

УДК 621.383.734: 621.9.048.7

Повышение механической и химической устойчивости поверхности оптического стекла боролантановой группы

С. П. Авдеев, С. Н. Петров, П. В. Серба, Е. Ю. Гусев

Исследованы механическая прочность к истиранию и химическая устойчивость поверхности к агрессивным средам после ее модификации электронным лучом, а также образцы стекла СТК 119, подготовленные по стандартной технологии полировки и после электронно-лучевой обработки (ЭЛО). Анализ проведен химико-аналитическими методами в соответствии с требованиями ГОСТ 13917—92 и методом потери массы образца в результате истирания поверхности. Установлено, что поверхность образцов после ЭЛО характеризуется как стекло непятнаемое, стойкое к агрессивным средам. Механическая прочность к истиранию образцов после ЭЛО повышается в среднем на 30 %.

PACS: 81.65._b

Ключевые слова: оптическое стекло, поверхность, механическая и оптическая устойчивость.

Введение

Оптическое стекло — основной строительный материал в изготовлении линз, призм, подложек и других деталей для оптических приборов и систем, принимающих, преобразующих и передающих оптическую информацию. Высокая химическая устойчивость по отношению к различным агрессивным средам — одно из важных свойств стекол сохранять оптическую плотность материала и сопротивляемость прибора к внешним воздействиям. Величина химической устойчивости и механической истираемости зависит от многих факторов, прежде всего от стеклообразующих компонентов материала и состояния поверхности, т. е. глубины нарушенного слоя.

Для модификации поверхности стекла используются различные химические, электрофизические и термические методы обработки. Многообещающие перспективы имеют лучевые технологии, которые широко внедряются в производство изделий из стекла, в частности, ЭЛО материалов.

Установлено, что совокупность процессов, протекающих на поверхности обрабатываемой электронным лучом детали, приводит к изменению поверхностного слоя (ПС). В одном технологическом цикле удастся получить предельно гладкую, бездефектную [1] и чистую [2] поверхность оптического стекла. Можно ожидать, что на поверхности боролантанового стекла после электронно-лучевой модификации ПС кроме улучшения оптических и механических [3] свойств повышается

стойкость поверхности стекла боролантановой группы к агрессивным средам и влаги.

Методика эксперимента

Исследованию подвергали стекло боролантановой группы СТК 119 в виде образцов размером $10 \times 10 \times 5$ мм. Предварительной обработке поверхности стекла предшествует традиционная механическая обработка — шлифование и полирование. Полирование образцов стекла группы СТК 119 связано с определенными трудностями. Наличие значительного количества лантана (La) как в составе самого стекла, так и в полировальном порошке вызывает взаимодействие этих компонентов и препятствует качественному полированию. Для решения этой проблемы использована специальная кислая среда с $\text{pH} < 5$ в качестве основы полировальной суспензии, позволяющая выводить продукты обработки из зоны полирования. В результате получены полированные образцы с шероховатостью $R_z = 0,05$ мкм и классом чистоты Р IV по ГОСТ 11141—84.

Электронно-лучевую обработку проводили в вакуумной установке, оснащенной для получения высокого вакуума паромасляным насосом и переоборудованной для целей электронно-лучевой технологии. В качестве электронного источника использовали электронную пушку с оптикой Пирса, формирующую ленточный луч с энергией 2—2,5 кэВ и плотностью тока 50—100 мА/см². Облучение производилось по методике, описанной в работе [4]. После ЭЛО образцы выдерживали в вакууме (10^{-3} Па) до остывания.

Химическая стойкость образцов боролантанового стекла характеризовалась по налетоопасности и пятнаемости. Налетоопасность оценивалась по воздействию влажной атмосферы на поверхность, оптические свойства ПС стекла изменяются при выдержке образцов в течение 20 ч в среде с отно-

Авдеев Сергей Петрович, доцент.

Петров Сергей Николаевич, главный технолог.

Серба Павел Викторович, профессор.

Гусев Евгений Юрьевич, аспирант.

Технологический институт Южного федерального университета.

Россия, 347928, Таганрог, ГСП-17А, Некрасовский пер., 44.

Тел. (8634) 371-767. E-mail: avdeev@tsure.ru

Статья поступила в редакцию 18 января 2010 г.

сительной влажностью 85 % и при температуре 60 °С. Пятнаемость определялась по устойчивости поверхности образцов к слабокислым водным растворам и дистиллированной воде. Качественная характеристика пятнаемости определялась временем, за которое поверхность образца, помещенного в (0,1 н) раствор уксусной кислоты при температуре 50 °С, приобретет в отраженном свете фиолетовую окраску, т. е. за счет разрушения поверхности происходит снижение коэффициента отражения на 0,4 %.

Механическая прочность к истиранию оценивалась по относительной твердости сошлифовывания материала, которая определяется как отношение массы сошлифованного свободным абразивом эталонного стекла к массе тестируемого стекла, сошлифованного в тех же условиях.

Результаты и обсуждения

Формирование поверхности стекла при ЭЛО было определено тепловым воздействием электронного луча и изменением элементного состава поверхностного слоя в момент его воздействия на поверхность. Предварительный подогрев образцов до температуры 550 °С активизирует процессы десорбции молекул воды и только при длительном термическом воздействии вызывает выщелачивание элементов с положительной энергией сегрегации [5]. В случае ЭЛО, когда весь процесс длится 30—60 мин, предварительный подогрев незначительно влияет на элементный состав поверхностного слоя материала.

Обеднение поверхностного слоя под действием электронного луча может быть оценено по соотношению

$$h \approx \sqrt{D_i \tau},$$

где D_i — коэффициент диффузии i -го компонента;
 τ — время существования ванны расплава.

Используя время τ из [1], можем получить уравнение для оценки зоны обеднения стекла слабо связанными элементами при воздействии на его поверхность низкоэнергетического электронного излучения

$$h \approx \left[D_i \frac{(b - X_i + X_m)}{V} \right]^{1/2},$$

где b — ширина электронного луча;
 X_H — длина ванны расплава под лучом;
 X_m — длина ванны расплава за движущимся электронным источником;
 V — скорость перемещения электронного луча по поверхности материала.

Коэффициент диффузии D_i i -го компонента стекла можно определить из уравнения Стокса—Эйнштейна

$$D_i = kT / \mu r_i,$$

где k — постоянная Больцмана;
 T — температура;
 μ — коэффициент вязкости материала при данной температуре;
 r_i — радиус иона i -го компонента.

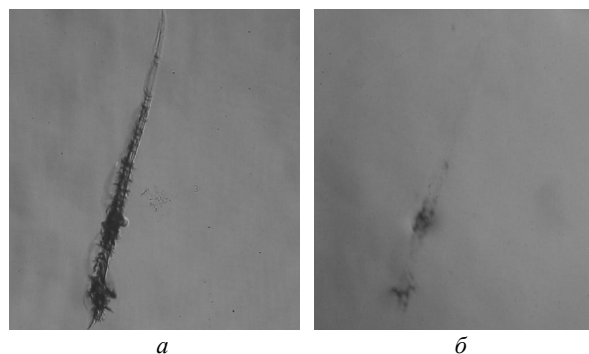
Используя полученные соотношения, можно оценить глубину обеднения поверхности стекла слабо связанными компонентами. Так, например, в зоне расплава температура на поверхности материала достигает 1000 °С и более, при этом вязкость снижается $\mu = 10^{-1}$ Па·с, тогда глубина обеднения для слабо связанных элементов, по оценкам, составит ~ 20 нм.

Несиликатный состав стекла СТК 119 не позволяет считать его устойчивым к воздействию пятнающих реагентов. Так, на образцах без ЭЛО по истечению 15 мин на поверхности наблюдалось появление сизовой пленки капельного налета, которая ухудшала оптические характеристики стекла.

Образцы после ЭЛО выдерживали в течение 0,5; 1; 2; 5; 6 ч, соответственно. Подвергнутая ЭЛО поверхность стекла при контроле на микроскопе не имела следов воздействия слабокислого водного раствора пятнающего реагента. ЭЛО поверхности позволила удалить с нее слабо связанные компоненты стекла и образовать химически устойчивую силикатную пленку.

В результате ЭЛО улучшаются не только показатели химической устойчивости стекла, но и его прочностные характеристики. Это объясняется тем, что под воздействием электронного пучка происходит локальное оплавление приповерхностного слоя стекла, в том числе и поверхностного нарушенного слоя (НС). Удаленный таким образом НС перестает играть роль концентратора напряжений, в результате чего существенно повышается механическая прочность образца.

Необходимо заметить, что ЭЛО оказывает существенное влияние и на поверхностные дефекты стекла, т. е. точки и царапины. Мелкие дефекты в результате обработки просто исчезают, более крупные заметно сглаживаются и теряют свою собственную трещиноватую структуру (рисунок).



Залечивание поверхностных дефектов стекла:
 a — исходная поверхность стекла с царапиной от технологического инструмента; b — после ЭЛО

Для оценки механической прочности к истиранию образцы шлифовали суспензией двуокиси церия Сегох 1650 при давлении 2,5 кгс/см² в течение 1 ч, после чего их взвешивали для определения изменения массы ($\Delta m = M_1 - M_2$, где M_1 — масса до операции шлифования, M_2 — масса после шлифования).

Влияние ЭЛО на истирание поверхности для конкретного образца определялось путем сравнения величин потери массы поверхностью с ЭЛО по отношению к необлученной поверхности.

Анализируя полученные величины поверхностной прочности боролантанового стекла, установили, что все экспериментальные образцы имеют повышение прочности. Однако имеется разброс по степени повышения механической прочности истирания в пределах 20—40 %. Это связано с глубиной модификации поверхности стекла и условиями ЭЛО и подготовки поверхности. В среднем можно считать, что истираемость повышается на 30 %.

Заключение

Ранее в работах [2, 6] было установлено, что при ЭЛО происходит изменение микрорельефа, элементного состава и структуры поверхностного слоя оптического силикатного стекла. Физические процессы, стимулирующие модификацию поверхности материала, сопровождаются термическим разогревом зоны обработки, высокими поверхностными температурами и диффузией компонентов.

Выполненные к настоящему времени экспериментальные исследования ЭЛО показывают, что для получения поверхности стекла с остаточной шероховатостью 20—50 Å необходимо создать на

поверхности температуру 1000—1100 °С. При такой температуре вязкость стекла снижается на 10—15 порядков, поверхностный нарушенный слой устраняется. Одновременно в слое, глубина которого зависит от удельной плотности поглощенной энергии (≈ 20 нм), изменяется элементный состав, повышающий химическую стойкость боролантанового стекла.

Химическая стойкость образцов боролантанового стекла в ходе исследований показала, что после ЭЛО никаких изменений на поверхности образца (налет, пленка, мутные пятна) не наблюдалось. Это свидетельствует о том, что по химической устойчивости поверхность образцов после ЭЛО близка к силикатным стеклам в соответствии с требованиями ГОСТ 13917—92.

Таким образом, ЭЛО поверхности боролантанового стекла СТК 119 заметно улучшает его характеристики как в плане химической устойчивости, так и механической прочности исследуемых образцов.

Литература

1. Дудко Г. В., Кравченко А. А., Чередниченко Д. И. // ФХС. 1987. Т. 13. № 5. С. 740—746.
2. Агеев О. А., Кравченко А. А., Чередниченко Д. И. // Там же. 1989. Т. 15. № 5. С. 780—783.
3. Дудко Г. В., Кравченко А. А., Магаев Л. Г. // ОМП. 1991. № 12. С. 53, 54.
4. Авдеев С. П., Кравченко А. А., Чередниченко Д. И. Активируемые процессы технологии микроэлектроники // Межвуз. темат. науч. сб. — Таганрог: Изд-во ТРТИ, 1988. Вып. 9. С. 13—21.
5. Хенерт М., Раушенбах Б. // ФХС. 1983. Т. 9. № 6. С. 696—703.
6. Авдеев С. П., Кравченко А. А., Гусев Е. Ю. // Прикладная физика. 2007. № 3. С. 67—72.

The mechanical and chemical stability increasing of borolanthanum-group optical glass surface

S. P. Avdeev, S. N. Petrov, P. V. Serba, E. Yu. Gusev

Taganrog Technological Institute of Southern Federal University, 44 Nekrasov av.,

Taganrog, 347928, Russia

E-mail: avdeev@tsure.ru

Mechanical fretting and harsh chemical resistances of electron beam modified surface were investigated in present work. STK 119 glass samples prepared by electron beam processing in comparison with standard technique were researched. Chemical-analytic methods according to GOST 13917—92 and mass loss technique were used. It was found, electron beam processed sample surfaces are characterized by uncloudable and aggressive conditions resistant glass. Mechanical fretting resistance of as-received sample surface is increased by 30 % during electron beam processing.

PACS: 81.65._b

Keywords: optic glass, surface, mechanical and optical resistance.

Bibliography — 6 references.

Received 18 January 2010

* * *