

光学单晶的热锻强化及其晶粒尺寸计算

崔凤柱 刘福平 崔承甲

摘要: 本文综述了光学单晶热锻的发展状况,采用改进的热锻工艺使热锻晶体 NaCl 在保持其光学透过率及退火有效地消除热应力的同时,得到显著强化;改进了求解 X 射线衍射峰净加宽度的方法;首次精确计算了热锻晶体的有效晶粒尺寸。

一、引 言

我们用光学晶体作为透镜、棱镜、激光窗、闪烁体及导弹导向窗材料,具有理想的光学性能。但是,由于光学单晶的机械强度和抗光线损伤水平低,特别是作为高能激光窗和导弹导向窗时需要高强度。因此,改进热锻工艺以最大限度地强化光学单晶,具有明显的学术价值和实用价值。所谓单晶热锻,就是在适当的高温、高压和气氛等条件下,使光学晶体塑性形变,从而改善其物理性能。与其它强化方法相比,单晶热锻方法简便、易于控制、结构稳定,而且强化效果最大。

七十年代是国外热锻工艺飞速发展的时期,总起来有 6 种方案对原始的工艺作出了重大改进。

1. 附加铜箍热锻。将圆柱状单晶装入直径适当的铜箍里,铜箍对热锻中的晶体产生压力,对晶体缺陷的产生有强烈的阻止作用。这样热锻出的 KCl 晶体的平均晶粒尺寸为 $4\sim 5\mu\text{m}$,无裂纹,屈服强度比原来提高了 8 至 12 倍^[1],表面抗激光损伤水平和体损伤阈值与单晶相当^[2]。

2. 粉末动态约束热锻。将欲锻的脆性晶体放入封闭模具中,在晶体的外侧与模内壁的间隙处加入适量的惰性粉末(在高温下不与模具或晶体材料起化学反应),粉末在致密化过程中限制了径向流变,除去粉末锻压层即可得到理想的精细结构^[3]。

3. 等静热锻。将单晶装入封闭腔,腔内充满高压惰性流体阻止脆裂,宏观应变为 0.6。这样热锻出的 CaF_2 临界断裂能可提高 5 倍之多,晶粒尺寸小于 $15\mu\text{m}$ ^[4,5]。制得的 LiF 激光窗屈服应力提高为单晶的 15 倍,断裂能提高了一个数量级,并保持了低散射、良好的均匀性以及可见光和紫外光的透过率^[6],原单晶的不良塑性形变明显减小,体损伤阈值高达 $6\text{J}/\text{m}^2$ ^[2]。

4. 二次热锻。先用 Teflon 片等静热锻单晶,再将试样抛光,用石英或硼硅酸盐玻璃作模具,直接将晶体成形为透镜、激光窗或闪烁元件。不需要再抛光和成形,克服了脆性材料机械加工的困难,提高了光学均匀性和表面光洁度,其散射值比机械或化学抛光的试样的散射值还要低^[7,8]。

5. 多次热锻。每次的形变比至少为1.5, 改变热锻方向。这就提高了整体的均匀性, 晶粒变细, 径向晶粒尺寸梯度小得难以检测出来^[9]。

6. 反向热锻。利用Baushinger效应 (范性形变后的多晶体对于反方向的形变出现“变软”现象), 高温拉伸后再热锻。这就允许适当地降低热锻温度, 提高形变速率, 从而抑制二次再结晶、晶粒的非均匀长大和回复, 阻止软化。

在国内, 热锻工艺虽然受到设备的限制, 但还是成功地热锻强化了KCl、NaCl、CaF₂、BaF₂、LiF、MgO、NaI等单晶。一致认为, 热锻后的晶粒愈小, 强化效果愈大^[10]。

本文作者不仅吸取了国外热锻工艺上的先进经验, 加以综合, 打破常规, 使热锻的强化作用更显著, 而且还改进已有的计算方法, 精确求解了热锻强化晶体的重要指标——晶粒尺寸的大小。

二、单晶热锻

因为 NaCl 单晶在结构上最富有代表性、易于加工、对热锻设备要求低、价格低廉, 是良好的红外光学透射材料, 所以选择 NaCl 单晶作为研究对象。热锻的工艺参数共有 6 个:

1. 温度。多数离子晶体在低温下为脆性, 应变不能大于 0.1, 否则会产生裂纹, 甚至炸裂破坏; 温度过高时, 得不到精细的晶粒且强化作用小。经过探索, 国内外确定热锻温度的原则是: 以摄氏温度计算, 温度 T 高于熔点 T_m 的二分之一, 低于熔点的十分之七, 即

$$\frac{T}{T_m} = 0.5 \sim 0.7$$

在本实验中, 选择热锻温度为 170°C, 即

$$\frac{T}{T_m} = \frac{170}{801} = 0.21$$

温度的降低有以下好处: (1) 对精细结构的形成有利。温度的降低增大了流变应力, 而晶粒尺寸主要取决于流变应力的大小, 温度、杂质、边界润滑条件及形变速率诸因素则是通过流变应力间接地贡献于晶粒尺寸的变化。(2) 对设备和模具材料的要求低。(3) 提高了工作效率, 大大缩短了升温 and 降温时间。

可以想象, 温度的降低可能导致体缺陷的产生, 增加散射, 或残余应力过大导致晶粒的非均匀长大或断裂^[11]。因此, 采用了相应措施——降低形变速率, 同时使用铜箍和 NaCl 粉末。

2. 锻向。锻向应保证在滑移系统上的剪切应力最大。NaCl 单晶有 6 个滑移系统, 称做十二面体滑移, 一个滑移方向平行于另一个可能的滑移面的法线 (反之亦然), 形变开始时, 至少有两个滑移系统参加; 形变较大时, 这两个系统中只有一个占据优势并且独立承担着滑移, 如图 1 所示。根据晶体的平衡方程, 选取 $\langle 100 \rangle$ 方向为锻向, 如图 2 所示。

3. 应变。在热锻中用 $-\frac{\Delta h}{h_0}$ 表示应变, Δh 是热锻前后晶体高度的变化, h_0 是单晶

的起始高度, 负号表示压缩。应变偏低时, 微观结构的变化小, 强化作用小, 存在形变与未形变的交界区或强烈的多边化; 应变偏高时, 会引起应变感生再结晶, 得到的宏观外形也对应用有所限制。因此, 应变定为 0.6。

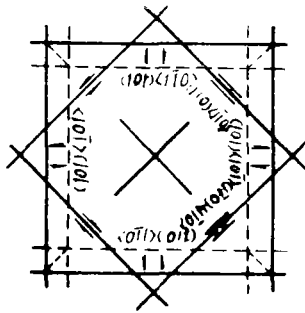


图1 NaCl的6个滑移系统

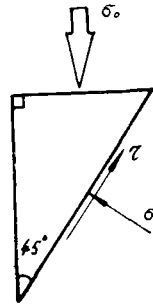


图2 晶体受力的平面示意

4. 应变速率。将应变速率定义为 $-\frac{1}{h_0} \frac{dh}{dt}$, h 为晶体的瞬时高度, t 表示时间。

根据约飞效应(岩盐晶体的脆性倾向,能够通过缓慢形变……获得显著地降低),降低低温应变速率可减小体缺陷形成动力。为了与低温匹配,将应变速率定为 0.008min^{-1} 。

5. 气氛。因为采用了铜箍和粉末,所以无需在锻腔内充高压惰性液体或惰性气体,而是使腔内的真空度尽可能高。这在容易发生氧化或高温空气分子扩散的情况下是必不可少的。

6. 退火。为消除锻后晶体的残余应力,使晶体恒温 170°C 2小时,然后缓慢降温,平均降温速率为每小时 9 度。

晶体、铜箍和粉末三者的装配情况如图 3 所示。由于引入了粉末层,所以无需加工欲锻单晶以便与铜箍内壁密合,间接克服了脆性材料机械成形的困难。粉末层要尽可能致密。为了检验粉末层的作用,使晶体上表面与云母垫片直接接触。

热锻后,将铜箍锯开并剥离粉末层,可以看到:(1)晶体在下表面处完好无损,经激光测试,其散射值与单晶相当;在晶体的上表面处却出现裂纹,裂纹沿解理面垂直向下延伸,深度小于 8mm,经激光测试,其散射值远高于单晶。这说明,粉末与铜箍配合使用对体缺陷的产生有强烈的阻止作用,

对于较低温度下的热锻是完全必要的。(2)在晶体的上表面处形成了一个 2.5mm 厚的接触层,它与基底的界线分明,其中的纵向裂纹沿 (100) 面均匀分布,几乎没有径向流变。这说明,云母片的润滑作用可以忽略。(3)在晶体侧面既不与铜箍内壁接触也不受粉末约束的部位出现数条深达 11mm 的径向裂纹,又一次证明了使用粉末的必要性。

除了用激光根据丁达尔现象测试散射情况外,还分别对热锻前后 NaCl 晶体的硬度、透过率及残余热应力进行了测试。结果表明,热锻后晶体的显微硬度净提高了 43.96%,光学透过率在波长为 2000Å 至 300000Å 的范围内不亚于锻前的 NaCl 单晶,退火有效地消除了残余热应力。

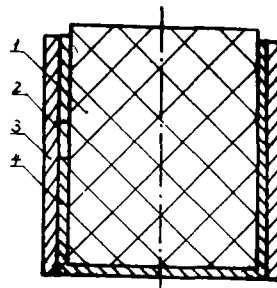


图3 热锻装配图

- 1—NaCl单晶
- 2—空隙
- 3—铜箍
- 4—NaCl粉末

三、X射线衍射分析

单晶NaCl经过热锻后引入了晶界，其X射线衍射峰加宽，根据衍射峰的净加宽度即可计算出晶体重要性质——晶粒尺寸和晶格畸变，前者是评价强化效果的重要指标。

1. 概念

有效晶粒尺寸的计算方法极多，一般地，是把形状不规则的晶粒等效为形状规则的晶粒，后者的表面积或体积与前者相同。然而，这些方法都不适用于热锻NaCl晶体。因此，我们将有效晶粒尺寸定义为： (hkl) 反射面的法线方向上品界间距的体积平均值，即

$$L_{hkl} = \frac{1}{V} \int T dV \quad (1)$$

V 为X射线照射的体积， T 为晶界的距离。显然，这里的晶粒指的是第一性粒子。

计算衍射峰宽度的方法主要有半高宽度、积分宽度和方差宽度。积分宽度等于净峰面积除以净峰高度，即

$$\beta = \frac{1}{I_p} \int I(2\theta) d(2\theta) \quad (2)$$

I_p 为净峰高度。

2. 原理

使衍射峰净加宽的因素有两个，即，晶粒尺寸和晶格畸变。

设有一组满足布拉格方程的晶面 (hkl) ，那么，

$$\beta_s = \frac{K\lambda}{L_{hkl} \cos\theta} \quad (3)$$

式中， β_s 为晶粒尺寸引起的衍射峰净加宽度（弧度）， θ 为布拉格角（度）， λ 为入射X射线波长（埃）， K 为常数。这就是著名的Scherrer方程。

$$\text{令： } S = 2\sin\theta/\lambda \quad (4)$$

$$\text{则： } (\Delta S)^s = \frac{K}{L_{hkl}} \quad (5)$$

$(\Delta S)^s$ 表示晶粒尺寸引起的 S 值的变化。

在一个畸变了的晶体中，晶面间距 d_{hkl} 并不是处处相等，晶体不同部位的衍射角也不相同^[1]。假设晶体的最大应变为 e ，面间距将从 $d_{hkl}(1+e)$ 变化到 $d_{hkl}(1-e)$ ， $\Delta d_{hkl} = 2ed_{hkl}$ 。

$$\text{因为， } 2d_{hkl}\sin\theta = \lambda \quad (6)$$

$$\text{所以， } \frac{\partial\theta}{\partial d_{hkl}} = \frac{\text{tg}\theta}{d_{hkl}}$$

$$\Delta(2\theta) = 2 \left(\frac{\partial\theta}{\partial d_{hkl}} \right) \Delta d_{hkl}$$

$$\beta_D = 2e\text{tg}\theta \quad (7)$$

$$\begin{aligned} \text{则, } (\Delta S)^D &= 4e \sin\theta/\lambda \\ &= 2eS \\ &= \frac{2e}{d_{hkl}} \end{aligned} \quad (8)$$

$(\Delta S)^D$ 表示晶格畸变引起的 S 值的变化。

通过 X 射线阶梯扫描,可测得标准试样的衍射峰形 $g(2\theta)$ 和待测试样的衍射峰形 $h(2\theta)$ 。标准试样结晶良好,没有应变,其吸收系数与待测试样相同,由于其衍射宽度是由衍射仪造成的,故称 $g(2\theta)$ 为仪器衍射峰形。如果 $f(2\theta)$ 是待测试样的有效晶粒尺寸和晶格畸变引起的净加宽峰形,那么 $h(2\theta)$ 就是 $g(2\theta)$ 和 $f(2\theta)$ 的综合结果。因此,要想精确地求出有效晶粒尺寸和晶格畸变,就必须精确地求出 $f(2\theta)$ 。

我们知道,

$$h(2\theta) = \int_{2\theta_1}^{2\theta_2} g(t)f(2\theta-t)dt \quad (9)$$

$2\theta_1$ 和 $2\theta_2$ 分别是扫描的起始角和终止角。将 h, g, f 三条曲线拓广到函数值为零的无穷远处,可得:

$$h(2\theta) = g(2\theta) * f(2\theta) \quad (10)$$

即, $h(2\theta)$ 是 $g(2\theta)$ 与 $f(2\theta)$ 的卷积。

然而在数学处理过程中,我们无法知道 $g(2\theta)$ 和 $h(2\theta)$ 的解析表达式,这就给理论计算带来了困难。因此,有人用Cauchy型和Gauss型函数拟合 $g(2\theta)$ 和 $h(2\theta)$ 的离散点,进行近似计算。

(1) Scherrer法

假设: g, h, f 的积分宽度分别为 b, B, β , g 和 h 都是Cauchy型函数, 即,

$$g(x) = g_0 [1 + K_g^2(x - x_0)^2]^{-1} \quad (11)$$

$$h(x) = h_0 [1 + K_h^2(x - x_0)^2]^{-1} \quad (12)$$

g_0, h_0, K_g, K_h, x_0 都是常数, 则:

$$\beta = B - b \quad (13)$$

(2) Warren法

假设: g, h 都是Gauss型函数, 即,

$$g(x) = g_0 \exp \left[-\frac{\pi^2(x - x_0)^2}{b^2} \right] \quad (14)$$

$$h(x) = h_0 \exp \left[-\frac{\pi^2(x - x_0)^2}{B} \right] \quad (15)$$

$$\text{则: } \beta = (B^2 - b^2)^{1/2} \quad (16)$$

虽然用上述方法可求出总净加宽度 β , 但 β 是由晶粒尺寸引起的净加宽度 β_0 和晶格畸变引起的净加宽度 β_D 组成的, 因此, 欲求晶粒尺寸和晶格畸变就必须弄清 β, β_0 及 β_D 三者间的关系。

我们不妨假设, 晶粒尺寸引起的加宽峰形为Cauchy型, 晶格畸变引起的加宽峰形为Gauss型。Ruland^[13]和Schoening^[14]曾推出关系式:

$$\beta = \frac{\beta_0 \exp[-(\beta_s/\beta_0)^2/\pi]}{1 - \operatorname{erf}(2/\pi)^{1/2}(\beta_s/\beta_0)} \quad (17)$$

然而，式(17)计算繁琐。Halder和Wagner^[25]将式(17)近似变换，得：

$$\frac{\beta_s}{\beta} = 1 - \left(\frac{\beta_0}{\beta}\right)^2 \quad (18)$$

这一近似公式引起的计算误差小于10%。

将式(3)和(7)代入式(18)可得：

$$\beta^2 \operatorname{ctg}^2 \theta = \frac{K\lambda}{L_{hkl}} \left(\frac{\beta}{\operatorname{tg} \theta \sin \theta} \right) + 4e^2$$

根据衍射峰的计算结果作出直线 $\beta^2 \operatorname{ctg}^2 \theta \sim \beta/(\operatorname{tg} \theta \sin \theta)$ ，得出此直线的斜率和截距即可求出 L_{hkl} 和 e 。

这就是Cauchy—Gauss法（简称C—G法），与此相类似，还有C—C、G—G法，列表说明如下：

表1 C—C、G—G、C—G法综合说明

序号	加宽峰形假设		直 线		
	晶粒尺寸	晶格畸变	纵坐标Y	横坐标X	方 程
1	Cauchy	Cauchy	AS	S	$Y = 2eX + 1/L_{hkl}$
2	Gauss	Gauss	$(AS)^2$	S^2	$Y = (2e)^2 X + (1/L_{hkl})^2$
3	Cauchy	Gauss	$\beta^2 \operatorname{ctg}^2 \theta$	$\beta/(\operatorname{tg} \theta \sin \theta)$	$Y = (K\lambda/L_{hkl})X + 16e^2$

当晶格畸变可以忽略不计时，可将 β 值直接代入Scherrer方程求得 L_{hkl} 。

3. 实验

对于X射线衍射试样，主要是要求其均质性好，粒度小于 $5\mu\text{m}$ ，厚度小于 1mm 。标准试样(1*)为NaCl单晶薄片，其表面平行于(100)解理面；待测试样(2*)为热锻晶体NaCl薄片，表面光滑且基本平行于锻前的(100)解理面。

阶梯扫描采用铜靶，步长为 0.002° ，时间常数为 3s 。为滤掉 K_β ，减小背底，我们采用Ni—Co滤波片，并放在试样后面。试样(1*)的NAS1衍射峰形如图4所示。表2为阶梯扫描范围。

表2 阶梯扫描范围

试 样	序 号	文 件 名	晶面指数	阶梯扫描范围	
				起始角 $2\theta_1^\circ$	终止角 $2\theta_2^\circ$
1	1	NAS1	(600)	109.7	111.0
	2	NAS2	(200)	31.5	32.0
	3	NAS3	(400)	66.0	66.7
2	4	NAM1	(600)	109.7	111.0
	5	NAM3	(400)	65.9	66.7

4. 数值计算 I

首先, 对实验测得的 h 和 g 进行修正。

(1) 背底扣除。将衍射峰测量数据存入计算机软盘后, 手动确定衍射峰的尾端 $2\theta_1$ 和 $2\theta_2$, 作峰底切线, 背底强度为:

$$I_B(2\theta) = I(2\theta_2) + \frac{I(2\theta_2) - I(2\theta_1)}{2\theta_2 - 2\theta_1} (2\theta - 2\theta_2)$$

(2) 洛伦兹偏振因子修正。

(3) 平滑化。平滑公式为:

$$\bar{x}_i = \frac{17}{35} x_i + \frac{12}{35} (x_{i+1} + x_{i-1}) - \frac{3}{35} (x_{i+2} + x_{i-2})$$

\bar{x}_i, x_i 分别代表平滑后及平滑前的衍射强度值。

(4) K_{a1}, K_{a2} 分离。采用改进的 Ratchinger 法, 令: $P(x)$ 为测得的衍射曲线, $f_1(x)$ 为 K_{a1} 产生的衍射曲线, $f_2(x)$ 为 K_{a2} 产生的衍射曲线, d 为 K_{a1} 峰与 K_{a2} 峰的角度差:

$$d = \frac{\Delta\lambda}{d_{hkl} \cos \theta}$$

假设: $f_1(x)$ 与 $f_2(x)$ 的函数形式相同,

即, $f_2(x) = K f_1(x - d)$

K 的选取要使下式的偏差值极小:

$$I = \int_{2\theta_1}^{2\theta_2} [f_1(x) + K f_1(x - d) - P(x)]^2 dx$$

此后的衍射强度都用 $f_1(x)$ 代替。

衍射峰的修正结果见表 3 和图 5

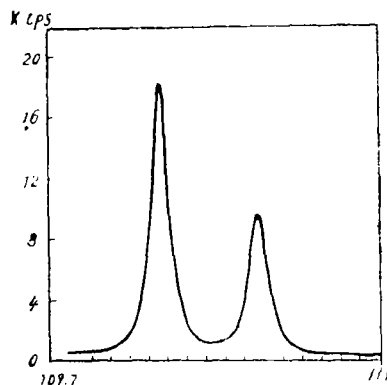


图 4 NAS1 扫描峰

表 3 衍射峰修正结果

序号	文件名	K 值	d 值	2θ	I_{max}	$\int I(x) dx$	积分宽
1	NAS1	0.502003	0.406	110.089	17811	1035350	0.116
2	NAS2	0.500331	0.080	31.716	26921	812840	0.060
3	NAS3	0.501241	0.185	66.246	1077	49128	0.091
4	NAM1	0.501439	0.405	110.090	132	10862	0.164
5	NAM3	0.501346	0.184	66.226	1589	102396	0.129

其次, 我们对 5 条衍射曲线分别进行 Cauchy 和 Gauss 拟合, 衍射峰 NAS1 的拟合情况如

图6所示。还将积分宽度作为自变量 2θ 的函数对三个衍射峰NAS1、NAS2、NAS3分别作一次、二次及三次多项式拟合，根据曲线的变化情况选取了三次多项式近似如图7所示。这样，即可求出待测试样衍射峰在 2θ 处的仪器加宽度。

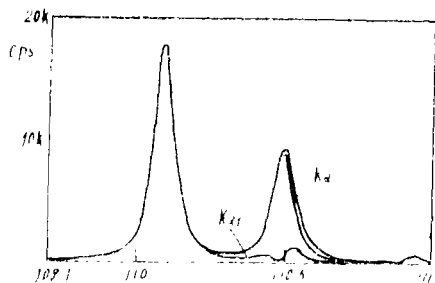


图5 修正后的衍射峰NAS1

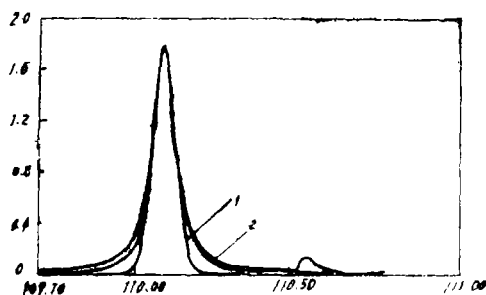


图6 衍射峰NAS1的拟合

1—Gauss
Stand. dev. = 697
Integ. width = 0.087
2—Cauchy
Stand. dev. = 331
Integ. width = 0.129

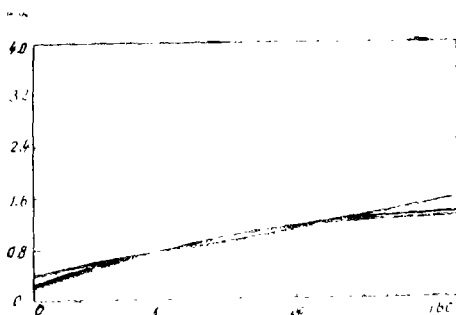


图7 仪器加宽度的多项式拟合(单位, 10^{-1})

再次，将待测试样的布拉格衍射角代入仪器加宽度的三次多项式，分别用Scherrer法和Warren法计算出净加宽度（以积分宽度计）如下：

表4 总净加宽度计算表

序号	晶面指数	测试宽度		净加宽度	
		总宽度	仪器加宽度	Scherrer法	Warren法
1	(600)	0.164	0.116	0.048	0.116
2	(400)	0.129	0.086	0.043	0.091

最后，根据按积分宽计算的总净加宽度，分别作出C—G、C—C及G—G直线，按Warren法计算总净加宽度时的C—G直线如图8所示。求得的有效晶粒尺寸和晶格畸变见表5。

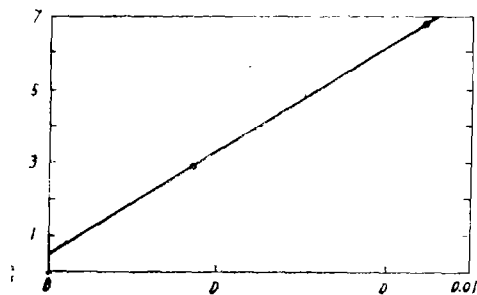


图8 Cauchy—Gauss直线(单位, 10^{-6})

表5 C—C、G—G、C—G、法的计算结果

序号	计算结果 计算方法	求峰宽法	Scherrer法		Warren法	
			晶粒尺寸	晶格畸变(%)	晶粒尺寸	晶格畸变(%)
1	Cauchy—Cauchy		1670	0.01	921	0.02
2	Gauss—Gauss		2128	0.02	1060	0.03
3	Cauchy—Gauss		2190	0.01	1071	0.02

可见，晶格畸变小于0.03%。如果忽略晶格畸变，则直接用 Scherrer 方程计算有效晶粒尺寸结果如表 6 所示。

表6 Scherrer方程的计算结果

单位: Å

序号	晶面指数	晶粒尺寸		
		Scherrer法	Warren法	平均
1	(600)	3211	1328	2038
2	(400)	2456	1157	

5. 数值计算 II

显然，上述计算方法求出的最终结果差异甚大，无法判断哪种方法更接近于实际，它们的共同点就是在求解总净加宽度时假设 $h(2\theta)$ 和 $g(2\theta)$ 是某一特定的函数，也就是应用了 Scherrer和Warren近似法，这是误差的主要来源。一般地说来，很难确定 $g(2\theta)$ 和 $h(2\theta)$ 更近似于哪一种特定函数，因此，有必要对此作出改进。在忽略测量误差的情况下，式(10)是精确的，解决此问题最精确的是Fourier解析法。

$$\text{令: } H(w) = \int_{-\infty}^{+\infty} h(x) e^{-iwx} dx$$

$$G(w) = \int_{-\infty}^{+\infty} g(x) e^{-iwx} dx$$

$$F(w) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) e^{-iwx} dx$$

根据卷积定理则有：

$$F(w) = \frac{H(w)}{G(w)}$$

对 $F(w)$ 作富氏逆变换

$$f(x) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} F(w) e^{iwx} dw$$

实际上，我们无法得到 $h(x)$ 和 $g(x)$ 的解析式，只能得到阶梯扫描的离散值，因此，应

将 $F(\omega)$ 、 $H(\omega)$ 、 $G(\omega)$ 等函数离散化。将纵坐标轴向右平移 $2\theta_0$ (即布拉格衍射角), 并将非零区间等分成 $2N$ 个小段, 则最终可推得:

$$f(x) = \frac{\Delta\omega}{2\pi} \sum_j \left[\frac{H_r(\omega_j)G_r(\omega_j) + H_i(\omega_j)G_i(\omega_j)}{G_r^2(\omega_j) + G_i^2(\omega_j)} \cos(\omega_j x) - \frac{H_r(\omega_j)G_i(\omega_j) - H_i(\omega_j)G_r(\omega_j)}{G_r^2(\omega_j) + G_i^2(\omega_j)} \sin(\omega_j x) \right]$$

式中,

$$H_r(\omega) = \Delta x \sum_j h(x_j) \cos(\omega x_j)$$

$$H_i(\omega) = \Delta x \sum_j h(x_j) \sin(\omega x_j)$$

$$G_r(\omega) = \Delta x \sum_j g(x_j) \cos(\omega x_j)$$

$$G_i(\omega) = \Delta x \sum_j g(x_j) \sin(\omega x_j)$$

这样, 我们就精确地得到了净加宽峰, 扣除背底后的 $f(x)$ 如图9所示。将 $f(x)$ 代入式

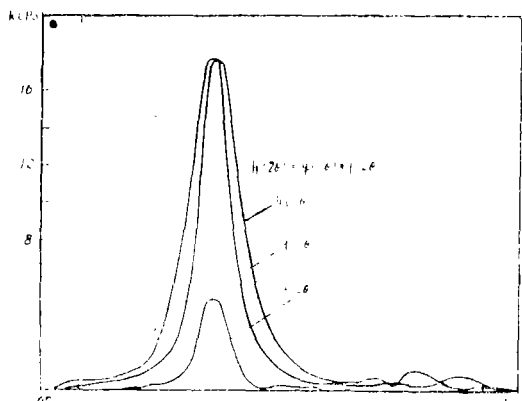


图9 X射线衍射加宽峰

(2) 后求出净加宽度, 再代入式 (3) 即可求出有效晶粒尺寸。

全部计算过程都由电子计算机完成。我们已建立了该问题的Fortran程序, 并用此程序求得有效晶粒尺寸 L_{100} 的精确值为 1408 \AA , 比已有的热锻工艺所得到的微观结构精细。此结果还得到了电子显微复型分析的证实。

四、结 论

1. 文中所述的采用铜箍和粉末在较低温度下热锻优于国内外已有的热锻强化工艺。在晶体得到显著强化的同时, 其光学透射性能不劣于锻前单晶, 退火工艺有效地消除了残余热应力。

2. 在利用X射线衍射求解有效晶粒尺寸时, 经过改进的 Fourier 解析法比已有的 Scherrer法或 Warren法具有更高的精度。

3. 光学单晶 NaCl 经热锻后, 其晶格畸变可以忽略不计, 有效晶粒尺寸的精确值为 1408 Å, 超过了已有工艺所达到的水平。

参 考 文 献

- [1] R.H.Anderson; Journal of the American Ceramic Society--Discussions and Notes, (1973) May
- [2] Brian. E. Newman; Laser Focus, 1982, 18, No. 2 (Feb), 53.
- [3] United States Patent, 4, 410, 468, 1983, Oct. 18.
- [4] R.H.Anderson; Laser Induced Damage in Optical Materials, 1976, 87-94.
- [5] R.H.Anderson; Symposium on Optical Materials for High Power Lasers, 1978, 70-77.
- [6] J.F. Ready; Symposium on Optical Materials for High Power Lasers, 1979, 59-64.
- [7] R.H.Anderson; Laser Induced Damage in Optical Materials, 1978, 65-69.
- [8] R.H.Anderson; Laser Induced Damage in Optical Materials, 1976, 95-99.
- [9] United States Patent, 4, 171, 400, 1979, Oct. 16,
- [10] 崔凤柱等; 硅酸盐学报, 1982, 10(4), 433.
- [11] United States Patent, 4, 217, 318, 1980 Aug, 12.
- [12] A. J. C. Wilson; «X-Ray Optics» Methuen, London, (1959) 191, 232.
- [13] W. Ruland; Acta Crystallogr., (1965) 18, 581
- [14] F. R. L. Schoening; Acta Crystallogr., 1965, 18, 975
- [15] N. C. Halder, N. J. Wagner; Acta Crystallogr., 1965, 20, 312

Hot-forging Optical Single Crystals and Calculating the Grain-size

Cui Fengzhu Liu Fuping Cui Chengjia

Abstract

The development of hot-forging optical crystals is reviewed in this paper. Hot-forging strengthened single crystal NaCl markedly with an improved technique, while its optical transparence remained and the annealing removed its heat-stress effectively. The mathematical method used to calculate the net broadening of X-ray diffraction profiles was improved. The effective grain-size of the hot-forged crystal was calculated precisely for the first time.