УДК 621.9.048

Г. В. Канашевич[1], *д.т.н., професор,*
М. В. Голуб[1], *асистент,*
С. М. Мацепа[1], *аспірант,*
В. С. Антонюк[2], *д.т.н., професор*
[1]Черкаський державний технологічний університет
б-р Шевченка, 460, м. Черкаси, 18006, Україна, тел. (0472) 730261
[2]Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського»
просп. Перемоги, 37, м. Київ, 03056, Україна

МЕТОДИКА ВИЯВЛЕННЯ МІКРОДЕФЕКТІВ І ДЕФЕКТНОГО ШАРУ В ПОВЕРХНІ ПЛАСТИН З ОПТИЧНОГО СКЛА З ВИКОРИСТАННЯМ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОГО МЕТОДУ ОБРОБКИ

Методика дозволяє виявити мікродефекти та дефектний шар на пластинах з оптичного скла К8, СТК3, БК10, ТК21, що отримані в умовах оптичного виробництва, і у подальшому поверхня яких має використовуватися для виготовлення одиночних мікролінз, мікролінзових растрів, елементів інтегральної оптики, одиночних та системи мікродзеркал з використанням технології мікроелектроніки.

За розробленою методикою мікродефекти та дефектний шар в поверхні пластини виявляються шляхом дії на неї електронного потоку, подальшого травлення у суміші HF + гліцерин та застосування оптичної, електронної і атомно-силової мікроскопії.

Дія електронного потоку забезпечує дисоціацію продуктів полірування, які заповнюють дефектний шар пластини, і підвищує їх розчинність у сумішах HF та гліцерину.

***Ключові слова**: оптичне скло, пластини з оптичного скла, мікролінзові растри, елементи інтегральної оптики, мікродефекти, дефектний шар, електронно-променева обробка, електронна мікроскопія, атомно-силова мікроскопія.*

Актуальність. При виготовленні оптичних елементів мікрометричних розмірів (одиночних мікролінз, мікролінзових растрів, елементів інтегральної оптики, одиночних та системи мікродзеркал), інтегрованих на поверхні пластин з оптичних матеріалів, необхідним є отримання даних з наявності мікродефектів та дефектного шару (ДШ) в поверхні цих пластин після їх промислового шліфування і полірування [1–5].

Виявленню та дослідженню ДШ в оптичному склі після різних видів його шліфування та полірування присвячені роботи Добичина Д. П., Буркат Т. М., Пальтієля Л. Р. [6, 7]. Використовуючи явище сорбції води та криптону поверхнею скла, вони довели наявність у оптичному склі ДШ і тріщиноподібного шару (ТШ), який залягає нижче ДШ, та оцінили глибини їх залягання залежно від різних видів шліфування і полірування (механічного, хімічного, хіміко-механічного) у 1.5…2 мкм. В їх роботах також показано, що суміші HF+ гліцерин здатні розчиняти, як продукти полірування (залишки скла, залишки миючих та травильних речовин тощо), що заповнюють цей дефектний шар, так і самі борозни, якими утворюється цей дефектний шар. В результаті такої обробки на поверхні будуть залишатися мікронерівності (ямки травлення) з лінійними розмірами у десятки та сотні нанометрів, а ТШ не буде знищений. Це накладає особливі обмеження на застосування до цих поверхонь технологій мікроелектроніки при виготовленні оптичних мікроелементів у груповому виконанні.

Нами розроблена технологія поверхневої електронно-променевої мікрообробки, яка, на наш погляд, забезпечує найкращий результат з отримання хімічно-однорідних та бездефектних поверхонь на оптичному склі. За цією технологією знищується і ДШ і ТШ, а величина залишкових мікронерівностей на поверхні становить 1,2 … 5 нм [9].

Проте на теперішній час відсутність спеціальних методик не дозволяє виявити та візуалізувати борозни від абразиву, які утворюють ДШ під поверхнею пластини та мікродефекти з лінійними розмірами, меншими за 1 мкм. Це накладає технологічні обмеження щодо виготовлення на таких поверхнях одиночних мікролінз, мікролінзових растрів, еле-

ментів інтегральної оптики, та мікродзеркал з застосуванням технологій мікроелектроніки.

Мета роботи. Розробити методику виявлення мікродефектів і дефектного шару в поверхні оптичного скла шляхом використанням електронно-променевого методу обробки.

Матеріали і інструмент обробки. Для дослідження впливу параметрів електронного променя на властивості поверхневих шарів з оптичного скла К8, ТК21, ТФ110, СТК3, БК10 використовували плоскопаралельні пластини у формі дисків (діаметр 20,0 мм, товщина 6 мм) з залишковою шорсткістю поверхні Rz = 0,025 мкм, які виготовлені в умовах оптичного виробництва.

Експериментальна частина. Для обробки пластин ми застосували гармату Пірса, яка формує електронну стрічку з питомою потужністю 10^1 Вт/см^2≤$P_{пит}$≤ 10^5 Вт/см^2. Швидкість руху стрічки по поверхні пластини змінювалась в межах 0…50 см/с. Залишковий тиск у вакуумній камері становить 10^{-3} Па.

Перед електронно-променевою обробкою проводимо очищення пластин в УЗ-ванні з розчином, склад якого, г/л: ізопропіловий спирт – 225; амоній фтористий – 4; етиленгліколь – 7,5; оцтова кислота – 1,5; фарбник метиленовий голубий – 0,005; вода дистильована – 761,995 [8] .

ДШ та борозни від абразиву виявлялися після травлення поверхні у розчині HF + гліцерин та візуалізувалися з використанням оптичної мікроскопії (Nanolab, МИИ-4, ММР-2Р), мікродефекти з лінійними розмірами більшими за 1 мкм на поверхні пластин до і після електронно-променевої обробки візуалізувалися за допомогою трансмісійної електронної мікроскопії (ЭМ-200) з використанням реплік Pt-C. Для виявлення та візуалізації мікродефектів з лінійними розмірами меншими за 1 мкм використано атомно-силовий мікроскоп NT-206V.

Отримані результати та їх обговорення. За результатами досліджень поверхонь пластин зі скла К8, СТК3, БК10, ТК21 до електронно-променевої обробки виявлені характерні мікродефекти (подряпини з лінійними розмірами 2…10 мкм, точки 4…25 мкм та виколки з розмірами більшими за 50 мкм). Переважна кількість виколок знаходиться на краю пластин (рис. 1) і на наш погляд, обумовлена крихкістю матеріалу, технологічними параметрами шліфування і полірування. Середня частина пластин майже бездефектна, окрім декількох крапок (рис. 1б).

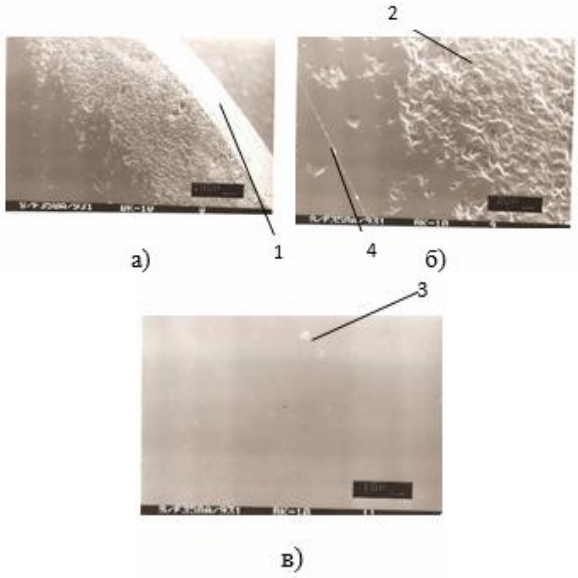

Рис. 1. Пластина зі скла БК10, яка виготовлена в умовах оптичного виробництва, Nanolab:
а) дефекти на краю пластини та торець пластини (1) х100; б) дефекти на краю пластини (2 – виколки; 4 – подряпина) х500; в) середня частина пластини (3 – крапка) х1000

Подряпини (рис. 2) переважно розташовані на ділянках між світловим діаметром пластин та їх краями і їх лінійні розміри знаходяться в межах від одиниць до десятків мікрометрів.

Рис. 2. Подряпина від абразиву на поверхні пластини з ТФ110 ММР-2Р, х200

Присутність цих мікродефектів після промислового шліфування та полірування можна пояснити наступним чином:

1) окреме зерно абразиву виконує функцію механічного різця та рухається за непередбаченою траєкторією;

2) зерна між собою взаємодіють, що призводить до різної глибини різу та можливого їх розколювання.

Для виявлення мікродефектів з лінійними розмірами меншими за 1 мкм ми застосували атомно-силову мікроскопію (АСМ). На рис. 3 представлені нанопрофілі поверхні на склі К8, отримані АСМ після промислового полірування, Rz яких знаходиться в межах 25 … 60 нм.

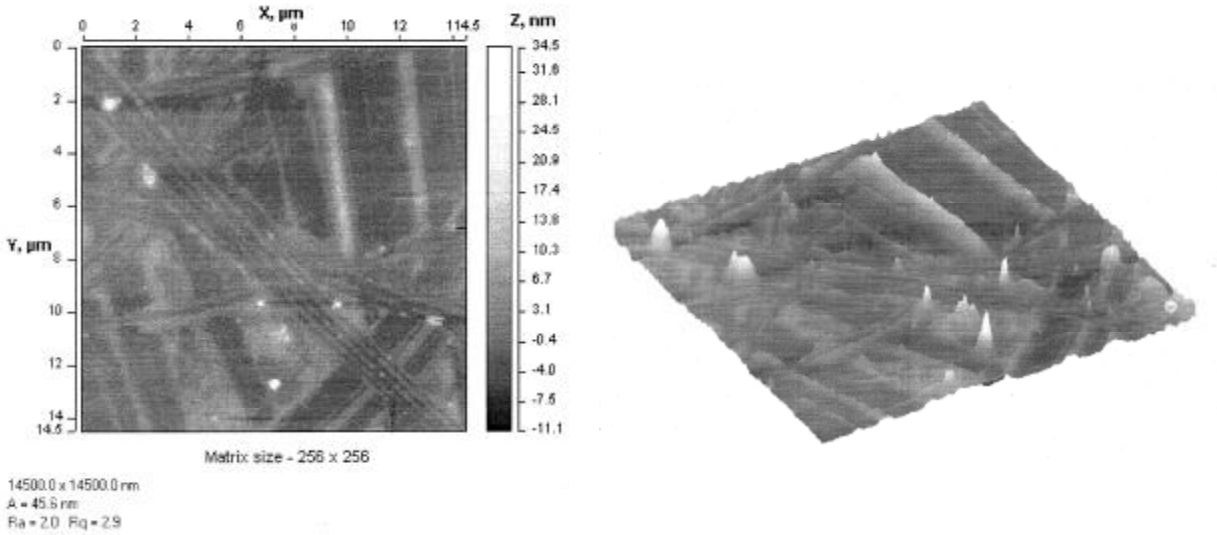

Рис. 3. АСМ-зображення поверхні скла К8 після хіміко-механічного полірування

Таким чином, дослідивши пластини зі скла К8, ТК21, ТФ110, СТК3, БК10, яквиготовлялися в умовах оптичного виробництва, ми знаходимо підтвердження, що поверхні цих пластин успадковують мікродефекти з лінійними розмірами меншими за 1 мкм і дефектний шар, який знаходиться під поверхнею пластини.

Порівнявши з даними, отриманими нами в попередніх роботах [9], можна стверджувати, що електронний промінь, діючи на поверхню скла, може змінити якісний стан речовини, яка заповнює ДШ.

Модифікований ДШ має порушені хімічні зв'язки і є нестійким до розчину HF+ гліцерин. В результаті опромінення електронами ці зв'язки ще більше руйнуються, що можна використати для очищення ДШ від залишків продуктів промислового шліфування і полірування.

Таким чином, в основу розробленої методики покладено наступну послідовність дій:

1) пластини з оптичного скла марок К8, ТК21, ТФ110, СТК3, БК10, потрібно попередньо розігріти до температури 400...520°С у вакуумі із залишковим тиском $P = 10^{-3}$ Па.

2) поверхня пластин опромінюється електронним променем стрічкової форми з питомою потужністю $Pnum$=0,5·10^2... 5·10^{2}Вт/см^2 з переміщенням стрічки вздовж поверхні зі швидкістю V= 0,1...50см/с;

3) після опромінення проводимо травлення модифікованої поверхні на протязі 10 хвилин в розчині фтористоводневої кислоти та гліцерину у співвідношенні 1:9 на протязі часу до 10 хвилин.

4) дефектний шар, який очищений від продуктів полірування візуалізується, з використанням оптичної мікроскопії, мікродефекти з лінійними розмірами більше 1 мкм виявляються та візуалізуються за допомогою електронної мікроскопії, а мікродефекти менші за 1 мкм виявляються та візуалізуються за допомогою АСМ.

Отримані результати з виявлення дефектного шару поверхні оптичного скла К8 з використанням електронно-променевого методу обробки підтверджуються даними, наведеними в табл. 1. Загальний вигляд дефектного шару на оптичному склі К8, який виявлено за розробленою методикою, представлено на рис. 4.

Практична цінність розробленої методики полягає у виявленні та візуалізації борозен дефектного шару, які знаходяться під полірованою промисловим методом поверхнею оптичного скла.

Недоліком методики є те, що для виявлення дефектного шару використане травлення, що відноситься до руйнівних способів впливу на поверхню.

Таблиця 1

Дані з наявності дефектного шару на склі К8 після обробки різними способами

№ п/п	Спосіб обробки	Питома потужність потоку, Вт/см^2	Термін травлення, с	Наявність дефектного шару
1	Травильний роз чин HF+гліцерин (1:9)	Відсутня	3	Не виявляється
2	Травильний розчин HF+гліцерин (1:9)	Відсутня	60	Не виявляється
3	Травильний розчин HF+гліцерин (1:9)	Відсутня	$3\cdot10^2$	Не виявляється
4	Травильний розчин HF+гліцерин (1:9)	Відсутня	$9\cdot10^2$	Не виявляється
5	Електронно-променева обробка	$1\cdot10^2$	Відсутнє	Не виявляється
6	Електронно-променева обробка	$0{,}5\cdot10^2$	Відсутнє	Не виявляється
7	Електронно-променева обробка	$5\cdot10^2$	Відсутнє	Не виявляється
8	Електронно-променева обробка з наступним травленням	$0{,}5\cdot10^2$	3	Слабо виявляється
9	Електронно-променева обробка з наступним травленням	$0{,}5\cdot10^2$	15	Слабо виявляється
10	Електронно-променева обробка з наступним травленням	$0{,}5\cdot10^2$	$5\cdot10^2$	Виявляється

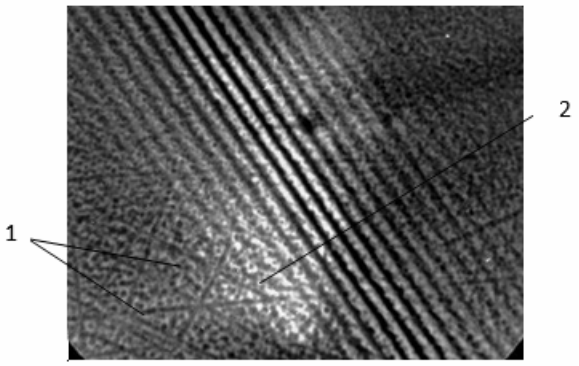

Рис. 4. Вигляд дефектного шару на поверхні оптичного скла К8, який виявлено після обробки поверхні електронним потоком та наступним травленням у розчині HF+гліцерин (1:9), МИИ-4, х500:
1 – борозни від абразиву;
2 – інтерференційні полоси, що підтверджують площинність пластини

Висновки. За результатами виконаної роботи:

1. Розроблено методику спеціальну методику, яка дозволяє виявити та візуалізувати борозни від абразиву, які утворюють ДШ під поверхнею пластин з оптичного скла внаслідок її механічного шліфування і полірування, та мікродефекти поверхні з лінійними розмірами меншими за 1 мкм.
2. Розроблена методика дозволяє розширити існуючі технологічні можливості поверхневої електронно-променевої обробки оптичного скла і використати її для виявлення мікро дефектів і дефектного шару в оптичному склі після механічного шліфування і полірування його поверхні.
3. Розроблена методика може ефективно використовуватися в технології виготовлення на загальній основі (платі) мікролінзових растрів, елементів інтегральної оптики.

Список літератури

1. Society Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE), Bellingham, USA, 2014. 182 p. ISBN: 1628412925.
2. MEMS: микроэлектромеханические системы. Ч. 1, 2, 3. URL: http://www.3dnews.ru/editorial/mems-mikroelektromehanicheskie-sistemi-chast-1,2,3
3. Greenwod J., Dobre G. An optical pressure sensor for an aeronautical application using white light interferometry. *Proc. SPIE*. 2000. Vol. 4075. P. 94–100.
4. Optomechatronic systems. *Proc. SPIE*. 2001. Vol. 4190. 350 p.
5. Doyle Keith B., Genberg Victor L., Michels Gregory J. Integrated optomechanical analysis. 2002. 231 p. ISBN: 0819446092.
6. Пальтиель Л. Р. Структура и адсорбционные свойства поверхности кремнесодержащих оптических материалов и их модифицирующих покрытий: автореф. ... дисс. канд. хим. наук. Ленинград, 1990. 19 с.
7. Дубровская Г. Н., Дикая С. В., Жученко М. И., Канашевич Г. В., Лисоченко В. Н. А. с. 1644458 СССР, МКИ5 С03С23/00. Раствор для очистки изделий преимущественно из оптического стекла. № 4706420/33; заявл. 19.06.89; опублик. 22.12.90, Бюл. № 33.
8. Дубровська Г. М., Канашевич Г. В., Бондаренко М. О. (Україна). Пат. 67516А Украї-

на, МКИ C03C15/00. Спосіб виявлення дефектного приповерхневого шару оптичного скла; заявл. 09.10.2003; опубл. 15.06.2004; Бюл. № 6.
9. Канашевич Г. В. Термоелектричний вплив низькоенергетичного електронного потоку на дефектний шар оптичного скла. *Вісник НТУУ «КПІ».* Серія Приладобудування. 2013. Вип. 45. С. 123–130.

References

1. Society Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE), Bellingham, USA, 2014. 182 p. ISBN: 1628412925.
2. MEMS: microelectromechanic systems, parts 1, 2, 3. URL: http://www.3dnews.ru/editorial/mems-mikroelektromehanicheskie-sistemi-chast-1,2,3.
3. .Greenwod, J., Dobre, G. (2000) An optical pressure sensor for an aeronautical application using white light interferometry. *Proc. SPIE,* vol. 4075, pp. 94–100.
4. Optomechatronic systems (2001) *Proc. SPIE*, vol. 4190, 350 p.
5. Doyle, Keith B. Genberg, Victor L., Michels, Gregory J. (2002) Integrated optomechanical analysis, 231 p. ISBN: 0819446092.
6. Paltiel, L. R. (1990) The structure and adsorbtion properties of the surface of silicon-containing optical materials and their modifying coatings: thesis for Ph.D. in Chemistry. Leningrad, 19 p. [in Russian].
7. Dubrovskaya, G. N., Dikaya, S. V., Zhuchenko, M. I., Kanashevich, G. V., Lisochenko, V. N. (1990) The solution for brushing of items mainly made of optical glass: inventor's certificate 1644458 USSR, MKI5 C03C23/00. No. 4706420/33, bulletin № 33 [in Russian].
8. Dubrovska, H. M., Kanashevych, H. V., Bondarenko, M. O. (2004) The method for detecting defective near-surface layer of optical glass: patent 67516A Ukraine, MKI C03C15/00, bulletin № 6 [in Ukrainian].
9. Kanashevych, H. V. (2013) Thermoelectrical impact of low-energy electron flow on defective layer of optical glass. *Visnyk NTUU «KPI». Seriya Pryladobuduvannya,* vol. 45, pp. 123–130 [in Ukrainian].

H. V. Kanashevych[1], *Dr.Tech.Sc., professor,*
M. V. Holub [1], *assistant,*
S. M. Matsepa[1], *postgraduate student,*
V. S. Antonyuk[2], *Dr.Tech.Sc., professor*
[1]Cherkasy State Technological University
Shevchenko blvd, 460, Cherkasy, 18006, Ukraine
[2]National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute"
Peremogy ave., 37, Kyiv, 03056, Ukraine (vp@kpi.ua)

THE METHOD FOR DETECTION OF MICRO-DEFECTS AND DEFECTIVE LAYER IN THE SURFACE OF OPTICAL GLASS PLATES USING ELECTRON BEAM PROCESSING METHOD

The technique can detect micro-defects and defective layer on plates made of optical glass K8, STK3, BK10, TK21 obtained in terms of optical manufacturing and the surface of which is further used for producing single microlenses, microlens raster elements of integrated optics, single and systems of micromirrors using microelectronics technology.

According to the developed method micro-defects and defective layer on the surface of the plate are revealed by electron flow effect on the surface, further etching in a mixture of HF + glycerin and application of optical, electron and atomic force microscopy.

The action of electron flow provides the dissociation of polishing products that fill a defective layer of the plate and increases their solubility in a mixture of HF and glycerol.

Keywords: *optical glass, optical glass plates, microlens raster elements of integrated optics, micro-defects, defective layer, electron beam processing, electron microscopy, atomic force microscopy.*

Статтю представляє Г. В. Канашевич, д.т.н, професор