

ВЛИЯНИЕ ОПТИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛОВ ПАРАТЕЛЛУРИТА

С.В. Молчанов, С.А. Третьяков, А.М. Иванов, И.А. Каплунов

ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»,

170100, Россия, Тверь, ул. Желябова, 33

kaplunov.ia@tversu.ru

DOI: 10.26456/pcascnn/2023.15.777

Аннотация: Исследовалось влияние оптической обработки поверхностей монокристалла парателлурита, соответствующих кристаллографическим плоскостям (100), (110) и (001). С помощью оптического профилометра NanoMap WLI1000 контролировался рельефный слой поверхности образцов. Для исследования влияния способа полирования процесс проводили с использованием трех методик – нейтральная полировка, кислотная, полировка и щелочная полировка. Определены характеристики поверхностей парателлурита после шлифования и полирования. Сделаны выводы о преимущественном использовании полирования с применением химических реактивов. Показана анизотропия отличающихся кристаллографическими направлениями поверхностей на скорость шлифования и полирования и на характеристики поверхностей. Исследования структуры шлифованных и полированных поверхностей, соответствующих кристаллографическим плоскостям, показали, что максимальная высота шероховатости наблюдается для плоскости (001). Максимально гладкая поверхность достигается для поверхностей, совпадающих с кристаллографической плоскостью (110).

Ключевые слова: монокристаллы парателлурита, оптическая поверхность, шлифование, полирование, шероховатость

1. Введение

Монокристаллы и поликристаллы различных веществ зачастую являются материалом для изготовления оптических деталей, как для проходной оптики (линзы, окна, оптические элементы приборов и др.), так и для изделий, работающих на отражение. Существенный вклад в эффективность работы конечных приборов вносит качество оптических поверхностей, которое определяется значениями параметров шероховатости поверхностей, величиной остаточного трещиноватого слоя и классом чистоты поверхности [1, 2]. Указанные параметры обеспечивают величину оптического пропускания, рассеяние излучения на поверхности, а также поверхностную лазерную прочность [3-6].

Монокристаллы парателлурита являются одним из самых эффективных материалов акустооптики; на основе монокристаллов изготавливают светозвукопроводы для акустооптических устройств [7], и одним из требований является качество полированных оптических поверхностей акустооптической ячейки.

Сложность и необходимость применения особых режимов при обработке поверхностей оптических деталей из парателлурита определяется анизотропией его механических свойств. Например,

отношение максимальных значений модуля Юнга к минимальным значениям $E_{\max} / E_{\min} \approx 11-13$ раз [8, 9]. Столь высокая анизотропия модуля Юнга предопределяет и аномально высокую анизотропию прочности, микротвердости и хрупкости кристаллов парателлурита, что, безусловно, влияет на процесс обработки этого материала. Оценки характера микротрещин, возникающих при нагрузках 10-20 г на различные плоскости кристаллов парателлурита, дают для них балл хрупкости 2. Это означает, что для исключения появления микротрещин в процессе отработки парателлурита следует применять режимы, при которых не допускаются большие локальные постоянные нагрузки, а, тем более, ударные нагрузки. Также одним из требований является выравнивание температуры воздуха, инструментов и самого обрабатываемого кристалла во избежание растрескивания элементов из-за механических ростовых напряжений внутри самого кристалла.

В настоящей работе проведено исследование, направленное на оптимизацию технологии полировки поверхностей и повышение качества оптических поверхностей (уменьшения коэффициента отражения, снижение значений параметров шероховатости поверхности) монокристаллов парателлурита.

2. Методика эксперимента

Для исследований влияния обработки на качество оптических поверхностей монокристаллов парателлурита была изготовлена серия образцов в виде пластин, ориентированным по различным кристаллографическим плоскостям: (110), (100) и (001).

Резка и шлифование образцов проводились обычными методами, хорошо описанными в литературе [1]. Тонкое шлифование парателлурита перед полировкой осуществляли суспензией шлифпорошка M10 (F800). Величину снимаемого шлифованием слоя контролировали с точностью 0,5 мкм. Оценка поверхности, подготовленной для полировки, проводилась визуально с использованием лупы 8^x. Для контроля величины рельефного слоя, остающегося после тонкой шлифовки, и, следовательно, для оценки величины трещиноватого слоя и времени, требуемого на его удаление полировкой, проводились исследования поверхностей с помощью оптического профилометра NanoMap WLI1000.

Полирование образцов осуществлялось вручную на станке СД-3, при давлении на образец 0,7-0,8 кгс/см², стандартным методом в течение одного часа в одинаковых условиях оптической лаборатории на смоляном полировальнике, при использовании различных полирующих суспензий. Полирующие суспензии изготовлены на основе алмазного микропорошка марки АМ 0.5/0 и дистиллированной воды. Эксперимент проводился для

суспензий с разными характеристиками. В первом случае использовалась «нейтральную» суспензию без модификаторов кислотности среды. Во втором случае использовался модифицирующий раствор $NaOH$ до получения слабо-щелочной суспензии с $pH = 10$, в третьем – раствор HCl до получения $pH = 3$. Толщина снимаемого слоя материала образцов контролировалась через каждые 15 минут полировки толщиномером с точностью 0,5 мкм, дополнительно проводилась визуальная оценка поверхности.

3. Обработка поверхностей парателлурифта

3.1. Шлифование поверхностей

Различие всех трёх выбранных плоскостей проявилось уже на этапе тонкой шлифовки M10. Для плоскости (001) достаточно снимать слой материала 10 мкм. При этом уходит «мат» и дефекты предыдущего процесса шлифовки M28 (F400). Для плоскости (110) 10 мкм недостаточно. Здесь следует снимать 15-20 мкм. Наибольший слой следует снимать на плоскости (100) – не менее 70 мкм. При этом, процесс тонкой шлифовки всех трёх плоскостей занимает одинаковое время, следовательно, скорости удаления материала различаются в несколько раз, что следует иметь в виду при задании припусков на обработку и при контроле угловой точности изготовления плоскостей.

Для контроля величины рельефного слоя, остающегося после тонкой шлифовки, и, следовательно, для оценки величины трещиноватого слоя и времени, требуемого на его удаление полировкой, были проведены исследования поверхностей с помощью оптического профилометра NanoMap WLI1000 и программного обеспечения SPIP. На рис. 1 представлены профили поверхностей после конечного шлифования; параметры шероховатости полученных поверхностей рассчитывались в ПО [10] и представлены в Таблице 1.

Таблица 1. Характеристики поверхностей парателлурифта после шлифования.

Характеристика	Плоскость		
	(001)	(100)	(110)
Средняя шероховатость трехмерного профиля (Sa), нм	289,6	594,6	219,1
Максимальная высота трехмерного профиля (Sz), нм	3062,1	10905,0	4509,2
Средняя шероховатость линейного профиля (Ra), нм	308,8	488,5	158,1
Максимальная высота шероховатости линейного профиля (Rt), нм	2009,2	3587,5	1049,1
Средняя максимальная высота линейного профиля (Rz), нм	1708,0	2824,2	928,4
Среднее расстояние между неровностями трехмерного профиля (Sm), нм	19,619	22,097	17,441

Поверхность (001) имеет $Sz = 2,8-3,3$ мкм, поверхность (110) имеет

$S_z = 4,4-4,6$ мкм, а поверхность (100) – $S_z = 10,4-11,4$ мкм. Глубину трещиноватого слоя в литературе оценивают как 5-6 величин глубины рельефного слоя. Следовательно, глубину слоя, подлежащего удалению полировкой, можно оценить для (001) в 15 мкм, для (110) – 25 мкм, для (100) – 60 мкм. Однако, такие слои материала следует обязательно удалять лишь для деталей специального применения, требующих глубокой полировки поверхностей, например, для использования в силовой оптике или для элементов на ПАВ. Для применения в акустооптике снятие полировкой таких толщин материала очень трудоёмко и в большинстве случаев нецелесообразно, что подтверждается опытом изготовления данных элементов.

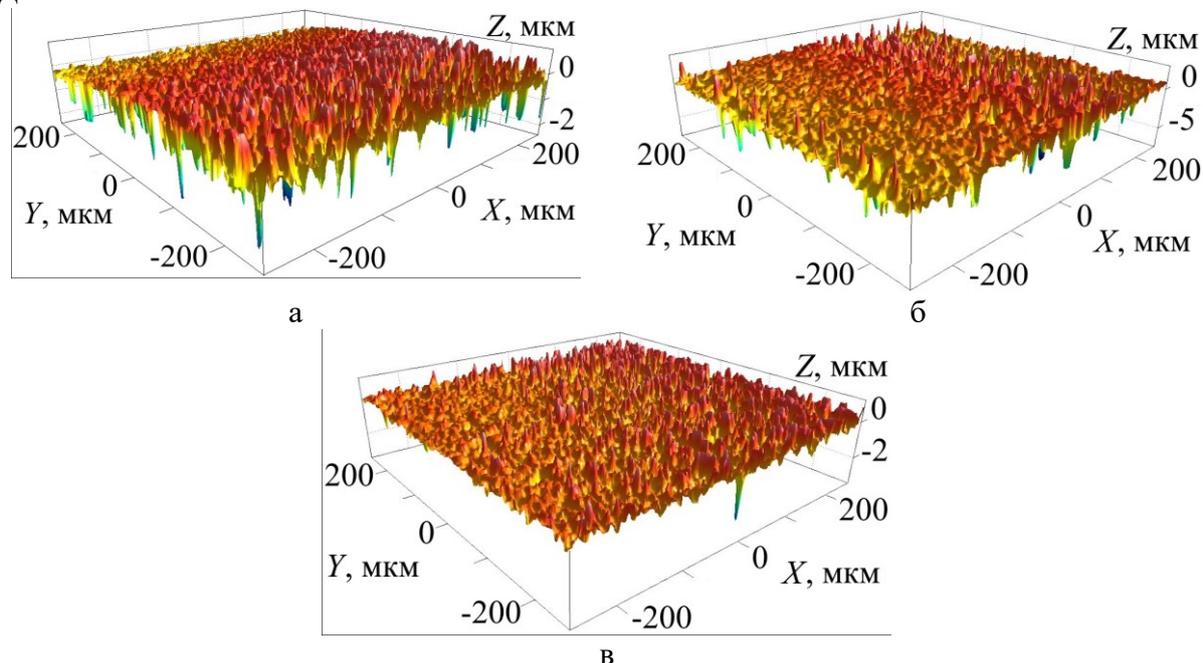
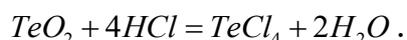
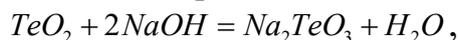


Рис. 1. 3D-профиль поверхности плоскостей (001) (а), (100) (б) и (110) (в) после тонкой шлифовки порошком М10.

3.2. Полирование поверхностей

Химические реактивы, используемые в виде добавок к полирующим суспензиям, достаточно давно применяют для химического травления парателлуриата для определения дефектов внутреннего строения материала (дислокации, малоугловые границы, линии скольжения). Это обеспечивается тем, что в растворе при наличии щелочи или кислоты протекают следующие химические реакции:



Если при химическом травлении продукты химической реакции покидают поверхность за счёт вынужденной или собственной конвекции раствора (большой объем раствора), то при полировке, поверхность

периодически требуется очищать (через каждые 2-3 минуты). Концентрация используемых для полирования растворов достаточно мала по причине того, что парателлурилит достаточно быстро растворяется в данных химических реактивах. Толщина удаленных полированием за заданное время слоёв материала для всех исследуемых плоскостей и всех используемых суспензий представлена в Таблице 2.

Таблица 2. Толщина удаленного материала с поверхности образцов за время полирования.

Время, мин.	Толщина сполитованного слоя, мкм								
	«нейтральная» обработка			«щелочная» обработка			«кислая» обработка		
	(001)	(110)	(100)	(001)	(110)	(100)	(001)	(110)	(100)
15	1,0	1,0	2,0	2,0	1,0	2,0	0,5	1,0	1,0
30	3,5	2,0	4,0	6,0	3,0	4,0	5,0	3,0	5,0
45	6,0	3,0	6,0	8,0	5,0	6,0	10,0	7,0	9,0
60	8,0	6,0	9,0	12,0	8,0	8,0	15,0	12,0	13,0

При визуальном (с помощью лупы 8^x) контроле чистоты полированных плоскостей по ГОСТ Р 11141-84 [2] установлено, что поверхности (001) и (110) удовлетворяют четвёртому классу чистоты Р IV при снятии 6-8 мкм рельефного слоя. Этого вполне достаточно для обычных применений изделий из TeO_2 , в том числе, для малосерийных изделий акустооптики. Для поверхности (100) должен быть удалён слой 12-15 мкм, то есть часа полировки для этой поверхности недостаточно.

Установлено, что применение «щелочного» подтравливания позволяет сократить время полировки на 15 минут, избавляет от появления в процессе трудноудаляемых «налётов» на поверхности. Применение «кислотного» подтравливания, хотя и ускоряет съём материала образца, но не позволяет избавиться от «налётов» (см. рис. 2), не позволяет добиться «эластичности» полировки (технический термин рабочих-полировщиков, характеризующий плавность скольжения детали по смоляному полировальнику одновременно с весьма выраженным сопротивлением этому скольжению). Такой же эффект наблюдается и при «нейтральной» среде полировки. Таким образом установлено, что дефекты поверхности в виде «налётов» обязательно появляются при полировке в «нейтральной» и «кислой» среде, особенно по границам дефектов поверхности разного вида.

В дальнейшем полированные поверхности были исследованы с помощью оптического профилометра NanoMap WLI1000 и программного обеспечения SPIP с целью изучения микро- и нанорельефа, построения

профилограмм и графиков сечений поверхности. Подсчет параметров шероховатости поверхностей осуществлялся с помощью специализированного программного обеспечения Gwyddion [11].

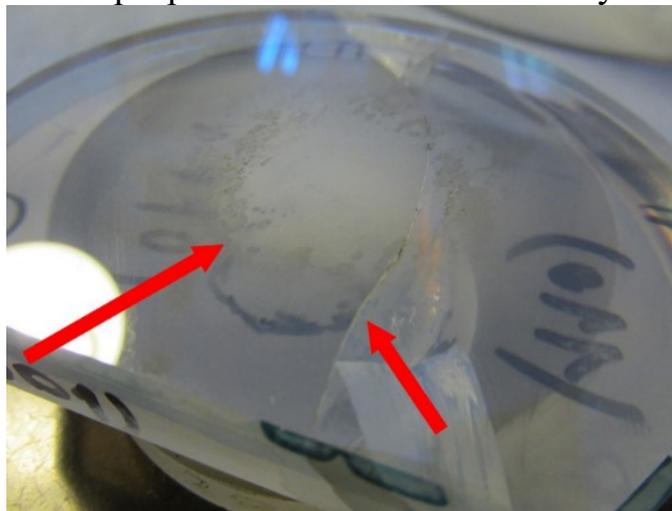


Рис. 2. Налет на полированной поверхности после полировки суспензии с добавлением раствора HCl .

4. Результаты и обсуждение

Полированная поверхность, отвечающая процессу полирования в нейтральной среде, отличается неоднородностью полировки по высотам, обнаружена волнистость поверхности, предположительно это связано с отсутствием «эластичности» полировки и возникающим налетом. Более высокая однородность поверхности при этом обеспечивается на поверхности, соответствующей плоскости (110). Однако и на ней имеются единичные более глубокие, относительно остальной поверхности, впадины, размеры и плотность которых сопоставима с плотностью дислокаций и размерами области механических напряжений вокруг данных дефектов.

Результаты исследования поверхностей, полученных при полировке с суспензией с добавлением щелочи, показали, что для данного способа полировки наблюдается большая однородность по шероховатости и размерам пиков и впадин, чем для способа с «нейтральной» суспензией. При этом, средние значения параметров шероховатости меньше приблизительно в 1,5 раза. Плоскость (110) также имеет более низкие величины неоднородностей, чем плоскости (001) и (100).

Наиболее гладкая поверхность исследуемых образцов достигается после полирования в кислой среде; кристаллографическая ориентация (110) также обеспечивает минимальную шероховатость по сравнению с другими кристаллографическими направлениями.

На рис. 3 и 4 представлены 3D и 2D профили поверхностей, соответственно, после полирования в кислой среде.

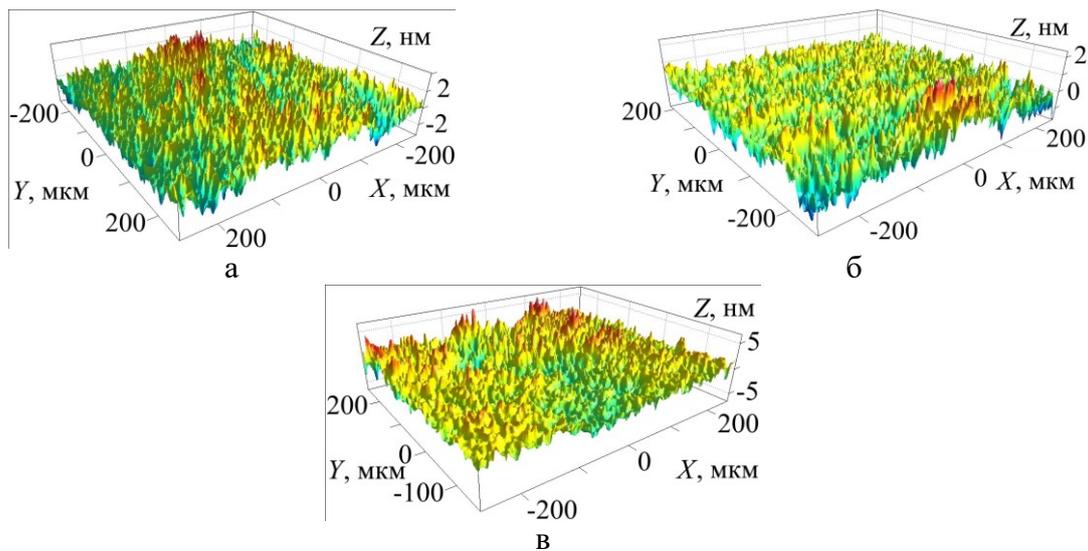


Рис. 3. 3D профили поверхностей (001) (а), (100) (б), (110) (в) после полировки.

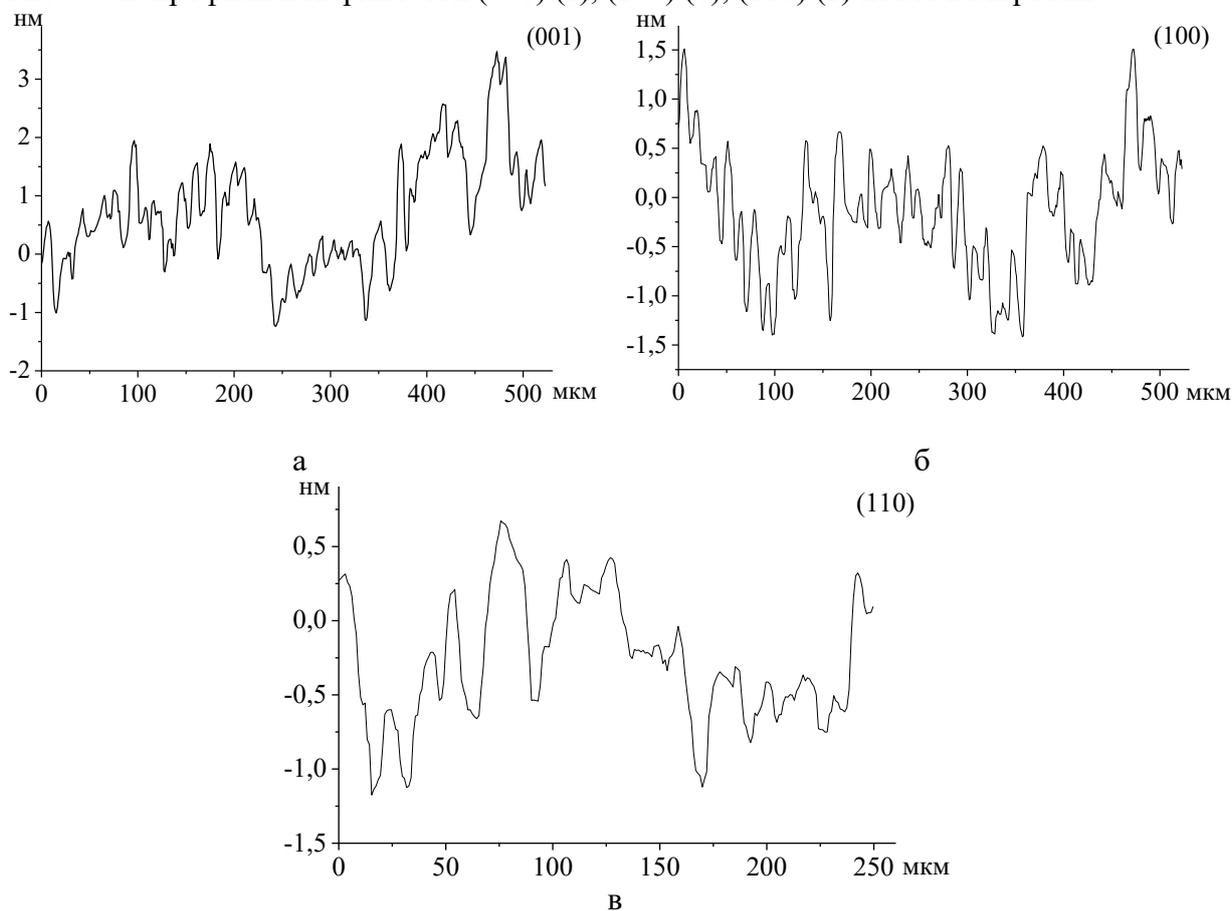


Рис. 4. 2D профили поверхностей (001) (а), (100) (б), (110) (в) после полировки.

В Таблице 3 приведены характеристики поверхности полированных образцов в трех режимах обработки для разных кристаллографических ориентаций поверхностей. Данные в таблице приведены для двух крайних (минимального и максимального) значений параметров. Сравнение со шлифованными поверхностями (см. Таблицу 1) показывает, что

шероховатость поверхности и высота шероховатости после полирования снизилась на 3 порядка. Расстояние между неровностями профиля поверхности практически не изменилось.

Таблица 3. Характеристики поверхностей парателлурита после полирования.

Кристаллографическая ориентация поверхности	(001)			(100)			(110)		
	способ обработки поверхности								
Характеристики поверхности	без	NaOH	HCl	без	NaOH	HCl	без	NaOH	HCl
Средняя шероховатость трехмерного профиля (S_a), нм	0,439	0,633	0,573	0,556	0,571	0,167	0,112	0,264	0,252
	1,607	1,103	0,708	1,708	0,756	0,453	1,291	0,552	1,174
Максимальная высота трехмерного профиля (S_z), нм	4,707	6,211	6,256	6,020	6,951	1,917	1,626	2,350	2,207
	16,26	8,488	7,682	32,72	7,822	4,856	12,56	5,852	13,25
Средняя шероховатость линейного профиля (R_a), нм	0,223	0,507	0,289	0,125	0,260	0,104	0,120	0,166	0,122
	0,860	0,636	0,408	0,395	0,359	0,250	0,374	0,268	0,609
Максимальная высота шероховатости линейного профиля (R_t), нм	1,314	2,874	1,982	0,965	1,928	0,841	0,742	1,129	0,748
	2,567	4,927	2,862	3,087	2,136	1,779	2,885	1,965	4,523
Средняя максимальная высота линейного профиля (R_z), нм	1,171	2,329	1,626	0,691	1,705	0,687	0,654	1,056	0,638
	4,520	3,807	2,327	2,617	1,927	1,465	2,657	1,732	3,530
Среднее расстояние между неровностями трехмерного профиля (S_m), мкм	15,12	14,30	16,02	8,56	16,54	14,09	13,70	12,51	16,32
	21,27	17,10	18,47	18,27	19,23	19,19	19,49	17,24	24,22

Разные значения параметров шероховатости для отличающихся по кристаллографическим ориентациям плоскостей зависят от присущих им значений поверхностной энергии. Исследования структуры шлифованных и полированных поверхностей, соответствующих кристаллографическим плоскостям в парателлурите, показали, что минимальную шероховатость, минимальная высота шероховатости наблюдается для плоскости (110). Плоскость (110) для монокристаллов парателлурита является наиболее плотноупакованной, обладает минимальной поверхностной энергией и является сингулярной гранью. Выращивание монокристаллов парателлурита из расплава методом Чохральского обычно осуществляется именно в этом направлении.

5. Заключение

Подготовка оптических поверхностей на кристаллах парателлурита требует тщательного и последовательного проведения операций по

шлифовке поверхностей с последующей полировкой. Полирование обеспечивает получение максимально гладких поверхностей (минимальная шероховатость) при наличии химических реагентов (кислота или щелочь), которые вносят свой вклад путем подтравливания наиболее химически активных участков поверхности (прежде всего выступающие неровности). На процесс полирования (время полирования, величина удаляемого слоя) оказывает анизотропия кристалла. Максимально гладкая поверхность достигается для поверхностей, совпадающих с кристаллографической плоскостью (110).

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках выполнения государственного задания в сфере научной деятельности (проект № 0817-2023-0006) с использованием ресурсов ЦКП ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет».

Библиографический список:

1. **Окатов, М.А.** Справочник технолога-оптика / М.А. Окатов. – С-Пб.: Политехника, 2004. – 679 с.
2. Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля: ГОСТ Р 11141-84; введ. 01.01.1985. – М.: Издательство стандартов, 1984. – 23 с.
3. **Фокин, С.В.** Исследование процессов глубокой шлифовки и полировки стеклообразных и кристаллических материалов / С.В. Фокин // Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики. – 2002. – Т. 2. – № 1. – С. 153-154.
4. **Караванов, В.Б.** Влияние качества полировки поверхности монокристаллов Ge на их оптические константы / В.Б. Караванов, Н.Ю. Сахновский // Журнал прикладной спектроскопии. – 1986. – Т. 14. – № 4. – С. 623-627.
5. **Каплунов, И.А.** Рассеяние света монокристаллами германия и парателлуриата / И.А. Каплунов, А.И. Колесников, С.Л. Шайович, И.В. Талызин // Оптический журнал. – 2005. – Т. 72. – № 3. – С. 51-56.
6. **Колесников, А.И.** Влияние рельефа поверхности на отражение и пропускание электромагнитного излучения / А.И. Колесников, И.А. Каплунов, К.А. Морозова, С.А. Третьяков // Вестник воздушно-космической обороны. – 2018. – № 1(17). – С. 5-11.
7. **Молчанов, В.Я.** Теория и практика современной акустооптики / В.Я. Молчанов, Ю.И. Китаев, А.И. Колесников и др. – М.: Издательский Дом НИТУ «МИСИС». 2015. – 459 с.
8. **Блистанов, А.А.** Акустические кристаллы / А.А. Блистанов, В.С. Бондаренко, Н.В. Переломова и др. – М.: Наука, 1982. – 633 с.
9. **Каплунов, И.А.** Связь между механическими напряжениями и оптическими аномалиями в германии и парателлуриата / И.А. Каплунов, А.И. Колесников, К.П. Скоков и др. // Оптический журнал. – 2005. – Т. 72. – № 7. – С. 85-89.
10. SPIP User's Guide. – Режим доступа: [www.url: http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm](http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm). – 22.08.2023.
11. Gwyddion – Free SPM (AFM, SNOM/NSOM, STM, MFM, ...) data analysis software. – Режим доступа: [www.url: http://gwyddion.net](http://gwyddion.net). – 22.08.2023.

References:

1. Okatov M.A. *Spravochnik tekhnologa-optika* [Optical Technician's Handbook]. St. Petersburg, Politekhnika Publ., 2004, 679 p. (In Russian).
2. GOST R 11141-84. *Detali opticheskie. Klassy chistoty poverkhnostej. Metody kontrolya* [Russian State Standard GOST R 11141-84 Optical parts. Classes of cleanness of surfaces. Methods of control]. Moscow, Izdatel'stvo standartov Publ., 1984. – 23 p. (In Russian).
3. Fokin S.V. *Issledovanie protsessov glubokoj shlifovki i polirovki stekloobraznykh i kristallicheskiykh materialov* [Study of the processes of deep grinding and polishing of glassy and crystalline materials], *Nauchno-Tekhnicheskii Vestnik Informatsionnykh Tekhnologii, Mekhaniki i Optiki* [Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics], 2002, vol. 2, no. 1, pp. 153-154. (In Russian).

4. Karavanov V.B., Sakhnovsky N.Yu. Influence of the quality of polishing the surface of Ge single crystals on their optical constants, *Journal of Applied Spectroscopy*, 1986, vol. 44, issue 4, pp. 384-387. DOI: 10.1007/BF00661056.
5. Kaplunov I.A., Kolesnikov A.I., Talyzin I.V., Shaiovich S.L. Light scattering by single crystals of paratellurite and germanium, *Journal of Optical Technology*, 2005, V. 72, issue 3, pp. 271-275. DOI: 10.1364/JOT.72.000271.
6. Kolesnikov A.I., Kaplunov I.A., Morozova K.A., Tretyakov S.A. *Vliyanie rel'efa poverkhnosti na otrazhenie i propuskaniye elektromagnitnogo izlucheniya* [Surface texture influence on reflection and transmission of electromagnetic radiation], *Vestnik vozdušno-kosmicheskoy oborony [Aerospace Defense Herald]*, 2018, no. 1(17), pp. 5-11. (In Russian).
7. Molchanov V.Ya., Kitaev Yu.I., Kolesnikov A.I., et al. *Teoriya i praktika sovremennoy akustooptiki* [Theory and practice of modern acoustooptic]. Moscow, NUST MISIS Publ., 2015, 459 p. (In Russian).
8. Blistanov A.A., Bondarenko V.S., Perelomova N.V. et al. *Akusticheskie kristally* [Acoustic crystals]. Moscow, Nauka Publ., 1982, 633p. (In Russian).
9. Kaplunov I.A., Kolesnikov A.I., Skokov K.P. et al. The relation between mechanical stresses and optical anomalies in germanium and paratellurite, *Journal of Optical Technology*, 2005, vol. 72, issue 7, pp. 572-576. DOI: 10.1364/JOT.72.000572.
10. SPIP User's Guide. Available at: [www.url: http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm](http://www.imagemet.com/WebHelp6/Default.htm). (accessed 22.08.2023).
11. Gwyddion – Free SPM (AFM, SNOM/NSOM, STM, MFM, ...) data analysis software. Available at: <http://gwyddion.net> (accessed 22.08.2023).

Original paper

EFFECT OF OPTICAL PROCESSING ON THE SURFACE STRUCTURE OF PARATELLURITE SINGLE CRYSTALS

S.V. Molchanov, S.A. Tretyakov, A.M. Ivanov, I.A. Kaplunov
Tver State University, Tver, Russia

DOI: 10.26456/pcascnn/2023.15.777

Abstract: The effect of optical treatment of the surfaces of a paratellurite single crystal corresponding to the (100), (110), and (001) crystallographic planes was studied. Using a NanoMap WLI1000 optical profilometer, the relief layer of the sample surface (paratellurite single crystal) was controlled. To study the influence of the polishing method, the process was carried out using three techniques – neutral polishing, acid polishing and alkaline polishing. The characteristics of paratellurite surfaces after grinding and polishing are determined. Conclusions are drawn about the predominant use of polishing with chemical reagents. The anisotropy of surfaces differing in crystallographic directions on the speed of grinding and polishing and on the characteristics of the surfaces is shown. Studies of the structure of ground and polished surfaces corresponding to crystallographic planes have shown that the maximum roughness height is observed for the (001) plane. The smoothest surface is achieved for surfaces coinciding with the crystallographic plane (110).

Keywords: paratellurite single crystals, optical surface, grinding, polishing, roughness.

Молчанов Сергей Вячеславович – младший научный сотрудник Управления научных исследований ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»

Третьяков Сергей Андреевич – к.ф.-м.н., доцент кафедры прикладной физики ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»

Иванов Алексей Михайлович – ведущий программист кафедры прикладной физики ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»

Каплунов Иван Александрович – д.т.н., профессор, заведующий кафедрой прикладной физики ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»

Sergey V. Molchanov – Junior Researcher, Office of Scientific Research, Tver State University

Sergey A. Tretyakov – Ph. D., Docent, Applied Physics Department, Tver State University

Aleksey M. Ivanov – Lead Programmer, Applied Physics Department, Tver State University

Ivan A. Kaplunov – Dr. Sc., Professor, Head of the Applied Physics Department, Tver State University

Поступила в редакцию/received: 29.07.2023; после рецензирования/revised: 24.08.2023; принята/accepted: 27.08.2023.