



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **101673**

(13) **C2**

(51) МПК

G02B 5/28 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: **а 2011 01564**

(22) Дата подання заявки: **11.02.2011**

(24) Дата, з якої є чинними
права на винахід: **25.04.2013**

(41) Публікація відомостей
про заявку: **10.08.2011, Бюл.№ 15**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **25.04.2013, Бюл.№ 8**

(72) Винахідник(и):

**Зінченко Віктор Федосійович (UA),
Магунов Ігор Робертович (UA),
Тімухін Єгор Володимирович (UA),
Мозкова Ольга Володимирівна (UA),
Горштейн Борис Аврамович (UA),
Мазур Ольга Сергіївна (UA)**

(73) Власник(и):

**ФІЗИКО-ХІМІЧНИЙ ІНСТИТУТ ІМ. О.В.
БОГАТСЬКОГО НАЦІОНАЛЬНОЇ
АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ,
Люстдорфська дорога, 86, м. Одеса, 65080
(UA)**

(56) Перелік документів, взятих до уваги
експертизою:

**UA 68929 C2; 15.03.2006
UA 78658 C2; 10.04.2007
JP 10096814; 14.04.1998
US 2009141358 A1; 04.06.2009
JP 2005077533; 24.03.2005
EP 0898183 A1; 24.02.1999
RU 2124223 C1; 27.12.1998**

(54) МАТЕРІАЛ ДЛЯ ІНТЕРФЕРЕНЦІЙНИХ ПОКРИТТІВ (ВАРІАНТИ)

(57) Реферат:

Винахід належить до оптичного приладобудування, конкретно до матеріалу для інтерференційних покриттів. Оптичні елементи з покриттям можуть бути використані у лазерній оптиці та оптоелектроніці. Наведений склад матеріалу для покриття з низьким показником заломлення, що містить в основі магнію фторид, та матеріалу для покриття з високим показником заломлення, що містить в основі цинку сульфід, що додатково містять лантану (III) сульфогторид.

UA 101673 C2

Винахід належить до оптичного приладобудування, конкретно до інтерференційної оптики.

Відомий матеріал для інтерференційних покриттів з низьким показником заломлення MgF_2 (див. Справочник технолога-оптика / Окатов М.А., Антонов Э.А., Байгожин А. и др. / Под ред. Окатова М.А.-2-е изд., перераб.и доп. -СПб.: Политехника, 2004.-с. 491) та матеріал для

інтерференційних покриттів з високим показником заломлення ZnS (див. там же с. 492). Зазначені матеріали найчастіше застосовуються для складання інтерференційної пари у покритті.

Відомий матеріал для покриття з низьким показником заломлення, який містить, наприклад, MgF_2 і LuF_3 (див. Патент UA №68929 МПК G02B5/28, опубл. 15.03.2006. Бюл. №3). Але вказаний матеріал має надто високий показник заломлення (1,43). Враховуючи наведене, як прототип заявленого винаходу з низьким показником заломлення вибраний матеріал для інтерференційних покриттів до складу якого входить MgF_2 . Але магнію фторид через наявність оксиду у самому матеріалі, а також і залишкового кисню у вакуумній камері при випаровуванні утворює не надто міцне покриття (група 1 механічної міцності).

Відомий плівкоутворюючий матеріал (ПУМ) цинку сульфід-гадоліній (II) сульфід, який використовують для одержання шарів з високим показником заломлення в багат шарових покриттях (див. Патент UA № 68929, МПК G02B 5/28, опубл. 15.03.2006, бюл.№3). Даний матеріал вибрано прототипом складу матеріалу з високим показником заломлення.

Але цинку сульфід-гадоліній (II) сульфід через легку здатність до окиснення добавки у самому матеріалі, а також наявність залишкового кисню у вакуумній камері, при випаровуванні утворює не надто прозоре покриття (коефіцієнт розсіювання 0,4-0,5 %), яке також має недостатньо високий показник заломлення (2,17). Враховуючи наведене, спільним з винаходом, що заявляється, вибраний матеріал для інтерференційних покриттів - ZnS . Але цинку сульфід через наявність оксиду у самому матеріалі і залишкового кисню у вакуумній камері при випаровуванні утворює не надто міцне покриття (група 1 механічної міцності).

В основу винаходу поставлено задачу створити матеріали для інтерференційних покриттів, які були б позбавлені зазначених недоліків і мали б значно нижчий рівень розсіювання у покритті (нижчий за 0,1 %) при тих же значеннях показників заломлення, що й у прототипу.

Поставлена задача вирішена групою винаходів, які об'єднані єдиним винахідницьким задумом, а саме, двома винаходами.

В першому винаході поставлена задача вирішена в матеріалі для інтерференційних покриттів, що містить в основі магнію фторид тим, що він додатково містить лантану (III) сульфогфторид за наступним співвідношенням, % мас:

лантану (III) сульфогфторид 10,0÷15,0
магнію фторид 85,0÷90,0.

В другому винаході поставлена задача вирішена в матеріалі для інтерференційних покриттів, що містить в основі цинку сульфід тим, що він додатково містить лантану (III) сульфогфторид за наступним співвідношенням, % мас:

лантану (III) сульфогфторид 10,0÷15,0
цинку сульфід 85,0÷90,0.

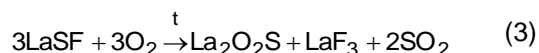
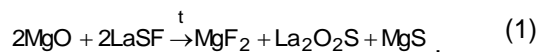
Новим у першому винаході є те, що він додатково містить лантан (III) сульфогфторид за наступним співвідношенням, % мас:

лантану (III) сульфогфторид 10,0÷15,0
магнію фторид 85,0÷90,0.

Новим у другому винаході є те, що він додатково містить лантану (III) сульфогфторид за наступним співвідношенням, % мас:

лантану (III) сульфогфторид 10,0÷15,0
цинку сульфід 85,0÷90,0.

Причино-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, та технічним результатом, що досягається, є таким: в процесі високотемпературної обробки та випаровування плівкоутворюючого матеріалу відбувається взаємодія добавки з оксидними домішками, що містяться у матеріалах, та із залишковим киснем у вакуумній камері за схемами:



Оксосульфід ($\text{La}_2\text{O}_2\text{S}$), оксофторид (LaOF), фторид (LaF_3) лантану та сульфід магнію (MgS) є відносно малолеткими сполуками і залишаються у випарнику.

Отже, у вакуумній камері створюються умови для одержання у плівкових шарах високочистих, бездефектних і однофазних матеріалів (MgF_2 , ZnS), що, безумовно, має сприяти підвищенню прозорості та показника заломлення покриття з цих матеріалів.

Матеріал для інтерференційних покриттів готують таким чином. Композити систем MgF_2 - LaSF та ZnS - LaSF синтезовано методом високотемпературного твердофазного синтезу в інертній атмосфері (Ar) з окремих компонентів, що отримані попередньо прямим синтезом. Таблетки (білого кольору) виготовлено шляхом спікання в інертній атмосфері спресованого дрібнодисперсного матеріалу. За даними РФА, матеріал містить фази MgF_2 та LaSF тетрагональної сингонії й ZnS вюртцитної (гексагональної) модифікації та LaSF , відповідно, а також домішки інших фаз.

Покриття готують таким чином. У ванночку з молібденової фольги випарник I закладають таблетку, яка містить 90,0 мас. % MgF_2 +10,0 мас. % LaSF . У ванночку з молібденової фольги випарника II закладають таблетку, яка містить 90,0 мас. % ZnS +10,0 мас. % LaSF . Оптичну деталь зі знежиреними поверхнями встановлюють у гніздо підкладкоутримувача; контрольну пластину зі знежиреними поверхнями встановлюють у гніздо фотометричного пристрою для контролю товщини шарів. Зачиняють вакуумну камеру та розпочинають відкачку з неї повітря. Коли у камері досягнуто вакуум $1\text{-}10^{-3}$ Па, вмикають обігрівання підкладок (ТЕН або інфрачервоні лампи); камера розігрівається до 150°C та утримується при цій температурі протягом 1 години (температура у камері контролюється за допомогою термопари, яка розміщена поблизу поверхні оптичної деталі, на яку має бути нанесене покриття). Вмикають живлення на випарнику I і розігрівають плівкоутворюючий матеріал до розтопленого стану; витримують розтоп під захисним екраном, доки не стабілізується тиск у вакуумній камері, після чого відводять захисний екран від випарника I. За допомогою фотометричного пристрою контролюють товщину шару, який утворюється на контрольній пластині; коли показання фотометричного пристрою свідчать, що досягнута потрібна товщина шару, вимикають живлення на випарнику I і переводять захисний екран в положення над випарником I. Аналогічні дії виконують над випарником II. Після нанесення шару вимикають систему обігрівання підкладок та привід обертання підкладкоутримувача.

Процес термічного випаровування у вакуумі проводився за наступними параметрами:

спосіб нагрівання: резистивний;

вакууму камері ВУ-1 А: $1\text{-}10^{-3}$ Па;

температура підкладки: 210°C ;

швидкість нанесення плівкового шару: 120-180 нм/с (випарник I) та 150-250 нм/с (випарник II).

Коефіцієнт розсіювання контролюється за допомогою фотометричного пристрою, до складу якого входять He-Ne лазер, фотометрична куля, еталонна пластинка з відомим коефіцієнтом розсіювання, фотоприймач та реєструюча апаратура. Еталонна пластинка розміщується у фотометричній кулі так, щоб на неї падало випромінювання лазера. Приймач розташований на поверхні фотометричної кулі під кутом 90° до еталонної пластини. Фіксують сигнал від еталонної пластини, потім замість неї ставлять досліджуваний зразок. За співвідношенням показань приймача розраховують коефіцієнт розсіювання зразка.

Механічну міцність покриттів визначають стиранням обгорнутою батиствою тканиною гумовим наконечником на приладі СМ-55; робоча частина наконечника має бути закруглена за сферою радіусом 3 мм. Режим випробування:

| | |
|--|------------|
| навантаження на стираючий наконечник | 200 г |
| частота обертання деталі з покриттям | 500 об/хв. |
| відстань від осі обертання деталі до осі наконечника | 5 мм |

Після випробувань на стирання поверхні деталі з покриттям продиляються у відбитому світлі на фоні чорного екрана при освітленні електролампю потужністю 60-100 Вт. Деталь вважають придатною, якщо немає наскрізної кільцевої суцільної або переривистої подряпини.

Група механічної міцності визначається кількістю обертів, яке витримало покриття:

0 група - покриття допускає чистку батистовою серветкою із застосуванням спирту або спиртово-ефірною суміші і витримує не менш як 3000 обертів на приладі СМ-55;

1 група - покриття допускає чистку батистовою серветкою із застосуванням спирту або спиртово-ефірною суміші і витримує не менш як 2000 обертів на приладі СМ-55.

5 Приклад 1. Готують матеріал для інтерференційних покриттів з низьким показником заломлення, як описано вище. Компоненти беруть у такому співвідношенні, % мас: магнію фторид - 90,0, лантану (III) сульфогторид - 10,0.

Наносять одношарове плівкове покриття так, як описано вище.

Параметри одношарового плівкового покриття:

10

| | |
|-----------------------------------|----------------------|
| товщина | 561 нм; |
| n (показник заломлення) | 1,38 |
| оптична неоднорідність | 0,0017 % |
| σ (коефіцієнт розсіювання) | 0,08 \pm 0,1 % |
| H (механічна міцність) | 6000-9000 обертів |
| кліматична стійкість | задовільна. |

Приклад 2. Готують матеріал для інтерференційних покриттів з високим показником заломлення, як описано вище. Компоненти беруть у такому співвідношенні, % мас: цинку сульфід - 90,0, лантану (III) сульфогторид - 10,0.

15 Наносять одношарове плівкове покриття, так, як описано вище.

Параметри одношарового плівкового покриття:

| | |
|------------------------|-------------------|
| товщина | 978 нм |
| n | 2,38 |
| оптична неоднорідність | 0,0046 % |
| σ | 0,22 \pm 0,25 % |
| H | 2000 обертів |
| кліматична стійкість | задовільна. |

20 Таким чином, заявлені матеріали суттєво перевищують прототип за оптичними (оптична однорідність та прозорість покриття) та експлуатаційними (механічна міцність - для першого з матеріалів) параметрами.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

25 1. Матеріал для інтерференційних покриттів, що містить в основі магнію фторид, який **відрізняється** тим, що він додатково містить лантану (III) сульфогторид за наступним співвідношенням, % мас.:

| | |
|----------------------------|------------|
| лантану (III) сульфогторид | 10,0-15,0 |
| магнію фторид | 85,0-90,0. |

30 2. Матеріал для інтерференційних покриттів, що містить в основі цинку сульфід, який **відрізняється** тим, що він додатково містить лантану (III) сульфогторид за наступним співвідношенням, % мас.:

| | |
|----------------------------|------------|
| лантану (III) сульфогторид | 10,0-15,0 |
| цинку сульфід | 85,0-90,0. |

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601