

УДК 666.22.221.3

Кручинин Д.Ю., Фарафонтова Е.П.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СРОКОВ МЕЖОПЕРАЦИОННОГО ХРАНЕНИЯ
ОПТИЧЕСКИХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ХИМИЧЕСКИ НЕУСТОЙЧИВЫХ
СТЁКОЛ**

*Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н.Ельцина,
Россия, Екатеринбург, Мира 19, 620002*

Kruchinin D.Yu., Farafontova E.P.

**INTEROPERATIONAL STORAGE LIFE DETERMINATION OF OPTICAL
DETAILS FROM CHEMICALLY UNSTABLE GLASSES**

*Ural federal university named after first President of Russia B.N.Yeltsin,
Russia, Ekaterinburg, Mira 19, 620002*

Аннотация. Целью работы является определение сроков межоперационного хранения химически неустойчивых стёкол и способа защиты поверхности оптических деталей из них. Исследованы оптические свойства поверхности деталей, изготовленных из стекла СТК19 после различных методов обработки поверхности. Определено влияние окружающей среды на состояние полированной поверхности оптического стекла. Установлено, что изменение условий хранения приводит к изменению состояния полированных поверхностей оптических деталей. Изменение условий проведения испытаний (испытание на влагоустойчивость) приводит к значительному изменению состояния поверхности.

Ключевые слова: оптическое стекло, эллисометрия, сроки межоперационного хранения полированных поверхностей.

Abstract. The aim of this study is to determine the operational storage life of chemically unstable glasses and surface protection technique of optical details from

these glasses. The optical properties of surface of details from glass STK19 after various methods of surface treatment are established. The effect of the environment on the polished surface state of optical glass was determined. It was found that storage conditions changing results in change of polished surface state of optical details. Change in test conditions (humidity test) leads to a significant change of surface state.

Key words: optical glass, ellipsometry, interoperational storage life of polished surface.

Вступление.

Изготовление оптических деталей с высокой точностью является важной технической задачей любого предприятия, выпускающего прецизионные оптические приборы. От соблюдения технологии зависит качество выпускаемой детали, её оптические свойства. Сложным процессом в изготовлении является склейка деталей при сборке деталей в один узел, немаловажную роль в этом процессе имеет подготовка поверхности оптических деталей. Подготовка поверхности также является ключевым моментом при нанесении покрытий. Перед каждой операцией все поверхности оптических элементов проходят тщательную очистку. После полирования, перед нанесением покрытия или склейкой может пройти длительное время, период времени может составлять от нескольких часов до нескольких суток. За это время поверхность подвергается воздействию атмосферы. Учитывая разнообразия условий по температуре и влажности, это может привести к непредсказуемым изменениям свойств оптических деталей, особенно при работе с химически неустойчивыми стёклами.

Обзор литературы.

В процессе изготовления оптических деталей поверхности подвергаются воздействию воды, кислот, щелочей, органических жидкостей, окружающей атмосферы и т.п. Чем меньше химическая устойчивость оптического стекла, тем в большей степени необходимо это учитывать в технологическом процессе изготовления оптических деталей и сборок. Несовершенство технологий или их

нарушения могут привести к ухудшению важных оптических и технических характеристик готовых деталей: лучевой прочности, коэффициентов отражения, светорассеяния, светопропускания, механической прочности покрытий и т.д., а также к разрушению покрытий, расклеиванию оптических сборок и др. [1–3].

Химическая устойчивость оптических стёкол определяется в соответствии с требованиями [4]. Стандарт предусматривает два вида химической устойчивости полированной поверхности оптических стёкол: к воздействию влажной атмосферы и слабокислых жидких реагентов (кислотоустойчивость).

Наиболее важной характеристикой химической устойчивости является устойчивость к воздействию влажной атмосферы. Это обусловлено тем, что оптические детали после полирования до нанесения оптических покрытий и склеивания подвергаются в течение длительного времени воздействию окружающей среды. После полирования детали поступают на промывку, затем на контроль оптических характеристик и т.п.

В соответствии с [4] признаком разрушения поверхности образца силикатного стекла при воздействии влажной атмосферы является гигроскопический налёт из капелек, равномерно покрывающих всю поверхность. Можно предположить, что изменения в поверхностном слое оптического стекла происходят задолго до того, как становится заметным гигроскопический налёт. Кроме того, изменения могут происходить и без образования налёта. С точки зрения технологии необходимо знать, сколько времени проходит до завершения процесса изменения состояния поверхности с момента окончания полирования и происходят ли эти изменения.

Проблема химической устойчивости оптических стёкол и возможности межоперационного хранения полированных оптических деталей находит отражение и в отраслевых стандартах. Полированные детали, изготовленные из стекла СТК, можно хранить перед нанесением просветляющих покрытий в эксикаторе или в комнатных условиях при относительной влажности 45 % не более 8 ч [5].

Таким образом, существует проблема, связанная с химической устойчивостью оптических стёкол, которая проявляется в необходимости изучения процессов изменения состояния полированных поверхностей оптических деталей под воздействием окружающей среды и более точного определения допустимого времени хранения этих деталей перед нанесением оптических покрытий, склеиванием и др. В работе на примере деталей из оптического стекла СТК19 изучается процесс изменения состояния полированной поверхности под воздействием окружающей среды.

Входные данные и методы.

Для исследования были взяты четыре плоских образца стекла марки СТК19. Верхняя сторона образцов имела свежеполированную поверхность, соответствующую II классу чистоты по ГОСТ 1141-84. С нижней стороны поверхность у образцов была шлифованная с целью предотвращения влияния на результат измерения отражения от обратной стороны. Известно, что стекло марки СТК19 относится по устойчивости к влажной атмосфере к группе с, а по кислотоустойчивости – к 4 группе [6].

Для изучения процесса формирования поверхностной плёнки на стекле используется метод эллипсометрии, который успешно применяется для исследования образования поверхностных плёнок [7].

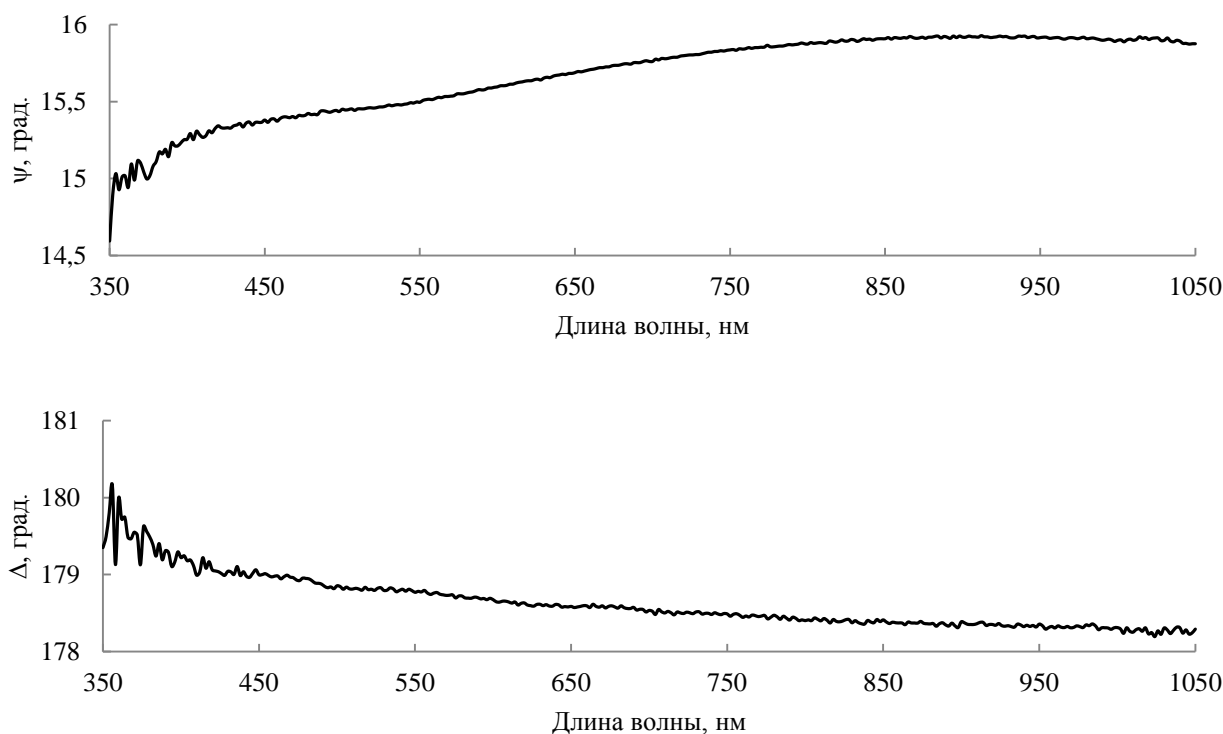
Все детали после полирования прошли промывку и гидромеханическую чистку [8–11]. После обработки детали были исследованы на эллипсометре. До исследований образцы хранились в чашке Петри с крышкой в помещении с температурой 25,7 °С и относительной влажностью 25,5 %. На завершающем этапе эллипсометрических измерений образцы были испытаны на влагоустойчивость в соответствии с ОСТ-3-3312-76. В процессе исследования температура изменялась в пределах 21,5–25,0 °С, относительная влажность изменялась в пределах 15,7–26,8 %. Измерения проводили на спектральной эллипсометрической установке «Эллипс 1891» для четырёх зон при угле падения света 70° (табл.1).

Положения анализатора и поляризатора при четырёхзонном измерении

Положение	1 зона	2 зона	3 зона	4 зона
Поляризатор (P)	-45°	45°	-45°	45°
Анализатор (A)	45°	45°	0°	0°

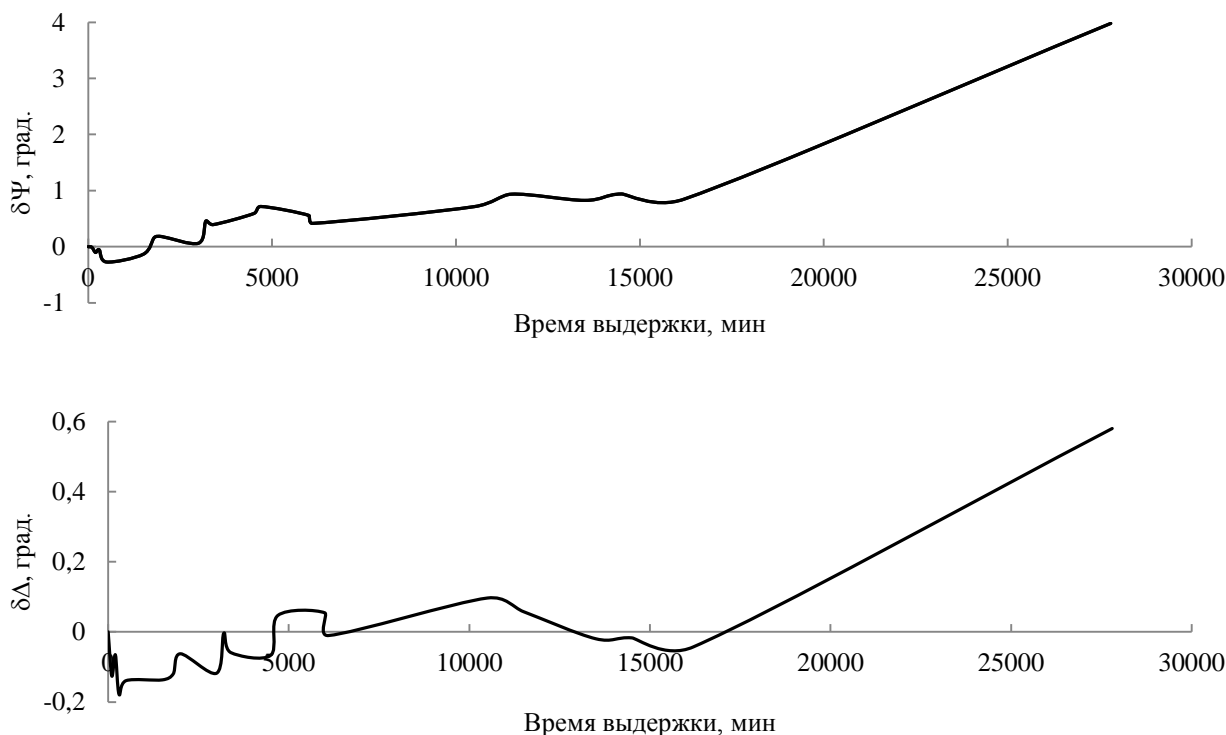
Результаты. Обсуждение и анализ.

Эллипсометрические измерения проводили на каждом образце 20 раз. Наибольшие изменения эллипсометрических параметров происходили для 1-й зоны. Зависимости эллипсометрических параметров образцов Ψ (характеризует изменения амплитуд для р- и s-поляризаций) и Δ (характеризует сдвиг фаз для р- и s-поляризаций) от длины волны λ для 1-й зоны в диапазоне длин волн 350-1050 нм, полученные для первого измерения полированного образца стекла СТК19, представлены на рис.1.

Рис. 1. Зависимости параметров Ψ и Δ от длины волны λ

Для изучения образования плёнки на полированной поверхности необходимо определить, как изменяются значения ψ и Δ в зависимости от

времени. Изменение состояния поверхности характеризуется значениями $\delta\psi$ и $\delta\Delta$. Для получения $\delta\psi$ и $\delta\Delta$ выбрана длина волны $\lambda = 400$ нм, так как при этой длине волны происходят наибольшие изменения эллипсометрических параметров. Расчёт $\delta\psi$ и $\delta\Delta$ вели по формулам, представленным в [1–2, 7]. По результатам расчётов были построены зависимости $\delta\psi$ и $\delta\Delta$ от времени выдержки (рис.2).



Для всех четырёх образцов стекла значения $\delta\psi$ и $\delta\Delta$ сначала снижаются, а затем имеют тенденцию к увеличению в процессе проведения испытаний. По-видимому, в начальный период времени происходят быстрые изменения состояния поверхности стекла. Затем параметры постепенно меняются в другую сторону, что может быть связано с дальнейшим прохождением химических реакций с участием воды на поверхности стекла. Изменение условий проведения испытаний (испытание на влагоустойчивость) приводит к значительному увеличению эллипсометрических параметров и, соответственно, к значительному изменению состояния поверхности.

Заключение и выводы.

Процессы взаимодействия поверхности полированных образцов из стекла СТК19 с окружающей средой начинаются сразу после завершения полирования

и зависят от параметров окружающего воздуха и от химического состава стекла. Для всех образцов изменения состояния поверхности начинаются с момента завершения полирования и продолжаются в течение всего наблюдаемого периода. Это обусловлено высоким содержанием в составе стекла оксида бора. Сначала изменения состояния поверхности происходят быстро, затем происходит постепенное изменение состояния поверхности. Можно предположить, что на поверхности стекла СТК19 могут образовываться гидраты оксида бора, гидраты соединений оксида бора, оксида цинка и других оксидов.

После завершения полирования поверхности стёкла марки СТК19 должны быть немедленно защищены, или на них немедленно должны быть нанесены покрытия. Чем выше температура и относительная влажность, тем в большей степени происходят изменения состояния поверхности.

Литература:

1. Кручинин Д.Ю., Фарафонтова Е.П., Карманович А.А. Исследование возможности межоперационного хранения полированных оптических деталей, изготовленных из стекла ТК21, методом эллипсометрии. – В мире научных открытий. – 2015. – № 4.1 (64). – С. 646–653.

2. Кручинин Д.Ю., Фарафонтова Е.П. Влияние окружающей среды на полированную поверхность оптического стекла. – Стекло и керамика. – 2015. – № 9. – С. 16–19.

3. Потелов В.В. Особенности обработки оптического стекла при изготовлении призмных модулей. – Стекло и керамика. – 2009. – № 8. – С. 17–20.

4. ГОСТ 13917-92. Материалы оптические. Методы определения химической устойчивости. – М., 1992.

5. ОСТ 3-6536-89. Детали оптические. Типовые технологические процессы нанесения просветляющих покрытий для области спектра 0,4-2,0 мкм. М., 1989.

6. ГОСТ 13659-78. Стекло оптическое бесцветное. Физико-химические характеристики. Основные параметры. – М., 1978.

7. Аззам Р. Эллипсометрия и поляризованный свет / Р. Аззам, Н. Башара – М.: Мир, 1981. – 578 с.

8. Пат. 2370799 Российская Федерация, МПК G02B027/00. Способ изготовления прецизионных оптических шкал обратной фотолитографией : Кручинин Д.Ю.; заявитель и патентообладатель ФГУП «Производственное объединение "Уральский оптико-механический завод" имени Э.С. Яламова" (ФГУП "ПО УОМЗ"). № 2008110272/28 ; заявл. 17.03.2008 ; опубл. 20.10.2009, Бюл. № 29. – 8 с. : ил.

9. Пат. 2430391 Российская Федерация, МПК G02B027/32, G03F7/004. Способ изготовления прецизионных оптических шкал методом фотолитографии с запуском (варианты) : Кручинин Д.Ю.; заявитель и патентообладатель ФГУП «Производственное объединение "Уральский оптико-механический завод" имени Э.С. Яламова" (ФГУП "ПО УОМЗ"). № 2010107364/28 ; заявл. 27.02.2010 ; опубл. 27.09.2011, Бюл. № 27. – 9 с. : ил.

10. Пат. 2454379 Российская Федерация, МПК C03C2710. Способ склеивания оптических деталей : Кручинин Д.Ю., Яковлев О.Б. ; заявитель и патентообладатель ОАО «Производственное объединение "Уральский оптико-механический завод" имени Э.С. Яламова" (ОАО "ПО УОМЗ"). № 2011106067/03 ; заявл. 17.02.2011 ; опубл. 27.06.2012, Бюл. № 18. – 5 с. : ил.

11. Кручинин Д.Ю. Склеивание оптических деталей, имеющих нулевые классы чистоты полированных поверхностей / Д.Ю. Кручинин, О.Б. Яковлев, М.П. Андронов // Оптический журнал. – 2011. – № 4. – С. 73–75.

Статья отправлена: 05.12.2015 г.

© Фарафонтова Е.П., Кручинин Д.Ю.