

УДК 620.179.118.4

Исследования поверхности оптических стекол методом интерферометрии белого света

© 2021 г. **О. Л. ПАРАМОНОВА***, АСПИРАНТ; **Н. Т. ШАРДАКОВ***, ДОКТОР ТЕХН. НАУК;
Д. Ю. КРУЧИНИН*, **, КАНД. ТЕХН. НАУК

*Уральский федеральный университет — Институт новых материалов и технологий, Екатеринбург

**Производственное объединение «Уральский оптико-механический завод», Екатеринбург

E-mail: n.t.shardakov@urfu.ru

Поступила в редакцию 17.06.2020

DOI:10.17586/1023-5086-2021-88-01-76-81

Методом интерференционной микроскопии белого света выполнены топографические исследования поверхности оптических стекол после их контакта с влажной атмосферой. Показано, что минимальные изменения шероховатости наблюдаются у силикатных стекол, максимальные — у боросиликатных, промежуточное положение занимают боратные стекла. У силикатных стекол увеличение шероховатости обусловлено ростом на поверхности выступов, у боросиликатных и боратных — ростом как выступов, так и впадин.

Ключевые слова: оптические стекла, относительная влажность, шероховатость, топографические исследования, интерференционная микроскопия.

Код OCIS: 240.5770

ВВЕДЕНИЕ

Ранее коллективом авторов настоящей статьи были выполнены профилометрические исследования поверхности оптических стекол, хранившихся во влажной атмосфере [1]. Показано, в частности, что коэффициент шероховатости R_z является величиной, слабо меняющейся с изменением условий испытаний, времени хранения и состава стекол. Было отмечено, что более полную информацию можно получить из топографических исследований.

Цель данной работы состояла в оценке шероховатости поверхности оптических стекол на основании топографических исследований методом интерферометрии белого света.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для исследований были отобраны стандартные бесцветные оптические стекла силикатные — марок К8, БК10, ТК21, боросиликатное

стекло СТК19 и боратное стекло ОФ4 [2]. Образцы представляли собой диски диаметром 20 и толщиной 5 мм, свежеполитованная поверхность которых соответствовала II классу чистоты. Стекла после подготовки поверхности хранились в герметичных контейнерах (эксикаторах) при температуре $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха $(23 \pm 1)\%$ (I серия) и $(63 \pm 1)\%$ (II серия). Время хранения менялось от 20 до 42 суток (таблица). Часть образцов каждой серии перед хранением обрабатывалась в парах гексаметилдизилозана (ГМДС) для нанесения гидрофобного покрытия [3].

Топографические исследования выполнялись с использованием интерференционного микроскопа белого света *NewView 7100* фирмы *Zygo*. Поверхность каждого образца изучалась трижды: сразу же после подготовки, после хранения в эксикаторе и после дополнительной выдержки при повышенных температуре

Время хранения образцов перед топографическими исследованиями

Марка стекла	Время хранения, сутки			
	Влажность воздуха, %			
	23	63	95	
	I серия	II серия	I серия	II серия
К8	21	20	+2	+1
БК10	21	37	+2	+7
ТК21	25	25	+3	+3
СТК19	42	35	+3	+7
ОФ4	40	35	+6	+7

Примечание. «+» означает дополнительное время выдержки при 50 °С и влажности 95%.

и влажности (таблица). Подробно подготовка образцов и методика исследования изложены в работе [1].

Топографические исследования выполнялись на площадке размером 1,45×1,45 мм, случайным образом выбранной на поверхности стекла (в центре образца, на половине радиуса и на краю). На каждом образце анализировались 3–5 таких площадок, данные по которым усреднялись. Определялись максимальный перепад высот PV , коэффициент шероховатости R_z (среднюю разность пяти самых высоких выступов и пяти самых глубоких впадин), максимальную высоту выступов h_{\max} и максимальную глубину впадин l_{\max} . Кроме того, оценивалось среднеквадратическое отклонение (СКО) выступов и впадин от средней плоскости, коэффициент шероховатости R_a (среднеарифметическое отклонение выступов и впадин от средней плоскости), анализировался также характер распределения выступов и впадин по поверхности. Случайная погрешность определения коэффициента шероховатости R_z составляла, как правило, 2–3 нм и лишь после дополнительных испытаний у боратного и боросиликатного стекол увеличивалась до 10 нм (уровень доверительной вероятности 0,95).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ДАННЫЕ

Топографические исследования поверхностного слоя крона К8

Исходная поверхность крона К8 характеризуется плавным периодическим изменением ре-

льефа («волнистостью»). Ближайшие выступы и впадины формируют «седлообразные» участки, период повторяемости рельефа составляет около 2 мм (рис. 1). На поверхности наблюдаются параллельно расположенные царапины, нанесенные частицами абразивного материала. Расстояние между царапинами около 50 мкм.

Максимальный перепад высот составляет 25–35 нм, коэффициент шероховатости $R_z = 15–20$ нм (рис. 2). Среднеквадратическое и среднеарифметическое отклонения не превышают 1 нм. Высота выступов исходной поверхности приблизительно равна глубине впадин (рис. 3).

Обработка стекол в парах ГМДС приводит к сглаживанию поверхности, коэффициент шероховатости R_z уменьшается до 12–13 нм, максимальный перепад высот — до 20–25 нм. Высота выступов при этом уменьшается, глубина впадин может как увеличиваться, так и уменьшаться.

Хранение стекол во влажной атмосфере приводит к увеличению коэффициента шероховатости R_z как обработанных в парах ГМДС поверхностей стекол, так и необработанных. Однако на обработанных поверхностях шероховатость увеличивается в меньшей степени, особенно наглядно этот эффект проявляется при повышенной влажности. Перепад высот увеличивается, в основном, за счет роста выступов.

Повышение температуры до 50 °С и относительной влажности до 95% при дополнитель-

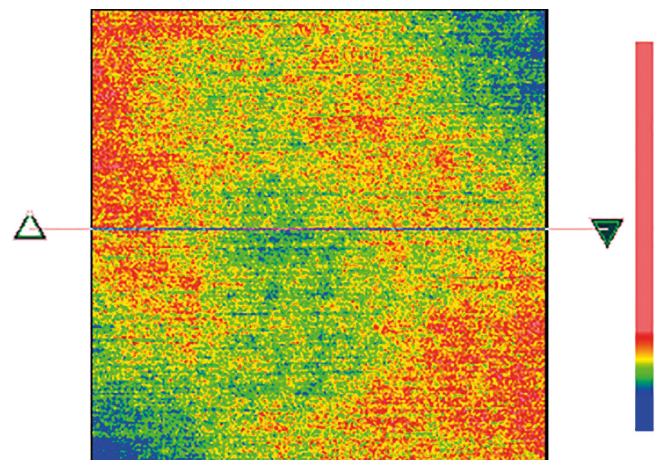


Рис. 1. Интерференграмма поверхности стекла К8 перед испытаниями. Цветовая шкала справа характеризует отклонения точек поверхности от средней плоскости — границы желтого и зеленого цветов.

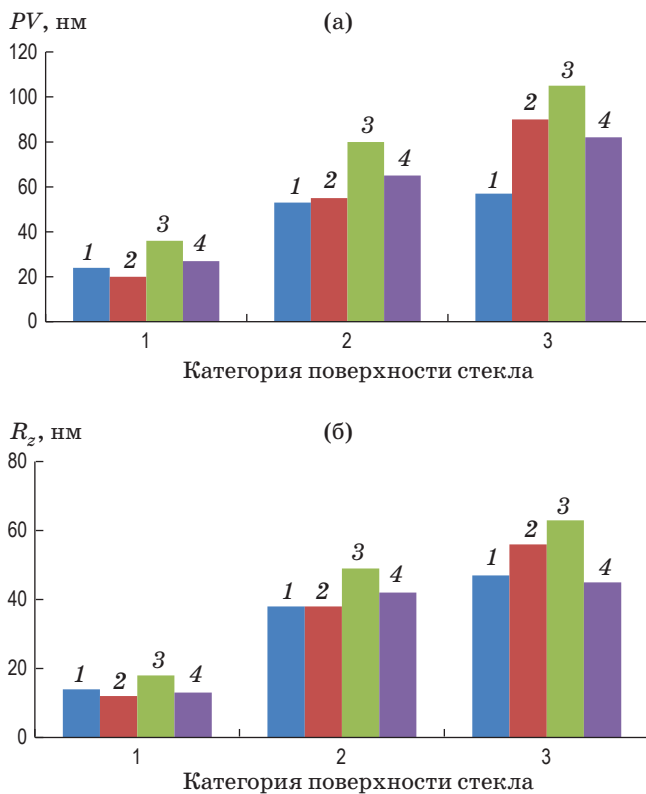


Рис. 2. Максимальный перепад высот (а) и коэффициент шероховатости (б) оптического стекла К8. 1, 2 — стекла I серии, 3, 4 — стекла II серии, 2, 4 — стекла, обработанные в парах ГМДС. Категории поверхности стекла: 1 — исходная, 2 — после хранения, 3 — после дополнительных испытаний.

ных испытаниях вызывает дальнейший рост коэффициента шероховатости R_z . Перепад высот увеличивается также за счет роста выступов, глубина впадин при этом меняется незначительно.

Следует отметить, что при выдержке крона К8 во влажной атмосфере значительно (почти на порядок) увеличиваются только локальные характеристики шероховатости — максимальный перепад высот PV и коэффициент шероховатости R_z , усредненные же показатели — среднеквадратическое (RMS) и среднеарифметическое (R_a) отклонения изменяются в значительно меньшей степени.

Топографические исследования поверхностного слоя баритового крона БК10

Частичная замена оксида кремния на оксид бария в баритовом кроне БК10 и введение в него оксида цинка не приводят к заметным отличиям показателей шероховатости от по-

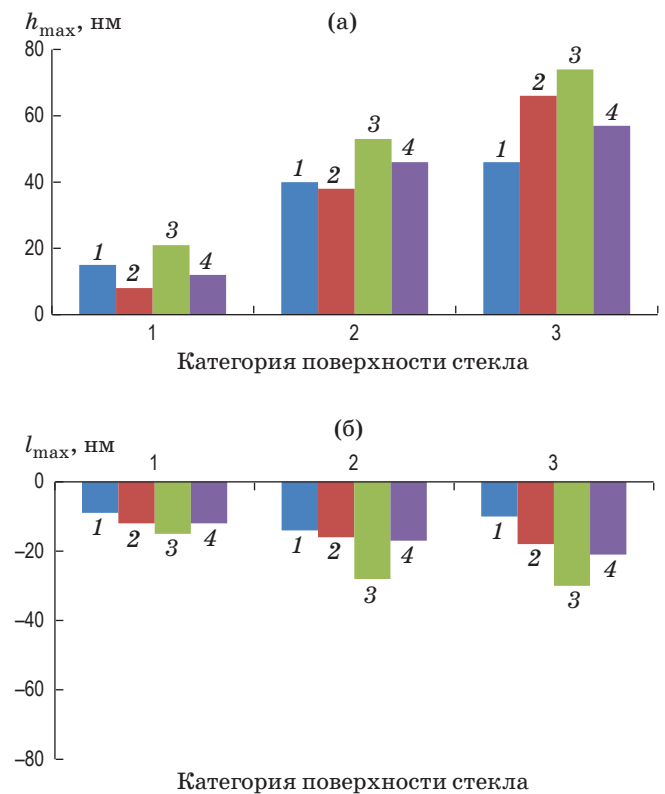


Рис. 3. Максимальная высота выступов (а) и максимальная глубина впадин (б) на поверхности оптического стекла К8. Здесь и далее условные обозначения те же, что и на рис. 2.

казателей шероховатости крона К8. У баритового крона также наблюдается рост коэффициента шероховатости R_z с повышением влажности атмосферы, а увеличение перепада высот происходит, в основном, за счет роста выступов.

Топографические исследования поверхностного слоя тяжелого крона ТК21

Дальнейшая замена оксида кремния оксидом бария в тяжелом кроне ТК21 и введение в него оксидов кальция и алюминия вместо оксидов щелочных металлов приводят к значительным изменениям в поверхностном слое этого стекла после его контакта с влажной атмосферой. Во-первых, происходит резкое увеличение шероховатости поверхности, особенно заметное в условиях повышенной влажности и температуры (рис. 4). Во-вторых, перепад высот увеличивается не только за счет роста выступов, но и за счет увеличения глубины впадин (рис. 5). Максимальный перепад высоты достигает 600 нм, коэффициент шерохова-

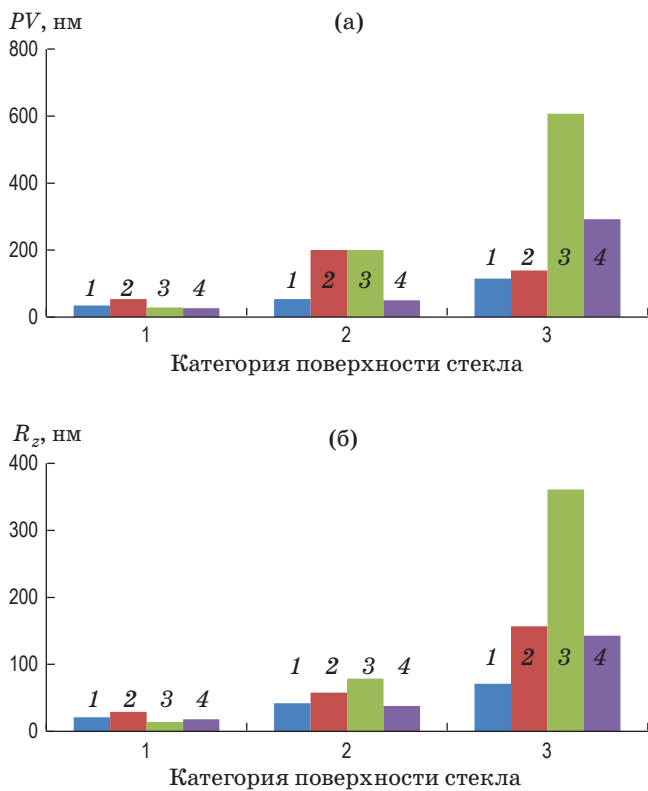


Рис. 4. Максимальный перепад высот (а) и коэффициент шероховатости (б) оптического стекла ТК21.

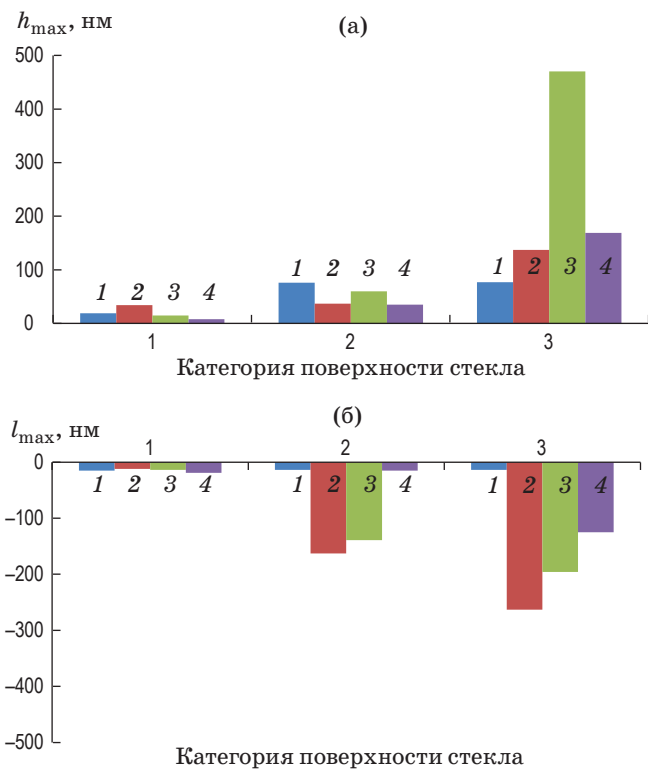


Рис. 5. Максимальная высота выступов (а) и максимальная глубина впадин (б) на поверхности оптического стекла ТК21.

тости R_z превышает 350 нм, высота выступов и глубина впадин увеличиваются до 470 и 260 нм соответственно. Увеличиваются также усредненные характеристики, в частности, СКО увеличивается примерно в два раза.

Топографические исследования поверхностного слоя сверхтяжелого крона СТК19

Почти полная замена основного стеклообразователя — оксида кремния на оксид бора и введение оксидов редкоземельных металлов (Y_2O_3 , La_2O_3) и ZrO_2 вместо оксида бария в сверхтяжелом кроне СТК19 приводят к дальнейшему росту показателей шероховатости поверхности после выдержки стекла во влажной атмосфере (рис. 6). Однако он имеет свои особенности: после дополнительных испытаний показатели шероховатости резко увеличиваются только у образцов, выдержанных в атмосфере с влажностью 63%. У образцов, выдержанных в «сухой» атмосфере с влажностью воздуха 23%, рост шероховатости практически не наблюдается. Перепад высот обусловлен ростом как выступов, так и впадин (рис. 7).

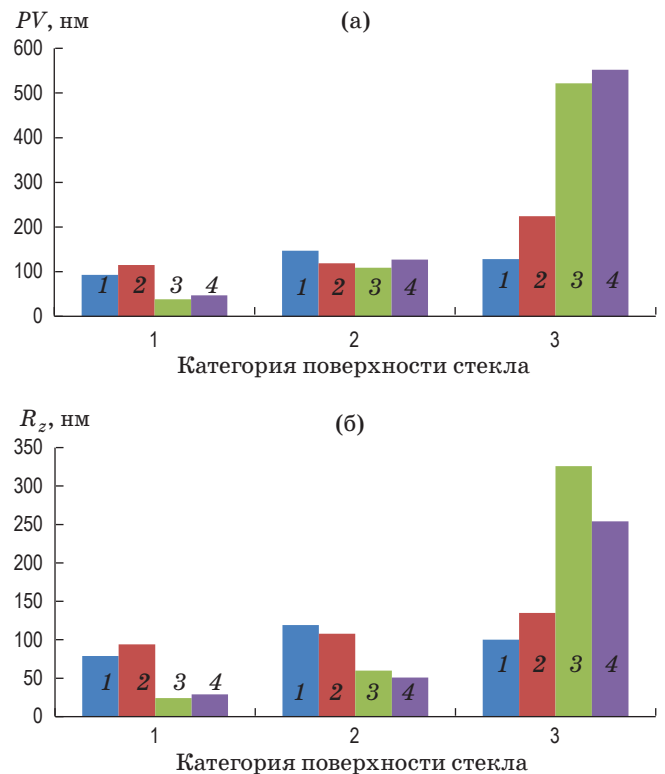


Рис. 6. Максимальный перепад высот (а) и коэффициент шероховатости (б) оптического стекла СТК19.

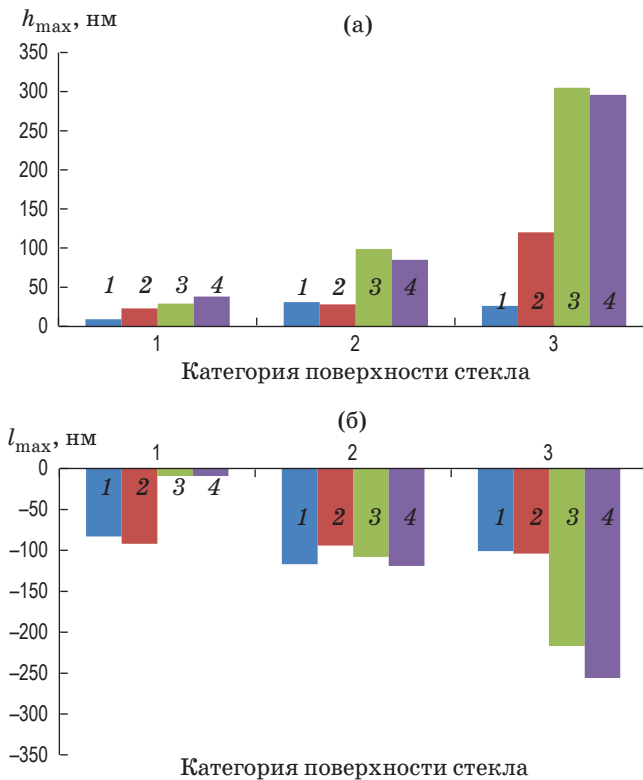


Рис. 7. Максимальная высота выступов (а) и максимальная глубина впадин (б) на поверхности оптического стекла СТК19.

Топографические исследования поверхностного слоя особого флинта ОФ4

Полная замена оксида кремния оксидом бора, а оксида цинка — оксидом свинца и почти полное удаление оксидов редкоземельных металлов за исключением оксида лантана в особом флинте ОФ4 практически не изменяют его показатели шероховатости по сравнению со сверхтяжелым кроном СТК19. Для этого стекла также характерен резкий рост коэффициента шероховатости R_z и максимального перепада высот только после дополнительных испытаний и, в основном, для тех образцов, которые предварительно были выдержаны в атмосфере с влажностью 63%. Увеличение перепада высот происходит как за счет роста выступов, так и углубления впадин.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

На поверхности оптических стекол после полировки и гидромеханической очистки наблюдаются два типа неровностей: крупномасштабные в виде «седловидных» участков

поверхности и мелкомасштабные, представляющие собой следы от воздействия частиц абразивного материала и полирующих растворов (рис. 8, 9). Период повторяемости первых составляет примерно 2 мм, вторых — 50 мкм.

При обработке в парах ГМДС на поверхности стекол образуется пленка силоксана (рис. 9), в результате средняя плоскость поверхности смещается вверх. Высота выступов при этом уменьшается. Поскольку пленка не сплошная, в местах ее разрывов расстояние от нового положения средней плоскости до дна впадин увеличивается. Если же на анализируемом участке разрывов пленки нет, глубина впадин также уменьшится. По этой причине после обработки стекол в парах ГМДС высота выступов, как правило, уменьшается, а глубина впадин может как уменьшаться, так и увеличиваться.

Взаимодействие силикатных оптических стекол с влажной атмосферой характеризуется извлечением легкорастворимых компонентов, как правило, оксидов щелочных металлов

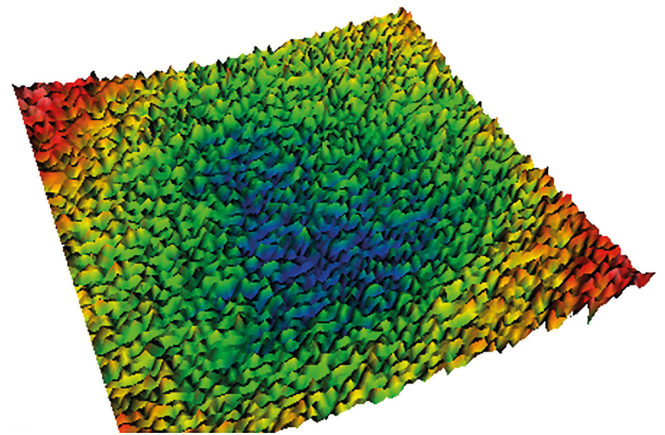


Рис. 8. Трехмерная модель исходной поверхности оптического стекла ОФ4.

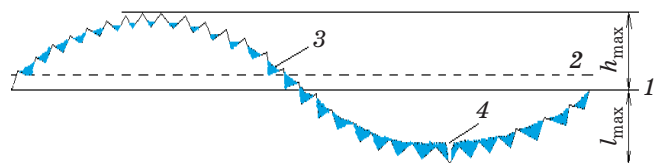


Рис. 9. Схема профиля поверхности стекла. 1 — средняя линия профиля исходной поверхности стекла, 2 — средняя линия профиля после обработки парами ГМДС, 3 — пленка силоксана, 4 — разрыв в пленке, h_{\max} — максимальная высота выступов, l_{\max} — максимальная глубина впадин.

из матрицы стекла и последующей кристаллизацией продуктов взаимодействия на поверхности [4]. Матрица стекла в поверхностном слое становится пронизанной порами, диаметр которых не превышает нескольких нанометров, что значительно меньше латерального (поперечного) разрешения интерференционного микроскопа, которое не превышает 250 нм [5]. По этой причине глубина впадин будет отображаться неизменной, а высота выступов — растущей. Химический состав поверхностного слоя силикатного стекла будет приближаться к составу кремнезема, увеличивая его химическую устойчивость.

Уменьшение содержания оксида кремния в баритовом кроне БК10 ускоряет извлечение легкорастворимых компонентов, но характер процесса остается прежним. Шероховатость поверхности увеличивается также только за счет роста выступов.

Снижение содержания оксида кремния до уровня менее 50 мол % в тяжелом кроне ТК21 приводит к тому, что кремнийкислородный каркас — матрица стекла, разделяется на отдельные фрагменты, так как количество мостиковых атомов кислорода уже недостаточно для формирования протяженной структуры. В поверхностном слое появляются не только поры, но и более крупные разрушенные участки. На топограммах поверхности наблюдается увеличение глубины впадин.

Фрагментация стекол становится еще более выраженной при переходе от силикатного стекла к боросиликатному — сверхтяжелому крону СТК21.

При переходе к чисто боратному стеклу — особому флинту ОФ4, матрица стекла восста-

навливается, но теперь она представлена уже боратной сеткой. Химическая устойчивость стекла вновь повышается, шероховатость поверхности — уменьшается.

ВЫВОДЫ

Исходная поверхность исследованных оптических стекол характеризуется периодически крупномасштабными («волнистостью») и мелкомасштабными отклонениями точек поверхности от средней плоскости.

Обработка стекол в парах ГМДС приводит к формированию на поверхности стекла гидрофобной защитной пленки, толщина которой не превышает нескольких нанометров. Шероховатость поверхности после обработки практически не меняется. Пленка не является сплошной, на ней имеются многочисленные разрывы.

Выдержка стекол во влажной атмосфере приводит к увеличению шероховатости поверхности. Шероховатость силикатного и боросиликатного стекол с содержанием кремнезема более 50 мол % увеличивается, в основном, за счет роста выступов. При меньшем содержании кремнезема увеличивается также и глубина впадин.

Шероховатость поверхности боратных стекол во влажной атмосфере изменяется меньше, чем шероховатость поверхности боросиликатных стекол.

Предварительная выдержка боросиликатных стекол в «сухой» атмосфере способствует повышению их устойчивости и уменьшению шероховатости при эксплуатации в более агрессивных условиях.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Парамонова О.Л., Шардаков Н.Т., Кручинин Д.Ю.* Изменение шероховатости поверхности оптических стекол во влажной атмосфере // Оптический журнал. 2020. Т. 87. № 9. С. 76–81.
2. ГОСТ 13917-92 МАТЕРИАЛЫ ОПТИЧЕСКИЕ. Методы определения химической устойчивости. Группы химической устойчивости. М.: Издательство стандартов, 1992. 20 с.
3. *Моро У.* Микролитография: в 2-х ч. Ч. 1. М.: Мир, 1990. 605 с.
4. *Физико-химические основы производства оптического стекла.* Под ред. докт. техн. наук Демкиной Л.И. Л.: Химия, 1976. 456 с.
5. *Игнатьев П.С., Лопарев А.В., Индукаев К.В., Осипов П.А.* Исследование оптических свойств наноструктур методом модуляционной интерференционной микроскопии // Оптический журнал. 2011. Т. 78. № 1. С. 26–31.