УДК 681.51:621.9.048

КОМПЛЕКСНА МЕТОДИКА ВИЗНАЧЕННЯ ЯКОСТІ ПОВЕРХНІ ТА ПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ ОПТИЧНИХ МАТЕРІАЛІВ, МОДИФІКОВАНИХ ЕЛЕКТРОННИМ ПРОМЕНЕМ

Канашевич Г. В., *д.т.н., професор*
Черкаський державний технологічний університет
бул. Шевченка, 460, м. Черкаси, Україна, 18006

Анотація. *В статті представлена комплексна методика визначення основних експлуатаційних характеристик поверхні та поверхневого шару оптичного і технічного скла, проплавлених стрічковим електронним потоком. За допомогою неруйнівних та руйнівних методів контролю визначаються такі характеристики: шорсткість поверхні у нанометричному діапазоні, характер змочування поверхні, глибина модифікованого шару, залишкові термонапруження.*

Ключові слова: *оптичне виробництво, електронно-променева обробка, оптичне і технічне скло, поверхневий шар, шорсткість поверхні, змочування поверхні, якість поверхні, глибина проплавлення, залишкові термонапруження.*

COMPLEX METHOD OF DETERMINING OF THE QUALITY OF THE SURFACE AND SURFACE LAYERS OF OPTICAL MATERIALS MODIFIED BY ELECTRON BEAM

Kanashevych G. V., *D.Tech.Sc., professor*
Cherkasy State Technological University
Shevchenko blvd, 460, Cherkasy, Ukraine, 18006

Abstract. *In the article a complex method of determining of the basic operating characteristics of the surface and surface layer of optical and technical glass melted by ribbon-shaped electron beam is presented. Using non-destructive and destructive control methods such characteristics as: surface roughness in nanometer range, surface wetting character, modified layer depth, residual thermal stresses are determined.*

Keywords: *optical production, electron beam processing, optical and technical glass, surface layer, surface roughness, surface wetting, surface quality, depth of penetration, residual thermal stresses.*

Вступ. Новий етап розвитку сучасного оптичного виробництва характеризується впровадженням інноваційних технологій для виготовлення поверхонь без наявності мікро- і нанодефектів та неоднорідності хімічного складу поверхневого шару (ПШ). Неможливість отримання таких поверхонь на склі на теперішній час, насамперед, пов’язана з використанням оптичною промисловістю методів та інструментарію механічного та хімічного полірування. Різальна дія зерен абразиву під механічним тиском та використання миючих і травильних розчинів неминуче призводять до утворення нанорельєфу і тріщиноподібного ПШ з порушеною структурою матеріалу і хімічною неоднорідністю. При цьому залишковий нанорельєф на промислово виготовлених пластинах переважно має значення 25…10 нм [1–3], а тріщиноподібний шар завжди наявний і залягає на глибину до 1 мкм. При виготовленні деталей для макрооптики ці параметри мало впливають на їх експлуатаційні характеристики. Разом з тим, ці ж параметри поверхні і ПШ скла значно обмежують, або взагалі унеможливлюють їх подальше використання у субмікронних та нанотехнологіях при виготовленні електронних і оптичних мікросхем, оптоволоконних систем.

Впровадження інноваційних технологій, у тому числі з використанням концентрованих потоків енергії (електронів, йонів, ІЧ-випромінювання), неможливе без застосуван-

ня нових методів контролю, удосконалення існуючих та розробки нових на теперішній час комплексних методик, які б регламентувалися стандартами ISO.

Метою роботи є розробка комплексної методики визначення якості поверхні й поверхневого шару оптичного матеріалу після обробки низькоенергетичним електронним потоком.

Обладнання, матеріали та інструмент електронно-променевої обробки

Обладнання. Електронно-променева установка виготовлена на базі вакуумної установки УВН74-П3 і оснащена піччю попереднього нагріву та охолодження скла. Електронний термопарний регулятор температури РИФ-101 (Феодосія, Україна) забезпечує необхідний температурний профіль печі з точністю ±1°С. Максимальна робоча температура нагріву печі – 800°С. Механізм переміщення забезпечує рух пластин в об'ємі вакуумної камери зі швидкістю 0…20 см/с, залишковий тиск у вакуумній камері становить 10^{-4} Па [4, 5].

Об'єкт обробки – плоскопаралельні пластини з оптичного скла К8, К108, К208, БК10, ТК21, які мають форму дисків (діаметром 20,0 мм і товщиною 2; 4; 6; 8 мм) та форму прямокутників з лінійними розмірами 70×14×6 мм з відполірованими поверхнями (R_Z = 0,025 мкм).

Інструмент обробки – електронно-променева гармата Пірса, яка розташована у вакуумній установці УВН74-П3 і генерує стрічковий електронний потік питомої потужності 10^1 Вт/см^2 ≤ $P_{пит}$ ≤ 10^5 Вт/см^2, який може переміщуватися по поверхні виробу зі швидкістю $u_{пот}$ = 0…20 см/с, b' – ширина стрічки 0,5…3 мм.

При цьому технологічно якість мікрообробки забезпечується станом технологічного середовища, досконалістю інструмента обробки – електронного потоку, точністю і гнучкістю керування процесом та засобами діагностики і контролю процесом обробки.

За критерії якості поверхні і ПШ після обробки вибрані:

– висота нерівностей профілю поверхні по 10 точках, Rz;
– середньостатистична глибина $h_{пр}$ модифікованого ПШ на базовій довжині 5 мм;
– оптична однорідність ПШ (бездефектність, залишкові термонапруження);
– реакція поверхні на змочування водою.

Методики експерименту. Поверхня пластини оплавляється електронним потоком на глибину до 160 мкм (рис. 1, а), а охолодження є кінцевою стадією формування поверхні і модифікованого ПШ (рис. 1, б). Нова поверхня відрізняється від вихідної меншою за 10 нм шорсткістю, а ПШ відрізняється від вихідного монолітною бездефектною структурою та оптичною однорідністю.

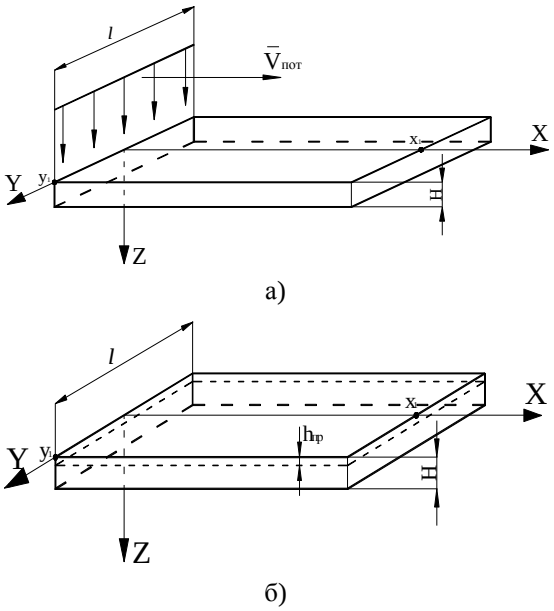


Рис. 1. Схема дії стрічкового електронного потоку на плоскопаралельну пластину (а) та розташування модифікованого ПШ (б)

Дослідження поверхні і ПШ пластин базуються на методах атомно-силової мікроскопії, електронної мікроскопії, поляриметрії. Залишкові термонапруження визначалися за допомогою приладу ПКС-250. Метод реплік використано для вивчення природи дефектів скла до і після електрон-но-променевої обробки. Окрім того, в роботі використано метод фрактографії та виготовлені і вивчені репліки зі зламів скла. Оскільки репліку отримуємо не з усієї поверхні зламу, то досліджувалися локальні частини репліки.

Метод атомно-силової мікроскопії (АСМ) вперше використано автором для визначення шорсткості поверхонь оптичного і технічного скла до і після електронно-променевої та лазерної обробки (прилад NT-206) [6].

Розроблено методики, які базуються на використанні просвітлюючої електронної мікроскопії (ПЕМ), трансмісійної електронної

мікроскопії (ТЕМ) та растрової електронної мікроскопії (РЕМ) і спрямовані на визначення характеру структури та товщини проплавленого шару.

При використанні методу ПЕМ виготовлялися Pt-C репліки.

Для дослідження зламів використано електронний мікроскоп РЕМ-100У в режимах вторинних електродів і характеристичного рентгенівського випромінювання. Для визначення репродуктивності методу проводилось дослідження на приладах «Stereoscan» і «Nanolab», в яких наявні спектрометри дисперсії по енергіях. Досліджено структури, морфологію і топографію поверхні скла, вивчено зображення у вторинних електронах і отримано дані про ступінь однорідності за хімічним складом цих матеріалів методом мікрорентгеноспектрального аналізу (електронним зондуванням). Оскільки кількість відбитих електронів залежить від хімічного складу і мікрорельєфу поверхні, то отримано дані про мікрорельєф у межах одиниць нанометрів і розподіл елементів по поверхні з точністю ±2,5 відн. %.

Для дослідження глибини проплавлення ПШ оптичного скла також було використано руйнівний метод – вибіркове травлення у розчинах фтористоводневої кислоти та гліцерину [7]. Застосування гліцерину $C_3H_8O_3$ обумовлено тим, що оксиди, які входять до складу скла, мають іонно-ковалентний тип зв'язку між атомами, тому вибіркове травлення відбувається шляхом розчинення активних центрів поверхні, тобто за рахунок виникнення комплексних сполук з SiF_6^{2-}, які переходять у розчин. Визначено оптимальний інтервал часу травлення скла після електронно-променевої обробки у розчинах HF, який становить від 1 с до 25 хв.

Вимоги до пластин, які досліджуються методом ТЕМ. Робоча поверхня зразка (підкладки) розміром 20×20 мм або діаметром 20 мм, товщиною 2; 4; 6 мм повинна бути відполірована до чистоти не гірше IV класу. З цієї поверхні знімається репліка для дослідження в електронному мікроскопі. Поверхня має бути чистою. Готова репліка повинна бути товщиною не більше 0,1 мкм, тобто об'єкт має бути прозорим для електронів. Тому перед приготуванням репліки поверхня попередньо очищується. Рекомендовано ультразвукове очищення з використанням приладу УЗДН-А в розчині ізопропілового спирту з додаванням фтористого амонію.

Якісні зміни поверхні пластин після обробки електронним потоком можна спостерігати за плямами дихання [8]. Для ідентифікування ділянок, які оброблені електронним потоком та без обробки, розроблено методику, в якій використано як плями дихання, так і змочування поверхні скла краплями дистильованої води [9].

Обговорення результатів експерименту. При використанні атомно-силового мікроскопа NT-206V для візуалізації об'єкта при збільшенні до 100 разів використано оптичну камеру «Logitech» (виробництва США), поле огляду якої дорівнює 1×0,75 мм^2. За цією методикою проводилося сканування плоскої поверхні (ділянка сканування – 20×20 мкм) та одержання зображення її мікрорельєфу у статичному (контактному) та безконтактному режимах роботи АСМ.

Головною особливістю цього режиму є здатність вимірювальної системи відстежувати діапазон відхилень кантилеверу (консолі) від нейтрального положення по ширині у 35 мкм, довжині – 350 мкм та товщині – 70 мкм (рис. 3).

У приладі передбачено вертикальне переміщення платформи (предметного столика) зі зразком при різних швидкостях у процесі підготовки до сканування (максимальна швидкість – 0,128 м/с; мінімальна швидкість – 0,016 м/с).

Процес сканування завершується автоматично, після чого на моніторі комп'ютера отримується зображення поверхні. Для обробки та аналізу даних з мікрорельєфу використовується програма Surface v.6.2, що надає такі види інформації:

- тривимірна візуалізація поверхні;
- профілювання поверхні у необхідному перерізі;
- розподіл висот поверхні;
- кутова гістограма.

Середній час підготовки до роботи та сканування одного зразка становить 10...12 хв.

Результати дослідження та порівняння нанорельєфу поверхні оптичного скла К8 після електронно-променевої обробки та лазерної обробки (CO_2-лазер) свідчать про перевагу електронно-променевого методу.

Як показали дослідження, шорсткість поверхні скла після обробки електронним потоком може коливатися в значних межах (від 3 до 10 нм). Для точного позиціонування зонда по поверхні досліджуваного об'єкта в мікроскопі NT-206V застосовуються крокові двигуни, які забезпечують переміщення в площині XY на відстань до 10 мм з кроком 2,5 мкм. Управління кроковими двигунами дозволило проводити сканування матриці з 25 майданчиків розміром 10×10 мкм, розташованих на однаковій відстані до досліджуваної поверхні на всіх зразках (рис. 2).

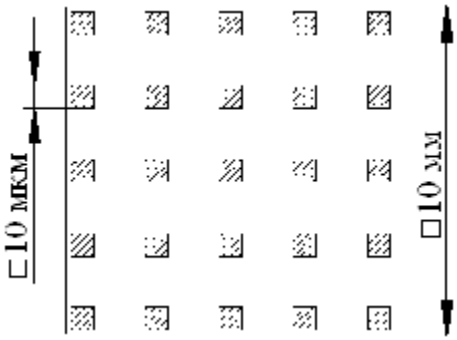


Рис. 2. Визначення розподілу середньої висоти мікронерівностей Ra по поверхні, обробленій стрічковим електронним потоком

Поверхня зразків досліджувалася методом АСМ до і після електронної обробки. Результат вимірювання представлений за допомогою спеціалізованого математичного пакета у вигляді поверхні (рис. 3).

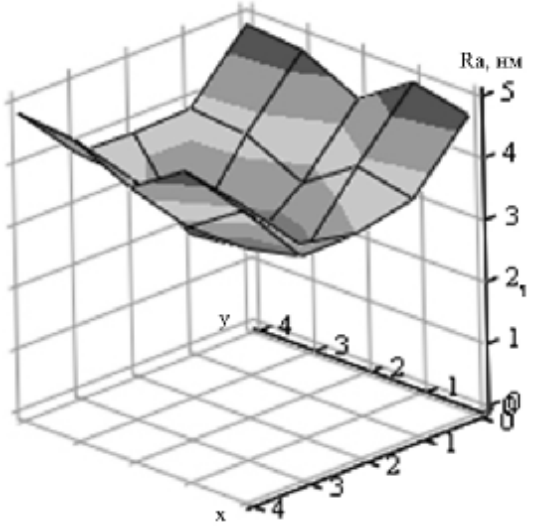


Рис. 3. Розподіл середньої висоти мікронерівностей Ra по поверхні заготовки після електронної обробки

На рис. 4 зображено вигляд поверхні скла К208, яку отримано при електронно-мікроскопічному дослідженні, оплавленому електронним потоком через маску, з наступним травленням у розчині 2,5% HF протягом 3 с.

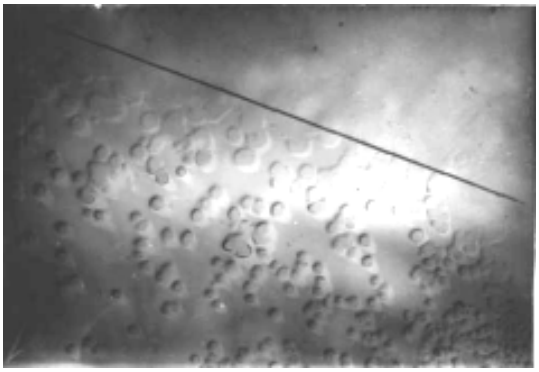


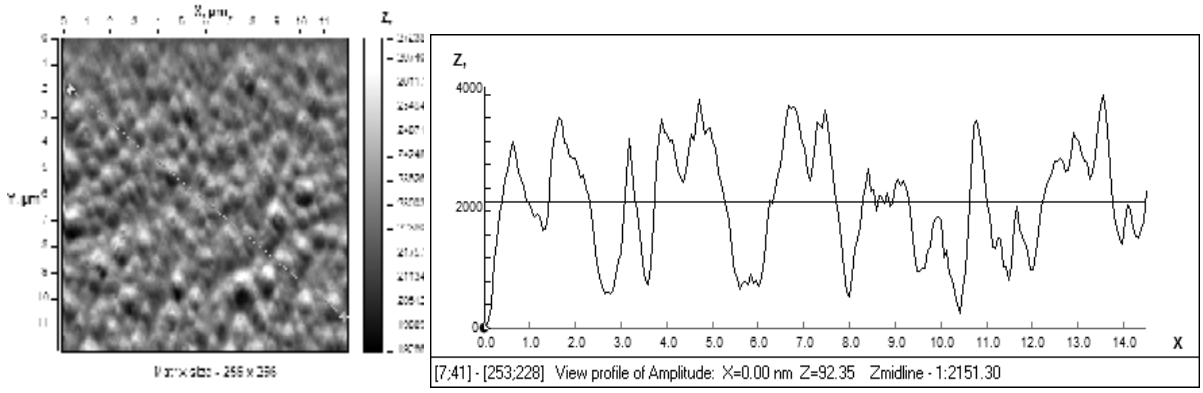
Рис. 4. С–Pt репліка (´600), скла К208, РЕМ – 100У

На обробленій електронами поверхні виявляються характерні ямки травлення (2 – поверхня після обробки електронами), тоді як на необробленій поверхні вони відсутні (1 – поверхня без обробки електронами).

Мікрорельєф поверхні пластин із скла марок К8, БК10, ТК21 і фотопластин після електронно-променевої мікрообробки та подальшого травлення в розчині HF + гліцерин досліджувався також із залученням методу АСМ. В результаті було встановлено, що для зазначених марок скла мікрорельєф досліджуваної поверхні має періодичний характер з фігурами травлення, які слабко відрізняються за глибиною (рис. 5, б). Так, на рис. 6, а, б порівняно зображення поверхні зразків, які отримані на приладі NT-206V.

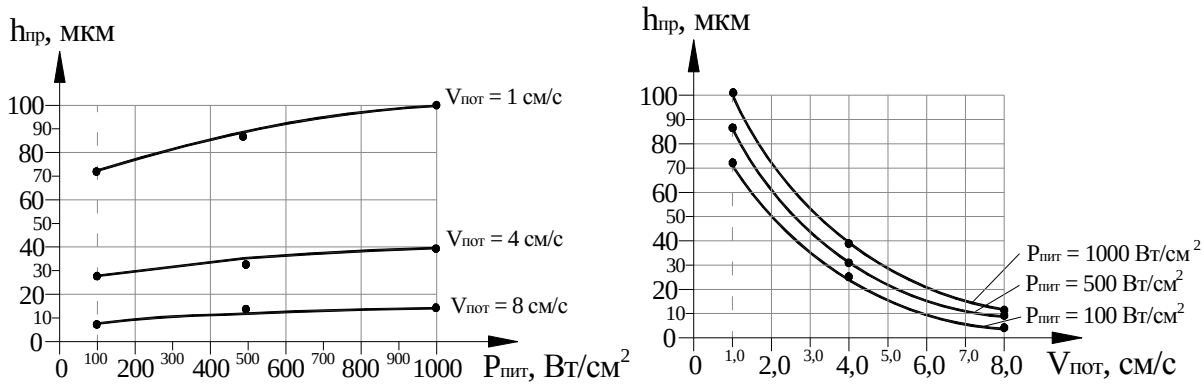
Таким чином, комплексне дослідження нано- та мікрорельєфу ПШ скла після електронно-променевої обробки методом АСМ, РЕМ та інтерферометрії дозволило точніше оцінити глибину термічної дії та товщину проплавленого шару у склі під впливом електронного потоку.

В результаті проведених досліджень отримано залежності середнього значення товщини проплавленого шару $h_{пр}$ від питомої потужності електронного потоку $P_{пит}$ (а) та швидкості електронно-променевої обробки $V_{пот}$ (б), які зображено на рис. 6.



а) б)

Рис. 5. Характерний рельєф поверхні оптичного скла (на прикладі пластини зі скла К8), який отримано електронно-променевою обробкою з наступним травленням у розчині, що містить HF:
а) прилад МИИ-4; б) прилад «NT-206V»



а) б)

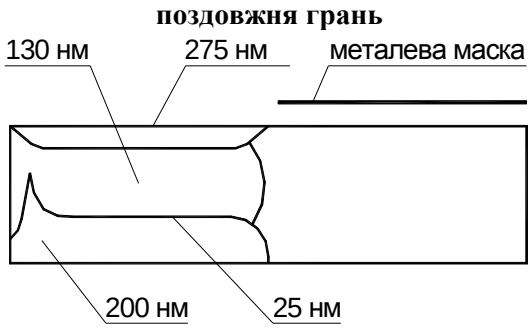
Рис. 6. Залежність середнього значення товщини проплавленого шару $h_{пр}$ від питомої потужності електронного потоку $P_{пит}$ (а) та швидкості електронно-променевої обробки $V_{пот}$ (б)

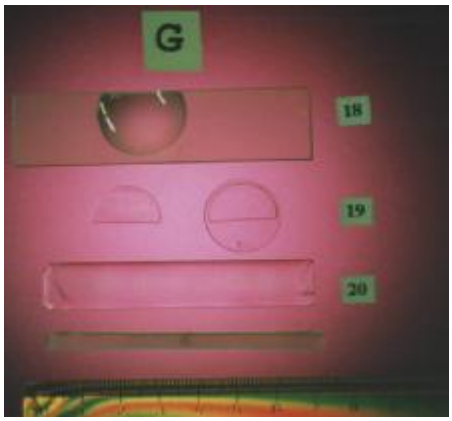
При застосуванні полярископа-поляриметра ПКС-250 (рис. 7) визначення залишкових термонапружень для одного зразка становить 3...4 хв. Похибка методу – 15%. Час контролю одного зразка – 5...8 хв. Дотримуючись цієї послідовності, гарантується висока точність отримання характеристик поверхонь та ФШ, одержаних електронно-променевим методом на оптичному склі та фотопластинах. При цьому загальний час контролю виробу становить 80…90 хв.

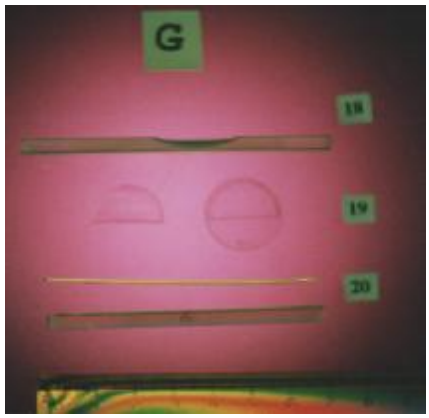
Після електронно-променевої мікрообробки ділянки, які піддавалися термічному впливу потоку, визначити візуально практично неможливо. Однак якісні зміни поверхні пластин після обробки можна спостерігати за плямами дихання [9] (рис. 8).

Після випаровування плям дихання на повітрі (цей час становить 0.9…1.2 с при температурі T = 300 К) поверхня пластини стає абсолютно прозорою і визначити візуально ділянки, які піддавалися електронно-променевій мікрообробці, знову стає неможливим.

На рис. 9 зображена характерна реакція до змочування краплями дистильованої води ділянок на поверхні скла, які оброблені, й тих, що не оброблені електронним потоком.







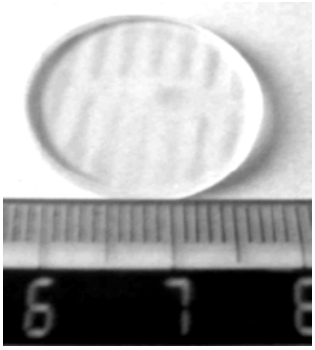
а) б)

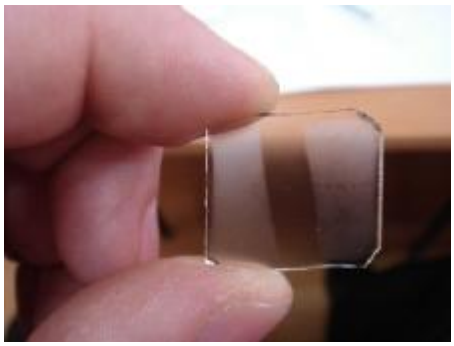
Рис. 7. Залишкові термонапруження у пластинах з оптичного скла після електронно-променевої обробки їх поверхні (колір картини визначає різницю ходу променів відповідно до залишкових напружень

Після електронно-променевої мікрообробки ділянки, які піддавалися термічному впливу потоку, визначити візуально практично неможливо. Однак якісні зміни поверхні пластин після обробки можна спостерігати за плямами дихання [9] (рис. 8).

Після випаровування плям дихання на повітрі (цей час становить 0.9…1.2 с при температурі T = 300 K) поверхня пластини стає абсолютно прозорою і визначити візуально ділянки, які піддавалися електронно-променевій мікрообробці, знову стає неможливим.

На рис. 9 зображена характерна реакція до змочування краплями дистильованої води ділянок на поверхні скла, які оброблені, й тих, що не оброблені електронним потоком.





а) б)

Рис. 8. Характерний вигляд плям дихання на склі після електронно-променевої обробки:
а) на поверхні пластини з оптичного скла К8; б) на поверхні технічного скла (фотопластини).

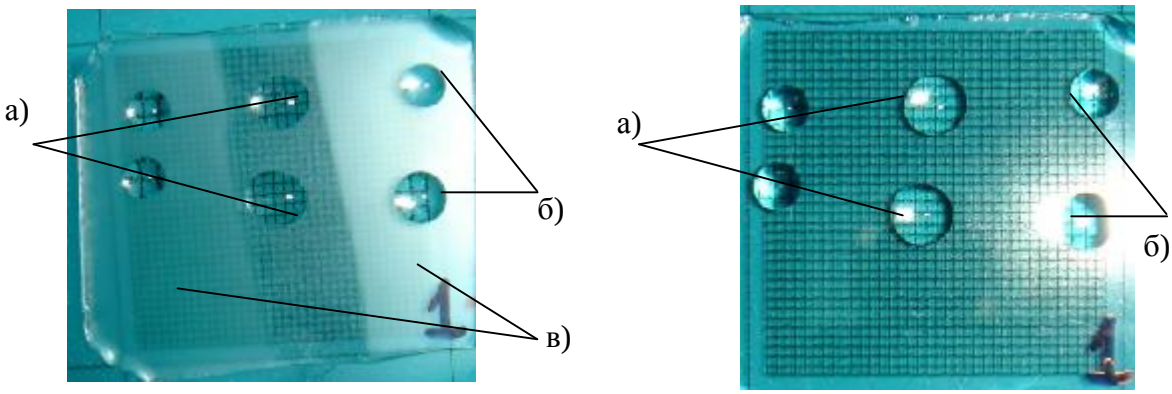


Рис. 9. Краплини води на необробленій ділянці поверхні (а) та обробленій ділянці поверхні (б) фотопластини, яку накладено на масштабну сітку; в – плями дихання

На оброблених ділянках конденсується пара від дихання, ці ділянки не захищені маскою і на рисунку мають вигляд подібно матованим.

Встановлено, що поверхня скла після електронно-променевої обробки (E ≤ 6 кеВ) має більший кут змочування, що підтверджується більшим коефіцієнтом збільшення краплин, більшою висотою. Це надає практичну можливість тестувати поверхні, виділивши оброблені потоком ділянки оптичних поверхонь від необроблених.

Висновки:

1. Розроблена комплексна методика контролю параметрів якості поверхні й поверхневого шару оптичного скла виробів після електронно-променевої обробки з застосуванням неруйнівного та руйнівного методів контролю на базі комплексу приладів: поляриметра-полярископа ПКС-250, растрового електронного мікроскопа РЕМ-100У, електронного мікроскопа ЭМ-200, атомно-силового микроскопа NT-206V і методики вибіркового травлення модифікованої поверхні в розчинах HF + гліцерин дозволяє визначити основні параметри якості згідно з вимогами стандартів.

2. Дані якісних характеристик модифікованої електронним потоком поверхні і ПШ скла: нанорельєф, залишкові термонапруження, глибина проплавленого шару, реакція на змочування водою підтверджують переваги отриманої поверхні над вихідною після промислового шліфування і полірування, а розроблена методика може бути використана при впровадженні методу електронно-променевої обробки оптичних матеріалів у промислову сферу.

Автор висловлює подяку доценту кафедри ТОМВ ЧДТУ Рудю М. П. і доценту кафедри фізики Бондаренку М. О. за участь у підготовці експериментальних досліджень.

Список літератури

1. Оптика та оптичні прилади ДСТУ (ISO 10110–1:2004): ДСТУ ISO 10110–14:2004. – [Чинний від 25.10.01]. – К. : Держспоживстандарт України, 2006. – IV, 231 с. – (Національний стандарт України).
2. Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля. ГОСТ 11141-84. – М. : Изд-во стандартов, 1984. – 15 с.
3. Материалы оптические. ГОСТ 23136-93.– М. : Изд-во стандартов, 1995. – 21 с.
4. Канашевич Г. В. Термічна електронно-променева обробка скляних плат оптичних інтегральних схем : [монографія] / Г. В. Канашевич. – Черкаси : НДІТЕХІМ, 2002. – 168 с.
5. Канашевич Г. В. Технологічні можливості електронно-променевої обробки оптичного скла / Г. В. Канашевич // Вісник Черкаського інженерно-технологічного інституту. – 1998. – № 3. – С. 48–55.
6. Применение метода атомно-силовой микроскопии как составляющей комплексной методики измерения параметров качества оптических изделий, обработанных низкоэнергетическим электронным потоком / М. П. Рудь, В. П. Бойко, Г. В. Канашевич и др. // Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии : сб. докл. IX Междунар. конф. – Минск, 2010. – С. 220–223.

7. А.С. 1827367 СССР. Способ получения матированных рисунков на поверхности стекла / Г. Н. Дубровская, Г. В. Канашевич, Т. И. Веретельник.– 1990. – № 27.
8. Тест на змочування поверхні скла після електронно-променевої мікрообробки / Ю. І. Коваленко, П. В. Петльований, Г. В. Канашевич, М. П. Рудь // Вісник українського матеріалознавчого товариства. – Вип. п'ятий. – Київ, 2012. – С. 57–62.
9. Методика ідентифікування поверхонь скла після електронно-променевої мікрообробки / Ю. І. Коваленко, Г. В. Канашевич, М. П. Рудь та ін. // Вісник Черкаського державного технологічного університету. – 2012. – № 4. – С. 48–52.

References

1. Optics and optical instruments (2006) ISO 10110-1:2004 [Available from 25 January 2001], (4). Kyiv: Derzhspozhy`vstandart Ukrayiny, 231 p. [in Ukrainian]
2. Optical details. Classes of surface cleanliness. Methods of control (1984) ISO 11141-84. Moscow: Izd standartov, 15 p. [in Russian]
3. Optical materials (1995) ISO 23136-93. Moscow: Izd standartov, 21 p. [in Russian]
4. Kanashevych, G. V. (2002) Thermal electron beam processing of glass optical integrated circuits boards. Cherkasy: NYYTEHIM, 168 p. [in Ukrainian]
5. Kanashevych, G. V. (1998) Technological capabilities of electron beam processing of optical glasses. *Visnyk Cherkaskogo inzhenerno-texnologichnogo instytutu*, (3) Cherkasy: CHITI, pp. 48–55. [in Ukrainian]
6. Rud, M. P., Boyko, V. P., Kanashevich, G. V. and others (2010) The application of atomic force microscopy as a part of comprehensive quality measurement methods of optical products, processed by low-energy electron beam. *Proceedings of the IXth International Conference "Methodological Aspects of scanning probe microscopy"*. Minsk, pp. 220–223. [in Russian]
7. Dubrovskaya, G. N., Kanashevych, G. V., Weretelnyk, T. I. (1990) The method of obtaining of matted drawings on glass surface: AS 1827367 USSR, (27). [in Russian]
8. Kovalenko, Y. I., Petlyovaniy, P. V., Kanashevych, G. V. and Rud, M. P. (2012) The test of glass surface wetting after electron-beam micromachining. Ukrainian journal of materials science research society, (5). Kyiv, pp. 57–62. [in Ukrainian]
9. Kovalenko, Y. I., Kanashevych, G. V. and Rud, M. P. (2012) The method of identifying of glass surfaces after electron-beam micromachining. *Visnyk Cherkaskogo derzhavnogo tehnologichnogo universitety*, (4), pp. 48–52. [in Ukrainian]