

ПРИБОРЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ В ЛАБОРАТОРИЯХ

УДК 53.08+681.2+681.5

ТЕРМОСТАТ ДЛЯ ОПТИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ С РЕГУЛИРУЕМОЙ ТЕМПЕРАТУРОЙ ДО 750 К

© 2025 г. К. П. Мелетов

Поступила в редакцию 20.05.2025

После доработки 23.05.2025

Принята к публикации 10.06.2025

DOI: ***

Термостат предназначен для измерений спектров комбинационного рассеяния света (КРС) микрообразцов при температуре до 750 К в геометрии обратного рассеяния с использованием микроскопа Olympus BX51. Система обеспечивает скорость нагрева до 10 К/мин и точность поддержания температуры ± 4 К.

Для идентификации полосы двухмагнного рассеяния в спектре КРС и определения температуры Нееля (Кюри) необходимы измерения температурной зависимости ее интенсивности. В образцах ортоферритов различного состава эта температура может достигать 700 К, и для таких измерений требуется специальный термостат [1, 2]. В работе представлен термостат, изготовленный

в лабораторных условиях для измерений спектров КРС в геометрии обратного рассеяния.

Термостаты такого типа, работающие в температурном интервале от 80 до 400 К, изготовленные в лабораторных условиях и предназначенные для измерения рентгеновских и оптических спектров, а также для оптической микроскопии, были ранее представлены в литературе [3–5]. Предлагаемый термостат, позволяющий значительно увеличить верхнюю границу достижимых температур, включает в себя внешний и внутренний цилиндры из нержавеющей стали, между которыми размещена теплоизолирующая прокладка из асбестового жгута толщиной 12 мм (рис. 1).

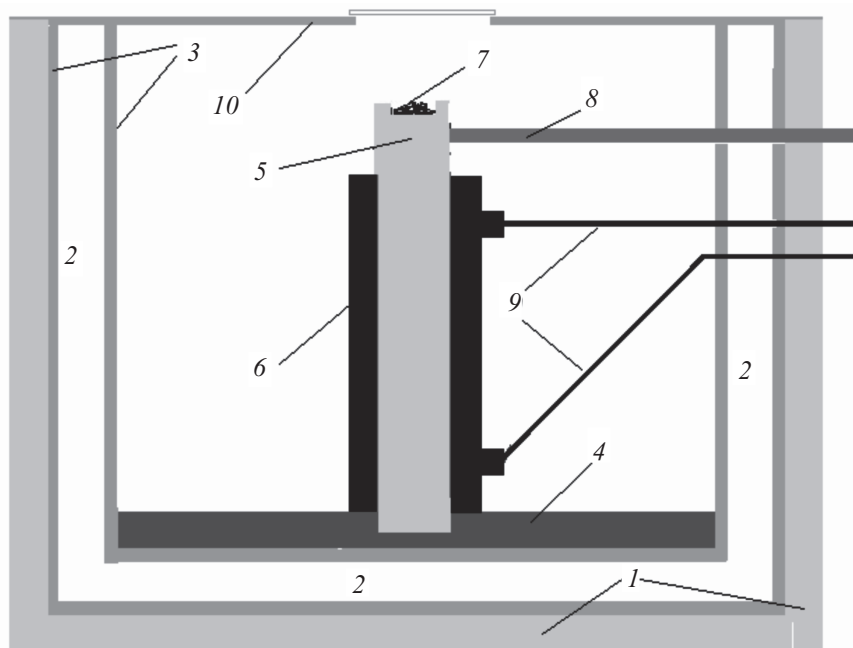


Рис. 1. Устройство термостата: 1 – внешний корпус из фторопласта, 2 – асбестовая теплоизоляция, 3 – внутренний и внешний корпуса из нержавеющей стали, 4 – асбоцементная опора, 5 – теплообменник со столиком для образцов, 6 – резистор ПЭВ-25, 7 – образец, 8 – термопара хромель-алюмель, 9 – токовводы, 10 – крышка с окном

Эта конструкция плотно размещается в цилиндре из фторопласта с толщиной стенок 10 мм для улучшения теплоизоляции. Во внутренней полости термостата расположен теплообменник цилиндрической формы из латуни ЛС59-1, в верхней части которого имеется площадка для образцов. На него плотно надето керамическое сопротивление ПЭВ-25 номиналом 940 Ом, внутренняя обмотка которого служит резистивным нагревателем. Эта конструкция привинчена к теплоизолирующему асбоцементному кругу толщиной 6 мм, и устанавливается на дно внутренней полости термостата. Термостат снабжен системой стабилизации температуры с двухпозиционным контроллером температуры ТЕРМОДАТ-08М3 с силовым блоком СБ10М3 [6].

Для измерения температуры используется штатная для контроллера ТЕРМОДАТ-08М3 термопара хромель-алюмель, измерительный спай которой устанавливается в отверстие непосредственно под столиком для образцов. Сверху термостат закрывается крышкой из нержавеющей стали толщиной 1.5 мм, в центре которой имеется оптическое окно из силикатного стекла толщиной 0.2 мм для сопряжения с объективом микроскопа Olympus SLMPLN с увеличением \times числовой апертурой 0.35 и рабочим расстоянием 18 мм. Конструкция обеспечивает совместимость с микроскопом Olympus BX51, который используется в спектральной установке для измерений спектров КРС при высоком давлении в алмазных наковальнях в геометрии обратного рассеяния [7].

В наковальнях значительная толщина и большой показатель преломления алмазного окна в несколько раз ухудшают исходное пространственное разрешение, равное 1.85 мкм. В нашем термостате толщина стекла и показатель преломления меньше на полтора порядка и в 1.6 раза соответственно, что сильно уменьшает их влияние на пространственное разрешение. Термостат стабилизирует температуру столика для образцов в диапазоне от комнатной до 750 К с точностью 4 К. Умеренная масса теплообменника и достаточно большая мощность резистора подобраны на макетных испытаниях таким образом, что они обеспечивают нагрев до 750 К со средней скоростью от 6 до 10 К/мин в разных интервалах температуры. При максимальной температуре на рабочем столике 750 К температура крышки криостата составляет около 450 К, внешнего корпуса — 345 К, а объектива, край которого расположен на 12 мм выше окна, равна 320 К.

С помощью термостата были измерены спектры КРС в браунмиллеритной фазе ортоферрита стронция $\text{Sr}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ при высокой температуре, показанные на рис. 2. Спектры измерялись в геометрии обратного рассеяния на спектрографе Acton SpectraPro-2500i с охлаждаемым до 203 К детектором CCD Pixis2K и микроскопом Olympus BX51. Для возбуждения использовался одномодовый твердотельный лазер с длиной волны

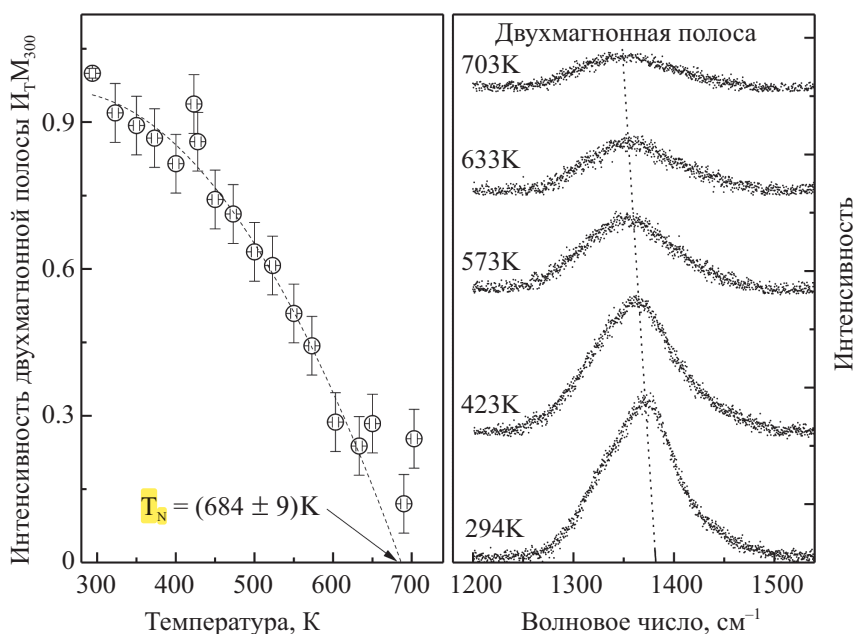


Рис. 2. Температурная зависимость интенсивности полосы двухмаглонного рассеяния в спектре КРС ортоферрита стронция $\text{Sr}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$

532 нм и краевым фильтром с полосой от 60 см^{-1} . На рис. 2 справа показана полоса двухмагнетонного рассеяния в температурном интервале 294–703 К. Слева круглыми символами показана температурная зависимость относительной интенсивности полосы I_t/I_{300} , а пунктиром – ее аппроксимация полиномом второй степени.

Точка пересечения кривой с осью абсцисс определяет температуру Нееля, которая составляет (684 ± 9) К. Она достаточно хорошо согласуется с температурой Нееля, измеренной по температурной зависимости магнитной восприимчивости, которая показывает переход из антиферромагнитного в парамагнитное состояние при 673.15 К [8].

БЛАГОДАРНОСТИ

Автор выражает благодарность В.В. Седых за предоставленные образцы и С.В. Зайцеву за полезные обсуждения.

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФТТ РАН.

Адрес для справок: Россия, 142432, Черноголовка Московской обл., ул. Академика Осипьяна, 2. Институт физики твердого тела Российской академии наук. E-mail: mele@issp.ac.ru

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ramirez M.O., Krishnamurthi M., Denev S., Kumar A. *et al.* // Appl. Phys. Lett. 2008. V. 92 P. 022511. <https://doi.org/10.1063/1.2829681>
2. Manzoor S., Husain S., Raghavendra Reddy V. // Appl. Phys. Lett. 2018. V. 113. P. 072901. <https://doi.org/10.1063/1.5025247>
3. Мелетов К.П. // ПТЭ. 2020. № 2. С. 156. <https://doi.org/10.31857/S0032816220020020>
4. Тихонов А.М., Асадчиков В.Е., Волков Ю.О., Нуждин А.В., Рошин Б.С. // ПТЭ. 2021. № 1. С. 146. <https://doi.org/10.31857/S0032816221010158>
5. Галиулин А.А., Мартанов С.Г., Скориков М.Л., Колобкова Е.В., Кузнецов М.С., Кунцевич А.Ю. // ПТЭ. 2022. № 6. С. 137. <https://doi.org/10.31857/S0032816222060052>
6. <https://www.termodat.ru>, <https://www.meradat.com>
7. Meletov K.P., Konarev D.V. // Chem. Phys. Lett. 2012. V. 553. P. 21. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2012.09.050>
8. Schmidt M., Campbell S.J. // J. Solid State Chem. 2001. V. 156. P. 292. <https://doi.org/10.1006/jssc.2000.8998>