

硒化锌晶体的高效率高质量组合抛光方法 (特邀)

杨超^{1*}, 张乃文¹, 白杨²

(1. 长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022;
2. 中国科学院长春光学精密与物理研究所, 吉林 长春 130033)

摘要: 硒化锌晶体作为常用的红外晶体材料, 广泛应用于红外光学系统中。为了提高硒化锌晶体的加工质量及加工效率, 提出了将磁流变抛光 (MRF) 与传统数控抛光 (CCOS) 技术相结合的方法, 通过多组正交实验配置硒化锌晶体的磁流变抛光液, 对一块口径为 50 mm 的硒化锌晶体展开磁流变抛光, 再针对磁流变抛光后的表面痕迹进行传统数控抛光, 在正压力为 0.05~0.1 MPa 范围内, 经过 30 min 均匀抛光, 硒化锌晶体的表面粗糙度由 3.832 nm 降低到 1.57 nm, 粗糙度得到明显改善。该方法有效提高了非球面硒化锌晶体的加工效率并改善了加工后的表面质量, 对硒化锌晶体的非球面超精密加工具有重要的参考价值。

关键词: 光学制造; 非球面硒化锌; 磁流变抛光; 粗糙度

中图分类号: TH161⁺.4 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA20220531

High-efficiency and high-quality combined polishing method of zinc selenide crystal (*invited*)

Yang Chao^{1*}, Zhang Naiwen¹, Bai Yang²

(1. School of Optoelectronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China;
2. Changchun Institute of Optics, Fine Mechanis and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China)

Abstract: As an excellent infrared crystal material, zinc selenide crystal is widely used in infrared optical systems. In order to improve the processing quality and processing efficiency of zinc selenide crystal, a method combining magnetorheological polishing (MRF) and traditional numerical control polishing (CCOS) technology was proposed, and the magnetic current of zinc selenide crystal was configured through multiple sets of orthogonal experiments. Change the polishing liquid, carry out magnetorheological polishing on a zinc selenide crystal with a diameter of 50 mm, and then perform traditional numerical control polishing on the surface traces after magnetorheological polishing. The positive pressure is in the range of 0.05-0.1 MPa. Uniform polishing after 30 minutes, the surface roughness of the zinc selenide crystal was reduced from 3.832 nm to 1.57 nm, and the roughness was significantly improved. The method effectively improves the processing efficiency of aspheric zinc selenide crystals and improves the surface quality after processing, and has important reference value for aspheric ultra-precision processing of zinc selenide crystals.

Key words: optical manufacturing; aspheric zinc selenide; magnetorheological finishing; roughness

收稿日期: 2022-08-01; 修订日期: 2022-08-22

作者简介: 杨超, 女, 副教授, 博士, 主要从事超精密光学制造技术方面的研究。

0 引言

近年来,红外光学系统的应用逐步向着民用商品领域发展,从传统的国防、军事上的应用,到现在的民用摄像头、工业检测手段等,这些应用上的拓展对光学系统及光学元件的要求愈发严格^[1-3]。硒化锌一直作为理想的红外材料具有优良的光学特性,包括从可见光到中红外波长和远红外波长的宽透明度、高折射率、低色散和环境适应性等^[4]。良好的使用光谱范围使得硒化锌材料可作为多种民用、商用的光学材料,但对其加工效率及加工精度提出了较高要求^[5],如何提高其加工精度及加工效率成为目前亟待解决的问题。

目前,国内外诸多学者已经开展了对硒化锌的抛光研究工作。Gavrishchuk 等^[6]研究了对硒化锌进行化学机械抛光 (CMP) 时不同抛光树脂的软化温度对去除率的影响,并且提出在抛光过程中加入 1 mol/L 的硝酸会使去除率与传统机械抛光相比提升近 30%。Tomashyk 等^[7]在对硒化锌进行 CMP 时使用了双氧水-溴化氢-乙二醇混合溶液进行蚀刻,直径为 25 mm 的硒化锌样品经过 CMP 加工后表面粗糙度达到了近 6 nm。Lucca 等^[8]利用透射电子显微镜 (XTEM) 研究机械抛光硒化锌时的近表面损伤的程度和分布,分析并证明了表面下具有两个不同的损伤区域。董云娜等^[9]研究了采用 CMP 抛光硒化锌晶体时,不同的氧化铝尺寸作为抛光液以及抛光液 pH 值对材料去除率的影响,最终选用了 200 nm 的氧化铝磨粒,抛光液的 pH 值在 8 时,抛光一块直径为 20 mm 的硒化锌晶体,抛光效率可达 2 μm/min。李庆钟等^[10]采用雾化施液 CMP 的方法,用表面粗糙度和材料去除率作为评价标准,筛选出最适合抛光硒化锌的抛光磨料,在一块直径为 20 mm 的硒化锌晶体上进行抛光,最终表面粗糙度达到了 2.13 nm。

上述研究虽然在硒化锌抛光后的表面质量上有一定的进展,但是硒化锌加工的抛光效率和材料表面粗糙度仍有待进一步提高。中文采用组合抛光加工硒化锌晶体的方法,将磁流变抛光加工技术与传统数控抛光 (CCOS) 技术结合,有效提高光学元件的加工效率及加工精度,其加工精度可进一步扩展应用于可见光范围。

1 非球面硒化锌的磁流变抛光

1.1 材料加工分析

目前红外晶体材料的非球面加工方法主要通过超精密切削成形,然后采用 CMP 工艺提升面形精度和表面质量^[11]。但由于硒化锌晶体具有高脆性、低断裂韧性和各向异性的特点^[12],在对其进行超精密切削时,晶体表面极易沿着不同的晶向断裂,产生裂纹和缺陷,并且由于其各向异性的特点,导致其加工时断裂的方向也不固定,很难保证加工后表面质量。硒化锌晶体除了高脆性之外,其质地也较软,CMP 抛光虽然也能加工出高质量光学表面,但加工精度难以保证。ZnSe 晶体材料的特性如表 1 所示。

表 1 硒化锌的特性和性能

Tab.1 Characteristic and properties of ZnSe

Material	Type	Crystal structure	H_v /GPa	Grain size/ μm	Density/ $\text{g}\cdot\text{mm}^{-3}$
ZnSe	Polycrystalline	Cubic	0.9±0.05	43±9	5.26

磁流变抛光 (MRF) 作为一种超精密柔性加工技术,其利用磁流变抛光液在梯度磁场下形成的柔性磨头对工件实现剪切去除,且单个抛光颗粒对工件表面作用压强较小^[13],所以磁流变抛光加工的材料有几乎没有亚表面损伤^[14]。MRF 抛光同时还具有加工确定性高、表面粗糙度低、加工面形精度高等特点^[15],可以实现对多种材料及不同面型光学元件的纳米精度的加工。采用磁流变抛光实现对硒化锌元件的超精密抛光需要研发特殊的磁流变抛光液体,若采用常规的抛光液进行抛光,虽然抛光效率极高,但是材料内部的晶粒结构会表现的异常明显,呈类似于橘皮状,抛光后表面的粗糙度较差^[16],进而导致后续抛光难度加大,抛光周期增加。因此,研发适用于硒化锌材料的磁流变抛光液是实现磁流变抛光对其高精度高质量加工的关键。

1.2 磁流变抛光液

磁流变抛光液通常由微米级铁粉颗粒、抛光粉、基载液 (水或油)、化学添加剂组成。对于红外材料的抛光通常采用水基磁流变抛光液体^[15]。同样地,文中也选择去离子水为载液,由于为了防止铁粉颗粒生锈,磁流变抛光液体的 pH 通常需要调节至强碱性 (pH=11 左右),但当 pH 较高时磁流变抛光表面的粗

糙度较差,然而当 pH 接近中性甚至酸性的情况下,磁流变抛光液体中铁粉颗粒将很快生锈,无法保证长时间抛光使用。

因此,在保证磁流变抛光液中铁粉不生锈的前提下,通过优化液体选择了将基载液的 pH 调节至 9.3,磁流变抛光液的主要成分如表 2 所示。

表 2 磁流变抛光液组成成分

Tab.2 Composition of MR polishing fluid

Ingredient	Deionized water	Carbonyl iron powder (CIPs)	Glycerin	Rust inhibitor	Sodium carbonate	Citric acid	Auxiliaries	polish powder
Volume fraction	Other	35%	3%	0.8%	2%	0.6%	0.2%	0.2%

所用铁粉的粒径为 $D50=3\ \mu\text{m}$ 羰基铁粉,铁粉类型为高纯羰基铁粉。图 1 为羟基铁粉的扫描电镜 (SEM) 图片。

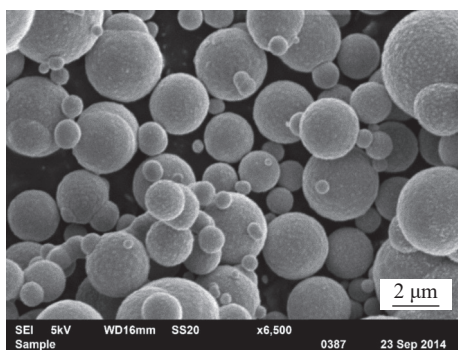


图 1 CIPs 的扫描电镜图

Fig.1 SEM image of CIPs

为了获取较好的表面粗糙度,选择六种不同的纳米抛光粉,配制六种磁流变抛光液体进行去除函数实验,获取去除效率和表面粗糙度的最佳平衡。

1.3 去除函数实验

为了测试不同磁流变抛光液体 ZnSe 抛光时的去除效率和表面粗糙度,采用自主研发的磁流变抛光设备进行去除函数,加工参数如表 3 所示。

表 3 工艺参数

Tab.3 Process parameter

Parameter	Wheel diameter/mm	Rotate speed/ $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$	Penetration depth/mm	Magnetic field
Value	160	120	0.8	340 mT

试验件采用的是两块直径为 50 mm 的典型的多晶 ZnSe 材料,其参数如表 1 所示。两块试验件均为平面,并且经过预抛光后其初始面形误差 RMS 小于 15 nm,初始表面粗糙度为 3.5 nm,图 2 为 ZnSe 材料的初始粗糙度检测结果,可以看出预抛光的表面仍存在明显的晶粒分布。

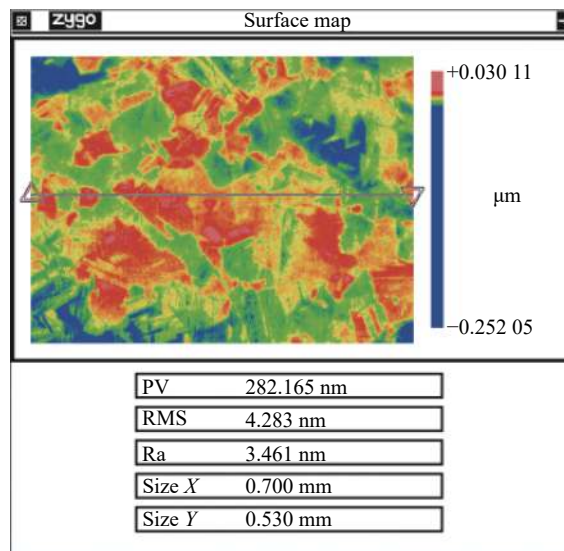


图 2 ZnSe 试验件初始粗糙度

Fig.2 Initial roughness of ZnSe test piece

为测试不同磁流变抛光液体的抛光性能,采用开展去除函数实验的方法进行研究,实验过程按照表 2 所示的参数,并控制单点的驻留时间为 10 s,测试完成采用 zygo 激光干涉仪及白光干涉仪测量液体的材料去除效率及抛光表面粗糙度,进而评估液体抛光性能。图 3 为去除函数实验过程图。



图 3 实验过程图

Fig.3 Picture of the experimental process

具体抛光液体参数及实验结果如表 4 所示。

通过表 4 的实验结果可以看出,在抛光 ZnSe 晶体材料时候,不同尺寸和类型的抛光粉对 ZnSe 抛光

的材料去除效率和抛光后表面粗糙度具有显著影响。图 4 是 6 种不同实验所得的去除函数检测图。

表 4 不同抛光液成分的去除函数实验结果

Tab.4 Experimental results of removal function for different polishing liquid compositions

MR polishing fluid series	Abrasive type	Removal rate/ $\mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$	Roughness/nm
1	single crystal diamond/100 nm	5.2	9
2	Alumina/100 nm	1.8	4
3	Alumina/800 nm	3.6	8.5
4	Polycrystalline diamond/100 nm	2.88	10
5	Silicon oxide/100 nm	0.3	1.8
6	Cerium oxide/100 nm	0.36	2.5

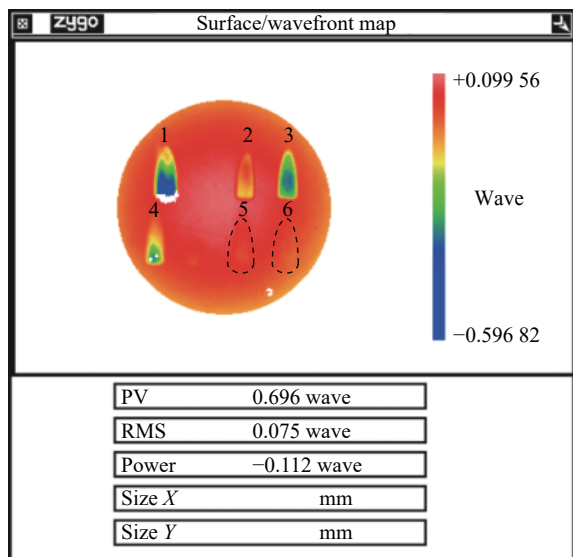


图 4 去除函数实验结果

Fig.4 Experimental results of the removal function

根据表 4 实验结果可以得出图 5 的实验结果曲线,可以看出抛光过程中材料去除效率与粗糙度成正比关系,即材料去除效率越高,抛光表面的粗糙度越大,同时粒径对材料去除效率与抛光粉粒径及种类有关。

从图 5 可以看出,使用 1 号抛光液时材料的去除效率为 $5.2 \mu\text{m}/\text{min}$,加工后的粗糙度为 9 nm ;使用 2 号抛光液时材料的去除效率为 $1.8 \mu\text{m}/\text{min}$,加工后的粗糙度为 4 nm ;使用 3 号抛光液时材料的去除效率为 $3.6 \mu\text{m}/\text{min}$,加工后的粗糙度为 8.5 nm ;使用 4 号抛光液时材料的去除效率为 $2.88 \mu\text{m}/\text{min}$,加工后的粗糙度为 10 nm ;使用 5 号抛光液时材料的去除效率为 $0.3 \mu\text{m}/\text{min}$,加工后的粗糙度为 1.8 nm ;使用 6 号抛光

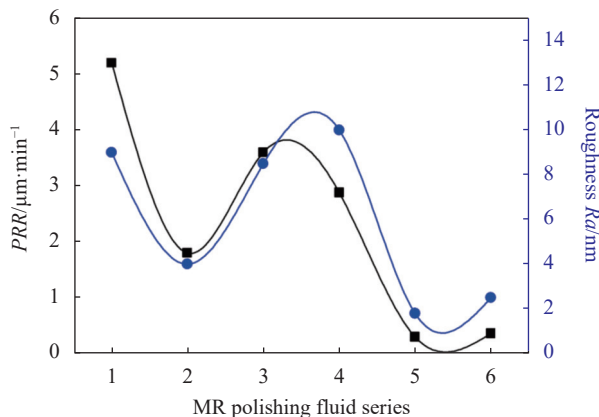


图 5 不同磁流变抛光液体对 ZnSe 抛光的材料去除效率和粗糙度
Fig.5 Material removal efficiency and roughness of ZnSe polished by different magnetorheological polishing liquids

液时材料的去除效率为 $0.36 \mu\text{m}/\text{min}$,加工后的粗糙度为 2.5 nm 。使用 1 号抛光液的去除效率虽然最高,但是同时加工后的表面粗糙度也很高。使用 3、4 号抛光液时加工后的表面粗糙度超过 8 nm ,导致后续抛光难度加大,精度无法保证。使用 5、6 号抛光液进行磁流变抛光时,虽然有较好的表面粗糙度,但是去除效率过低。结合加工效率及加工质量综合考虑,2 号抛光液的材料去除效率和表面质量最合适。图 6 为在使用 2 号抛光液进行磁流变抛光后的 ZnSe 材料的表面粗糙度检测结果图,粗糙度为 3.832 nm 。

虽然使用磁流变抛光技术可以获得较高精度的光学表面,但是磁流变抛光后晶体表面仍然存在磁流变抛光后特有的表面划痕的情况,且粗糙度变差,需要结合传统抛光方法来消除表面微观划痕和提升表

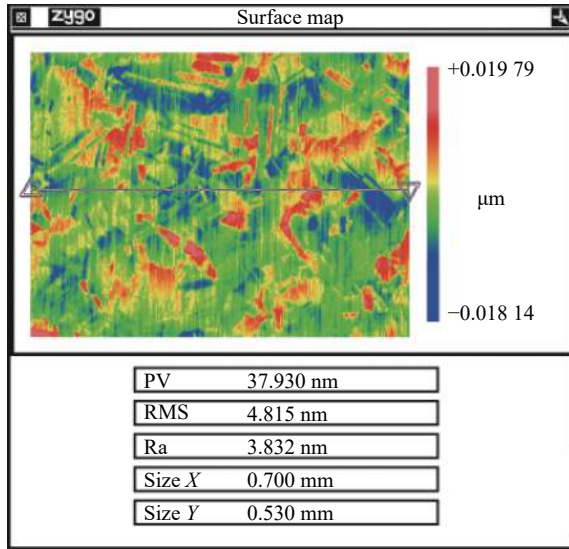


图 6 使用 2 号磁流变液加工后材料的粗糙度

Fig.6 Roughness of the material after processing with No. 2 magnetorheological fluid

面粗糙度。因此,在磁流变抛光结束后继续采用传统抛光数控抛光 (CCOS) 方法进行最终的精抛光。

2 非球面硒化锌的 CCOS 后续精抛光

对于非球面硫化锌的抛光采用小磨头配合抛光垫,对其进行超精密抛光,硫化锌晶体超精密抛光所用抛光垫对抛光效率和表面质量均有重要的影响,表 5 为所用抛光垫的参数,图 7 为实验所用抛光垫实物图。

表 5 抛光垫参数

Tab.5 Polishing pad parameters

Material	Polyurethane
Color	Black
Thickness/mm	0.8±0.1
Shore hardness (C)	81±5
Density/g·cm ⁻³	0.5±0.1
Compression ratio	(1.6±0.5)%

CCOS 抛光过程所用的抛光液体为碱性氧化硅抛光液, pH=10, 其中二氧化硅颗粒呈球形, 粒径为 100 nm。将其与抛光垫配合使用, 将加工正压力控制在 0.05~0.1 MPa 之间, 进行最后的精抛光, 经过 30 min 均匀抛光, 表面粗糙度达到了 1.57 nm, 与抛光前相比, 粗糙度精度在短时间内得到了明显改善。图 8 为使用 2 号抛光液进行磁流变抛光后, 再对材料进行

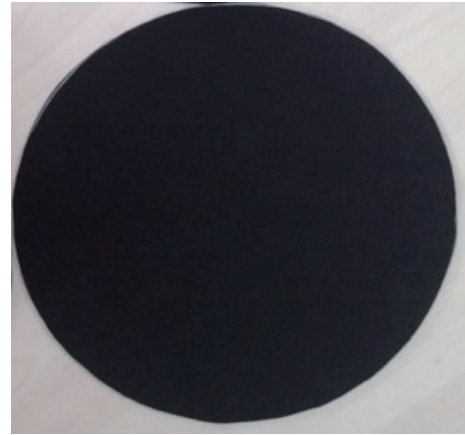


图 7 抛光垫实物图

Fig.7 Physical drawing of polishing pad

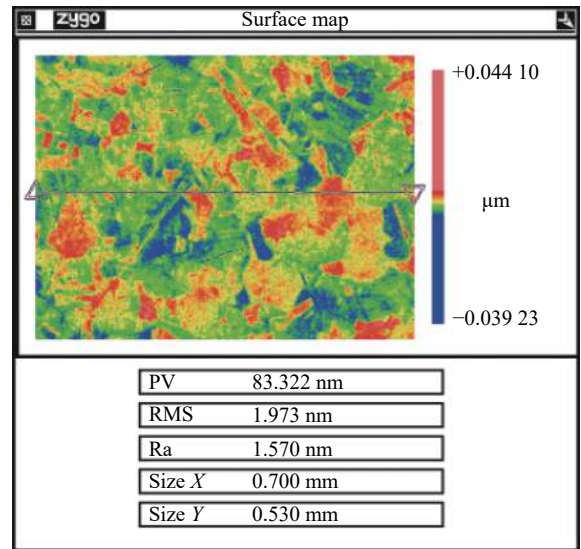


图 8 CCOS 精抛光后材料的表面粗糙度

Fig.8 Surface roughness of the material after CCOS fine polishing

CCOS 加工后最终 ZnSe 材料的表面粗糙度检测结果。

综上所述,对于硒化锌晶体的高精度高效抛光,可选用磁流变抛光结合传统抛光模式进行组合加工。先通过磁流变技术进行抛光,再通过 CCOS 对其面形进行快速修正。对一块口径为 50 mm 的硒化锌进行组合抛光实验,通过正交实验选取合适的磁流变抛光液,对其进行磁流变抛光,抛光后粗糙度为 3.832 nm,再通过 CCOS 进行 30 min 的快速抛光使其粗糙度达到 1.57 nm,粗糙度得到了明显改善。该组合加工方法可以有效地提高硒化锌的抛光质量及抛光效率,抛光后的硒化锌光学元件粗糙度可达到可见光波段使用精度,为硒化锌光学元件的广泛应用提供了有效的加工指导。

3 结 论

为了解决硒化锌的非球面加工难度大、加工效率低、加工后表面质量差等问题,文中提出了将磁流变抛光和 CCOS 相结合的方法。研制了适用于加工硒化锌晶体的磁流变抛光液,与此同时结合 CCOS 精抛光处理,进一步提高了硒化锌晶体的表面质量,经过组合抛光加工后口径为 50 mm 的硒化锌晶体的表面粗糙度可达到 1.57 nm,满足高效率、高精度、低成本的抛光需求。相对于传统抛光方法,将 MRF 与 CMP 相结合的研究思路同样适用于其他红外材料光学元件的高效率、高质量加工,研究成果为红外光学材料的非球面加工提供了一种普适的加工策略,对非球面光学元件的超精密加工具有重要的借鉴意义。

参考文献:

- [1] LI Shijie, Tian Rong, Wang Shouyi, et al. Research on compensation processing technology for infrared optical components [J]. *Journal of Xi'an Technological University*, 2020, 40(2): 146-152. (in Chinese)
- [2] Wang Lingxue, Cai Yi. Recent progress and perspectives of infrared optical systems [J]. *Infrared Technology*, 2019, 41(1): 1-12. (in Chinese)
- [3] Hao Siyuan, Xie Jianan, Wen Maoxing, et al. Design and realization of light and small long-wave infrared optical system [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2020, 49(9): 20200031. (in Chinese)
- [4] Zhang F, Yang Q, Bian H, et al. Fabrication of ZnSe microlens array for a wide infrared spectral region [J]. *IEEE Photonics Technology Letters*, 2020, 32(20): 1327-1330.
- [5] Kadzevičius N, Švagždytė I, Gargasas J, et al. Investigation of polishing characteristics for aspherical lenses manufacturing [J]. *Mechanics*, 2020, 26(5): 457-461.
- [6] Vilkova E Y, Timofeev O V. Mechanical polishing of ZnSe using rosin-based resins[J]. *Inorganic Materials*, 2010, 46(3): 264-268.
- [7] Tomashyk V M. Optimization of conditions for treatment of ZnSe crystal surfaces by chemical etching[J]. *Semiconductor Physics Quantum Electronics and Optoelectronics*, 2013, 16(2): 140-145.
- [8] Lucca D A, Shao L, Wetteland C J, et al. Subsurface damage in (100) ZnSe introduced by mechanical polishing [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2006, 249(1-2): 907-910.
- [9] Dong Yunna, Cao Shuyun. Study on polishing zinc selenide wafer [J]. *Diamond & Abrasives Engineering*, 2016, 36(1): 83-86. (in Chinese)
- [10] Li Qingzhong, Shi Weibin, Xia Mingguang. Effect of abrasive on ultrasound fine atomization CMP of zinc selenide [J]. *Semiconductor Optoelectronics*, 2018, 39(6): 815. (in Chinese)
- [11] Rao Zhimin. Zinc sulfide aspherical surface polishing using wheel polishing[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2017. (in Chinese)
- [12] Geng Ruiwen, Xie Qiming, Zhang Wanqing, et al. Study on the material removal mechanism of ZnSe crystal via ultra-precision diamond turning [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2021, 50(6): 20200403. (in Chinese)
- [13] Bai Yang. Preparation of MR polishing fluid and study on stability of removal function[D]. Changchun: University of Chinese Academy of Sciences (Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences), 2012. (in Chinese)
- [14] Bai Y, Zhang X, Yang C, et al. Material removal model of magnetorheological finishing based on dense granular flow theory [J]. *Light: Advanced Manufacturing*, 2022, 3: 1-10.
- [15] Wang Jiaqi, Xiao Qiang. Research progress of magnetorheological polishing technology [J]. *Surface Technology*, 2019, 48(10): 317-328. (in Chinese)
- [16] Salzman S, Romanofsky H J, West G, et al. Acidic magnetorheological finishing of infrared polycrystalline materials [J]. *Applied Optics*, 2016, 55(30): 8448-8456.