

B. M. Jigarnovsky, V. V. Kirilenko

Scientific and Technological Centre "Spectrum" of Russian Academy of Science AIN of the Russian Federation, Moscow, Russia

A. V. Nozdrachev

The Accounting Chamber, Moscow, Russia

Functionally qualitative level optico-electronic devices and complexes in many respects depend from clarifying, reflective, spectrodiving and other kinds of coverings, which are used in optical systems. Prospect of industrial development of coverings of new generation gradient optical coverings and the thick correctional layers, which are capable to change a course of rays in the optical sphere, demand synthesis and fundamentally new film-forming materials. It is developed scientifically — the technical center "Spectrum" of Russian Academy of Science AIN of the Russian Federation and approved at FSPC "S. A. Zverev KRASNOGORSKY ZAVOD" jsc and it can be recommended for the decision of the above-stated problems. The optical coverings are made with application of titanate gadolinium $Gd_2Ti_2O_7$ and titanate lutecium $Lu_2Ti_2O_7$, they differ by the higher optical parameters in comparison with standard, and also they possess high mechanical radial and thermal stability.

УДК 539.4.015: 661.1.053.5

Исследование процесса полирования поликристаллических халькогенидов цинка с использованием смол

О. В. Тимофеев, Е. Ю. Вилкова, В. А. Шихов

Институт химии высокочистых веществ РАН, Нижний Новгород, Россия

С. Р. Кушнир, Б. А. Радбиль

ООО «Научно-внедренческая фирма "Лесма"», Нижний Новгород, Россия

Исследован процесс механического полирования халькогенидов цинка с использованием полировальных и наклеечных смол на основе канифоли, имеющих различные характеристики. Изучено влияние температуры размягчения полировальной смолы на скорость съема и оптические характеристики поверхности CVD-селенида и сульфида цинка.

Поликристаллические халькогениды цинка применяют в силовой и ИК-оптике, для изготовления выходных окон, фокусирующих линз, делительных пластин, а также призм и полупрозрачных зеркал. Одна из важнейших задач технологии изготовления оптических элементов — получение высококачественной поверхности, свободной от загрязнений и совершенной по геометрии, морфологии и чистоте. Состояние и качество оптических элементов в значительной степени определяются эффективностью заключительных операций в технологическом процессе их изготовления. К ним, в частности, относится механическое и химико-механическое полирование (ХМП). В процессе обработки на скорость удаления материала с поверхности оказывают одновременное влияние сразу несколько факторов: тип и концентрация химически активного компонента, давление на обрабатываемую поверхность, материал полировальной

подложки, температура в зоне обработки, исходная шероховатость поверхности и время обработки.

Таким образом, работу по отработке технологии полирования поликристаллического селенида цинка можно разбить на несколько подзадач:

- выбор оптимальных режимов обработки (давление, температура, время, скорости вращения и качания инструмента) [1];
- подбор материалов для полирования селенида цинка с учетом особенностей обрабатываемых поверхностей (микророшки, смолы полировальные и наклеечные);
- проведение исследований по подбору оптимального типа и концентрации химически активного компонента.

Основным материалом, применяемым при полировании оптических деталей из стекла, являются канифольные смолы [2]. Использование живичной канифоли при полировании оптических эле-

ментов из поликристаллических халькогенидов цинка, требует ее модификации путем введения глицерина, акриловой кислоты, триэтиленгликоля, а также разнообразных пластифицирующих веществ. Введение добавок приводит к существенному изменению теплофизических характеристик смол на основе канифоли. Основным преимуществом смоляных полировальников является способность создавать на своей поверхности микроструктуру, обеспечивающую доступ полировочной суспензии к поверхности полируемого стекла и отвод ее с поверхности [3]. При этом смоляные полировальники сочетают в себе важные для оптического полировальника, но противоречивые свойства: с одной стороны, они обладают достаточной "твердостью" для удержания "зерна" полирующего материала, а с другой — достаточно "эластичные" и "мягкие" для сохранения формы полируемого оптического стекла.

Свойства используемых смол зависят от их состава и в значительной степени определяют качество полирования. В связи с этим синтез смол различного состава и исследование влияния их характеристик на свойства полируемой поверхности представляются весьма важной и актуальной задачей как в научном, так и в практическом плане.

Цель работы — изучение влияния твердости и температуры размягчения полировальных смол на основе канифоли на качество полированной поверхности оптических элементов из селенида и сульфида цинка.

Для исследований ООО «Научно-внедренческая фирма "Лесма"» была изготовлена серия образцов полировальных и наклеечных смол на основе модифицированной живичной канифоли. В качестве модификаторов последней использовали глицерин, акриловую кислоту и триэтиленгликоль, а в качестве разнообразных добавок — пластифицирующие вещества. Процесс модификации протекал при температуре 180—190 °С. Смолу тщательно фильтровали и анализировали. Характеристика образцов смол и их параметры (номера образцов: 9-26, 10-29, 12-31, 12-32, 18-37) приведены в табл. 1. Они используются в оптической промышленности для обработки большинства марок стекол. Пригодность смол оценивали по совокупности трех параметров — чистоте и геометрии поверхности обрабатываемых оптических деталей, а также величине скорости съема материала.

Обработке подвергали высокочистые поликристаллические халькогениды цинка, которые были получены методом химического осаждения из газовой фазы [4]. Образцы селенида и сульфида цинка представляли собой диски диаметром 20 мм и толщиной 5 мм, вырезанные из пластины одного синтеза и предварительно обработанные одинаковым образом.

Таблица 1

Параметры полировальных и наклеечных смол

№ образца	Температура размягчения по КИЩ, °С	Твердость
Полировочные смолы		
4"Б4"	67	31
4"Б5"	56	—
4"Б6"	59	25
4"Б7"	70	—
4"Б8"	73,5	—
4"Б11"	64	29
9-26	61	26
10-29	65	29
12-31	67	31
12-32	68	32
18-37	71	37
Наклеечные смолы		
7"Б3"	64	—
7"Б4"	68,5	—

В процессе экспериментов величину съема контролировали с помощью микрометра и оптиметра, а геометрию поверхности — лекальной линейкой. Погрешность определения составляла менее 0,1 %. На основании полученных данных осуществляли расчет изменения массы образцов в процессе обработки; расчет был необходим для определения скорости съема материала при полировании.

Образцы полировали на полировальниках, изготовленных из смол с характеристиками, приведенными в табл. 1. Полирование осуществляли с использованием алмазных микропорошков АСМ 2/1, 1/0 с величиной зерна 2, 1 мкм, соответственно. Из табл. 1 видно, что полировочные смолы имели различную температуру размягчения, которая варьировалась в пределах 56—73,5 °С. Для блокировки образцов на планшайбу использовали наклеечные смолы на основе канифоли. Наклеечные смолы также имели различную температуру размягчения и обладали разной "клеящей" способностью. Основным компонентом как в полировочных, так и в наклеечных смолах был глицериновый полуэфир живичной канифоли.

Условия проведения экспериментов выбраны на основании результатов, полученных ранее и описанных в работе [1]. Эксперименты проводились в одинаковых условиях: температура полирования 18—20 °С, общее время полирования 105 мин. Скорости качания шпинделя и вращения полировальника равнялись 54 и 6 об/мин, соответственно. Давление на блок составляло 34,3 кПа. В качестве смазывающе-охлаждающей жидкости (СОЖ) применяли дистиллированную воду. Для проведения ХМП селенида цинка использовали небольшие количества 1-молярного раствора азотной кислоты.

В результате экспериментов были получены зависимости изменения массы образцов ZnSe и ZnS

в процессе полирования от времени, при постоянных условиях, которые представлены на рис. 1, а, б.

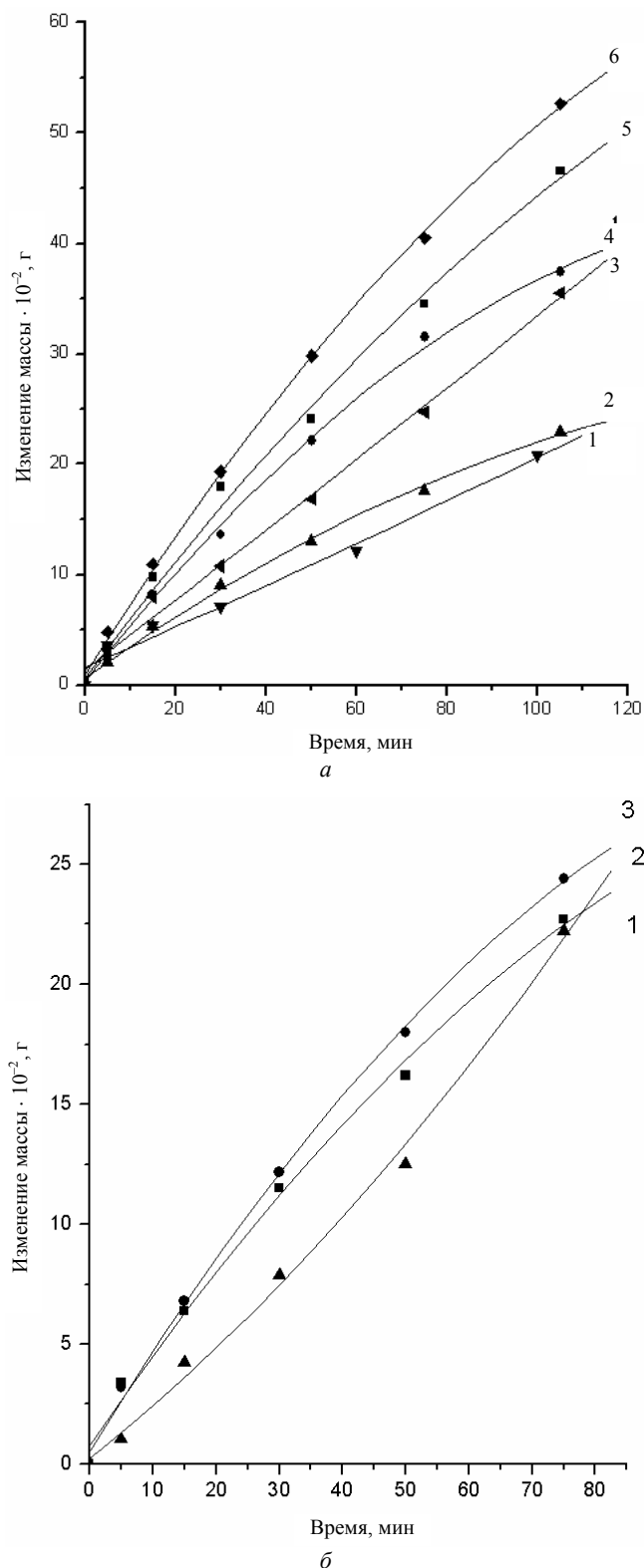


Рис. 1. Зависимость изменения массы образца ($p = 34,3$ кПа):
 а — ZnSe в процессе обработки с использованием микропорошка АСМ 2/1: 1 — ПС 4"Б4"; 2 — ПС 4"Б5" ($p = 20,4$ кПа); 3 — ПС 4"Б11"; 4 — ПС 4"Б6"; 5 — ПС 4"Б7"; 6 — ПС 4"Б8";
 б — ZnS в процессе обработки с использованием микропорошка АСМ 2/1: 1 — ПС 4"Б7"; 2 — ПС 12-32; 3 — ПС 4"Б8"

На основании полученных зависимостей рассчитана скорость съема в процессе механического полирования для образцов селенида и сульфида цинка. Расчетные значения скорости съема приведены в табл. 2. Показано, что в процессе обработки скорость съема зависит от температуры размягчения полировальной смолы, и увеличение этой температуры на 10 °С приводит к увеличению скорости съема в процессе полирования более чем на 70 %. Наибольший съем наблюдался на смоле с температурой размягчения $73,5$ °С, и величина его составила $1 \cdot 10^{-2}$ г/(ч·см²). Увеличение температуры размягчения смолы сокращает время обработки, однако наилучшая поверхность (по совокупности трех параметров) была получена на смолах, которые имели температуру размягчения 64 и 70 °С.

Таблица 2

Экспериментальные величины скорости съема халькогенидов цинка при обработке на различных полировальных смолах

№ образца	Температура размягчения по КИШ, °С	Скорость съема, $\times 10^{-3}$, г/(ч·см ²)
Механическое полирование ZnSe		
4"Б4"	67	4,4
4"Б5"	56	4,4
4"Б6"	59	6,5
4"Б7"	70	9,14
4"Б8"	73,5	10,7
4"Б11"	64	6,9
Механическое полирование ZnS		
4"Б7"	70	7,55
4"Б8"	73,5	7,85
12-32	68	6,95

При возрастании температуры размягчения происходят увеличение скорости съема и уменьшение времени, необходимого для удаления нарушенного слоя после шлифования, кроме того, улучшается геометрия полированной поверхности. Однако одновременно снижается чистота, и на поверхности образуется так называемый "алмазный фон", величина которого зависит от размера зерна абразива.

Все эти эффекты могут быть объяснены следующим образом: при возрастании температуры размягчения происходит увеличение твердости смолы, что приводит к увеличению эффективного размера зерна полировального микропорошка и, как следствие, к ухудшению чистоты поверхности. Это видно по фотографиям поверхностей селенида цинка, обработанных на смолах с различной температурой размягчения (рис. 2). Улучшение геометрии поверхности возможно за счет увеличения порога размягчения полировальной смолы, более жесткая смола дольше сохраняет возможность держать геометрию поверхности.

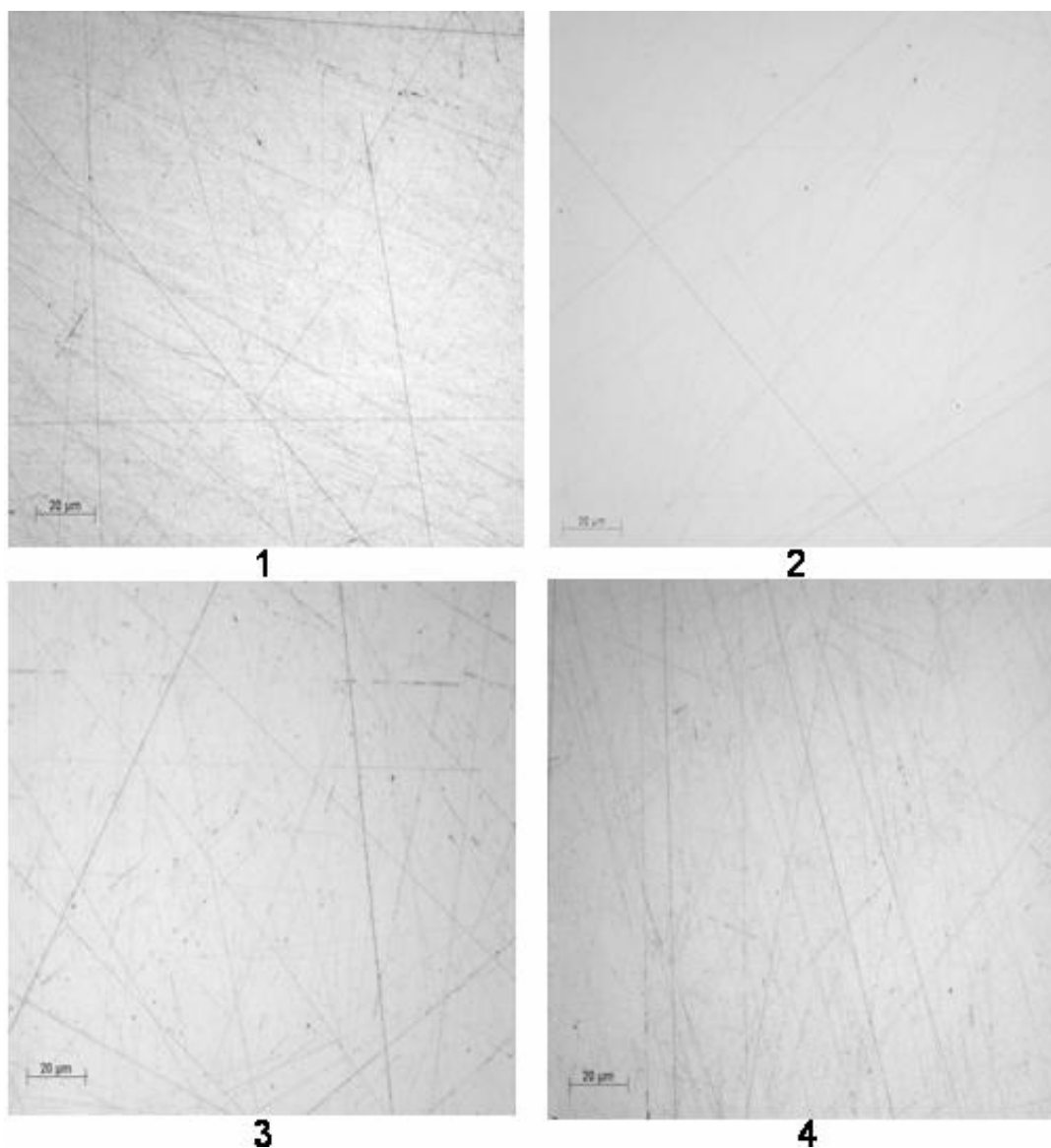


Рис. 2. Фотографии поверхностей халькогенидов цинка, обработанных микропорошком АСМ 1/0 с использованием полировочных смол на основе канифоли, имеющих различную температуру размягчения.

Сульфид цинка: 1 — смола 4"Б7", $T_{soft} = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$; 2 — смола 4"Б11", $T_{soft} = 64\text{ }^{\circ}\text{C}$;
 Селенид цинка: 3 — смола 4"Б7", $T_{soft} = 70\text{ }^{\circ}\text{C}$; 4 — смола 4"Б11", $T_{soft} = 64\text{ }^{\circ}\text{C}$

Уменьшение температуры размягчения смолы приводит к обратному эффекту, а именно — уменьшению скорости съема, улучшению чистоты поверхности, ухудшению геометрии поверхности. Это можно объяснить следующими факторами. Во-первых, чистота поверхности улучшается за счет уменьшения эффективного размера зерна на более мягкой смоле, о чем свидетельствует уменьшение скорости съема. Во-вторых, смола, имеющая низкую температуру размягчения, при постоянной температуре обработки имеет более низкую твердость и в процессе полирования начинает "плыть", полировальник меняет геометрию своей поверхности, что приводит к смене геометрии поверхности блока.

Чистоту поверхности оптических деталей оценивали с помощью оптического микроскопа

Ахиoplan-2 по наличию и количеству дефектов (царапины, точки, выколы и заколы). Фотографии поверхностей селенида и сульфида цинка, обработанных на исследуемых полировочных смолах, приведены на рис. 2. Качество поверхности полированных оптических элементов из селенида цинка, соответствовало 3-му классу чистоты, а для сульфида цинка было близко ко 2-му классу чистоты по ГОСТ 11141—84.

Наилучшая по геометрии поверхность как в случае сульфида цинка, так и в случае селенида цинка была получена при полировании смолой 4"Б11" при температуре размягчения $64\text{ }^{\circ}\text{C}$. При этом отклонение по плоскости не превышало одного интерференционного кольца ($N \leq 1$), с местной ошибкой не более 0,1 интерференционного кольца ($\Delta N \leq 0,1$).

Выводы

1. Исследована зависимость скорости съема от температуры размягчения полировальной смолы в процессе механического полирования селенида цинка с использованием микропорошков АСМ 2/1 и 1/0 в одинаковых условиях.

2. Показано, что с увеличением температуры размягчения смолы скорость съема материала увеличивается. Наибольшая скорость достигнута при использовании полировальной смолы на основе канифоли при температуре размягчения 73,5 °С. Однако наилучшее качество поверхности получено на полировальной смоле при температуре размягчения 64 °С.

3. Качество поверхности селенида цинка соответствовало 3-му классу чистоты согласно ГОСТ 11141—84, для сульфида цинка качество поверхности близко ко 2-му классу. Отклонение по плоскости как для сульфида, так и для селенида цинка не превышало одного интерференционного кольца

($N \leq 1$), с местной ошибкой не более 0,1 интерференционного кольца ($\Delta N \leq 0,1$).

*Работа проводилась в рамках гранта
"Президента Российской Федерации
для поддержки молодых российских ученых —
кандидатов наук и их научных
руководителей" и "Фонда содействия
отечественной науке".*

Литература

1. Гаврищук Е. М., Потелов В. В., Сенник Б. Н., Тимофеев О. В. // Прикладная физика. 2005. № 5. С. 107—111.
2. Винокуров В. М., Куклева З. А. // Оптико-механическая промышленность. 1959. № 7. С. 49—55.
3. Винокуров В. М. Исследование процессов полировки стекла. — М.: Машиностроение, 1967. — 196 с.
4. Девярых Г. Г., Корицунов И. А., Гаврищук Е. М. и др. // Высококачественные вещества. 1993. № 3. С. 16—23.

Статья поступила в редакцию 15 марта 2007 г.

Investigation of the polishing process for polycrystalline zinc chalcogenides with the use of colophony-based resins

O. V. Timofeev, E. Yu. Vilkova, V. A. Shikhov

Institute of Chemistry of High-Purity Substances RAS, Nizhny Novgorod, Russia

S. R. Kushnir, B. A. Radbil

Open JSC "Lesma Research-promotional Company", Nizhny Novgorod, Russia

The explored process mechanical polishing of the zinc chalcogenides with use of colophony — based polishing and of the resins on base of rosin, having different features. The studied influence of the temperature of the softening polishing resins on velocity of the removal and optical features to surfaces CVD - zinc selenide and zinc sulfide.

УДК 546.47'221'231:548.736

Получение сульфоселенидов цинка ZnS_xSe_{1-x} CVD-методом

Е. М. Гаврищук, Д. В. Савин, В. Б. Иконников, Т. И. Сторожева

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

Предложена CVD-методика получения массивных однородных по составу ZnS_xSe_{1-x} . Проведен сравнительный анализ оптических и структурных характеристик сульфоселенидов цинка до и после высокотемпературной газостатической обработки.

Твердые растворы халькогенидов цинка ZnS_xSe_{1-x} являются широкозонными полупроводниками, применяемыми в качестве материалов для оптоэлектроники, разнообразных фотоэлектриче-

ских и оптических устройств. Представляет интерес их применение в качестве рабочих сред твердотельных лазеров и в градиентной оптике. Для получения халькогенидов цинка с одновременно