



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

ОПУБЛИКОВАНО
В Ч. 93 44-48

ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ. №

030069

(19) SU (11) 1625068 A1

БЕЛЕНА СОВЕТСКИХ ИМПЕРИИ

(51)5 С 30 В 33/02, 29/48

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГИИТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4622668/26

(22) 20.12.88

(72) В.А.Кобзарь-Зленко, Ю.А.Загоруй-
ко и В.К.Комарь

(53) 621.315.592(088 Я)

(56) Патент Англии № 2090237,
кл. С 01 С 9/00, 1982.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОПТИЧЕСКИ ПРО-
ЗРАЧНЫХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНИДА ЦИНКА

(57) Изобретение относится к лазерной
технике, в частности, к способам
снижения коэффициента поглощения про-
ходных оптических элементов CO_2 -лазер-
ов, которые изготавливаются из крис-
таллов селенида цинка, и может най-

ти применение в химической промышлен-
ности. Цель изобретения - снижение
коэффициента оптического поглощения
излучения ИК-диапазона. Для этого
кристаллы последовательно перемещают
в рабочем объеме печи через зоны трех
нагревателей с профилями градиента
температур, изменяющимися по синусо-
иде, причем профили градиента темпе-
ратур двух боковых и центрального на-
гревателей в проекции на плоскость
образца образуют прямой угол. Такой
режим обработки снижает коэффициент
поглощения ИК-излучения на порядок
($\beta \sim 2,6 \cdot 10^{-3} \text{ см}^{-1}$). 4 ил., 1 табл.

Изобретение относится к лазерной
технике, в частности к способам сни-
жения коэффициента поглощения проход-
ных оптических элементов CO_2 -лазеров,
которые изготавливаются из кристал-
лов селенида цинка, и может найти при-
менение в химической промышленности.

Цель изобретения - снижение коэф-
фициента оптического поглощения из-
лучения ИК-диапазона.

На фиг. 1 и 2 изображено устройство
для осуществления предлагаемого спо-
соба; на фиг. 3 - профили градиента
температур трех нагревателей печи; на
фиг. 4 - температурная зависимость
темнового удельного электрического
сопротивления образцов ZnSe , где А -
исходный образец без обработки, Б -
образец после обработки.

П р и м е р. Образец 1 селенида
цинка диаметром 44 мм и толщиной
4-91

10 мм с коэффициентом поглощения ИК-
излучения $\beta = 2,3 \cdot 10^{-2} \text{ см}^{-1}$ помещают в
печь, которая содержит два боковых
2 и 3 и один центральный 4 нагревате-
ли. Боковые нагреватели располагают
под прямым углом к центральному.

Нагреватели изготавливают навивкой
нихромовой проволоки на алуноводный
стержень 5 и устанавливают в полуци-
линдрическом алуноводном изоляторе 6,
который помещают в прямоугольном кор-
пусе 7 и крепят на панелях. Централь-
ный нагреватель устанавливают на
панели вертикально, а боковые гори-
зонтально. Нагреватели располагают
на съемных панелях симметрично друг
другу так, что расстояние между ними
соответствует толщине образца 1 и
удалению образца на 10-15 мм с обеих
сторон от нагревателей. Панели в спо-
ре с нагревателями образуют верти-

1625068 A1

кальную прямоугольную полость, в которой перемещают укрепленный на каретке образец 1. Его устанавливают в центре левого бокового нагревателя 2, камеру вакуумируют до остаточного давления газов не хуже 30–10 мм рт.ст., разогревают центральным нагревателем при включенных боковых до температуры 230–250°C, которая выше температуры пластической деформации на 30–50°C и контролируется термопарой 8 типа ХА (хромель-алюмель). Включают протягивающий механизм и образец с термопарой протягивают через зону с градиентом температуры центрального нагревателя 4 со скоростью 5 мм/ч. При этом температуру записывают на ленте потенциометра КСП2-005. Максимальная температура обработки составляет 810°C. После прохождения образца 1 через градиент нагревателя 4 и достижения центра правого нагревателя 3 нагрев отключают. Измерение коэффициента поглощения ИК-излучения после оптико-механической обработки диска показывает снижение коэффициента поглощения до $7,8 \cdot 10^{-3} \text{ см}^{-1}$. Этот же образец помещают в центре бокового нагревателя, камеру вакуумируют, включают все нагреватели и повышают температуру по термопаре до 800°C. В этом температурном режиме образец протягивают вдоль полости со скоростью 5 мм/ч. При переходе от бокового горизонтального нагревателя к вертикальному центральному на диаграмме потенциометра отмечается падение температуры от 815 до 570°C, что не приводит к растрескиванию образца, так как температура не снижается ниже температуры пластической деформации 200°C.

Такой режим обработки снижает коэффициент поглощения до $2,6 \cdot 10^{-3} \text{ см}^{-1}$ в то время, как при повторном протягивании образца только через центральный нагреватель коэффициент поглощения снижается незначительно ($7,5 \cdot 10^{-3} \text{ см}^{-1}$) (см. таблицу, в которой показано изменение коэффициента $\beta \text{ см}^{-1}$ в зависимости от условий обработки).

Это достигается благодаря воздействию на образец термических напряжений, расположенных под углом 90° к плоскости образца. Расположение боковых нагревателей под прямым углом к центральному обуславливает анало-

гичное расположение градиента температур в полости нагревателей и образующихся термических напряжений в материале кристалла, что способствует противоположному воздействию термических напряжений на разориентированные по объему кристалла спонтанные напряжения кристаллической решетки образца.

Профиль градиента температур центрального нагревателя имеет вид синусоиды (см. фиг. 3, позиция 9). Боковые профили аналогичны центральному, но развернуты на 90° в плоскости образца (позиция 10 фиг. 3). В полости вертикального нагревателя 4 температура увеличивается от периферии (точка а) к центральной точке е и затем снова снижается. Поскольку создаваемые вертикальным нагревателем 4 плоскости изотерм перпендикулярны к горизонтальной проекции, как и сам нагреватель 4, то их проекции на горизонтальной плоскости имеют вид концентрических пунктирных окружностей 11 и при пересечении с осью абсцисс образуют точки а, б, в, г, д, е и т.д.

Проектируя эти точки в систему координат температура ($T, ^\circ\text{C}$) – длина (см), получаем точки а', б', в', г', д', е', и т.д., соединяя их между собой, получаем графическую синусоидальную зависимость изменения температуры по ходу образца 1 в полости вертикального нагревателя.

На фиг. 3 также графически показано изменение температуры при движении образца вдоль оси горизонтальных нагревателей по стрелке А фиг. 1. Вдоль оси боковых нагревателей температура достигает максимальной величины (но не выше температуры фазового перехода 1425°C) (прямая линия) по всей длине полости нагревателей. При выходе образца из зоны нагрева температура снижается, но не ниже температуры пластической деформации материала образца, и снова достигает максимального значения в центре вертикального нагревателя.

Напряжения, создаваемые в объеме образца градиентом температур нагревателей, по знаку могут совпадать или не совпадать с разориентированными по объему образца собственными напряжениями кристаллической решетки. В идеальном случае прикладываемые к образцу термические напряжения макси-

мально снижают общий уровень локальных напряжений кристаллической решетки образца, что повышает однородность оптической среды кристалла и поэтому снижает коэффициент поглощения проходящего через кристалл излучения.

Конструктивно обусловлено взаимоперпендикулярное расположение нагревателей и соответственно изменение профиля температуры по ходу образца из полости вертикальных нагревателей в полость горизонтальных, так же как и направление воздействия термических напряжений на образец.

При перемещении образца 1 в полости вертикального нагревателя 4 он пересекает плоскости изотерм, которые, создавая градиент, обуславливают зону термических напряжений расширения и сжатия в материале образца.

В отличие от термических условий вертикальной полости перемещение образца в полости горизонтальных нагревателей происходит вдоль поверхности изотерм. При этом изменяется и характер создаваемых в материале образца термических напряжений. Как следует из графика температур 10 горизонтального нагревателя, область горизонтального диаметра образца разогрета до максимальной температуры и снижается по радиусам вертикального диаметра от центра к периферии под прямым углом к направлению движения образца.

Такой характер распределения температур и создаваемых ими термических напряжений в материале образца остается постоянным на всем участке перемещения образца в полости горизонтального нагревателя.

Таким образом, различие термических условий в полостях нагревателей технологически выражается в том, что зона термических напряжений, созданная вертикальным нагревателем, перемещается по образцу и соответственно образец перемещается вдоль постоянного градиента термического напряжения,

создаваемого горизонтальным нагревателем, что аналогично стационарным условиям отжига. Естественно, что воздействие термических напряжений вертикального нагревателя на разориентированные напряжения в объеме образца более эффективное, чем горизонтального.

Воздействие на разориентированные напряжения кристаллической решетки оказывает изменение направления действия термических напряжений, которые реализуются только на границе перехода из вертикальной полости в горизонтальную.

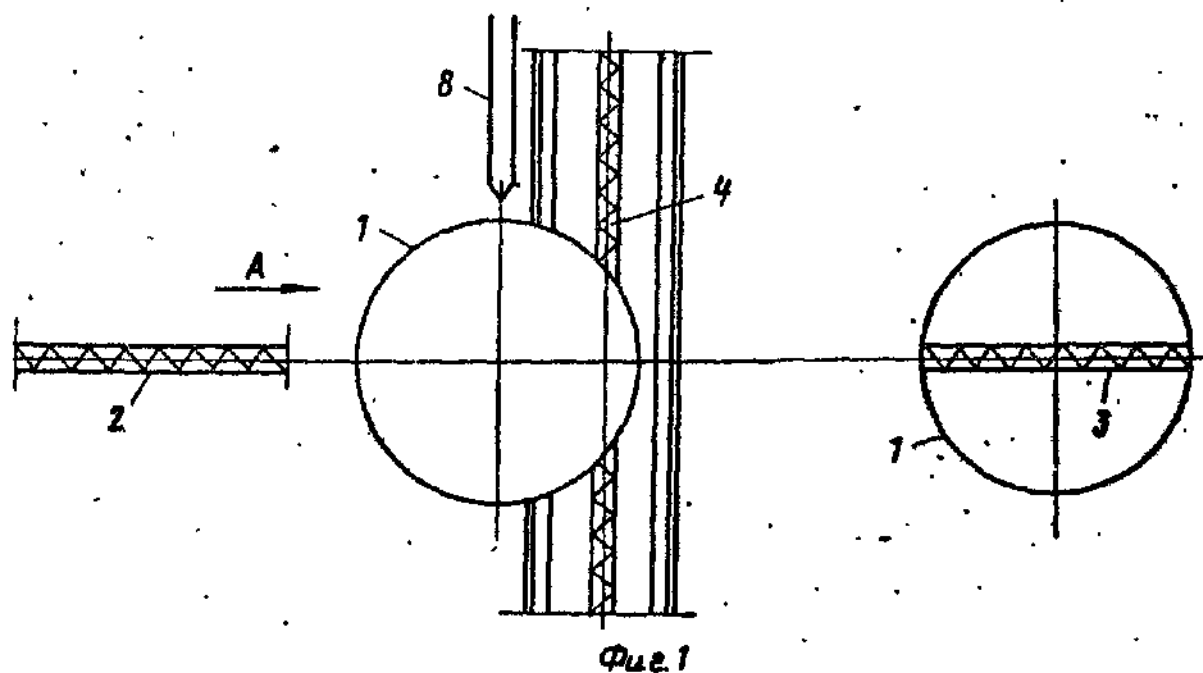
С целью более эффективного проявления воздействия термических напряжений на разориентированные напряжения кристаллической решетки образца необходимо изменять направление воздействия термических напряжений на образец, что и достигается изменением профиля градиента температуры по ходу образца.

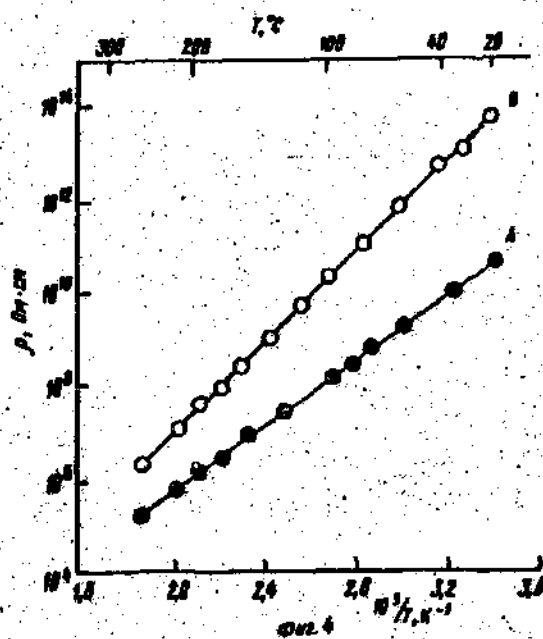
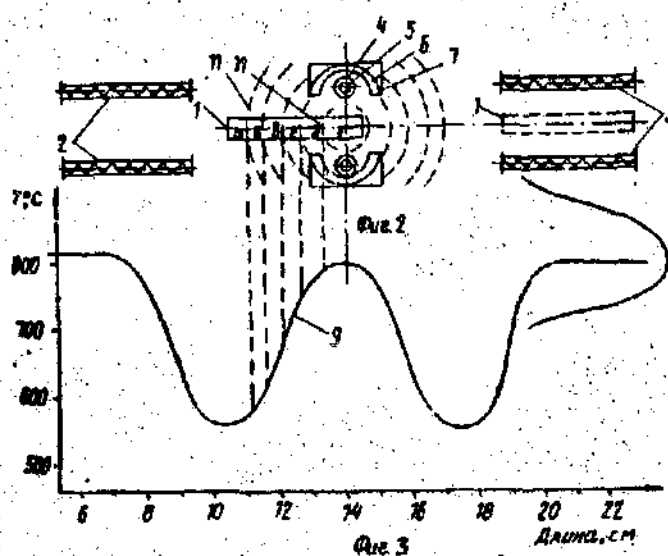
Из графика видно, что при 300 К темновое удельное электрическое сопротивление образцов кристаллов $Ar \approx 4 \cdot 10^{10}$ Ом·см, а образцов $B \rho \approx 3 \times 10^{12}$ Ом·см, что обусловлено снижением уровня свободных носителей заряда, вследствие чего уменьшается и величина поглощения свободными носителями заряда энергии оптического излучения.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения оптически прозрачных кристаллов селенида цинка, включающий их нагрев в печи, отличающийся тем, что, с целью снижения коэффициента оптического поглощения излучения ИК-диапазона, кристалл последовательно перемещают в рабочем объеме печи через зоны трех нагревателей с профилями градиента температур, изменяющимися по синусоиде, причем профили градиента температур двух боковых и центрального нагревателей в проекции на плоскость образца образуют прямой угол.

№ п/п	Материал образца	Образец, диаметр, толщина, мм	Температура нагревателей, °C			β , см ⁻¹	
			Левый го- ризонталь- ный	Централь- ный вер- тикальный	Правый горизон- тальный	До обработ- ки	После об- работки
1	ZnSe	60 x 5	-	800	-	$3,9 \cdot 10^{-2}$	$3,47 \cdot 10^{-2}$
2	То же	60 x 5	-	800	-	$3,47 \cdot 10^{-2}$	$3,41 \cdot 10^{-2}$
3	"	60 x 5	810	800	805	$3,41 \cdot 10^{-2}$	$3,15 \cdot 10^{-2}$
4	"	60 x 5	807	800	803	$3,15 \cdot 10^{-2}$	$3,12 \cdot 10^{-2}$
5	"	40 x 10	-	812	-	$2,3 \cdot 10^{-2}$	$7,8 \cdot 10^{-3}$
6	"	40 x 10	-	807	-	$7,8 \cdot 10^{-3}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$
7	"	40 x 10	-	809	-	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$7,3 \cdot 10^{-3}$
8	"	40 x 10	800	800	800	$7,2 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-3}$
9	"	40 x 10	805	807	803	$2,6 \cdot 10^{-3}$	$2,49 \cdot 10^{-3}$
10	"	40 x 10	803	810	808	$2,49 \cdot 10^{-3}$	$2,46 \cdot 10^{-3}$
14	"	70 x 8	-	810	-	$2,8 \cdot 10^{-2}$	$6,7 \cdot 10^{-3}$
15	"	70 x 8	807	812	805	$7,2 \cdot 10^{-3}$	$5,3 \cdot 10^{-3}$





Составитель Е. Писарева

Редактор Т. Горячева

Техред Л. Сердюкова

Корректор С. Шекмар

Заказ 463/ДСП

Тираж

Подписное

ВНИИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101

