии широко используется для регистрации изменений микрорельефа поверхности нагреваемого тела. Изменения спекл-изображений могут быть вызваны как внутренними массопереносами, так и механическими или акустическими воздействиями. Для анализа возможности контроля температуры плавления по спекл-картинам было рассмотрено поведение спеклов в зависимости от температуры при нагревании лазерным излучением титановой и вольфрамовой пластины в вакууме. Для этого требовалось разработать и реализовать схему эксперимента и цифровой обработки спекл-картин во время нагрева. На рисунке 7 представлено поведение спекл-картин при плавлении титана.

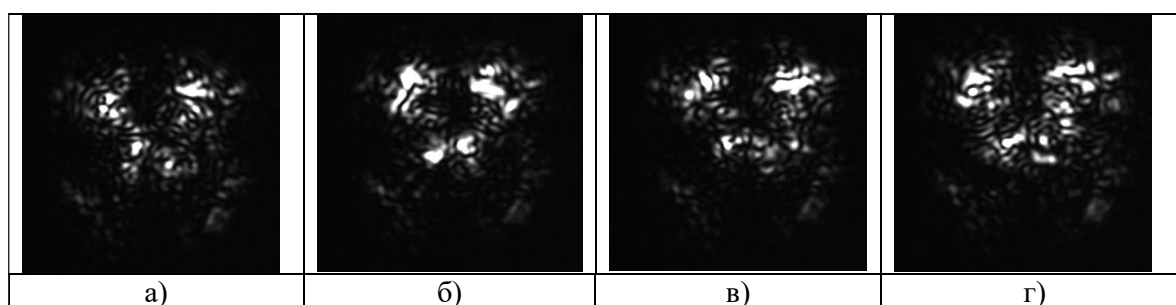


Рисунок 7 – Распределение отражённого лазерного пучка (1050 нм) мощностью 13 Вт от поверхности титановой плиты в зависимости от времени: (а) 1 с; (б) 2 с; (в); 3 с; (г) 4 с. Экспозиция камеры 0,05 с, размер изображения 160x163 мкм.

В главе 5 описывается применение изложенных выше методов ТАОФ для контроля теплопроводности материалов, находящихся в ячейках высокого давления. Теплопроводность планетарных материалов в экстремальных условиях является важным входным параметром для моделирования динамики планет, таким как аккреция, геодинамическое и магнитное развитие полей, тектоника плит, процессы, связанные с вулканизмом и т.д. Однако известные прямые методы контроля теплопроводности в экстремальных условиях остаются сложными, а полученные результаты противоречивыми.

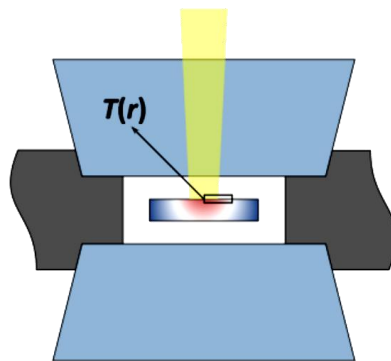


Рисунок 8 – Схематическое изображение метода для непосредственного контроля теплопроводности в LH DAC.

В главе описывается новая методика контроля теплопроводности образца в ячейке высокого давления, основанная на радиальном распределении температуры вокруг лазерного фокального пятна, отображаемого с помощью двойного акустооптического перестраиваемого фильтра. В проведенном эксперименте была измерена теплопроводность Fe в условиях, относящихся к ядрам планет земной группы (Рисунок 8). Показано, что новая методика предоставляет информацию о тепловых потоках в образце, нагретом лазером в существующих установках статического нагрева, и не требует сложного динамического численного моделирования теплоемкостей, что требуется в установках, использующих динамический импульсный нагрев.

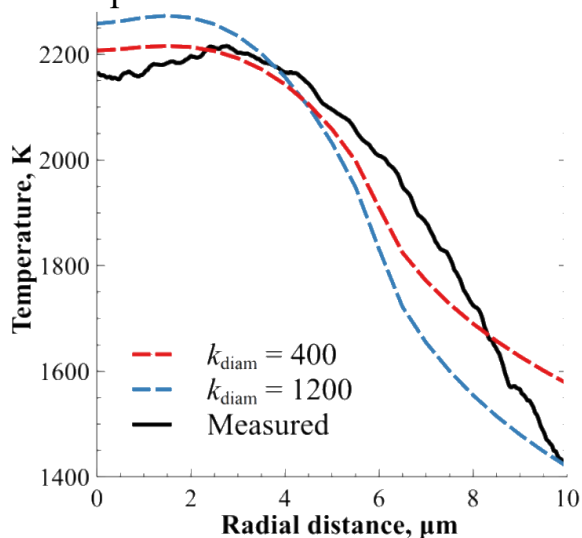


Рисунок 9 – Радиально усредненное распределение температуры как функция расстояния от фокуса лазера, полученное в эксперименте (черная линия) с использованием численного моделирования (красная линия предполагает теплопроводность алмаза $400 \text{ Вт}\cdot\text{м}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$, голубая – $1200 \text{ Вт}\cdot\text{м}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$).

На рисунке 9 представлены данные, полученные в эксперименте при нагреве γ -Fe в алмазной наковальне при давлении 50 ГПа. Использование получения распределения абсолютной температуры при помощи ТАОФ для экспериментов лазерного нагрева может значительно улучшить чувствительность и точность прямых измерений теплопроводности в экстремальных условиях.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

1. Проведён анализ бесконтактных методов контроля распределения температур поверхности объектов с возможностью их применения для ячеек высокого давления.

2. В работе впервые была предложена новая процедура решения задачи получения температуры из экспериментальных данных методом МНК. Новая процедура сводит двумерную нелинейную минимизацию функции к одномерному поиску минимума функции МНК.

3. Проведено моделирование схемы системы нагрева образцов в DAC, в которой система лазерного нагрева и система контроля температуры разделены. Показано, что такая установка обладает двумя преимуществами. Во-первых, юстировка оптической системы измерения гиперспектра проводится независимо от юстировки ИК лазера. Во-вторых, использование подвижной линзы с фокусным расстоянием 30-40 мм позволяет получить оптимальное пятно ИК лазера на образце.

4. Впервые предложен основанный на методе ТАОФ метод одновременного контроля распределения интенсивности ИК лазера на образце в DAC и распределения температуры.

5. Впервые предложен метод контроля температуры плавления на основе спекл-интерферометрии в ячейках высокого давления.

6. Впервые разработана установка контроля комбинационного рассеяния в ячейках высокого давления совместно с лазерным нагревом и измерением температуры при помощи ТАОФ. Показано, что спектр КР измеряется с точностью $\Delta\nu = 2 \text{ см}^{-1}$ при возбуждении лазерным излучением с длиной волны $\lambda = 532 \text{ нм}$ и $\Delta\nu = 1 \text{ см}^{-1}$ при возбуждении лазерным излучением с длиной волны $\lambda = 405 \text{ нм}$.

7. На основе проведенных экспериментов по лазерному нагреву бор-углеродных систем в DAC, при давлении $P = 25 \text{ ГПа}$ и $T = 2400 \text{ К}$, подтвержден фазовый переход графитоподобной фазы в алмазоподобную. Методом LH DAC была подтверждена зона нестабильности алмаза в диапазоне давлений 55-115 ГПа при температуре 2400 К.

8. Апробирован метод контроля теплопроводности при высоких давлениях и температурах. Также представлены результаты для γ -Fe в условиях, схожих с ядрами планет Земной группы ($\sim 50 \text{ ГПа}$, $\sim 2000 \text{ К}$). Теплопроводность составляет $50 \pm 10 \text{ Вт}\cdot\text{м}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$, что согласуется с более ранними оценками по импульсным измерениям.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА

Публикации в научных изданиях, индексируемых в WoS и Scopus

- 1) **К.М. Bulatov**, Y.V. Mantrova, A.A. Bykov, M.I. Gaponov, P.V. Zinin, A.S. Machikhin, I. A. Troyan, V.I. Batshev, I. B. Kutuza, V.Y. Fominski, V. B. Prakapenka, S.K. Sharma. Multi-spectral image processing for the measurement of spatial temperature distribution on the surface of the laser heated microscopic object // *Computer Optics* – 2017. v. 41, P. 864-868.
- 2) M.Y. Popov, V.D. Churkin, B.A. Kulnitskiy, A.N. Kirichenko, **К.М. Bulatov**, A.A. Bykov, P.V. Zinin, V. Blank. Transformation of diamond to fullerene-type onions at pressure 70 GPa and temperature 2400 K // *Nanotechnology*. – 2020. v. 31; DOI: 10.1088/1361-6528/ab8b8f.
- 3) **К. М. Bulatov**, P.V. Zinin, Y.V. Mantrova, A. A. Bykov, M.I. Gaponov, A. S. Machikhin, I. A. Troyan, I. B. Kutuza. Simultaneous measurements of the two dimensional distribution of infrared laser intensity and temperature in a diamond anvil cell for geophysical applications // *Comptes rendus Geoscience*. – 2019. v. 351, p. 286-294; doi:10.1016/j.crte.2018.06.011.
- 4) Филоненко В.П., Ножкина А.В., Романов Р.И., Зинин П.В., Титов С.А., Ломоносов А.М., Пупырев П.Д., **Булатов К.М.**, Быков А.А., Анохин А.С., Кутуза И.Б., Троян И.А., Фоминский В.Ю. // *Стекло и керамика*. – 2017. № 12. С. 15-20.
- 5) A.A. Bykov, I.B. Kutuza, P.V. Zinin, A.S. Machikhin, I.A. Troyan, **К.М. Bulatov**, V.I. Batshev, Y.V. Mantrova, M.I. Gaponov, V.B. Prakapenka, S.K. Sharma. Combined laser heating, and tandem acoustooptical filter for 2-D temperature distribution on the surface of the heated microobject // *J. Phys. Conf.* – 2018. Ser. 946 012085.
- 6) **Bulatov, К.М.**, P.V. Zinin, and A.A. Bykov, Determination of the Melting Point of Solids by the Imaging Acousto-Optical Filter // *Journal of Surface Investigation X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. – 2020. v. 14(5), p. 1092-1096.
- 7) P.V. Zinin, A.V. Nozhkina, R.I. Romanov, V.P. Filonenko, S. Titov, I. Trojan, V.Y. Fominski, **К.М. Bulatov**, A.A. Bykov, I.B. Kutuza, A. Anohin, A.M. Lomonosov. Synthesis, Characterization of Elastic and Electrical Properties of Diamond-like BC_x Nano-Phases Synthesized under High and Low Pressures // *MRS Advances*. – 2018. v. 3, p. 45-52; doi:10.1557/adv.2018.5
- 8) **Bulatov, К.М.**, et al., Measurement of thermal conductivity in laser-heated diamond anvil cell using radial temperature distribution // *High Pressure Research*. – 2020: p. 1-10.

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ

- 9) **К.М. Булатов**, А.А. Быков, М.И. Гапонов, П.В. Зинин, И.Б. Кутуза, А.С. Мачихин, Ю.В. Мантрова. Разработка методов изучения поведения вещества в экстремальных условиях: высокие давления и температуры // *Физические основы приборостроения*. – 2017 Т.6(3), – С. 72-82.

Публикации в других научно-технических изданиях

- 10) Спивак А.В., Захарченко Е.С., Лиманов Е.В., **Булатов К.М.**, Быков А.А., Исмаилова Л.С., Зинин П.В., Сафонов О.Г., Литвин Ю.А. Исследование при 25-45 гпа твердых растворов нижнемантийного ферробриджменита (Mg,Fe)SiO₃ в алмазной ячейке с лазерным нагревом // *Труды Всероссийского ежегодного*

семинара по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии. – 2018. – С. 64-67.

11) Зинин П.В., Булатов К.М., Быков А.А., Филоненко В.П., Анохин А.С., Кутуза И.Б., Ножкина А.В. Спектроскопия комбинационного рассеяния для изучения синтеза проводящих В-С гетероалмазов в установке лазерного нагрева при высоких давлениях и температурах // В сборнике: Акустооптические и радиолокационные методы измерений и обработки информации. Материалы 11-й Международной научно-технической конференции. Российское НТОРЭС им. А.С. Попова. – 2018. – С. 147-150.

12) Булатов К.М., Храмов Н.А., Носов П.А., Зинин П.В. Исследование распределения поля пучка инфракрасного лазера в ячейке высокого давления. В сборнике: Акустооптические и радиолокационные методы измерений и обработки информации. Материалы 13-й Международной научно-технической конференции. Российское НТОРЭС им. А.С. Попова. – 2020. – С. 52-55.

13) Kutuza I.B, Bykov A.A., Zinin P.V., **Bulatov K.M.** and Mantrova Yu.V. Temperature distribution on the surface of the laser heated diamond-like BC_x phases under high pressures into diamond anvil cell // XXXIV International Conference on Interaction of Intense Energy Fluxes with Matter. – 2019, Elbrus, Kabardino-Balkaria.

14) Булатов К.М., Зинин П.В. Использование изображающего акустооптического фильтра для определения температуры плавления веществ // Информационные технологии и технологии коммуникации: современные достижения. Материалы третьей международной молодежной конференции. – 2019

15) Булатов К.М. Определение температуры плавления веществ бесконтактным методом спекл-интерферометрии // Акустооптические и радиолокационные методы измерений и обработки информации Материалы 11-й Международной научно-технической конференции. Российское НТОРЭС им. А.С. Попова. – 2018. С. 109-111.

Свидетельства об официальной регистрации программ для ЭВМ

Свид. 2017662623 об официальной регистрации программы для ЭВМ RU 13.11.2017. «Обработка спектральных изображений, полученных с использованием directshow-совместимых видеокамер, синхронизированных с акустооптическими перестраиваемыми фильтрами, для измерения распределения абсолютной температуры и излучательной способности нагретых тел» **Булатов К.М.**, Зинин П.В.