



Оптика и фотоника

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

Типовые технологические процессы
нанесения трехслойных ахроматических
просветляющих покрытий из растворов
на оптические детали для областей спектра
от 0,5 до 2,0 мкм

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт физической оптики, оптики лазеров и информационных оптических систем Всероссийского научного центра «Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова» (ФГУП «НИИФООЛИОС ВНЦ «ГОИ им. С.И. Вавилова»), Акционерным обществом «ЛОМО» (АО «ЛОМО») и Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 296 «Оптика и фотоника»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 апреля 2024 г. № 504-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.rst.gov.ru)

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

II

Оптика и фотоника

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

Типовые технологические процессы нанесения трехслойных ахроматических просветляющих покрытий из растворов на оптические детали для областей спектра от 0,5 до 2,0 мкм

Optics and photonics. Optical details. Typical technological processes for applying three-layer achromatic antireflection coatings from solutions to optical parts for spectral ranges from 0,5 to 2,0 μm

Дата введения — 2025—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на оптические детали диаметром от 10 до 200 мм из силикатного стекла химически стойких марок, допускающих нагрев до температуры от 300 °С до 350 °С, для областей спектра от 0,5 до 1,0 мкм и от 1,0 до 2,0 мкм) (далее — детали), и устанавливает типовые технологические процессы (ТТП) нанесения трехслойных ахроматических просветляющих покрытий из спиртовых растворов этиловых эфиров ортокремневой (тетраэтоксисилан) и ортотитановой кислот (тетраэтоксититан) и их смесей (далее — нанесение просветляющих покрытий, просветление деталей).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2.412 Единая система конструкторской документации. Правила выполнения чертежей и схем оптических изделий

ГОСТ 11141 Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля

ГОСТ Р 59608.3 Оптика и фотоника. Покрытия оптические. Часть 3. Классификация по стойкости к воздействию внешних факторов и методы испытаний

ГОСТ Р ИСО 9211-1 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 1. Термины и определения

ГОСТ Р ИСО 9211-2 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 2. Оптические свойства

ГОСТ Р ИСО 9211-4 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 4. Специальные методы испытаний

ГОСТ Р 71279—2024 Оптика и фотоника. Детали оптические. Типовые технологические процессы нанесения одно-, двух- и трехслойных просветляющих покрытий из растворов

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана

датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения и обозначения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 9211-1.

3.2 Обозначения

В настоящем стандарте применены следующие обозначения:

h — толщина слоя покрытия;

n — показатель преломления слоя покрытия;

n_D — показатель преломления стекла;

nh — оптическая толщина слоя покрытия;

λ_0 — длина световой волны, на которую рассчитано покрытие;

$\rho(\lambda)$ — спектральный коэффициент отражения;

$\tau(\lambda)$ — спектральный коэффициент пропускания.

4 Общие требования

4.1 Просветляющие покрытия применяют для просветления деталей приборов, работающих в широком спектральном диапазоне, не допускающих окраски поля зрения в проходящем свете, а также для устранения рассеяния света и бликов.

4.2 Оптические толщины и показатели преломления 1-го, 2-го и 3-го слоев просветляющего покрытия должны соответствовать данным, приведенным в таблице 1.

Таблица 1

Просветляющее покрытие		Оптическая толщина nh слоев в долях λ_0	Показатель преломления n
Номер слоя	Пленкообразующий раствор		
1	Смесь растворов этиловых эфиров ортокремневой и ортотитановой кислот: в соотношении по объему 1:1 и в соотношении по объему 10:11	От 0,20 до 0,25 включ. от 0,20 до 0,25 включ.	От 1,75 до 1,77 включ. ($n_D \leq 1,65$) от 1,80 до 1,82 включ. ($n_D \geq 1,65$)
2	Спиртовой раствор этилового эфира ортотитановой кислоты	От 0,45 до 0,50 включ.	От 2,10 до 2,15 включ.
3	Спиртовой раствор этилового эфира ортокремневой кислоты	0,25	1,45

4.3 Просветляющее покрытие должно снижать спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ от поверхности детали независимо от марки стекла в широком диапазоне длин волн (не менее чем $0,8 \lambda$).

4.4 Спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ должен быть в пределах от 1,5 % до 2,0 % в спектральной области, определяемой диапазоном от $0,6$ до $0,7 \lambda_0$.

4.5 Просветляющее покрытие должно быть устойчиво к влажной атмосфере и запотеванию, к воздействию органических растворителей и слабых растворов щелочей и солей по ГОСТ Р 59608.3.

4.6 Требования к качеству поверхности деталей с просветляющими покрытиями устанавливают по рабочим чертежам на деталь с учтенным снижением класса чистоты поверхности после нанесения просветляющего покрытия согласно ГОСТ 11141.

4.7 Просветляющее покрытие должно выдерживать нагрев до температуры 350°C , перепад температур от минус 60°C до плюс 60°C (два цикла), термоудар — $\pm 60^\circ\text{C}$.

4.8 Механическая прочность просветляющего покрытия должна соответствовать категории D по ГОСТ Р 59608.3.

4.9 Условные обозначения просветляющих покрытий указывают в соответствии с ГОСТ Р 71279—2024 (приложение А), условные графические знаки просветляющих покрытий — по ГОСТ 2.412.

5 Требования к производственным помещениям

Требования к производственным помещениям для нанесения просветляющих покрытий — по ГОСТ Р 71279—2024 (раздел 5).

6 Требования к оборудованию, приборам и материалам

6.1 Требования к оборудованию, приборам и материалам — по ГОСТ Р 71279.

6.2 Для приготовления пленкообразующих растворов применяют следующие реактивы:

- тетраэтоксисилан ос. ч. (не допускается желтая окраска слабой интенсивности и кислая реакция; при наличии желтой окраски и кислой реакции следует провести перегонку и нейтрализацию);
- тетраэтоксититан ос. ч. (допускается желтая окраска слабой интенсивности; при более интенсивной окраске следует провести перегонку).

7 Типовые технологические процессы

7.1 Общие положения

ТТП нанесения просветляющих покрытий на детали состоит из следующих технологических операций:

- подготовки посуды и протирачных материалов;
- осушки и перегонки растворителей;
- перегонки и очистки (при необходимости) реактивов для приготовления пленкообразующих растворов и их контроль;
- приготовления пленкообразующих растворов и смесей из растворов и их хранение;
- подбора режима просветления деталей;
- нанесения просветляющих покрытий;
- контроля характеристик просветляющих покрытий.

Технологические операции выполняют в соответствии с 7.3—7.16 и раздела 8.

7.2 После контроля просветленные детали следует хранить завернутыми в папиросную бумагу, предварительно просушенную в термостате, в запаянных полиэтиленовых мешках с силикагелем в плотно закрываемых деревянных ящиках в сухом проветриваемом помещении.

7.3 Подготовка посуды и протирачных материалов

Подготовка посуды и протирачных материалов — по ГОСТ Р 71279.

7.4 Осушка и перегонка растворителей

Осушка и перегонка растворителей — по ГОСТ Р 71279.

7.5 Перегонка и очистка реактивов для приготовления пленкообразующих растворов

Перегонка и очистка реактивов для приготовления пленкообразующих растворов — по ГОСТ Р 71279.

7.6 Приготовление пленкообразующих растворов и смесей и их хранение

7.6.1 Приготовление и хранение пленкообразующих растворов тетраэтоксисилана — по ГОСТ Р 71279—2024 (пункты 7.6.2—7.6.6) со следующими дополнениями.

Пленкообразующие растворы тетраэтоксисилана для нанесения 3-го слоя концентраций до 17 % приготавливают на 94 %-ном спирте с добавлением соляной кислоты в количестве 0,3 % от объема раствора.

Составы пленкообразующих растворов тетраэтоксисилана концентрацией выше 16 % приведены в таблице 2.

Таблица 2

Тетраэтоксисилан		Спирт этиловый		Кислота соляная
Количество, см ³	Концентрация*, % по массе	Количество, см ³	Концентрация, % по массе	Количество, см ³
18	18	100	93	0,3
19	19	100	92	0,3
20	20	100	91	0,3
От 22 до 30 включ.	От 22 до 30 включ.	100	90	0,3

* Плотность пленкообразующего раствора тетраэтоксисилана принята условно за 1.

7.6.2 Приготовление и хранение пленкообразующих растворов тетраэтоксититана — по ГОСТ Р 71279—2024 (пункты 7.6.8—7.6.10) со следующими дополнениями.

Составы пленкообразующих растворов тетраэтоксититана «высоких» концентраций приведены в таблице 3.

Таблица 3

Тетраэтоксититан		Спирт этиловый		Кислота соляная
Количество, см ³	Концентрация, % по массе	Количество, см ³	Концентрация, % по массе	Количество, см ³
14,4	16	100	99,4	От 0,8 до 0,9 включ.
15,4	17	100	99,4	От 0,8 до 0,9 включ.
16,3	18	100	99,3	От 0,9 до 1,0 включ.
17,2	19	100	99,3	От 0,9 до 1,0 включ.
18,1	20	100	99,2	От 1,0 до 1,1 включ.
19,0	21	100	99,2	От 1,0 до 1,1 включ.
19,9	22	100	99,1	От 1,1 до 1,2 включ.
20,8	23	100	99,1	От 1,1 до 1,2 включ.
21,7	24	100	99,0	От 1,2 до 1,3 включ.
22,6	25	100	99,0	От 1,2 до 1,3 включ.
23,5	26	100	99,0	От 1,3 до 1,4 включ.
24,4	27	100	99,0	1,5

7.6.3 Приготовление и хранение смесей пленкообразующих растворов — по ГОСТ Р 71279—2024 (пункт 7.6.14) со следующим дополнением.

Растворы тетраэтоксисилана для изготовления смеси приготавливают, независимо от концентрации, на 96 %—98 %-ном спирте с добавлением соляной кислоты в количестве 0,3 % от объема раствора.

Смесь пленкообразующих растворов следует применять после выдержки при комнатной температуре в течение 1 сут.

7.7 Контроль годности пленкообразующих растворов и их смесей к нанесению просветляющих покрытий

Контроль годности пленкообразующих растворов и их смесей к нанесению просветляющих покрытий — по ГОСТ Р 71279.

7.8 Подбор условий нанесения просветляющих покрытий

Подбор условий нанесения просветляющих покрытий — по ГОСТ Р 71279.

7.9 Подготовка поверхности детали к просветлению

Подготовка поверхности детали к просветлению — по ГОСТ Р 71279.

7.10 Подбор режима просветления деталей

Подбор режима просветления деталей — по ГОСТ Р 71279.

7.11 Общие требования к нанесению просветляющих покрытий

Общие требования к нанесению просветляющих покрытий — по ГОСТ Р 71279.

7.12 Нанесение просветляющих покрытий для области спектра от 0,5 до 1,0 мкм

7.12.1 Оптические толщины 1-го, 2-го и 3-го слоев просветляющего покрытия для области спектра от 0,5 до 1,0 мкм соответственно равны (135 ± 15) нм, (310 ± 10) нм и 160 нм.

7.12.2 Рекомендуемые режимы нанесения просветляющих покрытий, снижающих спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ в области спектра от 0,5 до 1,0 мкм, на детали из стекла марки К8 диаметром или диагональю от 30 до 60 мм приведены в таблице 4.

Таблица 4

Номер слоя	Концентрация пленкообразующего раствора, % по массе	Скорость вращения детали, мин ⁻¹	Цвет слоя просветляющего покрытия после прогрева	Спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$, %
1	Смесь 8 %-ного раствора тетраэтоксититана и 8 %-ного раствора тетраэтоксисилана	2500—3000	Серо-голубой (почти без цвета)	9,7—10,4
2	18 %-ный раствор тетраэтоксититана	2000—2600	Серый с оттенками от голубого до зеленого	8,8—11,0
3	12 %-ный раствор тетраэтоксисилана	2200—2800	Яркий сине-фиолетовый, пурпурно-фиолетовый	1,1—1,8

7.12.3 При подборе режима нанесения покрытий для деталей других размеров рекомендуется использовать начальные данные таблицы 4.

7.12.4 Деталь с просветляющим покрытием должна иметь яркий сине-фиолетовый цвет и спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ от 1,1 % до 1,8 %.

7.13 Нанесение просветляющих покрытий для области спектра от 1,0 до 2,0 мкм

7.13.1 Оптические толщины 1-го, 2-го и 3-го слоев просветляющего покрытия, снижающего отражение поверхности детали в области спектра от 1,0 до 2,0 мкм, соответственно равны (260 ± 20) нм, (625 ± 25) нм и 320 нм.

7.13.2 Во избежание растрескивания слой тетраэтоксититана наносят в два приема (слои оптической толщины от 300 до 320 нм). При этом просветляющее покрытие в целом состоит из четырех технологических слоев.

7.13.3 Рекомендуемые режимы нанесения просветляющего покрытия, снижающего спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ в области спектра от 1,0 до 2,0 мкм, на детали из стекла марки К8 диаметром или диагональю от 30 до 60 мм приведены в таблице 5.

Таблица 5

Номер оптического слоя	Номер технологического слоя	Концентрация пленкообразующего раствора, % по массе	Скорость вращения детали, мин ⁻¹	Цвет слоя просветляющего покрытия после прогрева	Спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$, %
1	1	Смесь 17 %-ного раствора тетраэтоксититана и 17 %-ного раствора тетраэтоксисилана	2000—2800	Желто-коричневый	5,6—6,8

Окончание таблицы 5

Номер оптического слоя	Номер технологического слоя	Концентрация пленкообразующего раствора, % по массе	Скорость вращения детали, мин ⁻¹	Цвет слоя просветляющего покрытия после прогрева	Спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$, %
2	2	17 %-ный раствор тетраэтоксититана	2000—2600	Желто-розовый	12,0—12,6
	3	17 %-ный раствор тетраэтоксититана	2000—2600	Розовый, допускаются желтые и сиреневые оттенки	13,4—14,2
3	4	24 %-ный раствор тетраэтоксисилана	2200—2600	Желтый, допускаются розовые и коричневые оттенки	11,4—12,8

7.13.4 При нанесении просветляющих покрытий на детали других размеров рекомендуется использовать начальные данные таблицы 5.

7.13.5 Цвет и спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ оптических и технологических слоев просветляющего покрытия должны соответствовать данным, указанным в таблице 5.

7.13.6 Деталь с просветляющим покрытием при просмотре в отраженном свете должна иметь желтый цвет (допускаются розовые и коричневые оттенки), спектральный коэффициент отражения $\rho(\lambda)$ в белом свете — не более 1,3 %.

7.14 Сушка просветляющих покрытий

7.14.1 Сушку слоев проводят при температуре от 300 °С до 350 °С в сушильном шкафу или электропечи.

7.14.2 Технологические слои прогревают без выдержки при указанных температурах. Температуру печи доводят до температуры от 300 °С до 350 °С, после чего печь выключают.

Не допускается вынимать детали из печи и помещать в печь при температурах выше (42 ± 2) °С.

Режим термообработки, т. е. скорость нагрева и скорость охлаждения, а также предельная температура нагрева зависят от габаритов детали и марки стекла. Для деталей диаметром от 10 до 200 мм из силикатного стекла химически стойких марок, допускающих нагрев до температуры от 300 °С до 350 °С, скорость нагрева и скорость охлаждения составляют от 100 °С/ч до 200 °С/ч.

7.14.3 После нанесения последнего слоя детали прогревают при температуре от 300 °С до 350 °С с выдержкой от 0,5 до 1 ч.

8 Контроль характеристик просветляющих покрытий

8.1 Контроль характеристик просветляющих покрытий — по ГОСТ Р 71279—2024 (раздел 8) со следующими дополнениями.

8.2 Контроль соответствия оптических характеристик просветляющих покрытий требованиям чертежа, указанным по ГОСТ Р ИСО 9211-2, проводят на спектрофотометрах.

Контроль проводят по спектральному коэффициенту отражения $\rho(\lambda)$ в соответствии с требованиями, указанными на чертеже.

Если на чертеже не указана погрешность измерения спектрального коэффициента отражения или не приведен перечень приборов, обеспечивающих необходимую точность измерений, то для контроля спектрального коэффициента отражения применяют средства измерений с допустимой относительной погрешностью измерения не более 10 %.

Если при измерениях получена относительная погрешность более 10 %, то в протоколе указывают, что проведено не измерение, а выполнена оценка измеряемой величины.

Допускается проведение контроля просветляющих покрытий по спектральному коэффициенту пропускания $\tau(\lambda)$ при обеспечении допустимой абсолютной погрешности измерения не менее абсолютной погрешности, требуемой при контроле по спектральному коэффициенту отражения $\rho(\lambda)$.

8.3 Механическую прочность, адгезию и влагостойкость защитных покрытий проверяют на контрольных образцах по ГОСТ Р ИСО 9211-4 согласно требованиям, указанным на чертеже по ГОСТ Р 59608.3.

9 Требования безопасности

Требования безопасности — по ГОСТ Р 71279—2024 (раздел 9).

УДК 681.7.026.6:006.354

ОКС 37.020

Ключевые слова: оптика и фотоника, детали оптические для областей спектра от 0,5 до 2,0 мкм, типовые технологические процессы нанесения трехслойных ахроматических просветляющих покрытий из растворов на оптические детали

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.04.2024. Подписано в печать 26.04.2024. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

