

УДК 661.847.511:621.923.75

## ПОЛУЧЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ЭЛЕМЕНТОВ НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДА ЦИНКА

Е.Ю. Вилкова, О.В. Тимофеев

Исследован процесс механического полирования поликристаллического сульфида цинка с использованием полировальных смол на основе канифоли. Рекомендован оптимальный диапазон давлений для проведения механического полирования. Показано, что на параметры процесса обработки и качество поверхности сульфида цинка будет оказывать существенное влияние не только состав полировальных смол, но и их способ приготовления.

**Ключевые слова:** сульфид цинка, механическое полирование, полировочные смолы, классы чистоты, дефекты поверхности.

### Введение

Поликристаллический сульфид цинка применяют в ИК оптике для изготовления выходных окон, фокусирующих линз, делительных пластин, а также призм и полупрозрачных зеркал. Необходимым условием применения таких оптических элементов является минимизация размеров и количества дефектов на их поверхности, образующихся в процессе абразивной обработки [1].

Производство таких элементов – это сложная и многоплановая задача. Одним из основных этапов, наряду с выращиванием материала, является изготовление готовых оптических элементов. Отсутствие публикаций по этой тематике в нашей стране и за рубежом не позволяет создать технологию высококачественной обработки оптических элементов на основе сульфида цинка без проведения целенаправленных исследований.

Целью данной работы явилось исследование влияния параметров процесса механического полирования на качество поверхности сульфида цинка. Для достижения цели решались следующие задачи:

- исследование влияния параметров механического полирования на размеры и концентрацию дефектов полированной поверхности сульфида цинка;
- исследование влияния состава и свойств полировальных смол на образование поверхностных дефектов.

### Методика эксперимента

Обработке подвергался высокочистый поликристаллический сульфид цинка, который был получен методом химического осаждения из газовой фазы. Образцы сульфида цинка представляли собой диски диаметром 20 мм и толщиной 5 мм, предварительная подготовка осуществлялась по методике, описанной в работе [2]. В качестве материала полировальника использовали смолы на основе модифицированной живичной канифоли. В качестве смазывающе-охлаждающей жидкости (СОЖ) использовалась дистиллированная вода. В процессе обработки качество поверхностей контролировалось при помощи методики «компьютерного зрения». Как на промежуточных, так и на конечных стадиях обрабатываемые поверхности фотографировались при помощи микроскопа AxioPlan 2. Полученные фотографии обрабатывали с использованием разработанного для этой цели специального программного обеспечения [3]. В результате для каждой поверхности были получены функции распределения дефектов по размерам, приведенные к единице площади поверхности. Полученные таким образом количественные характеристики для точек (их количество и размеры) и царапин (их длина и ширина) были использованы для определения класса чистоты поверхности согласно [4].

### Результаты и обсуждение

Проведены исследования процесса механического полирования сульфида цинка. В ходе полирования поверхности фотографировались через определенные промежутки времени (1, 2 и 5 мин.). Полученные фотографии обрабатывались при помощи методики «компьютерного зрения». Получены зависимости количества точек (рис. 1, а) и суммарной длины царапин (рис. 1, б) на поверхности от времени полирования. Из рисунка видно, что поверхность в начальный момент времени имеет максимальное количество точек, однако уже через 3–5 мин. обработки размеры и количество дефектов снижается на порядок.

Изучены зависимости количества точек (рис. 2, а) и длины царапин (рис. 2, б) от их размеров при различном прижимном давлении в процессе механического полирования сульфида цинка. Результаты показали, что качество и геометрия поверхности существенно зависят от давления, оказываемого на поверхность в процессе полирования.

Сопоставление экспериментальных данных позволило выделить оптимальный диапазон давлений, в котором получены наилучшие результаты по совокупности трех параметров (чистота, геометрия поверхности и скорость съема). В результате был выделен диапазон давлений, при которых получены поверхности наилучшего качества с минимальными отклонениями по геометрии, а скорость съема при дан-

ных условиях имела значение, близкое к максимальному. Данный диапазон для используемых нами условий эксперимента находился в пределах от 17,1 до 27,5 кПа.

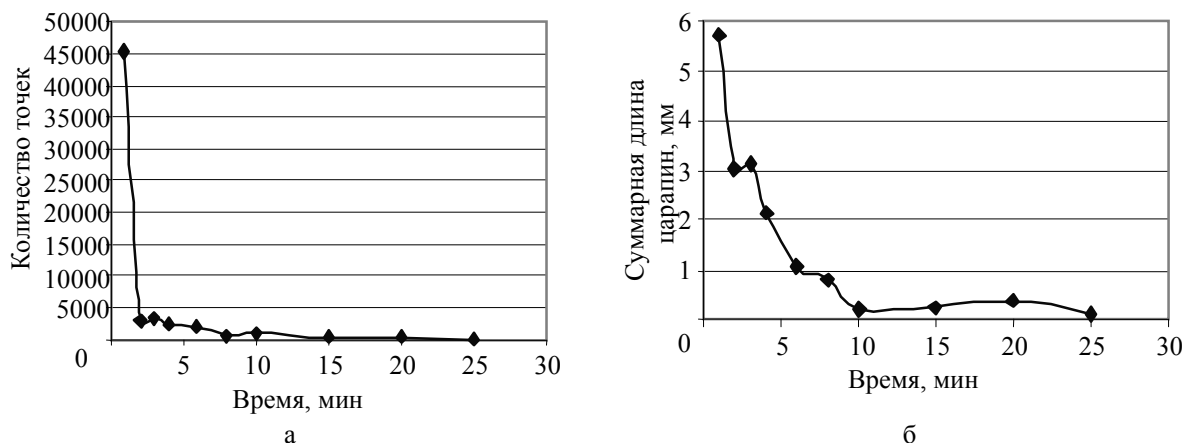


Рис. 1. Изменение количества дефектов на поверхности сульфида цинка в процессе полирования

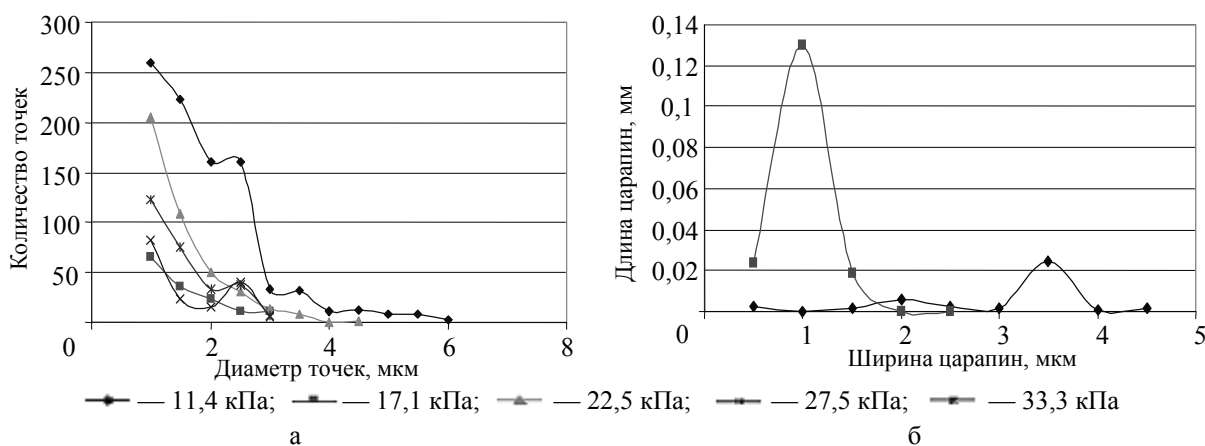


Рис. 2. Зависимости количества точек и длины царапин от их размеров при различном прижимном давлении в процессе механического полирования

Для исследований влияния состава и свойств полировальных смол на образование поверхностных дефектов сульфида цинка была изготовлена серия образцов полировальных смол на основе модифицированной живичной канифоли. Образцы смол имели одинаковую температуру размягчения, но различный состав. Температура размягчения смол, определенная методом кольца и шара, составляла  $64 \pm 1^\circ\text{C}$ . Параметры используемых смол и экспериментальные значения скорости съема приведены в табл. 1. В результате экспериментов было выявлено, что скорости съема существенно различаются, несмотря на постоянство температуры размягчения. В образцах 4«Б11» партий №1, №2 в качестве добавки использовали поверхностно активные вещества (ПАВ), увеличение концентрации ПАВ на 0,5% приводит к существенному изменению скорости съема. Добавление стеарина в состав смолы (образец ПС-С2) не приводит к такому резкому увеличению скорости съема, а при дальнейшем увеличении его концентрации (образец ПС-С1), происходит снижение скорости съема.

Из табл. 1 видно, что скорость съема на образцах полировальных смол, имеющих различную твердость (измеренная методом пенетрации), при постоянной температуре размягчения, существенно различается. Таким образом, даже незначительные изменения данных характеристик при помощи изменения состава приводят к существенному изменению параметров обработки сульфида цинка, и, как следствие, к изменению качества поверхности.

Оценка качества поверхности (рис. 3) показала, что использование добавки ПАВ в образцах 4«Б11» партий №1, №2 и увеличение его концентрации на 0,5% приводит к увеличению количества и размеров точек (рис. 3, а), а также длины и ширины царапин (рис. 3, б) на поверхности образцов, что, как следствие, ухудшает оптическое качество поверхности. Необходимо отметить, что добавление стеарина в состав смолы (образец ПС-С2) и увеличение его концентрации (образец ПС-С1), напротив, приводит к дальнейшему улучшению качества поверхности, по сравнению с образцами 4«Б11» партий №1, №2. Об

этом свидетельствует уменьшение размеров и количества точек. При этом размеры царапин, оставленных на поверхности образцов, находятся за пределами разрешения используемого нами оптического микроскопа и разработанной методики [3]. Полученные результаты показали, что незначительные изменения состава при сохранении температуры размягчения смолы приводят к существенному изменению, как скорости съема, так и чистоты поверхности. Оценка качества показала, что наилучшее качество для сульфида цинка получено на полировальной смоле ПС-С1 с температурой размягчения 63°C и чистотой поверхности, соответствующей 3 классу чистоты по ГОСТ 11141-84.

| № образца       | Температура размягчения по КИШ, °С | Твердость, °С (*) | Логарифм вязкости при 25°C | Скорость съема, мкм/мин |
|-----------------|------------------------------------|-------------------|----------------------------|-------------------------|
| 4«Б11» парт. №1 | 64                                 | 27,8              | 8,7                        | 0,776                   |
| 4«Б11» парт. №2 | 64                                 | 27,6              | 8,6                        | 0,472                   |
| ПС-С1           | 63                                 | 29,6              | 8,8                        | 0,525                   |
| ПС-С2           | 64,5                               | 29,8              | 8,9                        | 0,651                   |

\* – твердость измерена методом пенетрации.

Таблица 1. Параметры полировальных смол и экспериментальные величины скорости съема сульфида цинка в процессе полирования

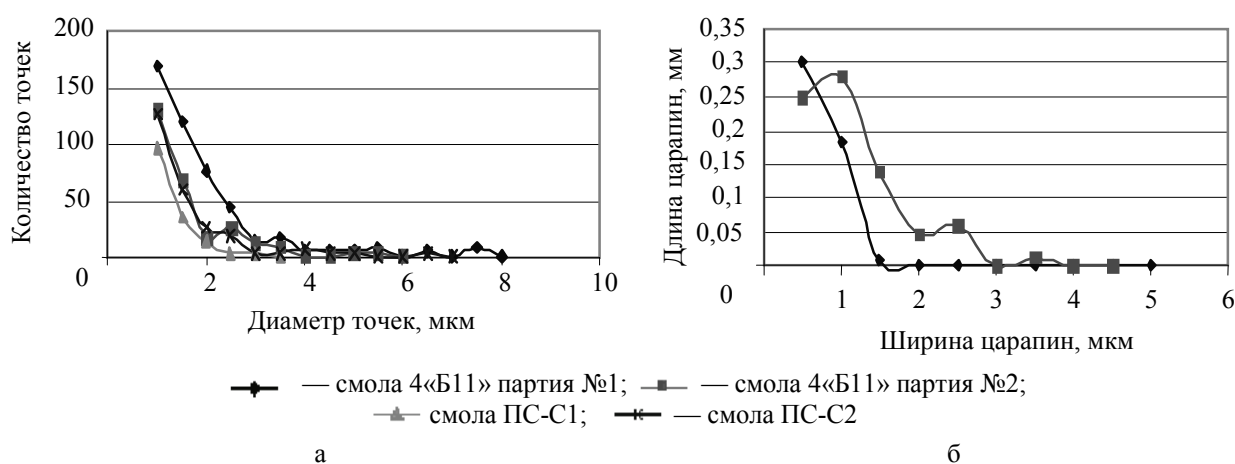


Рис. 3. Зависимости количества точек и длины царапин от их размеров при использовании полировальных смол различного состава

Проведены исследования влияния структуры канифольных смол на качество поверхности и величину съема материала в процессе механической обработки. Для экспериментов использовали образцы смолы, которые имели одинаковый состав и температуру размягчения равную 64°C. Различие состояло в способе заливки полировальников, при этом нагрев смолы проводили в одинаковых условиях, а температуру охлаждения изменяли в интервале от 18°C до минус 12°C. В одном эксперименте проводился дополнительный нагрев до перехода смолы в жидкое состояние. На основании полученных результатов (табл. 2) видно, что при уменьшении температуры охлаждения полировальника увеличивается скорость съема материала. Это можно объяснить изменением структуры материала полировальника, которая влияет на теплофизические свойства смолы и, как следствие, на скорость съема обрабатываемого материала.

| № образца  | Температура охлаждения, °С | Скорость съема, мкм/мин |
|------------|----------------------------|-------------------------|
| 4«Б11» №1  | +5                         | 0,315                   |
| 4«Б11» № 2 | -12                        | 0,318                   |
| 4«Б11» № 3 | +18                        | 0,282                   |
| 4«Б11» № 4 | +18 и дополнит. нагрев     | 0,307                   |

Таблица 2. Значения скоростей съема сульфида цинка при механической обработке на различных полировальных смолах

Взаимосвязь размеров и количества дефектов на поверхности образцов представлена на рис. 4, а, б. Изменение температуры охлаждения смолы приводит к изменению качества обрабатываемой поверхности. Причем наилучшие результаты по качеству поверхности получены при способе заливки, когда поли-

ровальник охлаждали в холодильнике при температуре 5°C. Данная поверхность содержала минимальное количество точек, а размеры царапин были ниже пределов разрешения разработанной нами методики компьютерного зрения [3].

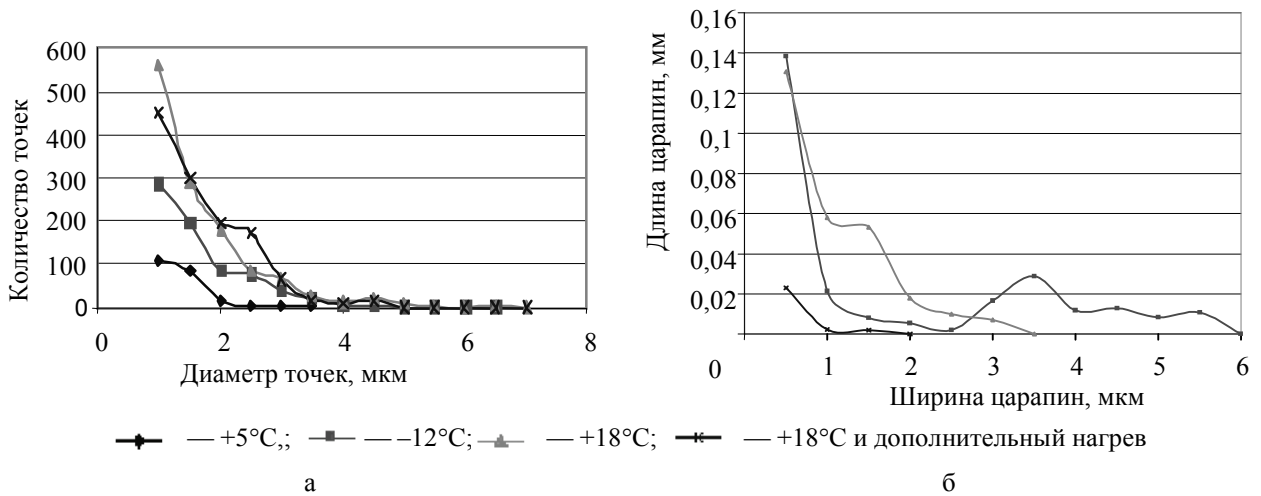


Рис. 4. Зависимости количества точек и длины царапин от их размеров при различных температурах охлаждения полировальника

Проведены исследования по оценке качества поверхности образцов сульфида цинка, обработанных различными способами. Класс чистоты поверхностей определен по методике, описанной в [4]. Их качество соответствовало 7, 5 и 3 классам чистоты. Полученные поверхности были сфотографированы и фотографии обработаны при помощи методики «компьютерного зрения». На рис. 5, а, б, представлены зависимости количества точек и длины царапин от их размеров на поверхности образцов сульфида цинка при различных классах чистоты. Сопоставление результатов компьютерной и визуальной оценки показало, что полученные результаты находятся в удовлетворительном соответствии.

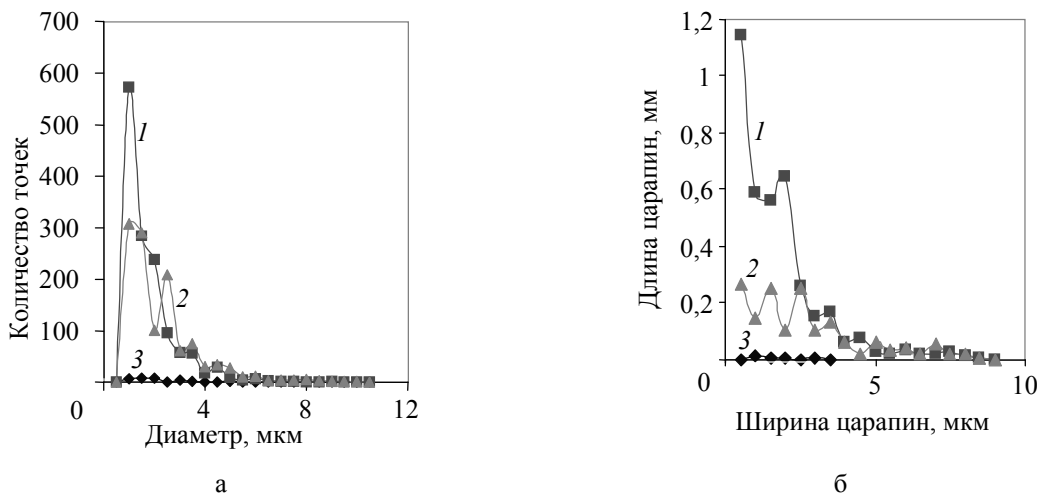


Рис. 5. Зависимости количества точек и длины царапин от их размеров на поверхности образцов сульфида цинка при различных классах чистоты поверхности: 1 – поверхность 7 класса чистоты; 2 – поверхность 5 класса чистоты; 3 – поверхность 3 класса чистоты

Для поверхности, соответствующей 3 классу чистоты, проведена оценка величины шероховатости на атомно-силовом микроскопе НТ-206. Фотографии поверхностей приведены на рис. 6. Величина среднеарифметической шероховатости поверхности  $R_a$  составила 2,6 нм, а среднеквадратичной  $R_q$  – 3,8 нм. Дальнейшее улучшение качества обрабатываемой поверхности возможно при использовании магнито-реологического полирования.

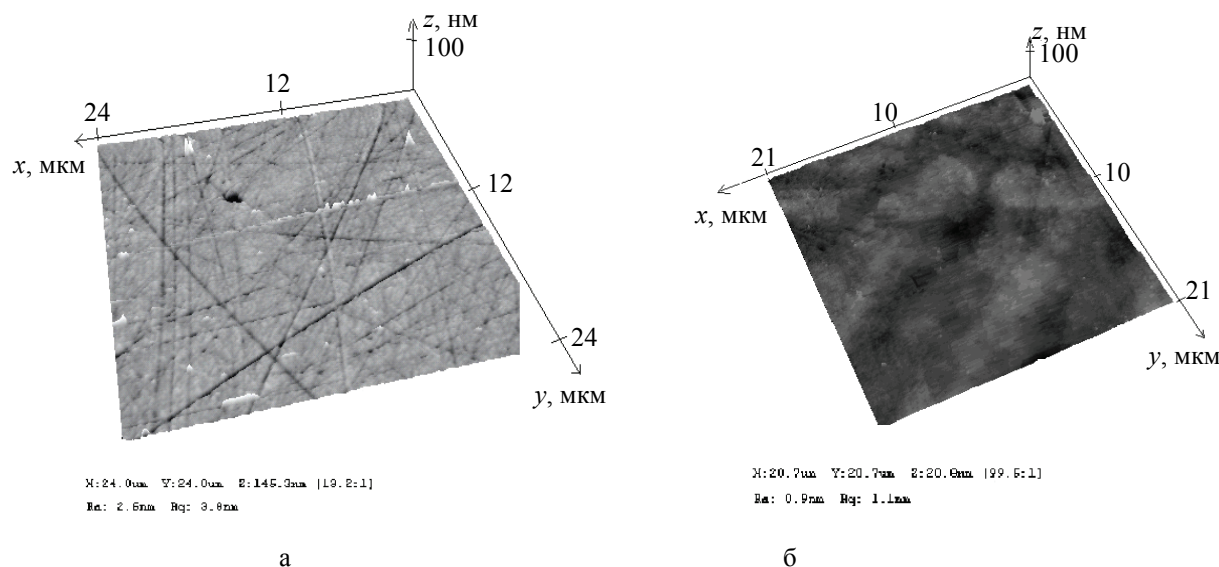


Рис. 6. Фотографии поверхностей, выполненные на атомно-силовом микроскопе:  
а – после химико-механического полирования; б – после магнитореологического полирования

### Заключение

На основании полученных результатов определены режимы механической обработки сульфида цинка. Исследованы зависимости скорости съема от удельного давления в процессе механического полирования. Оптимальный диапазон давлений для проведения процесса полирования сульфида цинка находится в пределах от 17,1 до 27,5 кПа. Показано, что на качество оптических поверхностей на основе сульфида цинка существенное влияние оказывают как состав полировальной смолы, так и способ ее приготовления.

Применение рекомендованных условий полирования позволило изготовить опытную партию оптических элементов на основе сульфида цинка с качеством поверхности, отвечающим 3 классу чистоты, согласно ГОСТ 11141-84, с отклонением по геометрии не более одного интерференционного кольца. Для сульфида цинка величина среднеарифметической шероховатости поверхности  $Ra$  составила 2,6 нм, а среднеквадратичной  $Rq$  – 3,8 нм.

### Литература

1. Формообразование оптических поверхностей // Труды международной академии «Контенант». – М.: Контенант, 2005. – Т. 1. – 284 с.
2. Гаврищук Е.М., Вилкова Е.Ю., Тимофеев О.В., Радбиль Б.А., Кушнир С.Р. Исследование процесса полирования поликристаллического селенида цинка с использованием полировальных смол на основе канифоли // Оптический журнал. – 2008. – Т. 75. – № 9. – С. 83–89.
3. Гаврищук Е.М., Вилкова Е.Ю., Колесников А.Н., Тимофеев О.В. Исследование полированных поверхностей халькогенидов цинка путем компьютерного распознавания дефектов на микрофотографиях // Оптический журнал. – 2010. – Т. 77. – № 1. – С. 87–94.
4. ГОСТ 11141-84. Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля. Введ. 01.01.85. – М.: Изд-во стандартов, 1984. – 15 с.

**Вилкова Елена Юрьевна**

– Институт химии высокочистых веществ РАН, г. Нижний Новгород, младший научный сотрудник, timofeev@ihps.nnov.ru

**Тимофеев Олег Владимирович**

– Институт химии высокочистых веществ РАН, г. Нижний Новгород, кандидат химических наук, доцент, timofeev@ihps.nnov.ru