

С.Г. Казанцев

## ЭВОЛЮЦИЯ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ ЩГК ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ЗАГОТОВОК ОКОН ШИРОКОАПЕРТУРНЫХ СО<sub>2</sub>-ЛАЗЕРОВ

Проведены комплексные экспериментальные исследования оптического качества и лазерной стойкости ЩГК, упрочненных по различным режимам термомеханической обработки. Установлено, что при увеличении степени деформации от 5 до 60% при температуре 200–400 °С происходит последовательная смена механизма деформации по схеме  $\{110\} \rightarrow \{110\}$  и  $\{100\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{100\} \langle 110 \rangle$ . Показано, что образование крупнозернистой структуры рекристаллизации, при степени деформации свыше 25–40%, приводит к увеличению поглощения на волне 10,6 мкм и снижению лазерной стойкости ЩГК.

Низкая механическая прочность щелочно-галогенидных кристаллов (ЩГК), одного из наиболее широко применяемых в проходной силовой оптике материалов, обуславливает актуальность работ по улучшению их механических свойств без ухудшения оптических характеристик [1–4].

Известно, что прочность кристаллов связана с процессом движения дислокаций, замедление которого возможно за счет создания примесных или собственных дефектов путем легирования, получения твердого раствора замещения либо деформационного упрочнения монокристаллов [4–10].

Легирование ЩГК иновалентными примесями, например  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ , улучшает их механические свойства, но приводит к резкому ухудшению оптического качества материала, в частности, более чем на порядок возрастает коэффициент поглощения на волне 10,6 мкм  $\beta$  [5]. Получение твердого раствора замещения  $\text{KCl-KBr}$  позволяет вдвое повысить прочность на разрыв, но при этом наблюдаются снижение теплопроводности смешанных кристаллов и отклонение от стехиометрического соотношения по объему выращенного слитка, обуславливающее нестабильность прочностных характеристик [5, 10].

Наиболее простым и технологичным является метод получения мелкозернистой поликристаллической структуры путем одноосной деформации и рекристаллизации монокристаллов [6, 8, 9, 11]. Пластическая деформация создает в кристалле повышенную плотность дислокаций в плоскостях скольжения, и упрочнение происходит вследствие затруднения движения вторичных дислокаций [6].

При одноосном сжатии образцов в виде призм или цилиндров вдоль их наибольшего размера в них создается однородное напряженное состояние, физические процессы при деформациях таких образцов хорошо изучены [5–9]. Основным механизмом деформации в этом случае является скольжение дислокаций по системам наилегчайшего скольжения. В кристаллах типа  $\text{NaCl}$  при комнатной температуре в результате пластической деформации сжатием вдоль направле-

ния  $\langle 001 \rangle$  происходят размножение и движение дислокаций по направлениям  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 011 \rangle$  [12]. Системой наилегчайшего скольжения является  $\{110\} \langle 110 \rangle$ , что обуславливает принятие образцом «бочкообразной» формы.

При деформировании заготовок в виде пластин в кристалле возникает неоднородное напряженное состояние и исследование закономерностей деформирования в этом случае представляет особый интерес для разработки технологии изготовления силовой ИК-оптики с повышенными прочностными характеристиками.

Оптические элементы размером от  $60 \times 60 \times 8$  до  $175 \times 175 \times 21$  мм изготавливались из деформационно-упрочненных заготовок  $\text{KCl}$  и  $\text{NaCl}$ . Продеформированные заготовки шлифовались безабразивным способом до получения требуемых габаритных размеров с финишной операцией суперполировки рабочих граней на алмазном порошке. Упрочнение ЩГК производилось на деформационной машине жесткого типа при температурах  $t = 200 - 400^\circ\text{C}$  путем одноосного сжатия монокристаллических пластин вдоль направления  $\langle 001 \rangle$ . Исследование эволюции дефектной структуры проводилось на основе сопоставления результатов поляризационно-оптических и микроструктурных исследований. Влияние режима упрочнения на оптическое качество ЩГК оценивалось по зависимости коэффициента поглощения на волне 10,6 мкм и порога лазерного пробоя  $W_{th}$  от степени деформации кристаллов  $\epsilon$ .

Для проведения исследований лазерной стойкости деформационно-упрочненных ЩГК в качестве источника излучения был использован широкоапертурный ТЕА  $\text{CO}_2$ -лазер с длительностью импульса по уровню  $0,5 \sim 1$  мкс. Пятно лазерного излучения площадью  $25 - 240 \text{ см}^2$  в плоскости испытуемых образцов формировалось с помощью 100-элементной растровой зеркальной системы. Среднее значение плотности энергии лазерного излучения  $W$  варьировалось в пределах  $0,5 - 30 \text{ Дж}\cdot\text{см}^{-2}$ .

Характерные размеры зерен (мкм) и тип структуры рекристаллизации

ε, %	Температура деформации, °С			
	200	300	350	400
5–10	2–6 мелкозернистая, полигонизация	3–8 мелкозернистая	3–15 мелкозернистая с отдельными зернами до 100	30–200 ранняя стадия собирающей рекристаллизации
15–20	3–10 мелкозернистая, полигонизация	10–40 мелкозернистая с отдельными зернами до 100	10–200 ранняя стадия собирающей рекристаллизации	200–3000 крупнозернистая, собирающая рекристаллизация
25–40	–	20–1000 ранняя стадия собирающей рекристаллизации	10–5000 крупнозернистая, собирающая рекристаллизация	20–5000 крупнозернистая, собирающая рекристаллизация
50–80	–	–	100–1000 крупнозернистая, собирающая рекристаллизация	500–10000 крупнозернистая, собирающая рекристаллизация

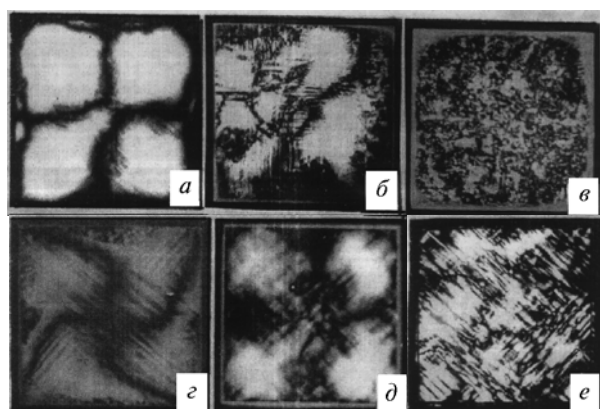


Рис. 1. Типичный вид картины двулучепреломления после деформации ЦГК при температуре 400 °С до степени 10% (а); 40% (б); 60% (в); при 300 °С до 10% (д); 40% (е); при 200 °С до 10% (е)

Наблюдение продеформированных пластин в поляризованном свете (рис. 1) и сопоставление с результатами микроструктурных исследований (табл. 1) свидетельствуют о неоднородном распределении остаточных напряжений и структурной перестройке при деформационном упрочнении. Причиной этого является сложное протекание процесса деформации крупногабаритных пластин из-за неоднородности напряжений, возникающих при одноосном сжатии прямоугольной заготовки и различных возможностей для протекания активной деформации в различных участках пластины. Известно, что даже в случае однородного напряженного состояния пластическая деформация никогда не протекает одновременно во всем объеме деформируемого кристалла. Неоднородность пространственного распределения локальных внутренних напряжений в кристалле в исходном состоянии до деформирования определяет последующее неоднородное возникнове-

ние и распределение сдвига в нем в процессе пластической деформации. Причиной появления локальных напряжений в кристалле могут служить различного рода дефекты, как макро- (поверхность кристалла, включения, поры), так и микроскопические (дислокации и точечные дефекты).

Одной из причин неоднородности напряжений является контактное трение: смещение частиц пластины ЦГК, а также скорость этого смещения относительно пуансонов пресса различны для различных точек контакта. Так, в центре пластины оно должно быть меньше, чем на периферии. Кроме того, наблюдаемая картина остаточных напряжений является результатом, по крайней мере, двух процессов: пластической деформации и релаксации остаточных напряжений. Процессы релаксации напряжений в различных участках пластины также отличаются.

Фотоснимки типичных картин двулучепреломления кристаллов КС1, продеформированных до степени  $\varepsilon = 10 - 60\%$  при температурах 200 – 400°С (см. рис. 1), показывают, что картина двулучепреломления меняется в зависимости от температуры и степени деформации следующим образом.

В ЦГК, продеформированных при  $t < 200^\circ\text{C}$  до  $\varepsilon < 10\%$  (рис. 1,е), наблюдаются только полосы двулучепреломления в направлениях  $\langle 110 \rangle$ . С увеличением температуры и степени деформации до 200°С и 15–20% и до 300°С и 10% (рис. 1,з) наряду с полосами в направлениях  $\langle 110 \rangle$  появляются просветленные, т.е. напряженные области в центрах квадрантов деформированной пластины. Полосы по  $\langle 110 \rangle$  наблюдаются здесь на фоне светлых пятен, но уже во взаимно перпендикулярных направлениях типа  $\langle 110 \rangle$  и в других участках пластин. При этом образуется однородная мелкозернистая структура с характерным размером зерен 2–10 мкм.

При деформировании с  $t = 300^\circ\text{C}$  до  $\varepsilon = 20\text{--}40\%$  и  $t = 350\text{--}400^\circ\text{C}$  до  $\varepsilon = 5\text{--}10\%$  наряду с полосами  $\langle 110 \rangle$  отчетливо видны полосы двупреломления в направлениях типа  $\langle 100 \rangle$  (рис. 1, а, д). С повышением температуры и степени деформации их становится все больше: в кристаллах, деформированных при  $350\text{--}400^\circ\text{C}$  до  $20\text{--}40\%$ , наблюдаются лишь полосы в направлениях типа  $\langle 100 \rangle$  и напряженные области в центрах квадрантов пластин (рис. 1, б).

Деформация ЦГК при  $300^\circ\text{C}$  до  $15\text{--}25\%$  и при  $350\text{--}400^\circ\text{C}$  до  $10\%$  приводит к образованию мелкозернистой структуры с отдельными крупными зернами размером до  $100\text{--}150$  мкм. В кристаллах, деформированных при  $300^\circ\text{C}$  до  $25\%$ ,  $350^\circ\text{C}$  до  $15\text{--}20\%$  и  $400^\circ\text{C}$  до  $10\%$  наблюдается ранняя стадия собирательной рекристаллизации, начинающейся на краях деформируемой заготовки. С увеличением температуры и степени деформации активизируются процессы динамической и собирательной рекристаллизации и в кристаллах, деформированных при  $t > 350\text{--}400^\circ\text{C}$  до  $\varepsilon > 25\text{--}50\%$ , образуется крупнозернистая структура рекристаллизации с размерами зерен от сотен микрометров до десятков миллиметров, проявляющаяся при наблюдении в поляризованном свете в виде пятнистой картины распределения напряжений (рис. 1, в).

Известно [8], что в ЦГК при высоких температурах и внутренних напряжениях при исчерпывании возможностей деформации по  $\langle 110 \rangle$  возможна деформация по системе скольжения  $\{100\} \langle 110 \rangle$ . Это объясняет образование полос двупреломления в направлениях  $\langle 100 \rangle$ , т.е. увеличение напряжений в результате сдвиговых перемещений вдоль  $\langle 100 \rangle$ . При этом вынос материала вдоль направления  $\langle 100 \rangle$  должен приводить ко все большему округлению прямоугольной заготовки при увеличении температуры и степени деформации кристалла. Это подтверждается измерениями степени деформации в направлениях выноса материала для различных значений  $t$  и  $\varepsilon$  в направлениях нагружения, приведенных в табл. 2. О смене механизма деформации на скольжение по плоскостям  $\{100\}$  при увеличении температуры процесса до  $300\text{--}400^\circ\text{C}$  и степени деформации свыше  $20\text{--}25\%$  свидетельствует и последовательность изменения картины двулучепреломления.

Таблица 2

Значения степени деформации в направлениях выноса материала $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ для различных режимов упрочнения			
$t, ^\circ\text{C}$	$\varepsilon \langle 001 \rangle, \%$	$\varepsilon \langle 110 \rangle, \%$	$\varepsilon \langle 100 \rangle, \%$
20	7	1,5	2
200	10	3	4
300	37	17	33
300	30	15	28
350	50	28	47
400	20	11	22
400	39	20	42
400	57	25	56

Результаты исследований влияния режимов деформационного упрочнения на лазерную стойкость и оптическое качество ЦГК представлены на рис. 2.

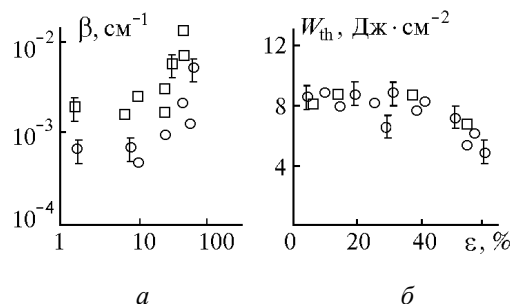


Рис. 2. Зависимости коэффициента поглощения (а) и порога образования объемных повреждений (б) от степени деформации NaCl(□) и KCl(○) при температуре  $300\text{--}350^\circ\text{C}$

Как следует из рисунка, при увеличении  $\varepsilon$  свыше  $40\%$  резко возрастает величина коэффициента поглощения на волне  $10,6$  мкм, одновременно наблюдается значительное снижение порога лазерного пробоя, при этом с увеличением  $\varepsilon$  до  $50\text{--}60\%$  и более порог лазерного пробоя объема становится даже ниже порога пробоя поверхности.

Эта закономерность может быть объяснена ростом концентрации поглощающих микронеоднородностей на границах блоков и зерен, площадь которых уменьшается (по оценкам в  $10^5\text{--}10^8$  раз) при замене мелкозернистой структуры на крупнозернистую, сопровождающейся выносом микронеоднородностей из объема зерен на их границы.

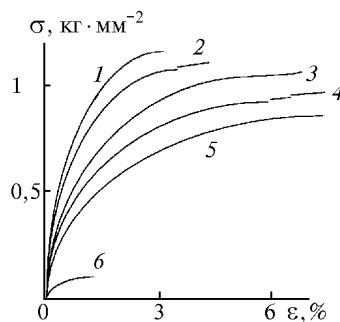


Рис. 3. Типичный вид диаграмм растяжения KCl, продеформированных при  $200^\circ\text{C}$  до  $20\%$  (1); при  $300^\circ\text{C}$  до  $15\%$  (2); при  $400^\circ\text{C}$  до  $15\%$  (3); при  $400^\circ\text{C}$  до  $37\%$  (4); при  $400^\circ\text{C}$  до  $60\%$  (5) и монокристаллов (6)

На рис. 3 представлены типичные кривые растяжения кристаллов KCl, упрочненных по различным режимам. Из приведенных зависимостей следует, что термомеханическая обработка ЦГК позволяет повысить напряжение разрушения  $\sigma$  в  $5\text{--}7$  раз. При этом кристаллы, упрочненные при  $t = 300\text{--}400^\circ\text{C}$ , более пластичны, деформация при  $t < 200^\circ\text{C}$  свидетельствует об охрупчивании ЦГК. Поэтому изготовление заготовок оптических элементов предпочтительнее вести при более высоких

температурах, так как при этом снижается риск раскалывания заготовки в процессе ее деформации. В то же время при упрочнении с  $t > 350\text{--}400^\circ\text{C}$  и  $\varepsilon > 40\%$  наблюдается некоторое разупрочнение по сравнению с режимами  $t < 300^\circ\text{C}$  и  $\varepsilon < 15\text{--}25\%$ .

Таким образом, сопоставление зависимостей порогов лазерного пробоя и коэффициента поглощения упрочненных ЦГК с результатами микроструктурных, поляризационно-оптических и прочностных исследований показывает, что образование нестабильной крупнозернистой структуры собирательной рекристаллизации приводит к ухудшению оптических свойств и стойкости к воздействию импульсного лазерного излучения. В то же время деформационное упрочнение ЦГК при температуре  $200\text{--}300^\circ\text{C}$  до степени деформации  $30\text{--}40\%$  практически не влияет на оптические характеристики кристаллов. При этом наиболее однородной структура получается после одноосной деформации ЦГК при температурах до  $300^\circ\text{C}$  до степени  $10\text{--}25\%$ .

Государственный научно-исследовательский  
испытательный лазерный центр РФ «Радуга»,  
г. Радужный Владимирской обл.

1. Месяц Г.А., Осипов В.В., Тарасенко В.Ф. Импульсные газовые лазеры М.: Наука, 1991. 272 с.
2. Абельситов Г.А., Велихов Е.П., Голубев В.С. и др. Мощные газоразрядные CO<sub>2</sub>-лазеры и их применение в технологии. М.: Наука, 1984. 108 с.
3. Бахарев М.С., Миркин Л.И., Шестериков С.А. и др. Структура и прочность материалов при лазерных воздействиях. М.: МГУ, 1988. 224 с.
4. Карась В.П. Перспективные материалы для окон CO<sub>2</sub>-лазеров. Обзорная информация. Серия: Монокристаллы. М.: НИИТЭХИМ и ВНИИМонокристаллов, 1978. 53 с.
5. Armington A.F., Rosen H., Lipson H. // J. Electron. Mater. 1973. V. 2. N 1. P. 127–135.
6. Смирнов В.И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. М.: Наука, 1981. 236 с.
7. Вальковский С.Н., Имаев М.Ф. // ФТТ. 1982. Т. 24. С. 3229–3233.
8. Бенгус В.З., Комник С.Н. // Физика деформационного упрочнения монокристаллов. Киев: Наукова думка, 1972. С. 54–74.
9. Sprackling M.T. // Plastic deformation of simple ionic crystals. London: Academic Press, 1977. 308 p.
10. Bowen N.K., Singh R.N., Kulin S.A. // Mat. Res. Bull. 1973. V. 8. P. 1389–1399.
11. Блистанов А.А., Кугаенко О.М., Казанцев С.Г. и др. // Федоровская сессия ВМО АН СССР (Тез. докл.). Л.: ЛГИ, 1990. С. 12.
12. Бенгус В.З., Комник С.Н., Левченко В.А. // Труды ФТИНТ АН УССР. 1969. № 5. С. 152–168.

Поступила в редакцию  
9 октября 1997 г.

*S.G. Kazantsev. Evolution of Alkali-halides Defective Structure at Plastic Deformation of Large-Sized Preparations of High-aperture CO<sub>2</sub>-Lasers Windows.*

Complex experimental researches of alkali-halides optical quality and their laser stability, consolidated on various modes of thermomechanical machining have been carried out. It has been established, that at increase of deformation degree from 5 to 60% at temperature  $200^\circ\text{--}400^\circ\text{C}$  there is a consecutive change of the deformation mechanism under the circuit  $\{110\} \rightarrow \{110\}$  &  $\{100\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{100\} \langle 110 \rangle$ . It has been shown, that the large-granular structure formation of recrystallization at deformation degree more than 25 – 40% increases the absorption at  $10.6 \mu\text{m}$  wave and decreases the alkali-halides laser resistance.