



УКРАЇНА

(19) UA (11) 10513 (13) A
(51)5 C 30 B 33/00, 29/14ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується
в редакції заявника(54) СПОСІБ ТЕРМООБРОБКИ РАДІАЦІЙНО-ПОШКОДЖЕНИХ МОНОКРИСТАЛІВ
ДИГІДРОФОСФАТУ КАЛІЮ

1

(21) 93090866
(22) 16.02.93
(24) 25.12.96
(46) 25.12.96. Бюл. № 4
(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1440098, кл. C 30 B 33/00, 1988.
(72) Сало Віталій Іванович, Колибаєва Марія
Іванівна, Соловійов Віктор Давидович
(73) Науково-дослідне відділення оптичних
та конструкційних кристалів науково-техно-
логічного концерну "Інститут монокри-
сталів" НАН України (UA)
(57) Способ термобработки радиационно-по-
врежденных монокристаллов дигидрофосфа-
та калия путем разогрева, изотермической
выдержки и охлаждения со ступенчатым сни-

2

жением скорости нагрева при температуре,
приближающейся к температуре фазового
перехода в кристалле, о т л ч а ю щ и й с я
тем, что перед нагревом монокристалл плот-
но обматывают по всем поверхностям не
менее чем тремя слоями металлической
фольги со степенью черноты 0,06-0,09, раз-
деленными между собой пористыми про-
кладками из стекловолнистого материала,
производят ступенчатое снижение скорости
нагрева от 3 до 0,3°C/час в интервале тем-
ператур 20-150°C, 150-175°C, 175-190°C,
190-200°C, а изотермическую выдержку осу-
ществляют при 190-200°C в течение 20-24
часов с последующим равномерным охлаж-
дением до комнатной температуры.

Изобретение относится к прикладной
кристаллофизике и может найти примене-
ние в лазерном приборостроении, основан-
ном на применении монокристаллов
дигидрофосфата калия (КДР). Целый ряд ла-
зерных приборов и систем, укомплектован-
ных изделиями из этих кристаллов,
предназначен для эксплуатации в условиях
воздействия ионизирующей радиации. Дли-
тельность и надежность эксплуатации таких
приборов лимитируется эффектом накопле-
ния в структуре кристаллов повреждений,
образование которых приводит к измене-
нию характеристик материала и как основ-
ное — к окрашиванию кристаллов, что, в свою
очередь, приводит к ухудшению оптических

характеристик и снижению лучевой прочно-
сти кристаллов. Окрашенные в условиях ради-
ационного облучения элементы из
монокристаллов КДР заменяются новыми, а
старые дорогостоящие кристаллы бракуются.
Изыскание возможности неоднократного ис-
пользования радиационно-поврежденных
элементов из монокристаллов КДР представ-
ляет в настоящее время весьма актуальную
задачу. С целью снятия напряжений и повы-
шения оптической однородности (обесцвечи-
вания) монокристаллов проводят их
термобработку (отжиг).

Наиболее близким по технической сути
к данному способу является способ термо-
обработки монокристаллов дигидрофосфата

(19) UA (11)

10513

(13)

A

калия, заключающийся в том, что для улучшения механической и лучевой прочности необлученный монокристалл КДР помещают в печь и проводят ступенчатый отжиг в интервале температур 20-120°C, 120-150°C, 150-170°C, со скоростями 20-25, 2-4, 0,5-0,7°C/час соответственно, в области 170-195°C со скоростью 0,2-0,3°C/час. Выдерживают при максимальной температуре в течение 14-15 суток. Охлаждение кристаллов производят с теми же скоростями и в тех же интервалах, что и нагрев. Этот способ позволяет повысить величину механической и лучевой прочности в 2-3 раза, но он непригоден для радиационно-поврежденных монокристаллов КДР, т.к. в них под действием радиации возникают дополнительные поврежденные структуры и концентраторы внутренних напряжений. Кроме того, ионизирующее облучение делает прозрачный монокристалл полупрозрачным и от лучевого теплового потока со стенок печи в кристалле возникают дополнительные температурные напряжения. Поэтому при отжиге радиационно-поврежденных монокристаллов КДР по способу происходит за 14-15 суток полное разрушение кристаллической решетки, сопровождающейся растрескиванием кристаллов.

Задачей изобретения является разработка способа термообработки радиационно-поврежденных монокристаллов дигидрофосфата калия, который обеспечивает восстановление их полной работоспособности путем заживления радиационных дефектов и повышает лучевую прочность и оптическую однородность.

Решение поставленной задачи в изобретении достигается тем, что в способе термообработки радиационно-поврежденных монокристаллов дигидрофосфата калия путем разогрева, изотермической выдержки и охлаждения со ступенчатым снижением скорости нагрева при температуре приближающейся к температуре фазового перехода в кристалле, согласно изобретению, перед нагревом монокристалл плотно обматывают по всем поверхностям не менее чем тремя слоями металлической фольги с низкой степенью черноты, разделенными между собой пористыми прокладками из материала с высоким термическим сопротивлением, производят ступенчатое снижение скорости нагрева от 3 до 0,3°C/час в интервале температур 20-150°C, 150-175°C, 175-190°C, 190-200°C, а изотермическую выдержку осуществляют при 190-200°C в течение 20-24 часов с последующим равномерным охлаждением до комнатной температуры.

Специально проведенные эксперименты показали, что процесс заживления радиационных дефектов и повышение лучевой прочности и оптической однородности при температуре 190-200°C происходит за время не менее 20-24 часов. Отжиг в течение меньшего времени приводит лишь к частичному повышению оптической однородности. Отжиг кристаллов при более низкой температуре чем 190-200°C приводит лишь к частичному повышению лучевой прочности и оптической однородности (таблица 1). В случае отжига кристаллов при температуре более высокой, чем 200°C, происходит растрескивание монокристаллов.

Высокое термическое сопротивление прокладок необходимо для того, чтобы локальный перегрев одного слоя не передавался следующему, а растекался за счет теплопроводности металла вдоль слоя фольги.

В изобретении первый слой, нанесенный непосредственно на монокристалл, почти зеркально отражает назад собственное излучение монокристалла, т.к. степень черноты алюминиевой отожженной фольги равна 0,06. Но одновременно за счет высокой теплопроводности вдоль слоя равномерно распределяется температура по граням монокристалла. Наружный третий слой отражает неравномерные лучевые потоки от стенок печи и сглаживает неравномерности температуры от внешней по отношению к монокристаллу конвекции. Средний второй слой выравнивает по граням монокристалла значение температуры, которые еще остаются от наружного слоя. Пористые прокладки из стеклоткани ликвидируют конвекцию между слоями и обеспечивают по всем граням одинаковую теплопроводность по тонким слоям воздуха внутри пористой прокладки.

На чертеже представлены спектры поглощения монокристалла КДР до воздействия радиации (кривая 2), после воздействия (кривая 1) и после термообработки (кривая 3).

Способ включает следующие операции:

1. Экранируют кристаллы от излучающей поверхности печи путем обмотки их тремя слоями фольги, отделенных друг от друга пористыми прокладками.

2. Закладывают кристаллы в безградиентную печь.

3. Нагревают кристаллы ступенчато с понижением скорости нагрева от 3°C/час до 0,03°C/час при температуре 190-200°C.

4. Проводят выдержку кристаллов при температуре 190-200°C в течение 20-24 часов.

5 Охлаждают кристаллы равномерно до комнатной температуры со скоростью $3^{\circ}\text{C}/\text{час}$.

6. Контроль параметров кристаллов производят до и после отжига кристаллов. Были проведены экспериментальные термообработки радиационно-поврежденных монокристаллов по способу прототипа, по способу изобретения и по температурным режимам прототипа с экранированием по изобретению.

Была проведена термообработка 15 радиационно-поврежденных монокристаллов КДР размером $100 \times 100 \times 100 \text{ мм}$ с отполированными гранями (001).

Все монокристаллы до термообработки были исследованы на оптическую однородность (измерены спектры поглощения, изменен коэффициент поглощения K на длине волны $\lambda = 1,06 \text{ мкм}$) и на величину лучевой прочности.

Оптические параметры всех 15 монокристаллов оказались в диапазонах: $W = 2-2,5 \text{ ГВт}/\text{см}^2$; $K = 0,03-0,035 \text{ см}^{-1}$ (см. таблицу 1).

Ниже изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1.

Пять кристаллов (№ образцов 1, 2, 3, 4, 5, таблица 1) были термообработаны по прототипу с изотермической выдержкой при 180°C . Все пять кристаллов стали непрозрачными и приобрели молочно-белый цвет, что свидетельствует о необратимых изменениях и повышении температуры фазового перехода (таблица 1).

Пример 2.

Еще пять кристаллов (№ образцов 6, 7, 8, 9, 10, таблица 1) были экранированы по способу изобретения, но температурный режим соответствовал прототипу.

Термообработка их повторялась последовательно четыре раза с изотермической выдержкой при температурах 170°C , 180°C и 200°C . Термообработку с изотермической выдержкой при 170°C выдержали все пять кристаллов, а оптические параметры улучшались незначительно: $W = 2,5-3,2 \text{ ГВт}/\text{см}^2$; $K = 0,03 \text{ см}^{-1}$.

Изотермическую выдержку при 180°C выдержали два кристалла уже с другими оптическими параметрами: $W = 3,2-3,5$ и $K = 0,02$.

Три кристалла стали молочно-белыми, а два уцелевших значительно восстановили свои оптические характеристики.

Изотермическую выдержку при 190°C выдержал один кристалл с параметрами: $W = 4 \text{ ГВт}/\text{см}^2$ и $K = 0,01$, а четыре кристалла растрескались.

При термообработке последнего уцелевшего кристалла изотермической выдержкой при 200°C он разрушился.

Пример 3.

После того, как был изменен температурный режим термообработки по прототипу на режим, предложенный в изобретении, термообработка оставшихся пяти кристаллов (№ образцов 11, 12, 13, 14, 15, таблица 1), экранированных фольгой, была последовательно выполнена при температурах 170°C , 180°C , 190°C , 200°C и 210°C .

Все пять монокристаллов выдержали четыре термообработки при изотермической выдержке при 200°C , имели после термообработки оптические параметры наивысшие: $W = 3,5-5 \text{ ГВт}/\text{см}^2$; $K = 0,01$.

Пятая термообработка пяти кристаллов с уже улучшенной структурой при 210°C привела к растрескиванию всех пяти кристаллов. Этот факт свидетельствует о том, что температура фазового перехода всех пяти кристаллов была поднята изобретением до максимального значения и превысила 200°C , чего нельзя было достичь при термообработке по прототипу.

Были также измерены оптические параметры монокристаллов в зависимости от продолжительности увеличения времени изотермической выдержки при 200°C .

Время выдержки в 15 часов показало незначительное улучшение параметров кристалла (таблица 2). Увеличение выдержки до 18-20 час давало улучшение оптических параметров (таблица 3,4) а при 24 часах выдержки оптические параметры перестали улучшаться (таблица 5). Поэтому, с учетом поля допусков на температурный режим в промышленных печах и практического разброса параметров при термообработке монокристаллов установлена изотермическая выдержка в пределах 20-24 часов при температурах $195-200^{\circ}\text{C}$. Выдержка более 24 часов приведет к необоснованным избыточным затратам времени и средств.

Таблица 1

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов отожженных по прототипу	
	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06 \mu\text{км}$	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06 \mu\text{км}$
1	2	0,034	Кристаллы стали непрозрачными, молочно-белого цвета	
2	2,3	0,033		
3	2,1	0,034		
4	2	0,035		
5	2,5	0,032		

Продолжение табл. 1

10513

8

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов, отожженных в экранированном состоянии по способу изобретения, по температурный режим соответствовал прототипу							
			170°C		180°C		190°C		200°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06 \mu\text{км}$	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06 \mu\text{км}$	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06 \mu\text{км}$	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06 \mu\text{км}$
6	2	0,034	2,8	0,03	Кристалл молочно-белый		Кристалл растрескался		Кристалл растрескался	
7	2,3	0,033	3	0,03	Кристалл потрескался		Кристалл растрескался		Кристалл растрескался	
8	2,1	0,034	3	0,03	Кристалл молочно-белый		Кристалл растрескался		Кристалл растрескался	
9	2	0,035	2,5	0,03	Кристалл молочно-белый		Кристалл растрескался		Кристалл растрескался	
10	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	

Продолжение табл. 1

Номер образца	Результаты исследо- вания кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов, отожженных по изобретению									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
11	2	0,034	2,8	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	
12	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	3,2	0,02	4,5	0,01	---	
13	2,1	0,034	3	0,03	3,2	0,02	3,3	0,02	3,5	0,01	---	
14	2,0	0,035	2,5	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4,4	0,01	---	
15	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	5	0,01	---	

10513

10

Таблица 2

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 15 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,2	0,033	2,4	0,032	2,8	0,030	3,0	0,02	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	2,5	0,032	2,7	0,032	2,8	0,030	3,5	0,02	—	
3	2,1	0,034	2,2	0,033	2,5	0,032	2,7	0,030	3,0	0,02	—	
4	2,0	0,035	2,2	0,033	2,5	0,032	2,7	0,030	3,5	0,02	—	
5	2,5	0,032	2,5	0,032	2,7	0,032	3,2	0,030	4,0	0,02	—	

Таблица 3

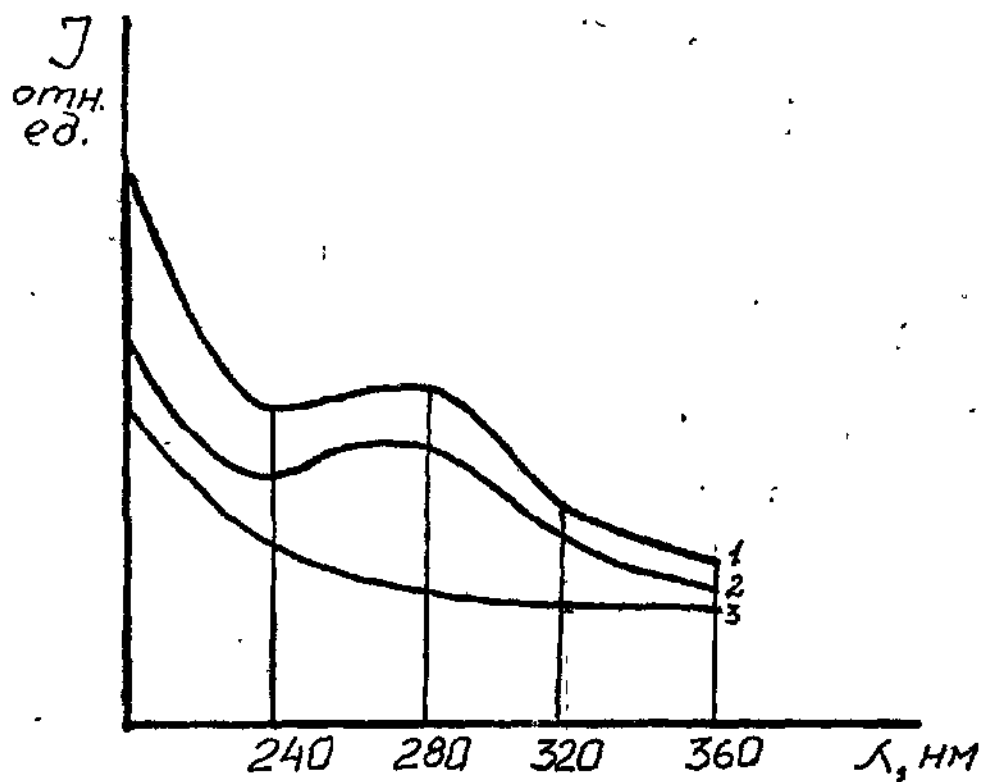
Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 18 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,5	0,032	2,7	0,03	3,2	0,03	3,5	0,02	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	2,8	0,031	3,0	0,03	3,0	0,03	4,2	0,02	—	
3	2,1	0,034	2,7	0,032	3,0	0,03	3,2	0,03	3,0	0,02	—	
4	2	0,035	2,2	0,033	2,8	0,03	3,0	0,03	4,2	0,02	—	
5	2,5	0,032	3	0,030	3,2	0,03	3,5	0,03	4,5	0,02	—	

Таблица 4

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 20 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,8	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	3,2	0,02	4,5	0,01	—	
3	2,1	0,034	3	0,03	3,2	0,02	3,3	0,02	3,5	0,01	—	
4	2,0	0,035	2,5	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4,4	0,01	—	
5	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	5	0,01	—	

Таблица 5

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 24 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,8	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	3,2	0,02	4,5	0,01	—	
3	2,1	0,034	3	0,03	3,2	0,02	3,3	0,02	3,5	0,01	—	
4	2	0,035	2,5	0,03	3	0,02	3,5	0,02	5	0,01	—	
5	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	5	0,01	—	



Упорядник В.Пузиков

Техред М.Моргентал

Коректор М.Самборська

Замовлення 4018

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101



УКРАЇНА

(19) UA (11) 10513 (13) A
(51)5 C 30 B 33/00, 29/14ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДбез проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23.XII. 1993 р.Публікується
в редакції заявника(54) СПОСІБ ТЕРМООБРОБКИ РАДІАЦІЙНО-ПОШКОДЖЕНИХ МОНОКРИСТАЛІВ
ДИГІДРОФОСФАТУ КАЛІЮ

1

(21) 93090866
(22) 16.02.93
(24) 25.12.96
(46) 25.12.96. Бюл. № 4
(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1440098, кл. C 30 B 33/00, 1988.
(72) Сало Віталій Іванович, Колибаєва Марія
Іванівна, Соловійов Віктор Давидович
(73) Науково-дослідне відділення оптичних
та конструкторських кристалів науково-техно-
логічного концерну "Інститут монокри-
сталів" НАН України (UA)
(57) Способ термообработки радиационно-по-
врежденных монокристаллов дигидрофосфа-
та калия путем разогрева, изотермической
выдержки и охлаждения со ступенчатым сни-

2

жением скорости нагрева при температуре,
приближающейся к температуре фазового
перехода в кристалле, о т л и ч а ю щ и с я
тем, что перед нагревом монокристалл плот-
но обматывают по всем поверхностям не
менее чем тремя слоями металлической
фольги со степенью черноты 0,06-0,09, раз-
деленными между собой пористыми про-
кладками из стекловолокнистого материала,
производят ступенчатое снижение скорости
нагрева от 3 до 0,3°C/час в интервале тем-
ператур 20-150°C, 150-175°C, 175-190°C,
190-200°C, а изотермическую выдержку осу-
ществляют при 190-200°C в течение 20-24
часов с последующим равномерным охлаж-
дением до комнатной температуры.

Изобретение относится к прикладной кристаллофизике и может найти применение в лазерном приборостроении, основанном на применении монокристаллов дигидрофосфата калия (КДР). Целый ряд лазерных приборов и систем, укомплектованных изделиями из этих кристаллов, предназначен для эксплуатации в условиях воздействия ионизирующей радиации. Длительность и надежность эксплуатации таких приборов лимитируется эффектом накопления в структуре кристаллов повреждений, образование которых приводит к изменению характеристик материала и как основное — к окрашиванию кристаллов, что, в свою очередь, приводит к ухудшению оптических

характеристик и снижению лучевой прочности кристаллов. Окрашенные в условиях радиационного облучения элементы из монокристаллов КДР заменяются новыми, а старые дорогостоящие кристаллы бракуются. Изыскание возможности неоднократного использования радиационно-поврежденных элементов из монокристаллов КДР представляет в настоящее время весьма актуальную задачу. С целью снятия напряжений и повышения оптической однородности (обесцвечивания) монокристаллов проводят их термообработку (отжиг).

Наиболее близким по технической сути к данному способу является способ термообработки монокристаллов дигидрофосфата

(19) UA (11)

10513

(13)

A

калия, заключающийся в том, что для улучшения механической и лучевой прочности необлученный монокристалл КДР помещают в печь и проводят ступенчатый отжиг в интервале температур 20-120°C, 120-150°C, 150-170°C, со скоростями 20-25, 2-4, 0,5-0,7°C/час соответственно, в области 170-195°C со скоростью 0,2-0,3°C/час. Выдерживают при максимальной температуре в течение 14-15 суток. Охлаждение кристаллов производят с теми же скоростями и в тех же интервалах, что и нагрев. Этот способ позволяет повысить величину механической и лучевой прочности в 2-3 раза, но он непригоден для радиационно-поврежденных монокристаллов КДР, т.к. в них под действием радиации возникают дополнительные поврежденные структуры и концентраторы внутренних напряжений. Кроме того, ионизирующее облучение делает прозрачный монокристалл полупрозрачным и от лучевого теплового потока со стенок печи в кристалле возникают дополнительные температурные напряжения. Поэтому при отжиге радиационно-поврежденных монокристаллов КДР по способу происходит за 14-15 суток полное разрушение кристаллической решетки, сопровождающейся растрескиванием кристаллов.

Задачей изобретения является разработка способа термообработки радиационно-поврежденных монокристаллов дигидрофосфата калия, который обеспечивает восстановление их полной работоспособности путем залечивания радиационных дефектов и повышает лучевую прочность и оптическую однородность.

Решение поставленной задачи в изобретении достигается тем, что в способе термообработки радиационно-поврежденных монокристаллов дигидрофосфата калия путем разогрева, изотермической выдержки и охлаждения со ступенчатым снижением скорости нагрева при температуре приближающейся к температуре фазового перехода в кристалле, согласно изобретению, перед нагревом монокристалл плотно обматывают по всем поверхностям не менее чем тремя слоями металлической фольги с низкой степенью черноты, разделенными между собой пористыми прокладками из материала с высоким термическим сопротивлением, производят ступенчатое снижение скорости нагрева от 3 до 0,3°C/час в интервале температур 20-150°C, 150-175°C, 175-190°C, 190-200°C, а изотермическую выдержку осуществляют при 190-200°C в течение 20-24 часов с последующим равномерным охлаждением до комнатной температуры.

Специально проведенные эксперименты показали, что процесс залечивания радиационных дефектов и повышение лучевой прочности и оптической однородности при температуре 190-200°C происходит за время не менее 20-24 часов. Отжиг в течение меньшего времени приводит лишь к частичному повышению оптической однородности. Отжиг кристаллов при более низкой температуре чем 190-200°C приводит лишь к частичному повышению лучевой прочности и оптической однородности (таблица 1). В случае отжига кристаллов при температуре более высокой, чем 200°C, происходит растрескивание монокристаллов.

Высокое термическое сопротивление прокладок необходимо для того, чтобы локальный перегрев одного слоя не передавался следующему, а растекался за счет теплопроводности металла вдоль слоя фольги.

В изобретении первый слой, нанесенный непосредственно на монокристалл, почти зеркально отражает назад собственное излучение монокристалла, т.к. степень черноты алюминиевой отожженной фольги равна 0,06. Но одновременно за счет высокой теплопроводности вдоль слоя равномерно распределяется температура по граням монокристалла. Наружный третий слой отражает неравномерные лучевые потоки от стенок печи и сглаживает неравномерности температуры от внешней по отношению к монокристаллу конвекции. Средний второй слой выравнивает по граням монокристалла значение температуры, которые еще остаются от наружного слоя. Пористые прокладки из стеклоткани ликвидируют конвекцию между слоями и обеспечивают по всем граням одинаковую теплопроводность по тонким слоям воздуха внутри пористой прокладки.

На чертеже представлены спектры поглощения монокристалла КДР до воздействия радиации (кривая 2), после воздействия (кривая 1) и после термообработки (кривая 3).

Способ включает следующие операции:

1. Экранируют кристаллы от излучающей поверхности печи путем обмотки их тремя слоями фольги, отделенных друг от друга пористыми прокладками.

2. Закладывают кристаллы в безградиентную печь.

3. Нагревают кристаллы ступенчато с понижением скорости нагрева от 3°C/час до 0,03°C/час при температуре 190-200°C.

4. Проводят выдержку кристаллов при температуре 190-200°C в течение 20-24 часов.

5 Охлаждают кристаллы равномерно до комнатной температуры со скоростью $3^{\circ}\text{C}/\text{час}$.

6 Контроль параметров кристаллов производят до и после отжига кристаллов.

Были проведены экспериментальные термообработки радиационно-поврежденных монокристаллов по способу прототипа, по способу изобретения и по температурным режимам прототипа с экранированием по изобретению.

Была проведена термообработка 15 радиационно-поврежденных монокристаллов КДР размером $100 \times 100 \times 100$ мм с отполированными гранями (001).

Все монокристаллы до термообработки были исследованы на оптическую однородность (измерены спектры поглощения, измерен коэффициент поглощения K на длине волны $\lambda = 1,06$ мкм) и на величину лучевой прочности.

Оптические параметры всех 15 монокристаллов оказались в диапазонах: $W = 2-2,5$ ГВт/см²; $K = 0,03-0,035$ см⁻¹ (см таблицу 1)

Ниже изобретение иллюстрируется конкретными примерами.

Пример 1.

Пять кристаллов (№ образцов 1, 2, 3, 4, 5 таблица 1) были термообработаны по прототипу с изотермической выдержкой при 180°C . Все пять кристаллов стали непрозрачными и приобрели молочно-белый цвет, что свидетельствует о необратимых изменениях и повышении температуры фазового перехода (таблица 1).

Пример 2.

Еще пять кристаллов (№ образцов 6, 7, 8, 9, 10 таблица 1) были экранированы по способу изобретения, но температурный режим соответствовал прототипу.

Термообработка их повторялась последовательно четыре раза с изотермической выдержкой при температурах 170°C , 180°C и 200°C . Термообработку с изотермической выдержкой при 170°C выдержали все пять кристаллов, а оптические параметры улучшались незначительно: $W = 2,5-3,2$ ГВт/см²; $K = 0,03$ см⁻¹.

Изотермическую выдержку при 180°C выдержали два кристалла уже с другими оптическими параметрами: $W = 3,2-3,5$ и $K = 0,02$.

Три кристалла стали молочно-белыми, а два уцелевших значительно восстановили свои оптические характеристики.

Изотермическую выдержку при 190°C выдержал один кристалл с параметрами: $W = 4$ ГВт/см² и $K = 0,01$, а четыре кристалла растрескались.

При термообработке последнего уцелевшего кристалла изотермической выдержкой при 200°C от разрушился.

Пример 3.

После того, как был изменен температурный режим термообработки по прототипу на режим, предложенный в изобретении, термообработка оставшихся пяти кристаллов (№ образцов 11, 12, 13, 14, 15 таблица 1), экранированных фольгой, была последовательно выполнена при температурах 170°C , 180°C , 190°C , 200°C и 210°C .

Все пять монокристаллов выдержали четыре термообработки при изотермической выдержке при 200°C , имели после термообработки оптические параметры наивысшие: $W = 3,5-5$ ГВт/см²; $K = 0,01$.

Пятая термообработка пяти кристаллов с уже улучшенной структурой при 210°C привела к растрескиванию всех пяти кристаллов. Этот факт свидетельствует о том, что температура фазового перехода всех пяти кристаллов была поднята изобретением до максимального значения и превысила 200°C , чего нельзя было достичь при термообработке по прототипу.

Были также измерены оптические параметры монокристаллов в зависимости от постепенного увеличения времени изотермической выдержки при 200°C .

Время выдержки в 15 часов показало незначительное улучшение параметров кристалла (таблица 2). Увеличение выдержки до 18-20 час давало улучшение оптических параметров (таблица 3,4) а при 24 часах выдержки оптические параметры перестали улучшаться (таблица 5). Поэтому, с учетом поля допусков на температурный режим в промышленных печах и практического разброса параметров при термообработке монокристаллов установлена изотермическая выдержка в пределах 20-24 часов при температурах $195-200^{\circ}\text{C}$. Выдержка более 24 часов приведет к необоснованным избыточным затратам времени и средств.

Таблица 1

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов, отожженных по прототипу	
	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	Кристаллы стали непрозрачными, молочно-белого цвета	
2	2,3	0,033	--	
3	2,1	0,034	--	
4	2	0,035	--	
5	2,5	0,032	--	

Продолжение табл. 1

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов, отожженных в экранированном состоянии по способу изобретения, но температурный режим соответствовал прототипу									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
6	2	0,034	2,8	0,03	Кристалл молочно-белый		Кристалл растрескался		Кристалл растрескался		Кристалл растрескался	
7	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	--		--		--	
8	2,1	0,034	3	0,03	Кристалл потрескался		--		--		--	
9	2	0,035	2,5	0,03	Кристалл молочно-белый		--		--		--	
10	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	--		--	

Продолжение табл. 1

Номер образца	Результаты исследо- вания кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов, отожженных по изобретению									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
11	2	0,034	2,8	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	
12	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	3,2	0,02	4,5	0,01	—"	
13	2,1	0,034	3	0,03	3,2	0,02	3,3	0,02	3,5	0,01	—"	
14	2,0	0,035	2,5	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4,4	0,01	—"	
15	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	5	0,01	—"	

Таблица 2

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 15 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,2	0,033	2,4	0,032	2,8	0,030	3,0	0,02	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	2,5	0,032	2,7	0,032	2,8	0,030	3,5	0,02	—"	
3	2,1	0,034	2,2	0,033	2,5	0,032	2,7	0,030	3,0	0,02	—"	
4	2,0	0,035	2,2	0,033	2,5	0,032	2,7	0,030	3,5	0,02	—"	
5	2,5	0,032	2,5	0,032	2,7	0,032	3,2	0,030	4,0	0,02	—"	

Таблица 3

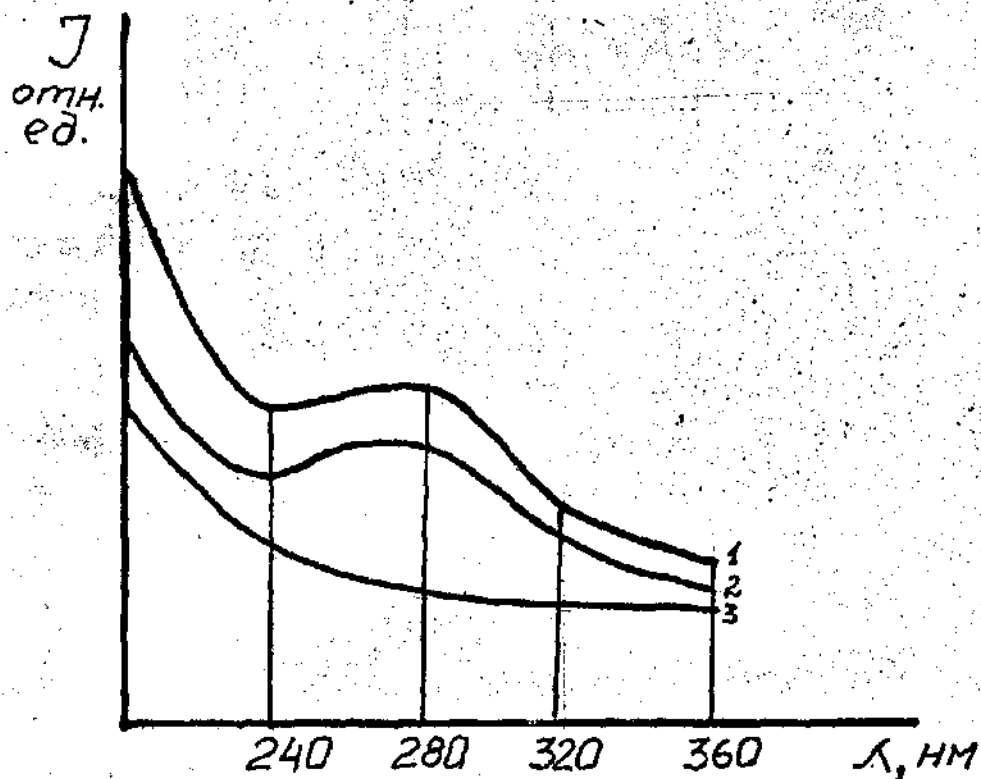
Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 18 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,5	0,032	2,7	0,03	3,2	0,03	3,5	0,02	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	2,8	0,031	3,0	0,03	3,0	0,03	4,2	0,02	—"	
3	2,1	0,034	2,7	0,032	3,0	0,03	3,2	0,03	3,0	0,02	—"	
4	2	0,035	2,2	0,033	2,8	0,03	3,0	0,03	4,2	0,02	—"	
5	2,5	0,032	3	0,030	3,2	0,03	3,5	0,03	4,5	0,02	—"	

Таблица 4

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 20 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,8	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	3,2	0,02	4,5	0,01	---	
3	2,1	0,034	3	0,03	3,2	0,02	3,3	0,02	3,5	0,01	---	
4	2,0	0,035	2,5	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4,4	0,01	---	
5	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	5	0,01	---	

Таблица 5

Номер образца	Результаты исследования кристаллов до отжига		Результаты исследования кристаллов КДР, отожженных по изобретению (выд. 24 часов)									
			170°C		180°C		190°C		200°C		210°C	
			W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм	W ГВт/см ²	K см ⁻¹ $\lambda=1,06$ мкм
1	2	0,034	2,8	0,03	3	0,02	3,5	0,02	4	0,01	Кристалл растрескался	
2	2,3	0,033	3	0,03	3,2	0,02	3,2	0,02	4,5	0,01	---	
3	2,1	0,034	3	0,03	3,2	0,02	3,3	0,02	3,5	0,01	---	
4	2	0,035	2,5	0,03	3	0,02	3,5	0,02	5	0,01	---	
5	2,5	0,032	3,2	0,03	3,5	0,02	4	0,01	5	0,01	---	



Упорядник В.Пузиков

Техред М.Моргентал

Коректор М.Самборська

Замовлення 4018

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101