

УДК 681.7.026.3, 681.7.049

Влияние способа чистки на качество подготовки поверхностей оптических деталей

© 2021 г. **Ю. С. Алешина***; **Д. Ю. Кручинин***, канд. техн. наук;
Е. П. Фарафонтова**, канд. техн. наук

**Производственное объединение «Уральский оптико-механический завод им. Э.С. Яламова», Екатеринбург*

***Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург*
E-mail: klip3@mail.ru

Поступила в редакцию 18.12.2020

DOI:10.17586/1023-5086-2021-88-07-77-81

Рассмотрены проблемные вопросы, связанные с операцией чистки (подготовки поверхности) оптических деталей на производстве. Многие рассмотренные способы являются устаревшими и не удовлетворяют требованиям технологий, проводимых в чистых помещениях. Установлено, что гидромеханический способ чистки позволяет получить поверхности оптических деталей с гидрофильными свойствами и его можно применять в условиях чистых помещений при изготовлении деталей, имеющих нулевые классы чистоты полированных поверхностей.

Ключевые слова: чистка оптической детали, подготовка поверхности оптической детали, гидромеханический способ.

Код OCIS: 220.4610

ВВЕДЕНИЕ

Одной из наиболее ответственных операций технологических процессов нанесения химических и вакуумных покрытий, фотолитографии, склеивания, соединения оптических деталей (ОД) методом глубокого оптического контакта является операция чистки, или подготовки поверхности. Некачественно проведенная чистка может привести к отслоению покрытий, ухудшению оптических и технических характеристик ОД и сборок, ухудшению технологических свойств покрытий, расклеиванию и др.

Задачей операции чистки является удаление с поверхности всех загрязнений и создание необходимого состояния поверхности. Поверхность чистого силикатного стекла обладает гидрофильными свойствами. Для контроля наличия органических загрязнений на поверхности применяется способ определения краевого угла смачивания водой, который яв-

ляется характеристикой состояния поверхности [1–2]. Краевой угол смачивания водой (далее — угол смачивания) силикатного стекла составляет 6° [3].

Имеются разные способы чистки. В стандарте [4] предлагается использовать для чистки органические растворители и их смеси, а также вату, салфетки из батиста и других протирочных материалов. При этом только в приложении сообщается об обезжиривании салфеток и допускается использование обезжиренной ваты. Контроль качества чистки осуществляется визуально. Из этого следует, что основное внимание при чистке должно быть направлено на удаление видимых загрязнений. Какое будет состояние поверхностей в результате использования предлагаемых способов, остается неизвестным.

В стандарте [5] для подготовки поверхности перед нанесением фоторезиста в техноло-

гии обратной фотолитографии предлагается использовать хромовую смесь или азотную кислоту с последующей промывкой дистиллированной водой на центрифуге и чисткой с использованием ваты, смоченной осушенным и перегнанным этиловым спиртом, затем ацетоном марки «ос. ч.». Непонятно, какое состояние поверхности после такой чистки получается и какое состояние поверхности ОД авторы хотели бы получить. Известно [6–7], что для нанесения диазохинонового фоторезиста поверхность должна обладать гидрофобными свойствами. В данном случае гидрофобность может появиться только от использования ваты, смоченной растворителями.

В руководящем материале [8] для подготовки поверхности перед напылением хромового покрытия вакуумным способом предлагается также использовать азотную кислоту с последующей промывкой водой с помощью ваты и чисткой полиритом, нанесенным на влажную вату, промывкой дистиллированной водой и сушкой на центрифуге. Допускается подложку после чистки полиритом и промывки водой сушить обезжиренной батистовой салфеткой, смоченной этиловым спиртом. Можно предположить, что в результате такой чистки поверхность должна обладать гидрофильными свойствами, так как в противном случае при напылении будут образовываться соединения хрома и оставшихся органических веществ. Эти соединения не удаляются при травлении хромового покрытия и приводят к браку в технологии прямой фотолитографии [9].

В стандарте [10] для подготовки поверхности можно применять хромовую смесь или использовать для чистки обезжиренные салфетки, вату, спиртоэфирную смесь, обезвоженный спирт. Контроль состояния поверхности не предусмотрен.

Для чистки в технологии обратной фотолитографии [7] используется гидромеханический способ. Он позволяет полностью очистить поверхность от всех видов загрязнений, а также получить гидрофильное состояние поверхности. Для получения гидрофобного состояния поверхности, на которую будет наноситься фоторезист, делается обработка в парах гексаметилдисилазана (ГМДС) [6–7]. В этой технологии состояние поверхности оп-

ределяется качественно по растеканию воды. Такой же способ чистки используется и в технологии склеивания [11–12].

Таким образом, в оптических технологиях применяются разные способы чистки поверхностей. Основное внимание обращается на удаление видимых загрязнений. Эффективность способов чистки с точки зрения состояния поверхностей ОД не всегда определена, хотя от нее зависит присутствие органических веществ, что оказывает значительное влияние на свойства ОД и сборок. Задачей исследования является определение эффективности способов чистки с точки зрения получения гидрофильной поверхности стекла.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Для проведения эксперимента были подготовлены полированные образцы из стекла К8. Все образцы после полировки были промыты по технологии с использованием метилпиirroлидона [13]. Последующая чистка и обработка поверхностей образцов проводилась одним из перечисленных ниже способов.

1. Чистка гидромеханическим способом с использованием безворсового материала, время подачи щелочного раствора 10 с, время подачи воды 10 с, сушка 10 с, скорость вращения центрифуги 3500 об/мин [7].

2. Образцы, обработанные в соответствии с п. 1, были дополнительно обработаны в парах ГМДС [7].

3. Чистка обезжиренной батистовой салфеткой, смоченной обезвоженным этиловым спиртом [4].

4. Чистка обезжиренной батистовой салфеткой, смоченной смесью обезвоженного этилового спирта и петролейного эфира в соотношении 1:9 [4, 14, с. 608].

5. Обработка азотной кислотой, промывка дистиллированной водой и сушка на центрифуге [5].

6. Чистка по п. 5, дополнительно чистка ваты тампоном, смоченным обезвоженным этиловым спиртом, ацетоном «ч.д.а.» [5].

7. Обработка азотной кислотой, промывка в дистиллированной воде с помощью ватного тампона, чистка полиритом с помощью влажного ватного тампона, промывка в дистиллированной воде, сушка на центрифуге [8].

8. Чистка по п. 7, дополнительно сушка обезжиренной батиновой салфеткой, смоченной обезвоженным этиловым спиртом [8].

9. Чистка ватным тампоном, смоченным спиртоэфирной смесью, сушка обезжиренной батиновой салфеткой, чистка обезжиренной батиновой салфеткой, смоченной обезвоженным этиловым спиртом [10].

10. Обработка в азотной кислоте, промывка в дистиллированной воде, чистка гидромеханическим способом по п. 1.

11. Чистка по п. 10, дополнительно чистка обезжиренной батиновой салфеткой, смоченной смесью обезвоженного этилового спирта и петролейного эфира в соотношении 1:9.

Каждый вид подготовки поверхности проводился не менее чем на двух образцах. На каждом образце измерение краевого угла смачивания водой проводилось на трех каплях воды с двух сторон каждой капли. Все полученные размеры углов усреднялись. Измерение проводилось на контрольно-измерительной машине GLOBAL PERFORMANCE с использованием оптической головки с оптическим датчиком HEXAGON HP-C-VE.

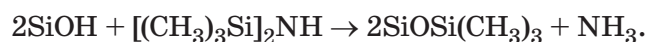
Обезжиривание батиновых салфеток осуществлялось в растворе щелочи [15, с. 35].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты измерения угла смачивания представлены в табл. 1.

Наиболее чистое стекло было получено последовательной обработкой в азотной кислоте и гидромеханической чисткой (п. 10). Полученный результат соответствует углу смачивания для силикатного стекла [3]. Близкий результат был получен при использовании гидромеханической чистки (п. 1). Но этот способ является более технологичным и безопасным.

Наибольший угол смачивания был получен в результате обработки поверхности, очищенной гидромеханическим способом и в парах ГМДС (п. 2). Поверхность стекла покрывается метильными группами, что определяет ее гидрофобные свойства [6]



В технологии промывки с использованием метилпирролидона применяются также ще-

Таблица 1. Угол смачивания в зависимости от способа подготовки поверхности

Способ подготовки поверхности	Угол смачивания, град
Промывка с использованием метилпирролидона	23,8
Гидромеханическая чистка по п. 1	7,0
Обработка в парах ГМДС по п. 2	70,8
Чистка по п. 3	28,8
Чистка по п. 4	26,2
Чистка по п. 5	12,5
Чистка по п. 6	15,8
Чистка по п. 7	8,5
Чистка по п. 8	22,5
Чистка по п. 9	26,8
Чистка по п. 10	6,5
Чистка по п. 11	13,8

лочные растворы. Казалось бы, обработанные поверхности должны обладать гидрофильными свойствами, но угол смачивания этих поверхностей далек от угла, соответствующего чистому стеклу. Вероятно, угол смачивания повышает применяемое при завершении промывки поверхностно-активное вещество (ПАВ), которое используется для обезвоживания поверхности.

Чистки поверхностей по п. 5 и п. 7 можно отнести, как и гидромеханический способ, к беспротирочным способам. Использование азотной кислоты, полирита и сушки на центрифуге (п. 7) дает достаточно хороший результат. Использование азотной кислоты и сушки на центрифуге (п. 5) дает несколько больший угол смачивания. Дополнение этих способов чисткой с использованием растворителей (п. 6 и п. 8) приводит к повышению угла смачивания.

Использование протирочных способов (п. 3, п. 4, п. 9) приводит к увеличению угла смачивания по сравнению с промывкой по технологии с использованием метилпирролидона.

Дополнительно было проведено изучение влияния растворителей на угол смачивания поверхности стекла. Для этого образцы стекла после промывки с использованием метилпирролидона и гидромеханической чистки поливались на центрифуге в течение 10 с одним

Таблица 2. Влияние растворителей на угол смачивания поверхности стекла

Вид растворителя	Угол смачивания, град
Ацетон «ч.д.а.»	10,6
Смесь обезвоженного этилового спирта и петролейного эфира в соотношении 1:9	17,8
Обезвоженный этиловый спирт	20,1

из растворителей: ацетоном, смесью спирта и петролейного эфира, обезвоженным этиловым спиртом. Результаты представлены в табл. 2.

Угол смачивания меняется от 7° после гидромеханической чистки до значений, указанных в табл. 2. Все виды растворителей приводят к повышению угла смачивания поверхности стекла. Наименьшее повышение угла смачивания происходит в случае ацетона, что обусловлено, вероятно, тем, что он является химическим реактивом высокой степени очистки.

Наименее эффективными способами чистки с точки зрения получения гидрофильной поверхности стекла являются способы, использующие протирочные материалы и растворители. Эти способы увеличивают угол смачивания поверхностей, получаемых после промывки с использованием метилпиридола (п. 3, п. 4, п. 9). Вероятно, ПАВ, которое используется в технологии промывки, не удаляется протирочными способами. Его можно удалить, только используя сильный окислитель (азотная кислота) или раствор щелочи. В случае использования хорошо обезжиренных протирочных материалов угол смачивания очищаемой поверхности повышается в результате влияния загрязнений, имеющихся в применяемых растворителях.

Более эффективны способы чистки, включающие обработку в азотной кислоте и последующую чистку протирочными материалами, смоченными растворителями (п. 6, п. 8, п. 11). В этом случае ПАВ, вероятно, удаляется, но появляются загрязнения, вносимые растворителями.

Самыми эффективными способами чистки являются беспротирочные способы. Они характеризуются обработкой в неорганической

жидкости с промывкой в дистиллированной воде и сушкой методом центрифугирования. Применение неорганических окислителей, таких как азотная кислота или хромовая смесь, создает значительные проблемы с точки зрения охраны труда и экологии, является трудоемким процессом. Наилучшим способом подготовки поверхности стекла является гидромеханический способ. Он позволяет получить гидрофильные поверхности, удаляет практически все возможные загрязнения, имеет высокую производительность. К недостаткам можно отнести то, что не все виды ОД можно чистить таким способом. Самый низкий угол смачивания поверхности стекла можно получить сочетанием обработки в азотной кислоте и гидромеханического способа. Но в этом случае имеются все недостатки, связанные с использованием азотной кислоты.

Таким образом, разные способы чистки поверхности стекла позволяют получить разную степень загрязнения органическими веществами. Наиболее эффективным и производительным способом подготовки поверхности является гидромеханический способ. Он позволяет получить гидрофильное состояние поверхности и удалить все видимые загрязнения [7, 11]. Кратковременное воздействие щелочного чистящего раствора и мягкого безворсового материала не повреждает полированные поверхности стекол разных марок и не снижает их класс чистоты. Для крупногабаритных деталей и деталей сложной формы кроме центрифугирования возможна разработка других видов гидромеханической чистки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотренные виды операции чистки приводят к разной степени очистки поверхностей ОД. Многие из рассмотренных способов являются устаревшими из-за низкой производительности, высокой опасности для работающих и для окружающей среды, низкого качества подготовки поверхности, но в то же время продолжают использоваться. Несоответствующее качество поверхности может быть не только из-за остатков органических веществ, но и в результате применения ворсистых материалов, таких как вата и батист. Эти способы не совместимы с технологиями, проводимыми

в чистых помещениях. Гидромеханический способ чистки при высокой производительности позволяет получить поверхности ОД, имеющие гидрофильные свойства, на которых под микроскопом при увеличении $50\times$ не на-

блюдается никаких загрязнений. Этот способ применяется в условиях чистых помещений при изготовлении деталей, имеющих нулевые классы чистоты полированных поверхностей [7, 11].

ЛИТЕРАТУРА

1. Сумм Б.Д., Горюнов Ю.В. Физико-химические основы смачивания и растекания. М.: Химия, 1976. 232 с.
2. Готра З.Ю. Технология микроэлектронных устройств. Справочник. М.: Радио и связь, 1991. 528 с.
3. Абрамзон А.А. Поверхностно-активные вещества: свойства и применение. Л.: Химия, 1981. 304 с.
4. ОСТЗ-6420-88. Детали оптические. Типовые технологические процессы чистки.
5. ОСТЗ-6209-86. Шкалы и сетки фотографические. Типовые технологические процессы получения с применением позитивных фоторезистов на основе диазосоединений.
6. Моро У. Микролитография. М.: Мир, 1990. 1239 с.
7. Кручинин Д.Ю. Способ изготовления оптических шкал обратной фотолитографией // Патент России № 2370799. 2009.
8. РТМЗ-1652-84. Лимбы кодовые. Типовые технологические процессы изготовления контактным копированием.
9. Прегер Г.-Ю. Технологические аспекты изготовления оптических шкал и сеток // Йенское обозрение. 1986. № 2. С. 86–91.
10. ОСТЗ-5103-90. Детали оптические. Типовой технологический процесс нанесения покрытий из алюминия, хрома и титана.
11. Кручинин Д.Ю., Яковлев О.Б. Способ склеивания оптических деталей // Патент России № 2454379. 2012.
12. Кручинин Д.Ю., Яковлев О.Б., Андронов М.П. Склеивание оптических деталей, имеющих нулевые классы чистоты полированных поверхностей // Оптический журнал. 2011. Т. 78. № 4. С. 73–75.
13. ОСТЗ-6419-88. Детали оптические. Типовые технологические процессы промывки.
14. Справочник технолога-оптика / Под ред. Окатова М.А. СПб.: Политехника, 2004. 686 с.
15. Молчанова О.С. Чистка оптических деталей: методические рекомендации. Л.: ГОИ, 1972. 61 с.