

# 红外激光窗口 KCl 多晶材料的 制备和性能

权宁三 陈国权 高兆发 金继华

(中国科学院上海光机所)

**摘要:** 采用热锻工艺,可得到用于红外激光窗口的致密多晶 KCl,它基本上不改变原单晶的光学特性,机械强度取决于热锻工艺参数。该材料用作激光窗口,能避免单晶中存在解理。

## Preparation and characteristics of polycrystalline KCl used as infrared laser windows

Chuan Ninsan, Cheng Guochuan, Gao Zhaoafa, Jin Jihua

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

**Abstract:** Fully dense polycrystalline KCl laser window can be obtained by hot forging technique. The optical properties of polycrystalline KCl are essentially unchanged compared with the starting single crystals. The mechanical strength of polycrystalline KCl depends upon the processing parameters used in hot-forging. Cleavage occurred in single crystal can be avoided in the polycrystalline KCl for laser windows.

### 一、引言

在可用于  $10.6 \mu\text{m CO}_2$  高功率激光器窗口的材料中, KCl 晶体是一种很有发展前途的材料。它的本征光吸收系数很低 ( $7.5 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1}$ ), 光畸变品质因子也很低。但由于 KCl 晶体的机械强度和热导率比较低, 热膨胀系数和解理性较大, 因而不能承受大功率激光。七十年代以来, 为了解决高功率激光器的红外窗口, 人们努力降低 KCl 的光吸

收和提高晶体的机械强度。近几年来, 我们在这两个方面也做了一些工作, 下面报道我们关于热锻强化的研究结果。

### 二、固体强化机理

从有关固体理论可知, 固体的理论强度和晶体中的缺陷或晶格畸变数目的关系如图 1 所示。这意味着存在二条可提高固体强度的途径: 一是尽可能获得理想的无缺陷的

收稿日期: 1984 年 4 月 21 日。

晶体,如生长“晶须”,就能极大地提高材料的强度;其二是增加晶体的缺陷。对于要求大面积的红外窗口材料,通常是不可能获得无缺陷单晶体的。因此,在不损害其光学品质前提下,增加缺陷是提高材料强度的有效方法。它包括掺杂强化、沉淀强化、有序强化、辐射强化、多晶强化等方法。

多晶 KCl 材料虽然可以由热压 KCl 粉末得到,但热压难于得到致密的多晶 KCl,且存在气孔,使光学性能下降。粉末表面的杂质(如  $H^+$ 、 $OH^-$ 、 $CO_3^{2-}$  等)难以除去,引起新的吸收。

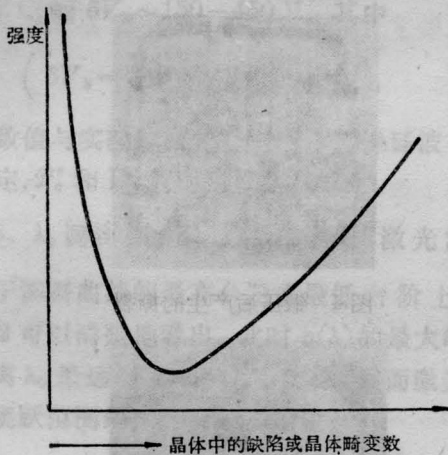


图1 晶体强度与晶体畸变数的关系

KCl 单晶的热锻强化,就是通过高温形变和再结晶,由单晶向多晶化的过程。

在多晶材料的微观结构确定的情况下,改变其微观结构即减小晶粒尺寸,可以提高材料的屈服强度。

### 三、多晶 KCl 的制备

KCl 锻压强化实验如图 2 所示。锻压使用 YE-200 A 型液压式压力试验机。炉子加热采用  $W_{2k}$  可控硅温度控制器,炉体由夹层不锈钢制成,可通冷却水。压具为不锈钢和氧化铝柱块,上下压模均为不锈钢和石英模具,要求有较高的平面光洁度。

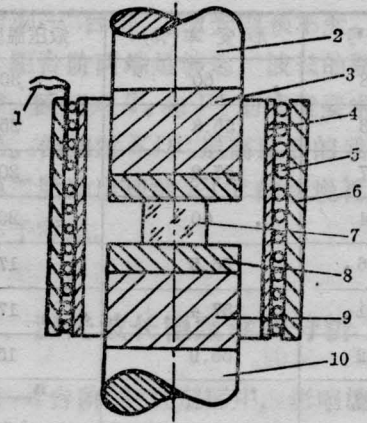


图2 热锻晶体示意图

1—热电偶; 2—上压头; 3、8、9—压块; 4—炉管; 5—电阻丝; 6—保温纸; 7—晶体; 10—下压头

要锻压的晶体样品按  $h:D=1:1$  切割,经粗磨、细磨、抛光等加工步骤。要求样品上、下表面平行,光洁度高,并仔细检查内部和边缘有无任何裂纹,最后在稀盐酸溶液中进行化学抛光。

把抛光好的单晶样品放入涂有硅油的上、下压模之间,调整好中心,关闭炉门,抽空至  $\sim 10^{-3}$  Torr,充 Ar 气 200~500 Torr。缓慢升温加热至所需的锻压温度,恒温 3~4 h,然后进行加载实验。按所需的应变速率进行形变,待形变率达规定值,恒温恒载半小时,去载骤然降温至某一低温,并在此温度下进行退火 12~24 h。然后按规定的程序降至室温,待样品完全冷却后,方能开炉取样品。测量样品的形变位移采用高精度 ST5 数显表。

### 三、实验结果和讨论

1. 形变条件(温度、形变率、应变速率)对晶粒度的影响

要提高多晶的屈服强度,关键是要获得晶粒小而均匀的微观结构。而晶粒度与形变条件有密切的关系,因此首先要研究不同形

表1 锻压温度与晶粒度屈服强度的关系

样品编号	形变率(%)	锻压温度(°C)	样品方向	平均晶粒度( $\mu\text{m}$ )	屈服强度( $\text{kg}/\text{cm}^2$ )
F-008	60	300		15~20	410
F-013	55.8	250		10~15	450
F-007	57.2	200		8	560
F-014	60	200		—	583
F-016	56.5	175		8	567
F-011	57.4	175		6	—
F-012	56.9	150		5	627
单晶			$\langle 100 \rangle$		72
单晶			$\langle 111 \rangle$		84

变条件对晶粒度的影响，从而寻找较佳的热锻工艺参量。

#### A. 锻压温度与晶粒尺寸、屈服强度的关系

在锻压工艺中，温度是一个非常重要的工艺因素。温度影响位错的滑移系既影响材料的塑性，也影响再结晶的速度。

锻压实验用的样品，其高度和直径比为1:1( $\phi 35 \times 35 \text{ mm}$ )，所得结果如表1。

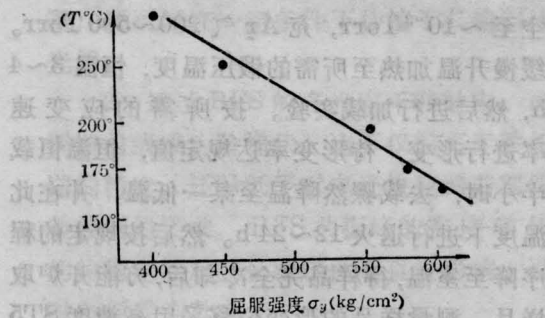


图3 锻压温度与屈服强度的关系

由表1可知，形变率55~60%，在给定的应变速率下，热锻样品的晶粒度是随温度升高而减小，屈服强度也随之降低的。不过实验表明并不是温度越低越好，因为如果温度太低，岩盐结构的KCl其滑移只限于 $\langle 110 \rangle$ (110)中的两个独立滑移系，而 $\{100\}$ 、 $\{111\}$ 滑移面不起作用，这样形变将是各向异性的，晶体的塑性很差。此外，再结晶也不充

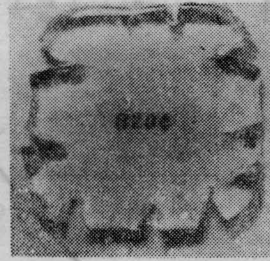


图4 锻压后产生的撕裂



图5 未撕裂而完好的多晶样品

分，容易发生形变的不连续性，引起边缘的撕裂或内部开裂，如图4所示。

实验和理论都已证明温度低于150°C是不可能锻压出完整的多晶样品的，当温度在200~300°C之间，采用适宜的应变速率，可得到完好的多晶。

#### B. 形变率对多晶化晶粒度和屈服强度的影响

采用扫描电镜对不同形变率的多晶样品进行显微组织观察，发现形变率不同，多晶化区域的大小也不同。

表 2 表明了形变率对多晶化区域大小的影响,但即使在多晶化完全的区域,也因形变率不同,使晶粒度也不同,从而影响到材料的屈服强度。表 3 为对不同形变率的样品,切取相同部位进行扫描电镜显微观察和三点弯曲实验的结果。

表 2 形变率与多晶化的关系

平面模具	形变率(%)	多晶化区域
	40	中心 $\phi 25$ mm 之内多晶化不完全
	50	中心 $\phi 10\sim 15$ mm 区域内多晶化不完全
	60	$\phi 5$ mm 左右的区域内多晶化不完全
球面模具	55~60	基本上多晶化

表 3 不同形变率与屈服强度的关系

样品编号	形变率(%)	取样部位	平均晶粒度( $\mu\text{m}$ )	屈服强度( $\text{kg}/\text{cm}^2$ )
F8314	40	边	20	264.3
F8320	50	边	16	317.0
F8325	60	边	9	382.1

表 4 热锻样品不同部位的屈服强度

样品编号	形变率(%)	锻压温度( $^{\circ}\text{C}$ )	取样部位	平均晶粒度( $\mu\text{m}$ )	屈服强度( $\text{kg}/\text{cm}^2$ )	
纯 KCl (F8325)	1	300	边	9	402	
	2	58.4	中	18	208	
	3		中	20	189.3	
	4		边	10	382.6	
KCl: Sr <sup>2+</sup> (F8310)	1	56.7	350	边	10	527.5
	2			中	15	418
	3			中	15	430
	4			边	10	559.4
KCl: Br (F8324)	1	58.5	350	边	9	409
	2	58.5	350	中	12	369
	3	58.5	350	中	12	358
	4	58.5	350	边	9	483.3

## 2. 晶粒度的均匀性和稳定性

通过显微结构的观察和材料的力学性能测试,发现样品的微观结构——晶粒度分布是不均匀的。中心部位的晶粒较大,边缘区域晶粒度较小(见图 6)。并且在起初的样品中,这种晶粒不稳定,有长大的现象,经测定长大速率可达  $15 \mu\text{m}/\text{h}^{[1]}$ 。

表 4 就是对纯 KCl、KCl: Sr<sup>2+</sup> (250 ppm)、KCl<sub>0.99</sub>Br<sub>0.01</sub> 三种多晶样品进行显微观察和力学性能测定的结果。

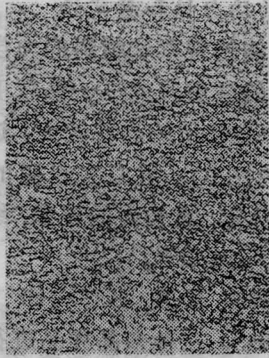
从表 4 可知,采用平面压模具,形变率 55~60% (近临界形变率) 情况下,样品边缘晶粒小,强度高;而中心部位晶粒大,强度低,这种差别以纯 KCl 最为显著。掺杂样品情况有所改善,特别是 KCl<sub>0.99</sub>Br<sub>0.01</sub> 情况较好。这种不均匀性是由于边缘和中心的流变不同而引起的。因此,根据不等厚锻压原理,采用石英球面压模具,就可一定程度上得到改善。

有人<sup>[2]</sup>对 KCl 单晶的光弹性应力进行研究,发现在晶体生长的降温过程中,晶体边缘就产生一定的塑性形变,受压缩力;中心部位是弹性形变,受张力。这样我们就不难理解在锻压过程中,边缘流变大于中心,从而造成晶粒度不均匀。

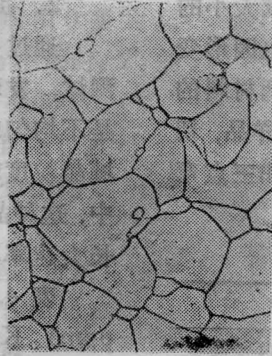
晶粒长大是由于二次再结晶所致,这是因为在热锻过程中,由于应变速率太快,或是温度太低,使再结晶进行不充分,晶粒间存在残余应力。因此在室温时通过二次再结晶,释放残余应力。H. Posen<sup>[3]</sup>采用 Pb<sup>+</sup> 和 Sr<sup>2+</sup> 双掺,抑制了晶粒长大,我们通过掺 Sr<sup>2+</sup>、Br<sup>-1</sup> 的途径也解决了晶粒长大的问题。此外,在锻压过程中,降低形变速率和在恢复温度 (200 $^{\circ}\text{C}$  以下) 进行长时间的退火处理,可消除残余应力,使晶粒结构趋于稳定。这两种样品,经存放半年均未发现晶粒长大现象。

## 3. 样品的开裂和微裂纹

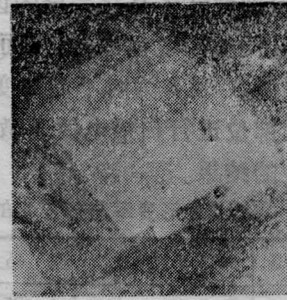
早期的锻压样品,往往存在着边缘“撕



具有精细晶粒的边缘部分  
(放大 300 倍, 1.5~15μm)



晶粒尺寸从十到几百微米的附近  
中心部位(放大 500 倍)



样品的再结晶  
(放大 500 倍)

图 6 晶粒不均匀和二次再结晶

裂”和内部微裂纹。这种微裂纹起初不为肉眼所见,但长时间保存后就开始出现“白丝”状的裂纹,产生宏观的开裂。

出现“撕裂”现象,表明热锻形变过程中样品变形的不连续性。为了避免变形的“撕裂”和“重叠”。在二维的情况下,就要求应变分量  $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_{xy}$  满足下列的应变协调方程<sup>[4]</sup>

$$\frac{\partial^2 \varepsilon_x}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \varepsilon_y}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 \varepsilon_{xy}}{\partial x \partial y}$$

从工艺角度来说,应该适当地提高锻压温度(200°C 以上),使 KCl 在变形过程中,同时有五个独立的滑移系起作用。实验也表明在 200°C 以下,难以获得完好的多晶样品。

合理地选择润滑剂,也是保证形变位移连续性的重要工艺因素之一。H. K. Bowen<sup>[5]</sup> 等人认为 Grafoil(热介石墨纸 0.01 英寸)作为润滑剂最为理想。我们采用石墨胶和硅油作润滑剂,对于 KCl 来说,以硅油最为理想。

当然横向约束力——附加协变条件,也可以有效地防止锻压过程中的“撕裂”。H. Posen<sup>[3]</sup> 等人加上横向液压,取得满意结

果。我们在样品外套紫铜套,也能保证“不撕裂”(见图 7)。

把形变速率从 0.05~0.07 mm/min 降至 0.01~0.02 mm/min,并在去载后,于 200°C 进行 12~24 h 退火,消除残余应力,就可避免微裂纹。

#### 4. 样品的光学特性

对锻压前后的单晶和多晶样品进行光学测量,其透过率的比较如图 8 所示。激光量热法测量的体吸收  $\beta_{10.6}$  大致相同( $\sim 1-2 \times 10^{-3} \text{cm}^{-1}$ ),这些结果表明:多晶 KCl 基本上不改变单晶的光学品质。

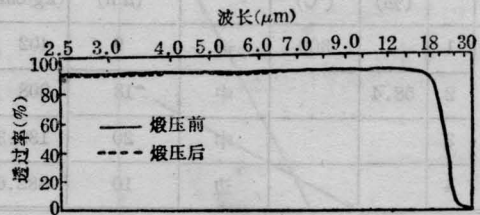


图 8 单晶和多晶样品的透过曲线

#### 参 考 文 献

- [1] 邓佩珍等;《中国激光》, 1983, 10, No. 1, 45.
- [2] S. Georgescu; *Rev. Rom. Phys.*, 1980, 25, 829.
- [3] H. Posen; Symposium on Laser Induced Damage in Optical Materials, Ed. by A. J. Glass, A. H. Guenther, Wash. US GPO, 1976, p. 82~86.
- [4] 杨桂通编;“弹塑性力学”,人民教育出版社,1981年.
- [5] H. K. Bowen; *Mat. Res. Bull.*, 1973, 8, 1389.

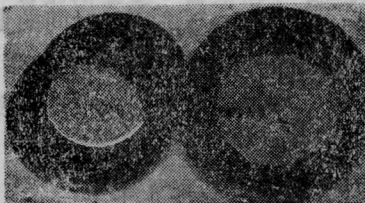


图 7 外套紫铜套的热锻样品