АППАРАТУРА ДЛЯ КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ МАЛОГАБАРИТНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

В.Е. Сабинин, С.В. Солк, С.Е. Шевцов
188540, г. Сосновый Бор Ленинградской обл., ФГУП НИИКИ ОЭП,
т. (81369) 21188 e-mail: solk@sbor.net

Разработан, изготовлен и апробирован настольный комплекс для проведения испытаний оптических элементов с покрытиями на воздействие паров воды, соляного тумана, песка и пыли.

Оптические элементы, входящие в состав различных приборов, как правило, имеют отражающие, просветляющие, защитные, спектроделительные или другие покрытия. Покрытия, улучшая оптическое качество, часто понижают устойчивость к воздействию факторов внешней среды. Особенно это обстоятельство является значимым для покрытий в ИК диапазоне оптического спектра. Для распространённых материалов именно покрытия обеспечивают почти половину прозрачности кремния, германия, около трети для сульфида и селенида цинка. Плёнкообразующие материалы – сульфиды, галогениды часто имеют пониженную устойчивость к водяному пару, недостаточную механическую прочность. Распространённые материалы, имеющие высокую прозрачность – сапфир, фтористый барий и пр., имеют плохую адгезию к стандартным плёнкообразующим материалам. Поэтому перед разработчиком всегда возникает дилемма – выбрать конструкцию покрытия, обеспечивающего максимальное оптическое качество, или бороться за повышение устойчивости к внешним воздействиям.

К деградации покрытий приводят колебания температуры, наличие в атмосфере паров воды, природных и техногенных примесей, воздействие песка и пыли. Предпочтительно заранее знать устойчивость покрытий при работе в условиях, приближённых к режиму реальной эксплуатации, что позволяет оптимизировать конструкционные решения. Такую информацию получают, проводя испытания по методикам национальных или международных стандартов. Однако решение этой проблемы затруднено тем, что испытания - процесс трудоёмкий и дорогостоящий, требует специального оборудования и высокой квалификации исполнителей.

С целью повышения доступности необходимой информации на этапе выбора замысла и проектирования, нами создан комплекс аппаратуры и упрощённых методик экспресс-контроля устойчивости оптических покрытий к воздействию факторов внешней среды. К ним мы относим воздействие влажной атмосферы, соляного тумана и «абразивных» факторов. Комплекс имеет малые габариты, прост в изготовлении и размещается на письменном столе. Испытания проводят на образцах - свидетелях, диаметром около 30 мм, на которые нанесены покрытия, качество которых необходимо исследовать. Комплекс позволяет решать задачу оптимизации выбора материалов и технологий и, в некоторых случаях, задачу составления прогноза поведения изделия во времени.

1. Аппаратура и методика проведения испытаний на устойчивость к воздействию влажной атмосферы.

Основная задача методики – возможность создания воспроизводимых условий температуры и влажности в испытательной камере и их поддержание во времени с заданной точностью. За основу при выборе режима взяты требования Американского стандарта MIL-C-48497A, п. 3.4.1.2. Свидетели размещают в камере, которая в свою очередь помещена в водяном термостате. Перед рабочим циклом, термостат

настраивают на заданную температуру. Продолжительность выхода на стационарный температурный режим с точностью не хуже ± 0,5° С в интервале температур от + 25 до + 70° С обычно не превышает 2 часов. Стандартная температура 104 ± 4° F, или 48.8 ± 2,2° С. Относительная влажность 95 ≤ Р ≤ 100 %, что соответствует парциальному давлению водяного пара в пределах 83,0 – 87.3 мм рт. ст. Продолжительность испытаний выбирают исходя из необходимости получения надёжных результатов. Испытания могут быть проведены в непрерывном режиме, или в последовательности 8-часовых рабочих смен. Оценку результатов проводят визуально по методологии экспертных оценок или по оптическим параметрам, включающим измерение спектральных коэффициентов пропускания, зеркального отражения и диффузного рассеяния.

Исследованы два типа просветляющих в спектральном диапазоне 3 – 5 мкм покрытий на кремнии, полученные от разных предприятий, которые их разработчиками названы алмазоподобными (образцы 1 и 2), в сравнении с вакуумными покрытиями, разработанными с участием авторов (образец № 3). Все покрытия однослойные, имеют сходные оптические характеристики. За 10 суток испытаний по сменам последствия не обнаружены. Через 30 суток на образцах № 1 – нет дефектов, на образцах № 2 обнаружены единичные точечные дефекты, на образцах № 3 – единичные дефекты. Во всех случаях, различия оптических характеристик не превышали величин воспроизводимости измерений. То есть, оптические отклонения не обнаружены, а дефекты определены как нарушающие товарный вид. Соотношение устойчивости исследованных покрытий к воздействию водяного пара при заданной температуре, методом экспертных оценок определено как 10 : 9 : 8.

2. Методика проведения испытаний вакуумных оптических покрытий на устойчивость к воздействию соляного тумана.

Основная задача – создание воспроизводимых характеристик температуры, влажности и содержания соли на оптической поверхности и их поддержание во времени с заданной точностью. За основу при выборе условий выбраны требования одного из национальных стандартов.

При работе по этому стандарту раствор NaCl в дистиллированной H_2O (50 г NaCl на 1 литр H_2O) распыляют потоком воздуха при 35°С так, чтобы размер капель был в пределах 1 – 10 мкм, а содержание раствора в воздухе составляло 2 – 3 г/м^3. Смесь распыляют 15′, затем 45′ выдерживают образец в атмосфере с парциальным давлением паров воды ≥ 95 % от насыщенного при 35° С. В таком режиме работают от 2 до 7 суток. Таким образом, испытания включают нанесение на поверхность покрытия раствора NaCl и затем выдерживание этой поверхности в атмосфере, имеющей заданную температуру и влажность.

При работе по методике, готовят насыщенный при комнатной температуре раствор NaCl в 96% водном растворе этилового спирта. Ваткой, намотанной на деревянную палочку, равномерно наносят этот раствор на поверхность, нагретую до рабочей температуры. Жидкость испаряется за 10 – 20 секунд, оставляя на поверхности равномерный налёт соли. Удобно наносить раствор на половину поверхности свидетеля. Уже сухой свидетель помещают в испытательную камеру и проводят испытания на устойчивость к воздействию влажной атмосферы так, как это описано в § 1. Оценку проводят визуально регистрируя дефекты покрытия на смоченной раствором половине свидетеля и контрольной половине. При необходимости, могут быть использованы приборные методы.

Для испытаний использовано 3–слойное покрытие на стекле, обеспечивающее просветление в видимом диапазоне оптического спектра. Раствор NaCl нанесён на половину поверхности свидетелей, после чего они испытаны по методике в течение 10

суток. Обнаружены дефекты покрытия по всей поверхности образца в виде достаточно крупных участков. Измерения оптических характеристик показывали низкую воспроизводимость, поскольку размеры дефектных участков были сопоставимы с размерами пятна засветки на поверхности свидетеля, определяемыми оптической схемой прибора. Соотношение общей площади дефектов на участках поверхности обработанной и не обработанной раствором, определённое визуально найдено равным 10 : 6. Иными словами, наличие соли на поверхности покрытия увеличивает скорость деградации исследуемого покрытия почти вдвое.

3 Аппаратура и методика проведения испытаний покрытий на устойчивость к абразивному воздействию.

Основная задача методики – создание воспроизводимых условий интенсивности взаимодействия абразивных материалов с оптической поверхностью так, чтобы отсутствовали преимущественные направления этого взаимодействия при условии постоянства интенсивности взаимодействия поверхности и абразива. Для этого, на дно цилиндра, диаметром 250 – 300 мм насыпают слой шлифовального порошка и обеспечивают вращение этого цилиндра с постоянной скоростью в пределах 10 – 20 оборотов в минуту. Так, чтобы отсутствовал центробежный эффект. Над поверхностью порошка размещают пластину с несколькими кольцевыми прорезями с диаметром, соответствующим диаметру свидетелей и обеспечивают её вращение со скоростью 10 – 20 об/мин. Центр вращения пластины находится в зоне половины радиуса цилиндра. В прорези помещают свидетели, плоской оптической поверхностью вниз так, чтобы они свободно лежали на порошке и включают вращение. Данная конструкция обеспечивает требуемую воспроизводимость результатов, что подтверждено экспериментально.

Контроль осуществляют, измеряя зависимость коэффициента диффузного рассеяния R_d испытываемой оптической поверхности от времени τ. Результаты измерений наносят на график R_d (τ), который имеет вид близкий линейному. Для построения графика проводят не менее 4 измерений.

Мерой устойчивости материала поверхности к абразивному воздействию принята величина, обратно пропорциональная производной $dR_d/d\tau$. Измерения R_d осуществляют на спектрофотометре СФ-18 или иным доступным способом. При необходимости учитывают удельное давление на поверхность (массу свидетеля или наличие дополнительного груза). Возможно сопоставление результатов путём сравнения значений скорости истирания, экстраполированных к давлению на оптическую поверхность равную 0. Для материалов, имеющих существенно различные по абсолютной величине значения $Rz(\lambda)$, учитывают вызванное этим обстоятельством различие $R_d(\lambda)$. В этом случае, после обработки на поверхности напыляют слой отражающего материала, например, алюминия и проводят сопоставление в одинаковых условиях. Такой подход необходимо использовать при сравнении результатов полученных, например, для поверхностей стекла и кремния, молибдена и алюминия и пр.

При необходимости, шлифпорошок заменяют материалом с иной твёрдостью, например, окисью магния, титана и т.д.

Для испытаний свидетель из сплава 1201 диаметром 30 и толщиной 4 мм разместили на порошке окиси хрома № 6, включили вращение цилиндра и пластин. Исходное значение R_d на длине волны λ = 600 нм равно 5,8 ед. (около 5 % абс). Последующие значения, измеренные с интервалом вращения 10 мин, равны соответственно 8,0, 10,1, 12,9, 15,2 ед. Найдено, что $dR_d/d\tau$ = 2,43 ед./час. Для другого свидетеля 2,32 ед./час. Для свидетелей из сплава АМГ- 6, при этих условиях получены

значения производной 2,60 и 2,40 ед./час, для латуни - 4,0 и 3,1 ед./час. Данные результаты характеризуют воспроизводимость методики.

Испытаны два свидетеля из сплава 1201 с одинаковой площадью поверхности, и с массой 7 и 37 грамм. Получены величины производной $dR_d/d\tau$ соответственно 0,58 и 1,43. Экстраполируя эту величину на значение массы = 0, получаем $dR_d/d\tau_{m=0} = 0,32$.

Относительная устойчивость к истиранию образцов сульфида и селенида цинка определена как 1,2 : 1,0.

ВЫВОДЫ.

1. Создан настольный комплекс и разработаны методики экспресс-контроля сравнительной устойчивости оптических покрытий к истиранию, воздействию влажной атмосферы и соляного тумана.
2. Показано, что методики позволяют получать воспроизводимые результаты, пригодные для принятия решений при выборе проектной конструкции и отработке технологий.