

05;12

Послеростовые остаточные напряжения в поликристаллическом селениде цинка

© Л.К. Андрианова, И.И. Афанасьев, А.А. Дунаев

Всероссийский научный центр "ГОИ им. С.И.Вавилова",
199034 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 30 августа 1996 г. В окончательной редакции 8 декабря 1997 г.)

Методом фотоупругости в видимой части спектра изучены остаточные напряжения в образцах поликристаллического ZnSe при просвечивании параллельно и перпендикулярно оси роста. Исследованы термическая и ростовая составляющие двупреломления, различающиеся характером распределения по образцам. Установлено, что термическая составляющая имеет распределение, близкое к равновесному, а ростовая — асимметричное, отражающее индивидуальные особенности роста конкретного образца.

В технологии металлов — наиболее распространенном классе поликристаллических материалов остаточные напряжения принято делить на напряжения 1-го и 2-го родов [1]. К первым причисляют макронапряжения, свойственные объему тела в целом, ко вторым — микронапряжения, действующие внутри зерен материала и на их границах. В отличие от металлов поликристаллический ZnSe прозрачен в видимой области спектра. Под влиянием механических напряжений и деформаций сферическая оптическая индикатриса (X_i/n^2) = 1 слегка искажается и принимает форму одноосного или двuosного эллипсоида в зависимости от характера напряженного (деформированного) состояния. Это позволяет применять к нему обычные средства и методы фотомеханического анализа. В поле зрения полярископа можно наблюдать оптические эффекты от действия напряжений обоих родов. В данной работе исследованы только напряжения 1-го рода.

Применение методов фотомеханики к селениду цинка существенно упрощается в сравнении с другими фотоупругими кристаллическими материалами. Во-первых, подобно AgCl или KRS он имеет достаточно высокую оптическую чувствительность [2,3], однако отличается тем, что менее пластичен и поэтому ведет себя существенно как упругая среда, а именно к таким средам более правомерным является применение закона фотоупругости, не учитывающего фактор времени при приложении силы. Во-вторых, можно считать доказанным, что поликристаллический ZnSe является во всяком случае в пределах чувствительности полярископов-полиметров изотропным фотоупругим материалом [3]. Это облегчает применение к нему закона фотоупругости без учета кристаллографических координат среды, как это необходимо делать в случае с монокристаллами [4]. Таким образом, он может рассматриваться как простой и эффективный датчик пьезодвупреломления и напряжений, возникающих или проявляющихся на различных стадиях технологического процесса.

Исходные диски поликристаллического ZnSe \varnothing 150–400 mm и толщиной 15–40 mm выращивались

методом вакуумной десублимации [5]. Анализ микроструктуры и рентгенографические исследования свидетельствуют о анизотропии внешней формы зерен и их текстурированности, усиливающихся с ростом толщины конденсата [6,7]. Диски оптически обрабатывались по обеим плоскостям и исследовались в полярископах-поляриметрах с полем зрения от 150 до 300 mm без увеличения с диффузным источником белого света. Для более точных измерений использовался полярископ КСП-7 с увеличением $8-10\times$ с компенсатором Сенармона для длины волны света 546.1 nm, выделяемой светофильтром. Аналогично исследовались темплеты, вырезанные из дисков так, чтобы в сечении одна пара их сторон равнялась толщине диска, а длина в зависимости от геометрии разрезания была равна радиусу диска или хорде. Диски и темплеты маркировались так, чтобы было известно, какая из плоскостей относилась к подложке и ростовой поверхности.

Для описания геометрии пьезодвупреломления и напряжений использована правая система осей, где ось роста совпадает с направлением координаты Z (рис. 1). В такой системе при просвечивании дисков вдоль Z можно измерить поле величин двупреломления $N_{||} = \Delta n_r - \Delta n_\alpha$, где Δn_r , Δn_α — малые приращения показателя преломления вдоль радиуса диска и перпендикулярного к нему направления. В осесимметричном распределении двупреломления центральная часть круглых дисков свободна от двупреломления, так как $\Delta n_r = \Delta n_\alpha$. Двупреломление в направлениях, перпендикулярных Z , невозможно измерить в целом диске, поскольку нет иммерсионных жидкостей с показателем преломления, близким 2.60, и поэтому такие измерения проводились на темплетях. При просвечивании темплетов в направлениях, перпендикулярных Z , можно измерить поле величин двупреломления $N_{\perp} = \Delta n_z - \Delta n_\alpha$, где Δn_z — приращение показателя преломления вдоль оси Z , Δn_α — приращение показателя преломления вдоль направления, перпендикулярного Z , измеренное в перпендикулярном направлении. В центральных частях осесимметричного

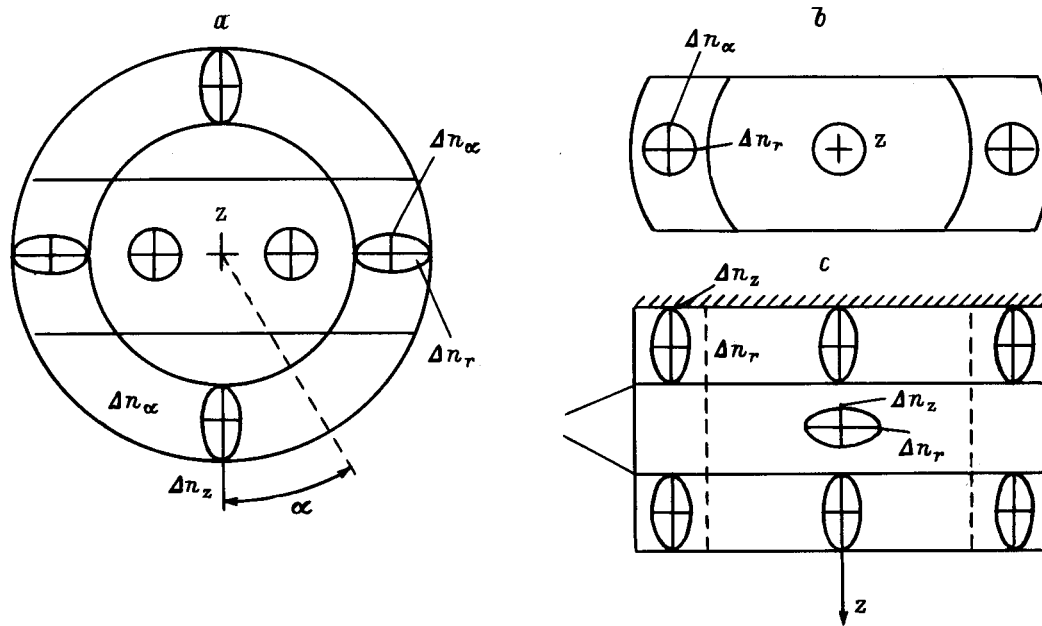


Рис. 1. Схема осесимметричного расположения эллипсов сечения оптической индикатрисы плоскостями исследованных образцов вдали от краевой части при измерении дисков вдоль оси Z , $\Delta n_r - \Delta n_\alpha > 0$ (а), при измерении темплета вдоль оси Z , $\Delta n_r - \Delta n_\alpha = 0$ (б), при измерении темплета перпендикулярно оси Z (с). I — нейтральные линии с нулевым двупреломлением.

поля N_{\parallel} и N_{\perp} зависит от влияния термонапряжений, обусловленных осевым термоградиентом, управляющим процессом конденсации пара.

Из теории фотоупругости оптически и механически изотропных тел известно, что по измеренным величинам двупреломления можно рассчитать величины разности нормальных напряжений, если известна фотоупругая постоянная материала. Обозначая $t_{\parallel}(r, \alpha) = \sigma_r - \sigma_\alpha$, можно записать соотношение между напряжениями и двупреломлением в виде формулы

$$t_{\parallel} = BN_{\parallel} \cos 2\varphi_{\parallel}, \quad (1)$$

где $B = 2/n^3(\pi_{11} - \pi_{12})$ — фотоупругая постоянная материала, φ_{\parallel} — азимут главных направлений индикатрисы и напряжений σ_r и σ_α .

При осесимметричном распределении оптической анизотропии и напряжений в исходном диске главные механические и оптические направления располагаются радиально, поэтому $\varphi_{\parallel} = 0$. В противном случае указанные главные напряжения не являются радиальными, что приводит к появлению касательных напряжений τ_{\parallel} , определяемых формулой

$$\tau_{\parallel} = BN_{\parallel} \sin 2\varphi_{\parallel}/2. \quad (2)$$

Зная t_{\parallel} и τ_{\parallel} , можно также определить разность главных напряжений $t = \sqrt{t_{\parallel}^2 + 4\tau_{\parallel}^2}$, причем азимут главных оптических и механических направлений определяется углом $\varphi_{\parallel} \neq 0$ непосредственно при поляризационных измерениях. Кроме того,

$$\operatorname{tg} 2\varphi_{\parallel} = 2\tau_{\parallel}/t_{\parallel}. \quad (3)$$

Результаты исследований

1. Остаточное двупреломление и напряжения. Очевидно, что величина и распределение оптической анизотропии зависят от величины осевого термоградиента, задающего скорость роста. Если толщина выращенного слоя мала, то теплоотдача с цилиндрической поверхности диска также мала. Однако с некоторой толщины, когда цилиндрическая поверхность приобретает достаточную площадь, последняя становится источником тепловых потерь, обуславливающих появление радиального термоградиента. Просвечивая диск вдоль оси Z , обнаруживаем осесимметричные поля двупреломления N_{\parallel} (рис. 1, а). При отсутствии радиального термоградиента краевые зоны двупреломления также отсутствуют. В этом случае диск не содержит пьезодвупреломления 1-го рода, однако обладает двупреломлением, заметным внутри зеренной структуры материала (пьезодвупреломление 2-го рода). Аналогичное явление наблюдается при просвечивании темплетов в этом же направлении (рис. 1, б).

Каким бы ни было наблюдаемое распределение двупреломления в дисках при наблюдении вдоль оси Z вплоть до его отсутствия, при наблюдении в перпендикулярных Z направлениях, т.е. в темплетах радиального и хордового типа пьезодвупреломление N_{\perp} наблюдается всегда (рис. 1, с). Схема этого двупреломления в виде индикатрис и их ориентации содержит нечетное число зон двупреломления противоположного знака. Если $N_{\parallel} = 0$ по всей плоскости диска, а $N_{\perp} \neq 0$, что наблюдается всегда, то наблюдаемое двупреломление связано с образова-

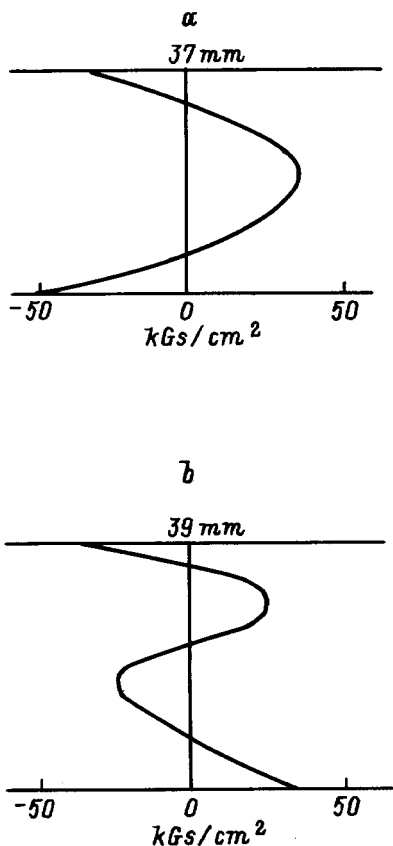


Рис. 2. Основные типы послеростовой оптической анизотропии, наблюдаемые в направлении, перпендикулярном оси роста. *a* — равновесная эпюра остаточных термонапряжений закалочного типа (симметричный тип), *b* — равновесная эпюра остаточных термонапряжений с напряжениями роста за счет осевого термоградиента (асимметричный тип).

нием одноосных оптических индикатрис противоположного знака (рис. 1, *c*). Очевидно, что такие индикатрисы образуются под действием осевого термоградиента ΔT_{\parallel} и в отсутствие радиального ΔT_{\perp} . Если радиальный градиент все же возникает по ряду технологических причин, то это приводит к искажению круговых сечений одноосных индикатрис (рис. 1, *c*). Образуются дуосные индикатрисы, круговые сечения которых могут находиться под различными углами к направлениям наблюдений, принятым в настоящей работе. В сечениях таких индикатрис плоскостью образца в красевых его зонах возникают эллипсы (рис. 1, *a*). Сравнивая этот рисунок и рис. 1, *c*, можно видеть их сходство, заключенное в том, что обе схемы вызваны отводом тепловой энергии от поверхности растущей заготовки. По отношению к термоградиентам ΔT_{\parallel} и ΔT_{\perp} индикатрисы обладают одинаковыми знаками. Однако условия механического равновесия диска и темплета являются существенно различными. В диске тепловые напряжения, вызванные на краю условием $\Delta T_{\perp} \neq 0$, уравновешены напряжениями центральной круглой зоны, у которой тепловые деформации равны во всех направлениях, лежащих в плоскости

диска. Это приводит к образованию одноосной индикатрисы в центре образца. При $\Delta T_{\parallel} \neq 0$ и при наблюдении в направлении, перпендикулярном оси *Z*, центральная зона темплета содержит двупреломление противоположного знака (рис. 1, *c*), также разбивая его толщину на три зоны с двупреломлением противоположного знака. Таким образом, распределение двупреломления N_{\parallel} , измеряемое вдоль оси *Z*, можно представить, двигаясь вдоль диаметра, схемой $N_{\parallel} - 0 - N_{\parallel}$, а двупреломление N_{\perp} при движении вдоль *Z* схемой $N_{\perp} - (-N_{\perp}) - N_{\perp}$. Зная фотоупругие свойства материала [2,3], его поведение при нагреве в поле зрения скрещенного полярископа в диапазоне температур 20–200°C [8] и соотношения (1)–(3), можно перейти от индикатрис к напряжениям, используя для такого перехода классическую модель простой двоякопреломляющей пластинки. Эпюра напряжений, вызванных радиальным термоградиентом при выращивании и охлаждении образца, состоит из напряжений красного сжатия, уравновешенного в центре напряжениями противоположного знака, не дающими двупреломления. После охлаждения от температур роста 800–1000°C произошла пластическая деформация [9], в результате которой знак остаточных напряжений оказался обратным по отношению к тому, который был при выращивании и охлаждении под действием ΔT_{\perp} [1]. Возникли остаточные напряжения окружного сжатия, уравновешенные плоскими всесторонними и равными друг другу напряжениями, не определяемыми поляризационным методом. Величина таких напряжений мала и составляет около

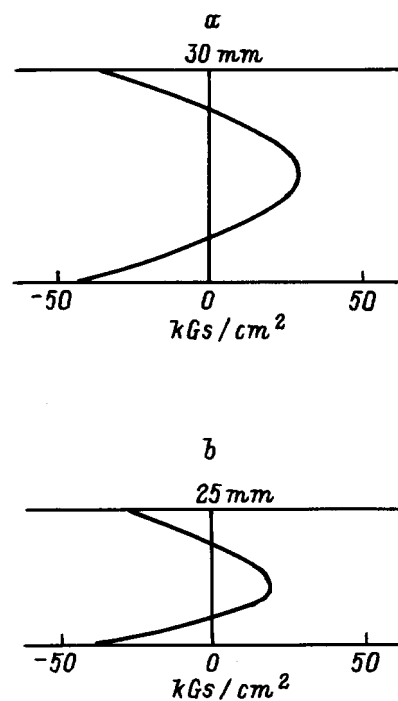


Рис. 3. Влияние механической обработки на остаточные термонапряжения симметричного типа (эпюры напряжений). *a* — исходное состояние, *b* — после уменьшения толщины темплета.

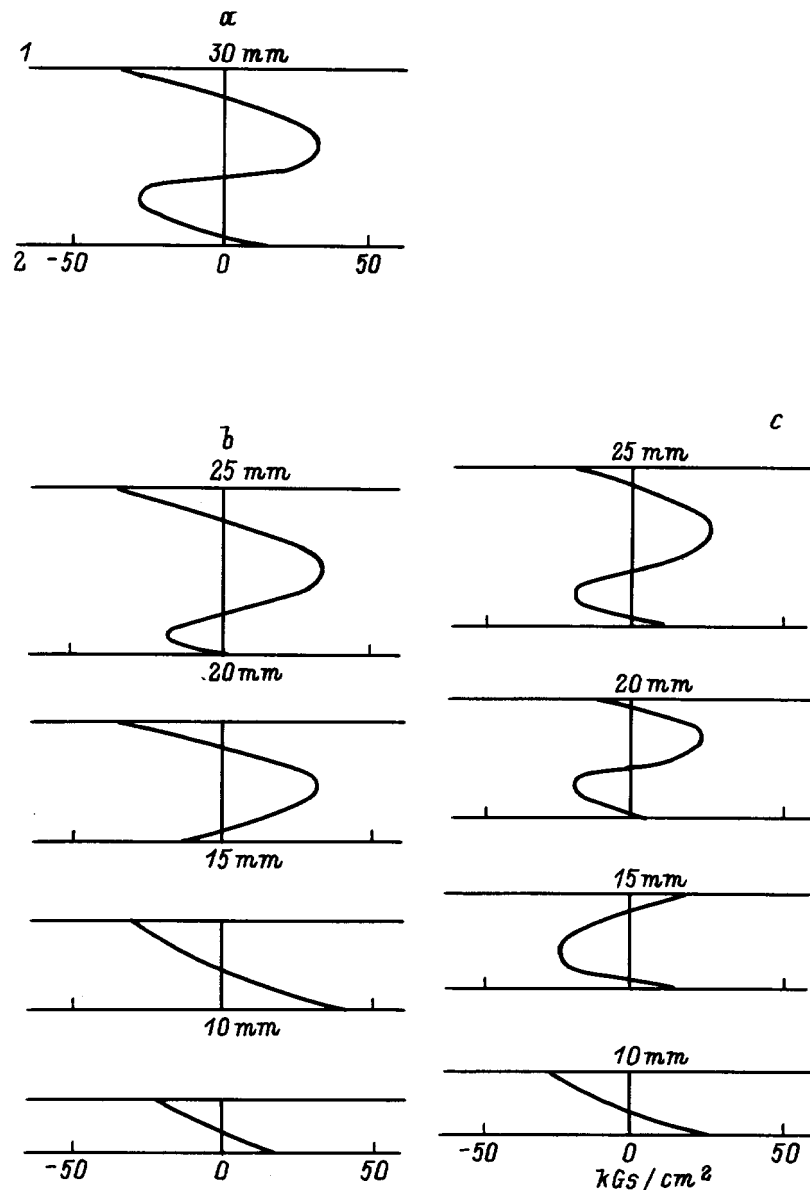


Рис. 4. Влияние механической обработки на остаточные термонапряжения асимметричного типа (эпюры напряжений). *a* — исходное состояние, *b, c* — после уменьшения толщины темплет; 1 — подложка, 2 — ростовая поверхность.

-30 kg/cm^2 . Эти напряжения исчезают после вырезки темплетов в соответствии со схемой рис. 1, *b*.

На рис. 2, *a, b* приведены два типа эпюр остаточных напряжений $t_{\perp} = \sigma_z - \sigma_{\alpha}$, наблюдавшихся на нескольких десятках темплетов. Назовем эпюру рис. 2, *a* симметричной, а эпюру рис. 2, *b* — асимметричной. Согласно [8], эпюра рис. 2, *a* должна соответствовать нагреванию. При охлаждении в условиях высоких температур за счет пластичности знаки напряжений изменяются на противоположные. Поэтому данная эпюра могла образоваться только после пластической деформации, видимо зернограничной [9], что и привело так же, как в случае рис. 2, к инверсии знаков остаточных напряжений, структура которых в целом с точностью до знаков отражает действие

осевого термоградиента ΔT_{\parallel} . Эпюра рис. 2, *b* также часто встречается и отличается от предыдущей более сложным характером распределения N_{\perp} и t_{\perp} по сравнению с предыдущим. Это как бы две эпюры противоположных знаков, сложенные друг с другом, вследствие чего притоволожные стороны темплет оказываются с остаточными напряжениями противоположного знака. Со стороны подложки верхняя часть эпюры имеет вид, похожий на эпюру симметричного типа. Эта эпюра однако плавно сопрягается с аналогичной эпюрой обратного знака в нижней части темплет. Растягивающие напряжения на нижнем крае темплет свидетельствуют от том, что он как бы был дополнительно подогрет при низкой температуре, такой что даже при дальнейшем

охлаждении эпюра обратного знака не успела сформироваться по причине малой пластичности материала при этих температурах. Материал вел себя подобно жесткой пружине, что было зафиксировано ранее [9], так как тепловые деформации не были заморожены.

2. Влияние механической обработки на N_{\perp} и t_{\perp} . Двупреломление N_{\parallel} в дисках исследовалось достаточно подробно, так как его часто контролируют при изготовлении оптических деталей из стекла и кристаллов. Не так хорошо известно поведение двупреломления N_{\perp} , наблюдаемого в темплетях. Влияние механической обработки темплетов по толщине показано на рис. 3, а. Исходная симметричная эпюра (рис. 3, а) после суммарного уменьшения толщины темплета с обеих сторон на 16% незначительно изменила форму в части, прилегающей к подложке, что дает основание считать контакт с подложкой дополнительным фактором роста напряжения в этой части. Противоположная сторона изменилась существенно меньше. В этой связи представилось целесообразным более подробно исследовать влияние механической обработки плоскости темплета, прилегающей к подложке, на изменение N_{\perp} и t_{\perp} в темплетях с эпюрой асимметричного типа. На рис. 4 видно изменение эпюры напряжений при одностороннем сошлифовывании по толщине на 16, 33, 50 и 66%. После уменьшения толщины на 33% характер эпюры остается асимметричным. При 50%-м сошлифовывании эпюра становится симметричной, но противоположного знака по сравнению с рис. 3, а, а при дальнейшей обработке (66%) превращается в эпюру, близкую к эпюре четырехточечного изгиба, где растягиваемые напряжения с ростовой поверхности существенно возрастают, а поверхность со стороны подложки получает напряжения сжатия.

3. Влияние изотермического послеростового отжига. Серия темплетов из одного исходного диска была подвергнута изотермическому отжигу при постоянных температурах от 400 до 1000°C и выдержке 5 h. Каждый темплет отжигался один раз. Шаг изменения температуры отжига составлял 100°C. Все темплеты имели одинаковую с точностью до зеренной структуры исходную картину двупреломления. Картины полос фотографировались до и после отжига и по ним строились эпюры напряжения согласно принятой методике. Выдержка осуществлялась в безградиентной зоне печи, после выдержки охлаждение до комнатной температуры происходило инерционно. Установлено, что отжиг при температурах от 400 до 700°C не вызывал изменений эпюр остаточного двупреломления N_{\perp} и напряжений t_{\perp} . Отжиг при температурах от 800 до 1000°C и том же способе охлаждения снижает N_{\perp} и t_{\perp} , причем уменьшение остаточных напряжений при 800° составляет 25%, а при 1000°C снимает их на 80–90%, т.е. повышает оптическую однородность материала. На рис. 5 показан характер снижения уровня остаточных напряжений в зависимости от температуры отжига для эпюры асимметричного типа.

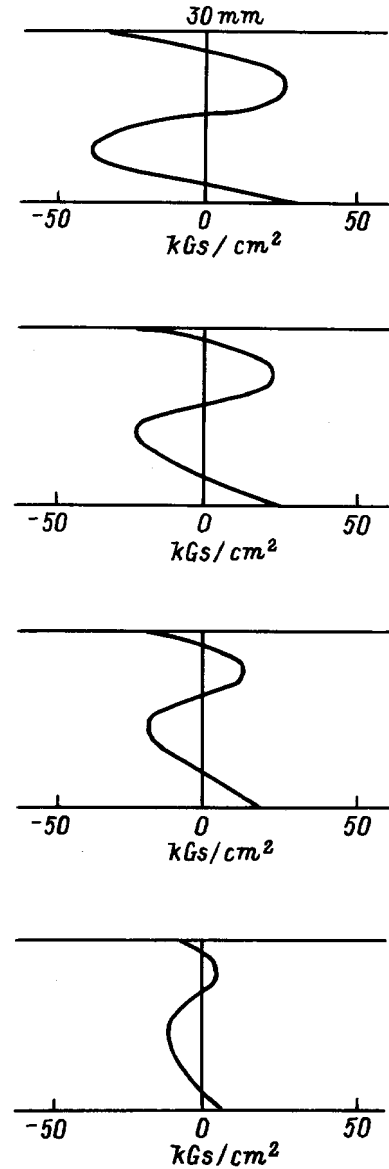


Рис. 5. Влияние изотермического отжига на остаточные термонапряжения.

4. Влияние механических воздействий. Для изучения влияния зёрненной неоднородности по толщине и остаточных напряжений на механическое поведение материала в области его упругости при комнатной температуре использовался четырехточечный изгиб темплетов. Изгиб производился так, чтобы напряжения, возникающие при этом, растягивали поверхность, обращенную к фронту роста; поверхность, обращенную к подложке, и поверхность, параллельную оси Z при просвечивании образца в этом же направлении. Нагружение проводилось в поле зрения полярископа рычажным прессом со ступенчатой нагрузкой. Шаг механического момента при нагружении составлял 0.25 kGs. Анализ картины полос для

указанных случаев нагружения показывает их полную тождественность, за исключением локальных краевых отклонений, обусловленных индивидуальными особенностями зеренной структуры. Чем выше механический момент, тем более похожими становятся картины полос. Аналогичная реакция материала наблюдалась нами при диаметральном сжатии дисков диаметром 30 и толщиной 4 mm, вырезанных параллельно, перпендикулярно и под углом 45° к оси роста [9]. Это свидетельствует о том, что материал по своему фотомеханическому поведению в целом является однородным и изотропным и что его зеренная неоднородность, текстура, особенности роста и остаточные напряжения не создают в материале каких-либо макроскопических механических особенностей типа армирования, анизотропии и пр.

Выводы

1. В поликристаллическом селениде цинка, выращенном по десублимационной технологии, наведенная оптическая анизотропия имеет две составляющие: ростовую и термическую.

2. Термическая составляющая двупреломления и напряжений наблюдается при просвечивании дисков или темплетов параллельного оси температурного градиента, обеспечивающего процесс роста. Эта составляющая имеет распределение, близкое к равновесному.

3. Ростовая составляющая двупреломления и напряжений наиболее отчетливо выражена в темплетях, просвечиваемых перпендикулярно оси роста. Она очень часто имеет асимметричное распределение, далекое от равновесия и склонность к стратификации, отражающей индивидуальные особенности роста каждого конкретного образца.

Список литературы

- [1] Фридман Я.Б. Механические свойства металлов. М.: Оборонгиз, 1952. 554 с.
- [2] Дубенский К.К., Каплянский А.А., Лозовская Н.Г. // ФТТ. 1966. Т. 8. № 7. С. 2068–2073.
- [3] Андрианова Л.К., Афанасьев И.И., Демиденко А.А. и др. // Оптико-мех. пром. 1990. № 10. С. 36–38.
- [4] Афанасьев И.И., Ионина Н.В. // Опт. и спектр. 1989. Т. 67. Вып. 2. С. 319–322.
- [5] Максимова И.А., Миронов И.А., Павлова В.Н. А.С. № 844609. Способ получения поликристаллических блоков халькогенидов цинка и кадмия для оптической керамики.
- [6] Демиденко А.А., Дунаев А.А., Колесникова С.Н., Миронов И.А. // Высокочистые вещества. 1991. № 1. С. 103–109.
- [7] Ананьева Г.В., Дунаев А.А., Меркуляева Т.И. // Высокочистые вещества. 1995. № 4. С. 114–119.
- [8] Андрианова Л.К., Афанасьев И.И., Дунаев А.А. и др. // ЖТФ. 1992. Вып. 8. С. 102–109.
- [9] Афанасьев И.И., Андрианова Л.К., Демиденко А.А. // Оптико-мех. пром. 1990. № 8. С. 42–45.