

СПОСОБ ХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ СИТАЛЛОВОГО МОНОБЛОКА КОЛЬЦЕВОГО ЛАЗЕРА

А.С. Болотнов

bolotnovalbert@icloud.com

SPIN-код: 2102-2943

МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация

Аннотация

Сформулированы требования по точности изготовления прецизионных оптических деталей. Перечислены основные области применения стеклокерамических материалов, конкретизировано применение ситалла для лазерного гироскопа. Представлен состав ситалла СО-115М, его основные химические и физические свойства, рассмотрены теоретические основы химической технологии оптических деталей. Описаны оригинальные технологии процессов травления и многоступенчатой очистки моноблока кольцевого лазера. Результаты работы подтверждают простоту и технологичность приведенных процессов химической обработки для использования в массовом серийном производстве изделий из ситалла и других оптических материалов.

Ключевые слова

Ситалл, моноблок, кольцевой лазер, оптическая чистота, травление, промывка, оптические приборы, кавитация

Поступила в редакцию 09.04.2020

© МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2020

Введение. Развитие прецизионного и оптического приборостроения в последние годы накладывает на разработчиков серьезные требования по обеспечению точности изготовления оптических деталей. В процессе технологической обработки таких деталей должны быть не только строго соблюдены их геометрические линейные и угловые размеры, но и обеспечен высокий класс оптической чистоты поверхностей. Такие технологии достигаются в результате шлифования поверхностей свободным абразивом с последующим их полированием водным раствором специально приготовленного полирита. Неотъемлемой частью такого технологического процесса является межоперационная химическая обработка материала, а именно травление деталей после механической обработки и их промывка (химическая очистка детали перед совокупностью сборочных операций) [1].

Перечень оптических материалов достаточно широк [2, 3]. Особое место в нем занимает группа ситаллов — стеклокристаллических материалов с чрезвычайно низким коэффициентом линейного расширения. Основное применение ситаллов — изготовление элементов оптических, радиоэлектронных и электротехнических приборов, работающих в широком диапазоне температур. Конкретным примером такого применения являются инерциальные навигационные системы на базе кольцевых лазерных гироскопов. Кольцевой лазер — это прецизионный оптический прибор с высочайшими техническими требованиями по

механике и оптике. Рассмотрим основные этапы и сущность его химической обработки на примере технологических процессов изготовления его основной детали — ситаллового моноблока.

В работе описана технология оригинальной химической обработки ситалла на примере конкретной оптической детали — ситаллового моноблока кольцевого лазера. Чтобы корректно провести описание последовательности действий по основным операциям обработки — травлению и промывки блока, необходимо провести анализ его химического состава и рассмотреть теоретические основы химической технологии обработки оптических деталей. В подробном рассмотрении сформулированных задач и заключается настоящая работа.

Ситалл СО-115М, его основные химические и физические свойства. Моноблок кольцевого лазера гироскопа изготавливают из ситалла СО-115М, выпускаемого Лыткаринским оптико-механическим заводом. Данный ситалл обладает высокой механической прочностью, твердостью, жаропрочностью, термической стойкостью, химической устойчивостью. Одной из его главных характеристик является коэффициент термического расширения, который в интервале температур $-100...+200$ °С имеет значения в диапазоне $(1,0...1,5) \cdot 10^{-7}$ °С⁻¹. Очевидно, что выбор материала определен необходимостью работы лазера в обозначенном выше широком температурном диапазоне с минимальным увеличением длины оптического резонатора.

Формирование ситалла происходит на основе стекла — системы $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$, где для его кристаллизации (а значит, для получения указанных технических свойств) используется оксид титана TiO_2 , а также ряд кислородосодержащих добавок [4, 5].

При изготовлении ситалла ставится задача оптимизации состава и способа получения при температуре, не превышающей 1600 °С, оптически прозрачного в видимой области спектра стеклокристаллического материала со стабильно близким к нулю значением термического коэффициента линейного расширения в широком диапазоне температур $-100...+200$ °С. Для решения поставленной задачи применяют способ получения исходного стекла, заключающийся в том, что подготовленную смесь сырьевых материалов подвергают предварительной термообработке при температуре 1200...1250 °С в течение 4–6 ч с последующим помолом в шаровой мельнице до образования однородной мелкодисперсной смеси. Подготовленную указанным образом шихту варят в электрической печи в корундовых тиглях традиционным способом при температуре, не превышающей 1588...1592 °С, при длительности выдержки не более 6 ч, с механическим перемешиванием стекломассы на этапе гомогенизации и выработкой стекломассы в блок. Последующую кристаллизацию материала проводят по двухступенчатому режиму: разогрев и выдержка при температуре образования зародышей кристаллизации 620...660 °С в течение 4–5 ч и выдержка при температуре роста кристаллов 700...770 °С в течение 10–20 ч.

В результате разработки состава, условий термообработки шихты и ее помола в шаровой мельнице с последующей варкой в тиглях получают стекла оптического качества, выработанные в виде блоков. До настоящего времени на предприятии ОАО ЛЗОС производились отливки из ситалла СО-115М диаметром до 3000 мм.

Травление моноблока. Травление — совокупность технологических операций для управляемого удаления поверхностного слоя материала с заготовки под действием специально подбираемых химических реактивов [6, 7]. Ряд способов травления предусматривает активацию травящих реагентов посредством других физических явлений, например, наложением внешнего электрического поля при электрохимическом травлении, ионизацией атомов и молекул реагентов при ионно-плазменном травлении и т. п.

Перед шлифовкой и полировкой полуфабрикат моноблока подвергают травлению в агрессивных жидкостях, чтобы устранить микросколы и микротрещины, образовавшиеся в процессе механической обработки отверстий под воздействием алмазного инструмента. Шероховатость внутренних каналов после механической обработки имеет значение $Ra \approx 0,63$ мкм, а глубина нарушенного слоя — примерно 12...20 мкм. Необходимость этой операции вызвана в первую очередь тем, что в этих полостях могут оставаться частички инородного материала, попавшие в рабочие зоны отверстий в процессе обработки блока.

Оставшиеся в боковых каналах микрочастицы могут существенно ухудшать качество выходного сигнала лазера вплоть до полного исчезновения сигнала. Особенно это касается боковых каналов, в которых под воздействием высокочастотного разряда образуется активная среда. Образовавшиеся полости там недопустимы, поскольку в них могут остаться пузырьки воздуха, трудно выводимые иными способами обработки блока, кроме как травлением. Наличие воздуха в активном канале приводит к резкому изменению состава газоразрядной He-Ne-смеси, в результате чего резко падает усиление активной среды лазера и становится возможным исчезновение разряда [8].

Таким образом, основной целью травления блока после механической обработки является его химическая очистка и уменьшение газоотделения с внутренних полостей. Весь процесс травления, включая вспомогательные операции обезжиривания и промывки, происходит на специализированном рабочем месте (рис. 1).



Рис. 1. Рабочее место для травления моноблока

На первой стадии травления все поверхности моноблока, кроме отверстий и каналов, защищают самоклеящейся пленкой.

На следующей стадии определяют скорость травления ситалла. Для этого с помощью микроскопа измеряют начальный диаметр d_1 канала P (рис. 2).

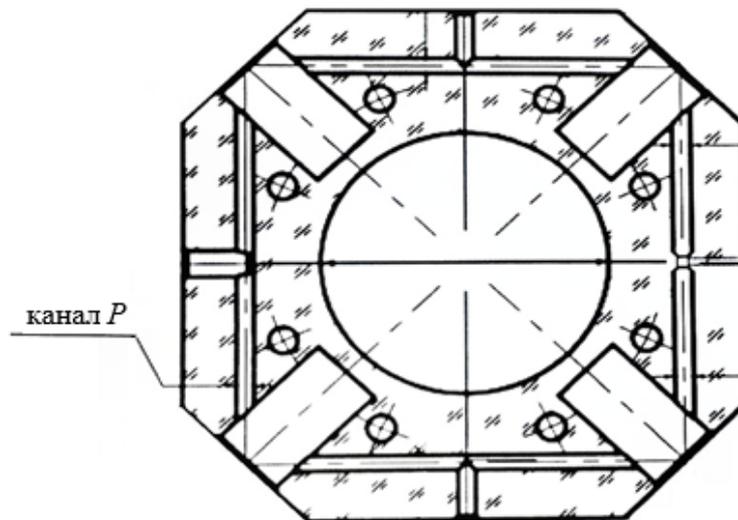


Рис. 2. Чертеж моноблока лазерного гироскопа

В общей сложности за все этапы травления необходимо стравить 100...120 мкм. Травление заключается в погружении изделия в раствор, состоящий из равных (по объему) частей (% масс.): H_2SO_4 (96); HF (45–47); глицерин.

Основной реактив для травления ситалла — плавиковая (фтороводородная) кислота HF. Реакция протекает с выделением газообразного фторида кремния:



Время проведения процедуры τ составляет 5 мин в интервале температур 18...25 °С. После этого моноблок промывают в проточной деионизованной воде при температуре 40...45 °С в течение 2...3 мин, высушивают и выполняют измерение диаметра d_2 (рис. 3).

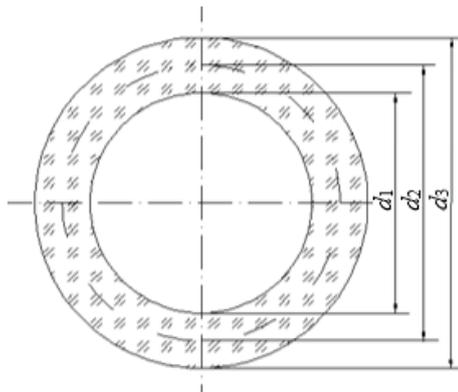


Рис. 3. Схема диаметров отверстия моноблока:

d_1 — начальный диаметр канала заготовки моноблока, мкм; d_2 — диаметр канала заготовки моноблока после первого травления, мкм; d_3 — диаметр канала моноблока согласно конструкторской документации (с нижним полем допуска), мкм

Травление может проходить в несколько этапов до получения требуемых размеров детали. На основании полученных результатов измерения диаметров канала рассчитывают скорость травления v каналов и время $\tau_{\text{тр}}$, необходимое для стравливания оставшегося слоя материала.

Скорость травления канала моноблока, мкм/мин:

$$v = \frac{d_2 - d_1}{2\tau} = \frac{d_2 - d_1}{10},$$

где τ — время первого травления (5 мин); d_1 — начальный диаметр канала заготовки моноблока, мкм; d_2 — диаметр канала заготовки моноблока после первого травления, мкм.

Время, необходимое для стравливания оставшегося слоя материала, мин:

$$\tau_{\text{тр}} = \frac{d_3 - d_2}{2v},$$

где d_3 — диаметр канала моноблока (согласно конструкторской документации) с нижним полем допуска, мкм.

Скорость травления блока в общем случае может меняться в зависимости от партий ситалла и кислот. Окончательное травление происходит на глубину до 120 мкм, т. е. в 5...7 раз больше нарушенного слоя. Такой запас берется для окончательного исключения внутренних остаточных напряжений. Чистое время травления без учета времени обезжиривания и контроля может достигать до 30 минут.

После травления и контроля внутренних полостей защитную пленку удаляют, полуфабрикат блока обезжиривают, покрывают защитным оптическим лаком и передают на участок оптической обработки.

Промывка (химическая очистка) моноблока. Технология химической очистки оптических деталей лазерного гироскопа должна обеспечивать максимальное удаление загрязнений [9, 10], которые могут ухудшать рабочие характеристики приборов при их длительной эксплуатации. Качество химической очистки оптических деталей влияет, в первую очередь, на постоянство газовой смеси активной среды и на состояние поверхностей призм полного внутреннего отражения.

Серьезные трудности представляет очистка поверхности стеклянных и кварцевых элементов, так как на поверхности стекла и кварца хорошо адсорбируются пары воды и другие загрязнения. Для удаления этих загрязнений в технологический процесс введена очистка деталей в «хромовой смеси» (дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, растворенный в концентрированной серной кислоте), содержащей избыток оксида хрома (VI) CrO_3 .

Стакан с моноблоком помещают в водяную баню, подогревают до температуры 60...70 °С и выдерживают в течение 60 мин. Рабочее место для промывки в хромовой смеси показано на рис. 4.

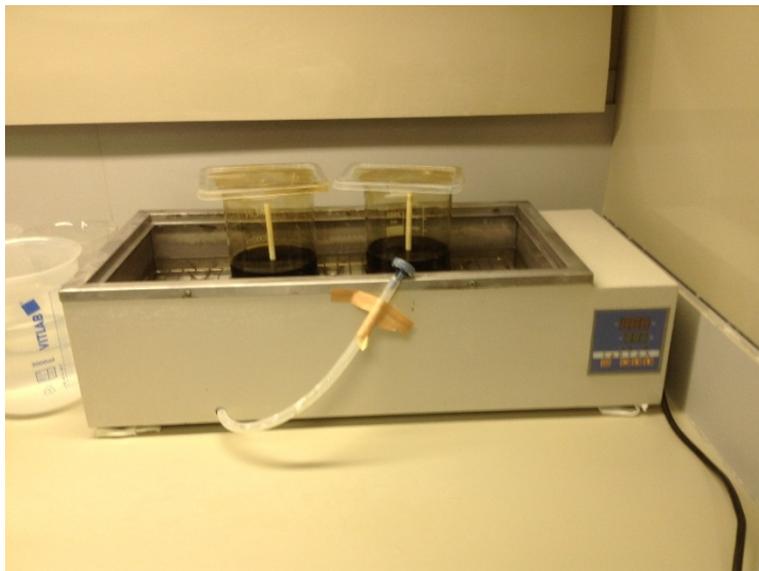


Рис. 4. Рабочее место для очистки моноблока

После обработки в хромовой смеси детали подвергают тщательной промывке в проточной водопроводной воде, затем в проточной деионизированной воде. Для более эффективной очистки применяют ультразвуковые колебания, позволяющие интенсифицировать различные процессы химической очистки, а также существенно улучшить качество очистки изделий, особенно сложной конфигурации с глубокими каналами и узкими отверстиями. Основным наиболее важным эффектом при воздействии ультразвука на жидкость является возникновение кавитации. Кавитация — это разрывы жидкости под воздействием звуковой волны, имеющие вид мелких пузырьков, заполненных парами жидкости. Низкие частоты (20...25 кГц) более эффективны для очистки деталей, имеющих различные отверстия и каналы. На эффективность ультразвуковой очистки большое влияние оказывают физико-химические характеристики используемого раствора.

Для обеспечения высокого качества ультразвуковой отмывки экспериментальным путем был подобран перекисно-аммиачный раствор, состоящий из водного раствора пероксида водорода H_2O_2 и гидрата аммиака $NH_3 \cdot H_2O$. Так как раствор применяется горячим ($t = 60...70$ °C), атомарный кислород, выделяющийся при нагреве H_2O_2 , окисляет органические и неорганические загрязнения, а слабое основание ускоряет реакцию разложения пероксида, омыляет или эмульгирует жиры, а также связывает в хорошо растворимые комплексы ионы некоторых металлов.

Выводы. На основе анализа химического состава ситалла СО-115М в работе описаны оригинальная технология травления и промывки моноблока кольцевого лазера. Благодаря простоте и технологичности приведенных процессов химической обработки их можно использовать в массовом серийном производстве изделий из ситалла и других оптических материалов.

Литература

- [1] Окатов М.А., ред. Справочник технолога-оптика. СПб., Политехника, 2004.
- [2] Демкина Л.И., ред. Физико-химические основы производства оптического стекла. Л., Химия, 1976.
- [3] Леко В.К., Мазурин О.В. Свойства кварцевого стекла. Л., Наука, 1985.
- [4] Weaver P.T., Van Aken D.C., Smith J.D. The role of TiO₂ and composition in the devittrification of near-stoichiometric cordierite. *J. Mater. Sci.*, 2004, vol. 39, no. 1, pp. 51–59. DOI: <https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000007727.10682.b6>
- [5] Сигаев В.Н., Савинков В.И., Строганова Е.Е. Способ получения оптического ситалла. Патент РФ 2569703С1. Заявл. 19.06.2014, опубл. 27.11.2015.
- [6] Зефилов Н.С., ред. Химическая энциклопедия. Т. 5. М., Большая Российская энциклопедия, 1998.
- [7] Сагателян Г.Р., Новоселов К.Л., Шишлов А.В. и др. Совершенствование технологического процесса изготовления пластины маятникового акселерометра. *Естественные и технические науки*, 2012, № 6(62), с. 369–375.
- [8] Тихменев Н.В., Закурнаев С.А., Озаренко А.В. и др. Влияние методов обработки и очистки поверхности ситалла СО-115М на прочность оптического контакта. *Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики*, 2016, т. 16, № 4, с. 613–619. DOI: <https://doi.org/10.17586/2226-1494-2016-16-4-613-619>
- [9] Козлова Н.И., Смирнов А.В. Очистка поверхностей оптических деталей перед нанесением покрытий. *Фотоника*, 2014, № 3(45), с. 50–52.
- [10] Айнштейн В.Г., ред. Общий курс процессов и аппаратов химической технологии. Т.1. М., Бинوم, 2014.

Болотнов Альберт Сергеевич — студент кафедры «Радиоэлектронные системы и устройства», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация.

Научный руководитель — Слитиков Павел Владимирович, доктор химических наук, профессор кафедры «Химия», МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Российская Федерация.

Ссылку на эту статью просим оформлять следующим образом:

Болотнов А.С. Способ химической обработки ситаллового моноблока кольцевого лазера. *Политехнический молодежный журнал*, 2020, № 04(45). <http://dx.doi.org/10.18698/2541-8009-2020-04-598>

METHOD FOR CHEMICAL TREATMENT OF A GLASSCERAMIC MONOBLOCK OF A RING LASER

A.S. Bolotnov

bolotnovalbert@icloud.com

SPIN-code: 2102-2943

Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation

Abstract

Authors formulated the requirements for manufacturing of precision optical. The main fields of application of glass-ceramic materials are listed, the use of glassceramics for a laser gyro is concretized. The composition of the CO-115M glassceramics, its basic chemical and physical properties, the theoretical foundations of the chemical technology of optical parts are considered. The paper describes original technologies of etching processes and multi-stage washing of a ring laser monoblock. The results of the work confirm the simplicity and manufacturability of the above chemical processing technologies for use in mass serial production of glassceramics and other optical materials.

Keywords

Glassceramics, monoblock, ring laser, optical purity, etching, washing, optical instruments, cavitation

Received 09.04.2020

© Bauman Moscow State Technical University, 2020

References

- [1] Okatov M.A., ed. Spravochnik tekhnologa-optika [Handbook of optician technologist]. Sankt-Petersburg, Politekhnik Publ., 2004 (in Russ.).
- [2] Demkina L.I., ed. Fiziko-khimicheskie osnovy proizvodstva opticheskogo stekla [Physical-chemical production properties of optical glass]. Leningrad, Khimiya Publ., 1976 (in Russ.).
- [3] Leko V.K., Mazurin O.V. Svoystva kvartseвого stekla [Properties of silica glass]. Leningrad, Nauka Publ., 1985 (in Russ.).
- [4] Weaver P.T., Van Aken D.C., Smith J.D. The role of TiO₂ and composition in the devitrification of near-stoichiometric cordierite. *J. Mater. Sci.*, 2004, vol. 39, no. 1, pp. 51–59. DOI: <https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000007727.10682.b6>
- [5] Sigaev V.N., Savinkov V.I., Stroganova E.E. Sposob polucheniya opticheskogo sitalla [Method for obtaining optical sitall]. Patent RU 2569703C1. Appl. 19.06.2014, publ. 27.11.2015 (in Russ.).
- [6] Zefirov N.S., ed. Khimicheskaya entsiklopediya. T. 5 [Chemical encyclopedia. Vol. 5]. Moscow, Bol'shaya Rossiyskaya entsiklopediya Publ., 1998 (in Russ.).
- [7] Sagatelyan G.R., Novoselov K.L., Shishlov A.V., et al. Improving technological process for production of pendulous accelerometer plate. *Estestvennye i tekhnicheskie nauki* [Natural and technical sciences], 2012, no. 6(62), pp. 369–375 (in Russ.).
- [8] Tikhmenev N.V., Zakurnaev S.A., Ozarenko A.V., et al. Influence of surface treatment and purification methods of CO-115M glass-ceramics on optical contact strength. *Nauchno-tekhnicheskiy vestnik informatsionnykh tekhnologiy, mekhaniki i optiki* [Scientific and Technical Journal of Information Technologies, Mechanics and Optics], 2016, t. 16, no. 4, pp. 613–619. DOI: <https://doi.org/10.17586/2226-1494-2016-16-4-613-619> (in Russ.).

- [9] Kozlova N.I., Smirnov A.V. Cleaning of optical part surfaces before applying coatings. *Fotonika*, 2014, no. 3(45), pp. 50–52 (in Russ.).
- [10] Aynshteyn V.G., ed. *Obshchiy kurs protsessov i apparatov khimicheskoy tekhnologii*. T. 1 [Main course on processes and apparatus of chemical technology. Vol. 1]. Moscow, Bionom Publ., 2014 (in Russ.).

Bolotnov A.S. — Student, Department of Radioelectronic Systems and Devices, Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation.

Scientific advisor — Slitikov P.V., Dr. Sc. (Chemistry), Professor, Department of Chemistry, Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russian Federation.

Please cite this article in English as:

Bolotnov A.S. Method for chemical treatment of a glassceramic monoblock of a ring laser. *Politekhnicheskiy molodezhnyy zhurnal* [Politechnical student journal], 2020, no. 04(45). <http://dx.doi.org/10.18698/2541-8009-2020-04-598.html> (in Russ.).