

文章编号: 1004 - 485X (2003) 04 - 0067 - 03

# ZnSe 晶体加工工艺研究

张 亮 李建立 魏 东 刘景和

(长春理工大学 材料与化工学院, 长春 130022)

**摘 要:** 制备了 ZnSe 晶体, 对其生长和加工工艺进行了研究, 提出了一些合理的解决办法。测试结果表明, 所得 ZnSe 晶体适合用于红外窗口材料。

**关键词:** ZnSe 晶体; 加工工艺; 红外窗口材料

**中图分类号:** O786 **文献标识码:** A

ZnSe 属直接带隙 II - IV 族半导体, 面心立方结构, 具有优异的理化性质, 可用于制造蓝光半导体激光器件、光探测器件、非线性光学器件、波导调制器等同时作为优秀的红外材料, 是红外透镜、激光窗口、红外热像仪的首选材料, 对该晶体的生长和加工工艺进行研究是十分重要的。目前国内在光学晶体加工方面虽然已有三四十年的历史, 也取得了不少进展, 但比起光学玻璃的加工在技术上还显得不够成熟, 主要表现在生产成本低, 生产效率低, 好的加工技术还未能推广使用, 很多加工技术还处于摸索阶段, 远远不能满足对 ZnSe 晶体应用的需要。本文在总结现有技术基础上, 对 ZnSe 晶体的加工进行了一些研究。

## 1 ZnSe 的基本性能

目前用来生长 ZnSe 晶体的方法虽然很多但实用的方法主要有以下几种: 化学气相沉积 (CVD)、物理气相沉积 (PVD) 和垂直坩埚下降 (VB) 法。这几种方法各有优缺点, 分别有不同的生长厂家在采用。作为一种红外窗口材料, ZnSe 晶体的主要性能如表 1

## 2 ZnSe 晶体的加工

ZnSe 晶体具有良好的机械性能和较高的热导率以及不溶于水的特性。在一般的机械压力和冲击下并不能使其破裂, 在 100 内的温度差也不会炸裂。ZnSe 属软质晶体, 所以在加工上还是比较容易的。

表 1 ZnSe 主要性能参数

密度	5.27g/cm <sup>3</sup>
硬度	105kg/mm <sup>2</sup>
挠曲强度	7.500psi - 10.500psi
杨氏模量	10.2mpsi - 8.9mpsi
泊松比	0.28
热膨胀系数	7.57 × 10 <sup>-6</sup> k <sup>-1</sup>
比热	0.339j/g.k
导热系数	16w/m.k - 8w/m.k
吸收系数	min. transmittance %

### 2.1 晶体缺陷的检测

为了提高晶体加工的成品率, 降低成本, 对晶体缺陷的检验是十分必要的。同时, 晶体中的缺陷对光学材料的均匀性, 光损耗等均有影响, 所以必须在加工之前对晶体的完整性进行检测。而且由于晶体内部的不完整, 会给加工带来了许多问题, 主要有以下几种:

(1) 由于晶体切割时, 震动比较大, 当碰到晶体内部不均匀处, 会产生崩边的情况, 这样会对材料造成不必要的浪费。

(2) 在晶体研磨时, 如果遇到晶体缺陷处, 其加工余量就难以确定, 由于破坏层深度与缺陷比起来小的多, 所以必须将余量定为缺陷纵向高度。

(3) 抛光过程与研磨过程类似, 会出现同样问题。

所选用的 ZnSe 晶体应为: 用肉眼观察内部结构均匀, 无裂纹, 无包裹物, 用激光照射时无散射中心, 形状完整的 ZnSe 单晶。

### 2.2 晶体的定向与切割

为了保证晶体零件的光学面与晶轴的夹角符合

收稿日期: 2003 - 07 - 20

作者简介: 张 亮, 男 (1977 - ), 助教, 主要从事晶体生长与性能方面的研究工作。

使用要求,在切割前要对加工的晶体材料毛坯要进行定向。ZnSe 晶体属立方晶系,光率体椭球为一个球体,有无穷多个光轴,在光学上表现为各向同性。所以无需对原料进行定向,但其它晶体在加工前则必须进行定向,定向后将原料切割成具有一定几何形状(圆片型)的毛坯,并根据后续工艺的需要合理留出一定的加工余量。如果余量太小,则较难加工出条件符合要求的零件;如果余量太大,又会造成加工时间和材料的浪费,通常加工出的零件重量约为毛坯的 50~60%。

确定加工余量的原则应该是每道工序中去除的余量  $n$  等于上一道工序产生的破坏层深度  $S_{n-1}$  与本道工序产生的破坏层深度  $S_n$  之差。材料粗磨后,加工表面产生了凹凸层(其峰值为  $H_c$ )和破坏层  $S_c$ 。设破坏层的最深处用 AA 线表示,同样的当精磨后,材料表面产生了凹凸层  $H_j$  和破坏层  $S_j$ ,其破坏层深度不应超过 AA 线,则精磨时加工余量应为  $J$ ,显然  $J$  应为  $S_c$  与  $S_j$  之差,以后各道研磨时加工余量可类推之,余量表达式为:

$$n = S_{n-1} - S_n$$

式中  $n$ —第  $n$  道工序余量;  $S_n$ —第  $n$  道工序破坏层深度;  $S_{n-1}$ —上一道工序破坏层深度。

### 2.3 晶体的粗磨

散粒磨料粗磨机理:

散粒磨料粗磨是指用金刚砂和水搅拌而成的磨料对晶体工件进行粗磨加工,或称作散粒研磨。散布于磨盘和工件表面之间的磨料颗粒,借助于磨盘在工件表面法线方向上施加压力  $P$  和磨盘与工件的相对运动,磨料颗粒对工件表面进行微量的研碎和破坏,使工件表面逐渐形成凹凸层和裂纹层,最后达到成型的目的。这种凹凸层通常称为“砂眼”。参加研磨加工的磨料颗粒只占很少一部分(约 5~10%),这主要是由于磨料颗粒在不同方向上的尺寸不同和磨料颗粒大小不均匀而造成的。也正是由于这个原因,使研磨过程带有冲击和震动,这种冲击和振动的力往往很大,甚至可以大大超过磨料颗粒本身的强度而使颗粒破碎。材料表层在冲击和振动的作用下,产生裂纹并逐渐加深。此外,压力,相对速度,磨料种类和粒度,晶体品种以及其他工艺因素都是影响破坏层深度的因素。

散粒磨料粗磨的特点是设备简单,手工操作,生产效率不高,适合于生产量不大的零件加工。机床由电机通过皮带驱动主轴转动,主轴上端装有平模或球模,主轴转速可利用塔轮变速。研磨时可根据工件的加工余量向平模或球模添加磨料与水的悬浮液。

#### 2.3.1 技术条件:

(1) 工作温度最好在 23 - 27 , 气流稳定,相对湿度 60% - 65%。

(2) 机床转速: 100 - 200 转每分。

(3) 晶体拿到工作室要保温一段时间,防止温差不均而炸裂。

玻璃的磨去量和表面凹凸层与磨料粒度,磨料种类,磨料供给量,机床速度及压力等工艺因素有关。

#### 2.3.2 磨盘材料的选用<sup>[2]</sup>

硬质材料要在硬质磨盘上研磨,特别硬的铸铁适用于金刚石抛光。淬火的工具钢对许多零件更好些,但淬火种往往使表面变形。对少量软晶体的零星工件,黄铜也很适用;充填金刚石粉的铜对硬晶体也很有效。较软的晶体也可用锡、焊锡或铅作磨盘来抛光。如果在磨盘上加磨料,并在将磨盘清洗,用水或其它冷却剂浸泡以清除研磨碎屑之后再加工晶体,可以得到十分良好的光洁度。有时候在几乎干燥的磨盘上加工也能达到极好的效果。

#### 2.3.3 冷却剂的选择<sup>[2]</sup>

冷却剂应有的特征之一是粘度要低,因此常用水作冷却剂。但是每一种磨盘,晶体和磨料的组合似乎只有用一种特定的冷却剂才最好,这只有通过试验来选择。水蒸发得相当快,加一些甘油或者乙烯丁二醇在这方面是有益得。也可用乙二醇丙稀,它的蒸气对人体是安全的。煤油以及醇类如甘油、酒精等也可用。另一种冷却剂是三乙醇胺,它蒸发得远比水慢,而且可以与水以任意比例互溶。

#### 2.3.4 磨料的选择<sup>[2]</sup>

因为研磨必须用磨料,所以要加以讨论。通常在工作中用的最多的是下述四种磨料:氧化铝 ( $Al_2O_3$ ), 碳化硅 (SiC)、碳化硼 ( $B_4C$ ) 和金刚石 (C)。

磨料粒度号码与磨料粒径之间的关系如图 1 所示

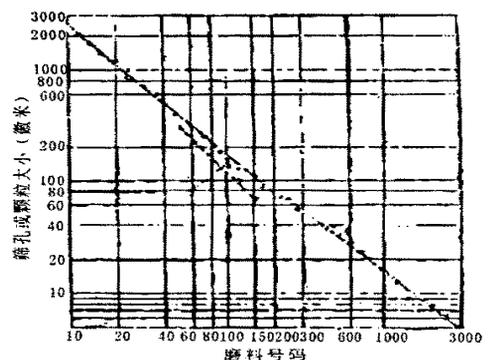


图 1 磨料粒度号码与磨料粒径关系图

通过比较，粗磨 ZnSe 晶体时，选用 301 号金刚砂比较合适。

### 2.4 晶体的精磨

精磨或标细磨，是粗磨与抛光之间的一道工序，它的目的是：通过精磨，使工件表面凹凸层与裂纹层的深度减小；进一步改善工件表面的曲率半径精度或平面度。

表 2 上盘装夹中常见的问题和克服办法

常见问题	产生原因	克服办法
炸裂	1. 预热温度过高，升温过快 2. 局部遇冷 3. 夹紧压力过大	1. 预热温度要适当 2. 杜绝滴上冷水或吹入冷风 3. 夹紧压力适当加工后零件平行度不好
加工后零件平行度不好	胶层不均匀、压力不均匀、零件或夹具不干净	胶层要均匀、零件和夹具要擦干净
脱胶	1. 胶层太厚 2. 胶的粘力不够	1. 胶层厚度适当 2. 选用足够粘结力的胶

### 2.5 晶体的抛光

抛光是精磨以后的一道主要工序。其目的是：去除精磨后的凹凸层及裂纹层，使工件表面透明光滑；精确地修正表面的几何形状，达到规定的面形精度。

抛光工艺不仅决定着光学零件的质量与精度，同时还直接影响整个冷加工的加工效率。可以说，抛光工艺是晶体加工过程中最为关键的一道工序。

抛光过程是一个机械的、物理化学的、化学的综合过程，但是机械作用是基本的，化学作用是重要的，而流变现象是存在的。

材料表面的抛光效率与抛光剂的种类、抛光粉悬浮液的浓度、抛光粉悬浮液的供给量和性质、抛光胶的性能、表面压力和表面速度、材料表面温度、材料种类有关。

经过抛光并镀膜，最后得到了在 7—12μm 透过率高达 90% 的 ZnSe 晶体器件，透过曲线如图 2。

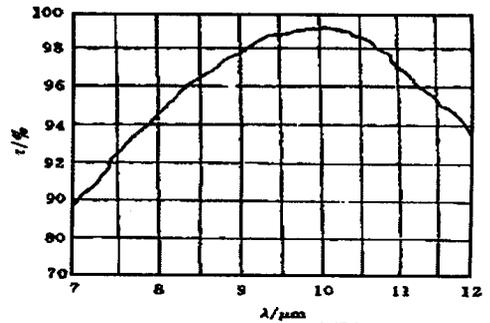


图 2 晶体透过率曲线

## 3 结论

通过切割、粗磨和抛光等工艺过程获得了透过率、平整度都比较好的 ZnSe 晶体窗口材料。在加工过程中粗磨料、抛光料的选择及器件上盘过程中的排列方式和在加工过程中环境的温度、湿度等工艺条件都对器件的光学性能有重要的影响。

### 参考文献

- [1] 曹天宇 周鹏飞主编，光学零件制造工艺学 北京 机械工业出版社 1987.6 (第二版)
- [2] 吕茂钰编著 光学零件制造 (冷加工部分) 北京 机械工业出版社 1977 (第二版)
- [3] 李焕勇, 介万奇. ZnSe 体单晶生长技术, 材料导报, 2002, 16 (9): 7
- [4] 顾庆天. 高质量 ZnSe 单晶的研究, 人工晶体学报, 1998, 27 (3)

## Study on Processing Technology of ZnSe Crystal

ZHANG liang, LI jianli, WEI dong, LIU jinghe

(College of Materials and Chemical Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022; P. R China)

**Abstract :** ZnSe crystal was synthesized. It ' s crystal growth and processing technology have been tested. Some good methods have proposed . Determined result show that the ZnSe crystal can be used in Infrared window materials now.

**Keywords :** ZnSe crystal ; processing technology ; infrared window materials