

Влияние условий полирования на качество обработки оптических поверхностей элементов из селенида цинка для изделий, работающих в ИК-диапазоне

Е. М. Гаврищук, О. В. Тимофеев

Институт химии высокочистых веществ РАН, г. Нижний Новгород, Россия

В. В. Потелов, Б. Н. Сеник

ОАО "Красногорский завод им. С. А. Зверева", г. Красногорск Московской области, Россия

Представлена информация о влиянии временных факторов, технологических режимов полирования, используемых вспомогательных материалов на качество обработки селенида цинка.

В настоящее время все более актуальной становится проблема не просто получения веществ в высокоточном состоянии, а создания на их основе необходимых изделий или приборов.

Важное значение в применении твердых высокоточных веществ, особенно оптических и проводниковых материалов, имеет приданье им конкретной формы и чистоты поверхности. Заданную степень чистоты и точность форм изделий достигают с помощью шлифовки и последующей полировки, которые в основном составляют суть процесса обработки.

Оптический материал — поликристаллический селенид цинка ($ZnSe$) — является основным конструкционным материалом для изготовления оптических элементов изделий, работающих в ИК-диапазоне в жестких эксплуатационных условиях, при больших перепадах давления и температуры.

Область прозрачности материала перекрывает очень широкий спектральный диапазон $\lambda = 0,5\text{--}21 \mu\text{м}$.

Показатель преломления для длины волны 2 мкм составляет 2,4472.

Коэффициент объемного расширения равен $77 \cdot 10^{-7} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$.

В настоящее время также широко применяются мощные CO_2 -лазеры, работающие на длине волны 10,6 мкм. Проходные оптические элементы, применяемые для формирования и передачи мощного лазерного излучения, обычно изготавливаются из поликристаллического селенида цинка, получаемого методом химического осаждения из газовой фазы ($ZnSe$ -CVD).

Исследование возможности использования различных полировочных материалов, в частности полировальников, микропорошков, различных видов смачивающих охлаждающих жидкостей (СОЖ) при полировке селенида цинка, посвящен ряд работ [1—5]. Так, в работе [1] было обнаружено, что число дефектов на единице поверхности селенида цинка определяется физическим состоянием смелообразной подложки

(полировальника). Изучено влияние температуры размягчения смолы на дефектность полированной поверхности. Показано, что смола, находящаяся в стеклообразном состоянии, оставляет наибольшее число самых крупных царапин. Авторами работы [1] выделены две группы поверхностных дефектов — царапины и микроточки (выколы) и показано, что по своим размерам они сравнимы с длиной волны излучения большинства лазеров ИК-диапазона (1—10,6 мкм). Поэтому именно такие неоднородности служат инициатором разрушения большинства оптических материалов под действием мощного лазерного излучения.

Примененный авторами работы [2] химико-механический способ полировки $ZnSe$ предполагает использование алмазных порошков с величиной зерна 3 и 1 мкм, а в качестве СОЖ применяли 0,5 Н раствор HNO_3 . Полировальник изготавливали из пекоканифольной смолы, имеющей логарифм вязкости 8,4—8,5. Качество поверхности, полученное на образцах $ZnSe$, соответствовало 4-му классу чистоты по ГОСТ 11141—84. Отмечалось, что в процессе химико-механической полировки наблюдается влияние анизотропии свойств $ZnSe$ на точность формы поверхности, которое можно снизить, если проводить дополнительное финишное полирование поверхности с использованием в качестве СОЖ дистиллированной воды. Вследствие анизотропии свойств поликристаллического селенида цинка добавление кислоты в процессе его полировки приводит к избирательному травлению различных участков кристалла, вызывая на границах отдельных индивидов и зон двойникования искажения интерференционных полос. Это недопустимо для оптических элементов, применяемых в силовой оптике.

Работы [3—5] посвящены исследованию процессов химической и химико-механической полировки тонких пленок монокристаллического селенида цинка $ZnSe$ и поликристаллических образцов малых размеров. Вопросы полировки

массивных поликристаллических образцов в этих работах не рассматривались. В травящих растворах авторами использовались следующие вещества: H_2SO_4 , $KMnO_4$, H_2O [3]; $K_3[Fe(CN)]_6$, изопропанол [4]; $NaOH$, H_2O_2 , H_2O [5]. На монокристаллических образцах авторами достигнуты высокие результаты по качеству полированных поверхностей селенида цинка. Однако в отличие от монокристаллических образцов поликристаллы селенида цинка имеют менее совершенную структуру, поэтому в местах, где имеются кристаллические дефекты, травление происходит с более высокой скоростью по сравнению с участками, свободными от таких дефектов. Кроме того, наблюдается существенное растворение границ зерен, и поверхность образцов приобретает структуру "апельсиновой корки".

В работе [6] описан процесс химико-механического полирования поликристаллического селенида цинка с использованием устойчивых, растворимых в воде гипогаллитов щелочных и щелочно-земельных металлов. В качестве материала полировальника использовался инертный полимерный материал Politek. Недостаток этого метода — невозможность получения оптического элемента с удовлетворительной геометрией из-за применения в качестве полировальника мягкого синтетического материала. Применение же гипогаллитов на смоляных полировальниках осложнено их взаимодействием с материалом подложки вследствие щелочного характера раствора гипогаллита и кислотного характера смоляного полировальника.

Аналогичные проблемы возникают при использовании сравнительно нового метода, являющегося разновидностью химико-механической полировки, метода бесконтактного полирования с помощью структурно-управляемых намагничающихся сред [7]. Его отличие — полностью отсутствует полировальник, играющий роль механического притира. При этом способе между полировальной подложкой и обрабатываемой поверхностью существует зазор, определяемый гидродинамическим давлением, которое зависит от скоростей вращения детали и инструмента в соответствии с законами гидродинамики. В зазоре находятся полировальная химически активная жидкость и абразивные частицы, которые при относительном движении детали и инструмента производят финишную обработку. Авторами работы [7] разработаны технологические режимы получения высококачественной поверхности кристалла селенида цинка, в частности, величина шероховатости на опытном об-

разце не превышала $16-18 \text{ } \overset{\circ}{\text{A}}$. Однако, как и в случае с химико-механической полировкой, качество геометрии образцов не удовлетворяет оптическим требованиям (отклонения по плоскости достигали 10 интерференционных колец).

Таким образом, из рассмотренных выше работ видно, что исследование процесса полировки поликристаллического селенида цинка является актуальной задачей как в научном, так и в практическом плане. В приведенных работах практически отсутствует информация о влиянии технологических параметров процесса полировки на качество поверхности $ZnSe$. Поэтому задача настоящего исследования — изучение влияния времени обработки и удельного давления на качество полированной поверхности для выявления оптимальных технологических условий проведения процесса механической полировки селенида цинка.

Были проведены исследования влияния времени обработки и удельного давления на качество поверхности поликристаллического селенида цинка при его механической полировке с использованием мелкодисперсного абразива. Обработка подвергали высокочистый поликристаллический селенид цинка, полученный методом химического осаждения из газовой фазы [8]. Полировку проводили следующим образом. Диски диаметром 35–40 мм и толщиной 5–8 мм были предварительно отшлифованы микропорошками Al_2O_3 (M50, M20, M5) с величиной зерна 50, 20, 5 мкм, соответственно. Затем подготовленная таким образом поверхность плоскопараллельных дисков под определенным прижимном давлении совершила возвратно-поступательное движение относительно полировальника, одновременно вращаясь, ведомая им. В качестве материала полировальника использовалась пекоканифольная полировочная смола СП-2, имеющая температуру размягчения (по кольцу и шару) 63 °С. На полировальник наносилась водная суспензия мелкодисперсного порошка. В качестве абразива использовали оксид алюминия с величиной зерна 1 мкм. В качестве СОЖ применяли дистиллированную воду. В процессе полировки в результате столкновения твердых частиц абразива с поверхностью селенида цинка происходило удаление определенного количества вещества. Через некоторое время на поверхности устанавливалась постоянная картина образовавшихся микронеоднородностей в виде царапин и выколотов [2]. Качество поверхности оценивали с помощью оптического, сканирующих электронного и зондового микроскопов. Отчетливо видны две группы неоднородностей: царапины и микроточки. Поскольку размеры неоднородностей близки к разрешающей возможности оптического микроскопа, их тонкая структура практически незаметна. Поэтому более детальное исследование дефектов поверхности проводили с помощью электронного микроскопа. Однако в процессе работы выяснилось, что с помощью электронного микроскопа, так же как и оптического, можно сделать

только качественную и приближенную количественную оценку морфологии полированной поверхности. Кроме того, в процессе работы на электронном микроскопе происходила электрическая зарядка анализируемой поверхности, что проводило к искажению реальной картины. Применение зондовой микроскопии позволило получить реальное представление о морфологии поверхности и возможность точно оценить размеры царапин на полированной поверхности образцов. Глубина царапин (20–30 нм) существенно меньше их ширины (0,3–0,4 мкм). Это связано с тем, что образование данных царапин происходит в процессе полировки за счет резания поверхности частицами абразива, внедренными под действием прижимного давления в материал полировальника. Поэтому эффективный размер частиц в данном направлении становится меньше.

На поверхности образца наблюдаются дефекты в виде выколов и посторонних частиц, расположенных в углублениях на поверхности размером 1×10 мкм и глубиной 25 нм. Размеры самих частиц: высота 140 нм, ширина до 1 мкм. Судя по размерам частиц, можно предположить, что это зерна абразива.

Выколы видны в оптический микроскоп в виде светящихся точек, и оценить их размер также затруднительно. На зондовом микроскопе нами точно измерены размеры выколов: ширина 0,4–0,9 мкм, глубина 20–60 нм. Таким образом, размеры неоднородностей на полированной поверхности селенида цинка много меньше длины волн излучения большинства лазеров ИК-диапазона. Образование выколов происходит тогда, когда есть возможность ударного воздействия зерен порошка на поверхность. Количество выкрашиваемого материала зависит от условий движения обрабатываемой поверхности относительно порошка и полировальника (температура, удельное давление, скорость обработки) и от твердости самого материала. Использование относительно мягкого полировальника существенно снижает количество и размеры выколов на поверхности.

Для оценки влияния удельного давления на качество поверхности селенида цинка были проведены эксперименты по его полировке при различных давлениях. Время полировки 4 ч, температура 20–22 °С. На рис. 1 представлена зависимость полного поглощения образцов селенида цинка на длине волны 10,6 мкм от давления в процессе полировки. Видно, что с увеличением давления на образец с 2,5 до 30 кПа в процессе полировки полное поглощение уменьшается с $19 \cdot 10^{-3}$ до $2,5 \cdot 10^{-3} \text{ см}^{-1}$ (при собственном поглощении селенида цинка $2 \cdot 10^{-4}$), что объясняется увеличением скорости съема материала и как следствие получением более

качественной поверхности за одно и то же время полировки. При давлениях более 30 кПа наблюдается возрастание поглощения вследствие выкрашивания материала и образования выколов и царапин на поверхности образцов. Кроме того, происходит снижение эффективности полировки за счет уменьшения количества полирующего материала, поступающего к полирующимся поверхностям, так как давление на образцы слишком велико, и технологическая подрезка на полировальнике быстро "заплывает". Для оценки качества поверхности было подсчитано относительное содержание дефектов на полированных поверхностях образцов селенида цинка. Полученные результаты представлены на рис. 2, из которого видно, что при увеличении давления с 15 до 30 кПа число дефектов заметно уменьшается и несколько возрастает при дальнейшем увеличении давления.

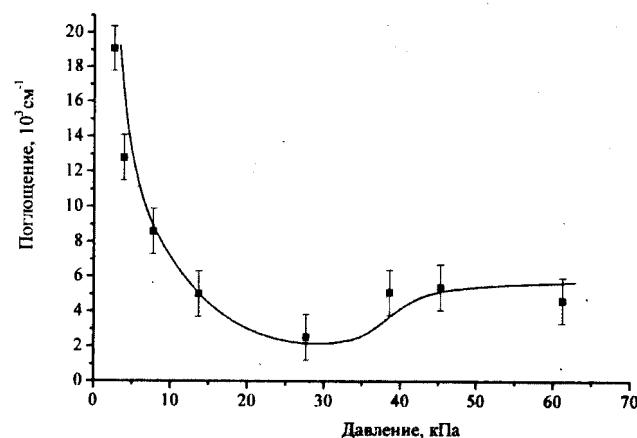


Рис. 1. Зависимость полного поглощения образцов от давления в процессе полировки

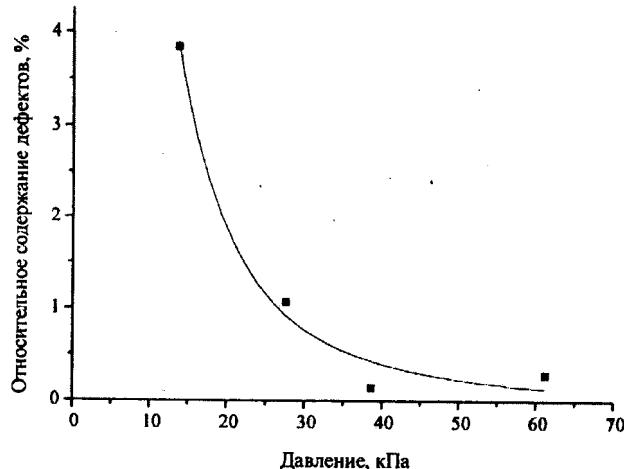


Рис. 2. Зависимость относительного содержания дефектов на поверхности образцов селенида цинка от давления в процессе полировки

Зависимость относительного содержания дефектов от времени проведения полировки при постоянном давлении 35 кПа представлена на

рис. 3, из которого видно, что содержание дефектов с увеличением времени полировки также уменьшается. Однако при полировке более 225 мин содержание дефектов на поверхности образцов остается практически постоянным. Это говорит о том, что для дальнейшего улучшения качества поверхности необходимо использовать более мелкодисперсный абразив либо более мягкую смолу, так как данный уровень дефектов определяется этими двумя факторами. Полученная поверхность отвечала 4-му классу чистоты при отклонении от плоскостности менее 0,5 интерференционного кольца на диаметре детали до 40 мм (рис. 4). Необходимо отметить, что в отличие от [2] полировка проводилась с использованием в качестве СОЖ дистиллированной воды. Кроме того, применение на конечной стадии добавок в СОЖ небольших количеств окислителя следующего состава [3]: 100 мг KMnO_4 , 10 мл H_2SO_4 , 40 мл H_2O_2 , позволяет получить 3-й класс чистоты без ухудшения плоскостности.

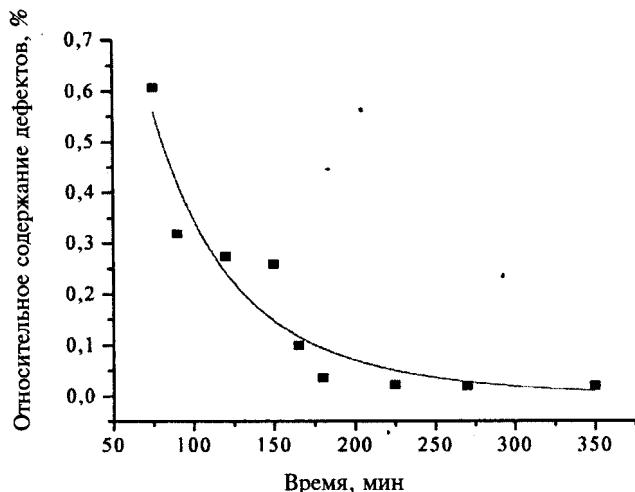


Рис. 3. Зависимость относительного содержания дефектов на поверхности селенида цинка от времени полировки

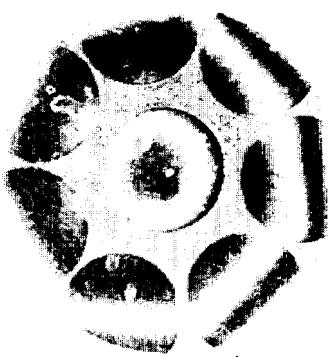


Рис. 4. Интерференционная картина поверхности образцов ZnSe после полировки

В процессе полировки контролировалось изменение массы образцов и их толщины, что позволило экспериментально определить скорость

полировки образцов для данных условий эксперимента. Знание величины скорости полировки необходимо для определения оптимального времени полировки, за которое можно полностью удалить нарушенный слой и получить полированную поверхность высокого качества. Зависимость величины съема от времени представлена на рис. 5. Необходимо отметить, что в процессе полировки скорость съема материала оставалась практически постоянной и была равна 0,03 мкм/мин.

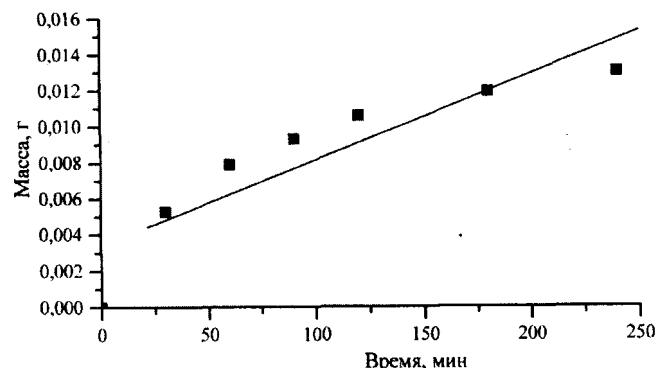


Рис. 5. Зависимость уменьшения массы материала от времени в процессе полировки

Выводы

1. Исследовано влияние удельного давления и времени полировки, осуществляющейся на полировальниках из пекаканифольных смол, на качество поверхности образцов поликристаллического селенида цинка. Показано, что при использовании в качестве абразива оксида алюминия с величиной зерна 1 мкм, в качестве СОЖ дистиллированной воды поверхность, отвечающая 4-му классу чистоты, с отклонением от плоскостности менее 0,5 интерференционного кольца на диаметре детали до 40 мм, может быть получена при давлении на образец 30–35 кПа и времени полировки более 225 мин.

2. Добавление на конечной стадии полировки в СОЖ небольших количеств окислителя позволяет получить более высококачественную поверхность, соответствующую 3-му классу чистоты без ухудшения плоскостности.

3. Экспериментально определена скорость съема материала при оптимальных режимах полировки. Она составила 0,03 мкм/мин.

Литература

1. Девятых Г. Г., Коршунов И. А., Мурский Г. Л., Сучков А. И.// Высокочистые вещества. 1994. № 4. С. 74–79.
2. Куклева З. А., Кожухова В. Т., Тихомиров Г. П.// Оптико-механическая промышленность. 1982. № 5. С. 35–38.
3. Hitoshi T., Yasuo O., Hiroyuki K.// J. Electron Mater. 1994. V. 23. № 8. P. 835–838.

4. Herrington G., Gregory D. A., Otto W.// Applied Optics. 1976. V. 15. № 8. P. 1953—1959.
 5. Fujita S., Mimoto H., Takebe H., Noguchi T.// Journal of Crystal Growth. 1979. V. 47. P. 326—334.
 6. Пат. 3869323 США. Метод полирования селенида цинка, 1975.
 7. Кордонский В. И., Глеб Л. К., Прохоров И. В., Городкин Г. Р., Городкин С. Р., Гаврищук Е. М., Перескоков А. А.

Магнитореологический эффект в технологии финишной обработки кристаллов группы A^2B^6 // XIII Рижское совещание по магнитной гидродинамике. Рига, 1990.
 8. Девятых Г. Г., Коршунов И. А., Гаврищук Е. М. и др.// Высокочистые вещества. 1993. № 3. С. 16—23.

Статья поступила в редакцию 23 ноября 2004 г.

Influence of polishing conditions on treatment quality of optical surfaces of components made of zinc selenide for devices operating in the IR range

E. M. Gavritshuk, O. V. Timofeev

Institute for chemistry of high-clean substances, Nizhny Novgorod, Russia

V. V. Poletov, B. N. Senik

S. A. Zverev Krasnogorsky Zavod, Inc., Krasnogorsk, Russia

Consideration is made to the influence of a treatment time and specific pressure on the quality of a surface of polycrystal ZnSe during the process of its mechanical polishing.

* * *