ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71680— 2024

Оптика и фотоника

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

Типовые технологические процессы нанесения просветляющих покрытий ионно-плазменным распылением

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт физической оптики, оптики лазеров и информационных оптических систем Всероссийского научного центра «Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова» (ФГУП «НИИФООЛИОСВНЦ «ГОИ им. С.И. Вавилова»), Акционерным обществом «ЛОМО» (АО «ЛОМО») и Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 296 «Оптика и фотоника»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 октября 2024 г. № 1430-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения, сокращения и обозначения 2
4 Технические требования 3
5 Требования к производственным помещениям, оборудованию, приборам и материалам 4
6 Типовые технологические процессы 4
7 Контроль характеристик полученных покрытий 9
8 Требования безопасности 9
Приложение А (справочное) Кривые спектральных коэффициентов отражения 11
Приложение Б (рекомендуемое) Оборудование, технологическая оснастка, измерительные приборы, инструменты, основные и вспомогательные материалы 12
Приложение В (обязательное) Подготовка оборудования, технологической оснастки и катодов 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Оптика и фотоника

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

Типовые технологические процессы нанесения просветляющих покрытий ионно-плазменным распылением

Optics and photonics. Optical details.
Typical technological processes of applying antireflective coatings by ion-plasma sputtering

Дата введения — 2025—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на оптические детали, в том числе на детали микрооптики размером менее 5 мм, из бесцветного стекла марок К8, К108, типов ТК, ТФ, СТК (кроме СТК3 и СТК19) по ГОСТ 3514, стекла марок ГЛС1, ГЛС2 по ГОСТ Р 71465, кварцевого стекла по ГОСТ 15130, лейкосапфира, граната (далее — детали) и устанавливает типовые технологические процессы нанесения однослойных и двухслойных просветляющих покрытий (далее — покрытия) для области спектра от 0,25 до 1,50 мкм способами ионно-плазменного распыления и ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов (тантала, ниобия, циркония и гафния) и кремния в атмосфере кислорода и двуокиси кремния в атмосфере аргона.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 3 Перчатки хирургические резиновые. Технические условия

ГОСТ 2.412 Единая система конструкторской документации. Правила выполнения чертежей и схем оптических изделий

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.016 Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ

ГОСТ 12.2.032 Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.2.033 Система стандартов безопасности труда. Рабочее место при выполнении работ стоя. Общие эргономические требования

ГОСТ 12.2.061 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам

ГОСТ 12.4.028 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 «Лепесток». Технические условия

ГОСТ 12.4.124 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

ГОСТ 618 Фольга алюминиевая для технических целей. Технические условия

ГОСТ 3479 Бумага папиросная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3514 Стекло оптическое бесцветное. Технические условия

ГОСТ 3647 Материалы шлифовальные. Классификация. Зернистость и зерновой состав. Методы контроля

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4784 Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5583 Кислород газообразный технический и медицинский. Технические условия

ГОСТ 5632 Нержавеющие стали и сплавы коррозийно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки

ГОСТ 6456 Шкурка шлифовальная бумажная. Технические условия

ГОСТ 9285 Калия гидрат окиси технический. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11069 Алюминий первичный. Марки

ГОСТ 11141 Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля

ГОСТ 15130 Стекло кварцевое оптическое. Общие технические условия

ГОСТ 21241 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 25142 Шероховатость поверхности. Термины и определения

ГОСТ 29298 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 30266 Мыло хозяйственное твердое. Общие технические условия

ГОСТ 33075 Напальчники резиновые. Технические требования

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 56709 Здания и сооружения. Методы измерения коэффициентов отражения света поверхностями помещений и фасадов

ГОСТ Р 59608.3 Оптика и фотоника. Покрытия оптические. Часть 3. Классификация по стойкости к воздействию внешних факторов и методы испытаний

ГОСТ Р 71279—2024 Оптика и фотоника. Детали оптические. Типовые технологические процессы нанесения одно-, двух- и трехслойных просветляющих покрытий из растворов

ГОСТ Р 71350—2024 Оптика и фотоника. Зеркала алюминированные оптические. Типовые технологические процессы нанесения защитных покрытий

ГОСТ Р 71465 Оптика и фотоника. Материалы оптические. Система обозначений

ГОСТ Р ИСО 9211-1 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 1. Термины и определения

ГОСТ Р ИСО 9211-2 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 2. Оптические свойства

ГОСТ Р ИСО 9211-4 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 4. Специальные методы испытаний

ГОСТ Р ИСО 14644-1 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха по концентрации частиц

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины, определения, сокращения и обозначения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 9211-1.

3.2 Сокращения и обозначения

В настоящем стандарте применены следующие сокращения и обозначения:
НД — нормативные документы;
ПДК — предельно допустимая концентрация;
ТТП — типовой технологический процесс;
d — диаметр катода;
n — показатель преломления покрытия (слоя);
Ra — среднее арифметическое отклонение профиля по ГОСТ 25142;
λ — длина волны;
ρ — коэффициент отражения;
$\rho(\lambda)$ — спектральный коэффициент отражения;
$\rho(\lambda_{max})$ — максимальное значение спектрального коэффициента отражения;
$\rho(\lambda_{min})$ — минимальное значение спектрального коэффициента отражения;
ρ_{tot} — интегральный коэффициент отражения;
τ — коэффициент пропускания;
$\tau(\lambda_{max})$ — максимальное значение спектрального коэффициента пропускания.

4 Технические требования

4.1 Технические требования к оптическим деталям, на которые наносят просветляющие покрытия

4.1.1 Детали, на которые наносят покрытия, должны быть с плоскими или сферическими поверхностями размером не более 0,5*d*.

Детали со сферическими поверхностями (линзы) должны иметь стрелку прогиба поверхности не более 2,0 мм и телесный угол, занимаемый поверхностью детали, не более 60°.

4.1.2 Чистота полированной поверхности деталей, на которые наносят покрытия, должна соответствовать требованиям ГОСТ 11141 и чертежа на оптическую деталь согласно ГОСТ 2.412, с учетом снижения чистоты поверхности на 1—2 класса после нанесения покрытия.

4.2 Технические требования к покрытиям деталей

4.2.1 Покрытия, которые следует наносить на детали в зависимости от области спектра, указаны в таблице 1.

Таблица 1

Условное обозначение покрытия	Область спектра, мкм
$12ИП_О$; $12ИПВ_О$; 41ИПВ	0,25—1,50
$36ИП_О$:$12ИП_О$; $36ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $36ИПВ_О$:41ИПВ	
$19ИП_О$:$12ИП_О$; $19ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $19ИПВ_О$:41ИПВ	
$14ИП_О$:$12ИП_О$; $14ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $14ИПВ_О$:41ИПВ	0,40—1,50
$13ИП_О$:$12ИП_О$; $13ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $13ИПВ_О$:41ИПВ	
Примечание — Условные обозначения покрытий — по ГОСТ Р 71279—2024 (приложение А), условные графические знаки покрытий — по ГОСТ 2.412, а также: - 12 — кремний; - 13 — ниобий; - 14 — тантал; - 19 — гафний; - 36 — цирконий; - 41 — кремний двуокись (кремний (IV) оксид).	

4.2.2 Минимальные значения спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda_{min})$ однослойных покрытий $12ИП_О$, $12ИПВ_О$ и 41ИПВ для заданной длины волны λ в зависимости от показателя преломления материала детали n_e должны соответствовать расчетным.

4.2.3 Значения $\rho(\lambda_{min})$ двухслойных покрытий должны быть не более 0,3 % независимо от показателя преломления материала детали.

Кривые спектральных коэффициентов отражения приведены в приложении А.

4.2.4 Категории по стойкости к воздействию внешних факторов покрытий устанавливают по ГОСТ Р 59608.3 и указывают соответствующие методы и параметры испытаний.

Устойчивость к повышенной температуре и повышенной влажности покрытий на деталях из стекла типов ТК, СТК и ТФ по ГОСТ 3514 должна соответствовать категории С.

4.2.5 Допускается наличие на поверхности деталей с покрытиями отдельных точек размером более 0,1 мм, если значение коэффициента яркости рассеянного излучения не превышает 0,2 % у покрытий для области спектра от 0,70 до 1,50 мкм и 0,1 % — у покрытий для области спектра от 0,22 до 0,70 мкм.

5 Требования к производственным помещениям, оборудованию, приборам и материалам

5.1 Требования к производственным помещениям

5.1.1 Требования к производственным помещениям для нанесения покрытий — по ГОСТ Р 71350—2024 (раздел 5) и ГОСТ Р 71279—2024 (раздел 5).

5.1.2 Производственные помещения для выполнения ТТП нанесения покрытий способами ионно-плазменного распыления и ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов должны быть оборудованы системой кондиционирования воздуха с двухступенчатой фильтрацией, обеспечивающей поддержание относительной влажности (50 ± 10) % и температуры (21 ± 3) °С в холодное время года и температуры (23 ± 3) °С в теплое время года, а также соответствовать 5-му классу чистоты воздушной среды по ГОСТ Р ИСО 14644-1.

5.2 Требования к оборудованию, технологической оснастке, измерительным приборам, инструменту и материалам

5.2.1 Оборудование, технологическая оснастка, измерительные приборы, инструменты, основные и вспомогательные материалы, используемые при выполнении ТТП нанесения покрытий способами ионно-плазменного распыления и ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов, указаны в приложении Б и должны соответствовать требованиям НД.

5.2.2 Подготовка оборудования, технологической оснастки и катодов — в соответствии с приложением В.

5.2.3 Рабочие поверхности катодов должны быть тонкошлифованными микрошлифпорошками М7 или М10. Параметр шероховатости *Ra* поверхностей катодов должен быть не более 0,63 мкм, определяемой на базовой длине 0,8 мм.

5.2.4 Технологические оправы (далее — оправы) для деталей следует изготавливать из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632, алюминиевого сплава марок Д16Т, АМц по ГОСТ 4784 или кварцевого стекла по ГОСТ 15130. Параметр шероховатости *Ra* поверхностей оправ должен быть не более 0,25 мкм, определяемой на базовой длине 0,25 мм.

6 Типовые технологические процессы

6.1 ТТП нанесения покрытий способами ионно-плазменного распыления и ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов содержат следующие технологические операции:

- подготовку оборудования;
- подготовку поверхности детали к нанесению покрытия;
- нанесение покрытия.

6.2 Подготовка оборудования

6.2.1 Для защиты арматуры от испаряемых веществ используют экраны, изготовленные из алюминиевой фольги марок АД0, АД1 по ГОСТ 618 толщиной от 0,2 до 0,3 мм или листов нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632 толщиной от 0,3 до 1,0 мм.

Периодичность смены экранов из алюминия или чистки экранов из нержавеющей стали — через 5—10 испарений.

Электрод высокого напряжения для обработки деталей разрядом оборачивают перед каждым испарением фольгой из алюминия, например марок А95, А97 по ГОСТ 11069.

6.2.2 Чистку загрязненных деталей арматуры и экранов из нержавеющей стали проводят травлением их в водном растворе с массовой долей азотной кислоты от 20 % до 30 % с последующей промывкой горячей водой и сушкой в термостате при температуре (150 ± 10) °С.

Периодичность чистки — через 5—10 испарений.

Детали арматуры из нержавеющей стали, используемые впервые, промывают горячей водой с мылом, затем прополаскивают водопроводной водой и сушат в термостате при температуре (150 ± 10) °С.

6.2.3 Чистку деталей арматуры из алюминиевых сплавов проводят травлением в водном растворе с массовой долей азотной кислоты от 20 % до 30 % с последующей промывкой водопроводной водой. Затем детали травят в водном растворе с массовой долей гидрата окиси калия от 10 % до 20 %, промывают водопроводной водой, нейтрализуют в водном растворе с массовой долей азотной кислоты от 20 % до 30 %, промывают горячей водой и сушат в термостате при температуре (150 ± 10) °С.

Периодичность чистки — через 5—10 испарений.

Чистку деталей арматуры из алюминиевых сплавов, используемых впервые, проводят травлением в водном растворе с массовой долей гидрата окиси калия от 10 % до 20 %. Затем промывают водопроводной водой, нейтрализуют в водном растворе с массовой долей азотной кислоты от 20 % до 30 %, промывают горячей водой и сушат в термостате при температуре (150 ± 10) °С.

6.2.4 Детали арматуры, используемые впервые, перед чисткой по 6.2.2 и 6.2.3 обезжиривают бензином.

6.2.5 Допускается чистку деталей арматуры и экранов из нержавеющей стали и алюминиевых сплавов проводить шлифовальной бумажной шкуркой с последующим удалением загрязнений с помощью пылесоса и протиркой их бязевой салфеткой, смоченной этиловым ректификованным спиртом.

6.2.6 Перед каждым процессом испарения проводят чистку деталей арматуры с помощью пылесоса, затем протирают их бязевой салфеткой, смоченной этиловым ректификованным спиртом.

6.3 Подготовка поверхности детали к нанесению покрытия

6.3.1 Перед нанесением покрытий поверхности деталей чистят обезжиренными батистовыми салфетками, смоченными перегнанным ректификованным спиртом.

Чистку проводят в резиновых перчатках или напальчниках, предварительно обезжиренных, при этом детали берут за нерабочие поверхности.

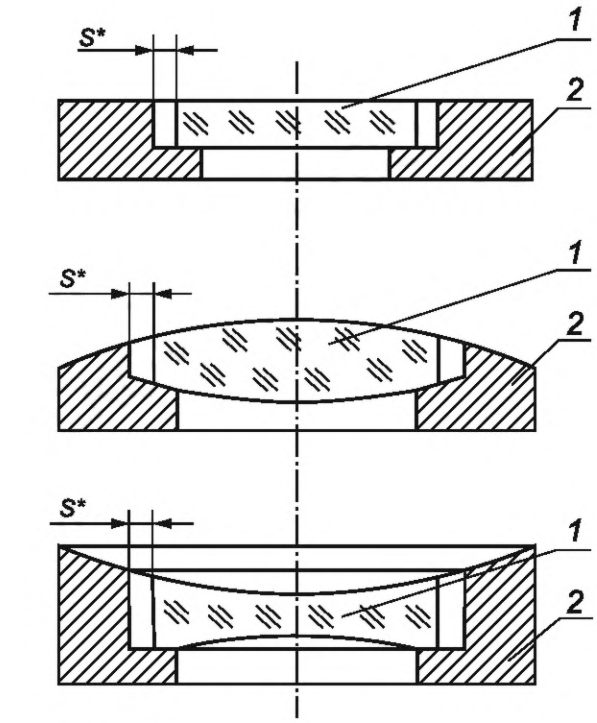
6.3.2 Устанавливают деталь в оправу в соответствии с рисунком 1 с помощью пинцета или руками в резиновых хирургических перчатках или напальчниках.

6.4 Нанесение покрытия

6.4.1 Порядок выполнения технологической операции нанесения покрытия устанавливают в зависимости от способа нанесения покрытия, числа наносимых слоев и конструкции оборудования.

6.4.2 Технологическая операция нанесения однослойного покрытия способом ионно-плазменного распыления состоит из следующих этапов:

- этап 1. Деталь в оправе устанавливают на столик-держатель вакуумной камеры (далее — камеры) параллельно поверхности катода на расстоянии от 30 до 50 мм (от 45 до 50 мм — для деталей из стекла типов ТК, СТК, ТФ); расстояние измеряют измерительной линейкой;
- этап 2. Удаляют пыль с поверхности детали обезжиренной беличьей кисточкой или струей воздуха из резиновой груши;
- этап 3. Устанавливают столик-держатель с деталью в оправе под соответствующий катод (для однослойного покрытия — кремниевый);
- этап 4. Закрывают камеру;
- этап 5. Откачивают воздух из камеры до давления от 10^{-4} до 10^{-5} мм рт. ст.;
- этап 6. Включают высоковольтный выпрямитель и подают на катод напряжение в соответствии с таблицей 2;
- этап 7. В камеру подают рабочий газ до появления тлеющего разряда и установления давления от 10^{-1} до 10^{-2} мм рт. ст. В качестве рабочего газа используют технический кислород или смесь кислорода с аргоном (кислород не менее 25 %).



* Не более 0,5 мм.

1 — деталь; *2* — оправа

Рисунок 1 — Варианты установки детали в технологической оправе

Цвет разряда при распылении в кислороде должен быть зеленоватым, при распылении в смеси кислорода с аргоном — сиренево-розовым.

Допускается устанавливать давления рабочего газа по границе темного катодного пространства, которая должна находиться на расстоянии от 10 до 12 мм от поверхности детали.

Таблица 2

Материал детали	Напряжение на катоде, кВ	Плотность разрядного тока, мА/см^2	Продолжительность распыления, мин	Продолжительность перерыва для охлаждения детали, мин	Примечание
Стекло марок К8, К108, ГЛС1, ГЛС2	2,0—2,5	2—3	1,0—1,5 (без охлаждения катодов) 2—4 (с охлаждением катодов)	≥ 5	Во время перерывов деталь следует выводить из зоны распыления и вводить после установления режима
Кварцевое стекло					
Лейкосапфир					
Гранат					
Стекло типов ТК, СТК, ТФ	1,50 ± 0,15	1,50 ± 0,15	0,4—0,6 (первые 3—4 цикла) 0,8—1,2 (остальные циклы)		

- этап 8. Наносят слой покрытия на поверхность детали периодически повторяющимися циклами «распыление-охлаждение детали». Режимы распыления и продолжительность циклов должны соответствовать указанным в таблице 2;

- этап 9. Проводят контроль толщины слоя в процессе его нанесения с помощью фотометрического устройства по минимальному значению коэффициента отражения ρ или максимальному значению

коэффициента пропускания τ на длине волны λ_{min}. Допускается контроль толщины слоя по времени его нанесения;

- этап 10. Снимают напряжение с катода;
- этап 11. Прекращают подачу рабочего газа в камеру;
- этап 12. Камеру заполняют воздухом через:
- 5—10 мин — для деталей из стекла марок К8, К108, ГЛС1, ГЛС2, кварцевого стекла, лейкосапфира и граната размером менее 100 мм,
- 20—30 мин — для деталей из перечисленных выше материалов размером более 100 мм и стекла типов ТК, СТК и ТФ;
- этап 13. Деталь в оправе вынимают из камеры, извлекают ее из оправы и помещают на рабочий стол на чистую папиросную бумагу или в технологическую тару.

Детали с нанесенными покрытиями, предназначенные для работы в условиях влажного климата, обрабатывают винилтрихлорсиланом и уксуснокислой ртутью по НД, утвержденным в установленном порядке.

6.4.3 Технологическая операция нанесения двухслойного покрытия способом ионно-плазменного распыления для вакуумных установок, оснащенных двумя и более катодами, состоит из следующих этапов:

- этап 1. Наносят 1-й слой покрытия по 6.4.2, этапы 1—8;
- этап 2. Проводят контроль толщины 1-го слоя в процессе его нанесения с помощью фотометрического устройства по изменению значения ρ или τ контрольного образца плоской формы. При нанесении покрытия на деталь из стекла типов ТК, СТК, ТФ минимума значения ρ первого слоя добиваются после прохождения первого максимума значения коэффициента отражения ρ.

Минимальные значения спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda_{min})$ поверхности детали после нанесения 1-го слоя из различных окислов в зависимости от длины волны λ_{min} должны соответствовать указанным в таблице 3.

Таблица 3

<table>
<tr><th rowspan="2">Длина волны λ_{min}, мкм</th><th colspan="4">Минимальное значение спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda_{min})$, %</th></tr>
<tr><th>Пятиокись ниобия (NB_2O_5)</th><th>Пятиокись тантала (Ta_2O_5)</th><th>Двуокись циркония (ZrO_2)</th><th>Двуокись гафния (H_fO_2)</th></tr>
<tr><td>0,25</td><td>—</td><td>—</td><td>9,0*</td><td>10,5*</td></tr>
<tr><td>0,30</td><td>—</td><td>—</td><td>9,5*</td><td>11,0*</td></tr>
<tr><td>0,35</td><td>—</td><td>—</td><td>10,5*</td><td>11,0*</td></tr>
<tr><td>0,40</td><td rowspan="2">8,5</td><td rowspan="2">10,0</td><td>10,5; 10,5*</td><td>11,5; 11,5*</td></tr>
<tr><td>0,45</td><td rowspan="2">10,5</td><td rowspan="2">11,5</td></tr>
<tr><td>0,50</td><td>9,0</td><td>10,5</td></tr>
<tr><td>0,55</td><td rowspan="4">9,5</td><td rowspan="3">11,0</td><td rowspan="7">11,0</td><td rowspan="3">12,0</td></tr>
<tr><td>0,60</td></tr>
<tr><td>0,65</td></tr>
<tr><td>0,70</td><td rowspan="6">11,5</td><td rowspan="6">12,5</td></tr>
<tr><td>0,80</td><td rowspan="2">10,0</td></tr>
<tr><td>0,90</td></tr>
<tr><td>1,00</td><td rowspan="4">10,5</td></tr>
<tr><td>1,10</td></tr>
<tr><td>1,30</td></tr>
<tr><td>1,50</td></tr>
<tr><td colspan="5">* Для покрытий, наносимых на детали из кварцевого стекла.</td></tr>
</table>

- этап 3. Снимают напряжение с первого катода и подают напряжение на кремниевый катод. Значения напряжения должны соответствовать указанным в таблице 2;

- этап 4. Столик-держатель с деталью в оправе устанавливают под кремниевый катод;

- этап 5. Наносят 2-й слой покрытия по 6.4.2, этап 8;

- этап 6. Проводят контроль толщины 2-го слоя покрытия в процессе его нанесения по 6.4.2, этап 9;

- этап 7. Выполняют действия по 6.4.2, этапы 10—13.

6.4.4 Технологическая операция нанесения двухслойного покрытия способом ионно-плазменного распыления для вакуумных установок с одним катодом состоит из следующих этапов:

- этап 1. Наносят 1-й слой покрытия по 6.4.2, этапы 1—8;

- этап 2. Проводят контроль толщины 1-го слоя в процессе его нанесения с помощью фотометрического устройства по 6.4.3, этап 2;

- этап 3. Снимают напряжение с первого катода;

- этап 4. Прекращают подачу рабочего газа в камеру;

- этап 5. Заполняют камеру воздухом по 6.4.2, этап 12;

- этап 6. Проводят замену рабочего катода на кремниевый;

- этап 7. Наносят 2-й слой покрытия по 6.4.2, этапы 4—13.

6.4.5 Технологическая операция нанесения однослойного покрытия способом ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов состоит из следующих этапов:

- этап 1. Выполняют действия по 6.4.2, этапы 1 и 2;

- этап 2. Устанавливают столик-держатель с деталью в оправе под соответствующий катод (для однослойного покрытия — кремниевый или кварцевый);

- этап 3. Выполняют действия по 6.4.2, этапы 4 и 5;

- этап 4. Включают генератор и подают на катод высокочастотное напряжение, значение которого указано в таблице 4;

- этап 5. В камеру подают рабочий газ до появления тлеющего разряда и установления давления от $6 \cdot 10^{-3}$ до $8 \cdot 10^{-3}$ мм рт. ст. [в качестве рабочего газа используют технический кислород, смесь кислорода с аргоном (содержание кислорода — не менее 25 %) или аргон. Цвет разряда при распылении в кислороде должен быть зелено-желтым, при распылении в смеси кислорода с аргоном или аргоне — сиренево-розовым];

- этап 6. Слой покрытия наносят на поверхность детали периодически повторяющимися циклами «распыление-охлаждение детали». Режимы распыления и продолжительность циклов должны соответствовать указанным в таблице 4.

Таблица 4

Материал детали	Материал катода	Рабочий газ	Мощность разряда, Вт	Плотность разрядного тока, мА/см^2	Напряжение, кВ	Продолжительность цикла распыления, мин	Продолжительность перерыва для охлаждения детали, мин	Примечание
Стекло марок К8, К108, ГЛС1, ГЛС2, кварцевое стекло, лейкосапфир, гранат	Кремний (тантал, ниобий, цирконий, гафний)	Кислород или смесь кислорода с аргоном	700—800	1,6—1,8	2,3—2,4	2—4	≥ 5	Во время перерывов деталь выводят из зоны распыления и вводят после установления режима
	Кварц	Аргон	500—600	1,2—1,4	1,9—2,1			
Стекло типов ТК, СТК, ТФ	Кремний (тантал, ниобий, цирконий, гафний), кварц	Кислород или смесь кислорода с аргоном, аргон	300—500	1,0—1,3	1,9—2,1	0,5 (первые 3—4 цикла), 1 (остальные циклы)		

- этап 7. Проводят контроль толщины слоя покрытия в процессе его нанесения по 6.4.2, этап 9;

- этап 8. Выполняют действия по 6.4.2, этапы 10—13.

6.4.6 Технологическая операция нанесения двухслойного покрытия способом ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов состоит из следующих этапов:

- этап 1. Наносят 1-й слой покрытия по 6.4.5, этапы 1—6;

- этап 2. Проводят контроль толщины 1-го слоя покрытия в процессе его нанесения по 6.4.3, этап 2;

- этап 3. Снимают напряжение с первого катода и подают напряжение на кремниевый или кварцевый катод;

- этап 4. Передвигают заслонку в положение, соответствующее открытию кремниевого или кварцевого катода;

- этап 5. Устанавливают столик-держатель с деталью под кремниевый или кварцевый катод;

- этап 6. Проводят замену рабочего газа (кислорода или смеси кислорода с аргоном) на аргон при использовании кварцевого катода для нанесения 2-го слоя покрытия;

- этап 7. Наносят 2-й слой покрытия по 6.4.5, этап 6;

- этап 8. Проводят контроль толщины 2-го слоя покрытия в процессе нанесения по 6.4.2, этап 9;

- этап 9. Выполняют действия по 6.4.2, этапы 10—13.

7 Контроль характеристик полученных покрытий

7.1 Контроль чистоты поверхности деталей после нанесения покрытий проводят визуально по ГОСТ 11141.

7.2 Соответствие оптических характеристик деталей с покрытиями требованиям чертежа, указанным по ГОСТ Р ИСО 9211-2, проводят на спектрофотометрах.

Контроль проводят по спектральному коэффициенту отражения $\rho(\lambda)$ в соответствии с требованиями, указанными на чертеже.

Погрешность определения спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda)$ принимают равной погрешности спектрофотометра, установленной при его метрологической аттестации или поверке.

7.2.1 Если на чертеже не указана погрешность измерения спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda)$ или не приведен перечень приборов, обеспечивающих необходимую точность измерений, то допустимая погрешность измерения спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda)$ должна быть не более $\rho/10$.

7.2.2 Если на чертеже указано предельное значение спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda)$, то допускается применять спектрофотометр с погрешностью измерений, превышающей требования 7.2.1, с соответствующей поправкой для контролируемого значения.

7.3 Интегральный коэффициент отражения ρ_{tot} измеряют с помощью фотометров или других приборов, обеспечивающих погрешность измерений не более ±1 %. Измерения проводят в соответствии с ГОСТ Р 56709.

7.4 Механическую прочность, адгезию и влагостойкость покрытий проверяют по контрольному образцу по ГОСТ Р ИСО 9211-4.

8 Требования безопасности

8.1 Требования безопасности при нанесении покрытий — по ГОСТ Р 71350—2024 (раздел 9).

8.2 Общие требования безопасности при организации рабочих мест — по ГОСТ 12.2.061.

Требования к организации рабочих мест при работе сидя — по ГОСТ 12.2.032.

Требования к организации рабочих мест при работе стоя — по ГОСТ 12.2.033.

8.3 Требования к средствам и методам защиты работающих от статического электричества — по ГОСТ 12.4.124.

8.4 Перечень вредных химических веществ, применяемых или получаемых при выполнении ТТП нанесения покрытий, значения их ПДК в воздухе рабочей зоны и класс опасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005 указаны в таблице 5.

Таблица 5

Наименование вещества	Значение ПДК, мг/м^3	Класс опасности
Кремния двуокись	1	3
Ниобия окись	10	4
Спирт этиловый	1000	4
Тантала пятиокись	10	4
Циркония двуокись	6	3

Методы измерений ПДК вредных веществ должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.016.

8.5 Требования безопасности при работе с вредными химическими веществами — по ГОСТ 12.1.007.

8.6 После прекращения процесса распыления и снятия напряжения следует проводить прокачку вакуумной камеры для удаления аэрозолей химических веществ (двуокиси кремния, двуокиси ниобия, пятиокиси тантала, двуокиси циркония и двуокиси гафния).

Приложение А
(справочное)

Кривые спектральных коэффициентов отражения

Кривые спектральных коэффициентов отражения $\rho(\lambda)$ приведены на рисунках А.1—А.3.

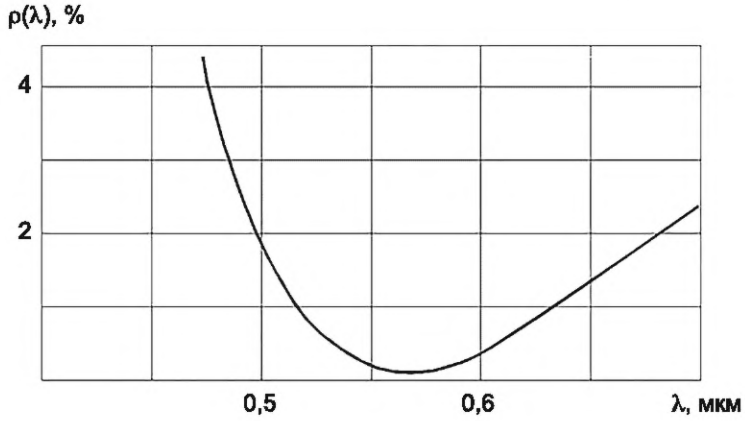


Рисунок А.1 — Кривые спектральных коэффициентов отражения $\rho(\lambda)$ покрытий $14ИП_О$: $12ИП_О$; $14ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $14ИПВ_О$:41ИПВ на деталях из стекла марки К8

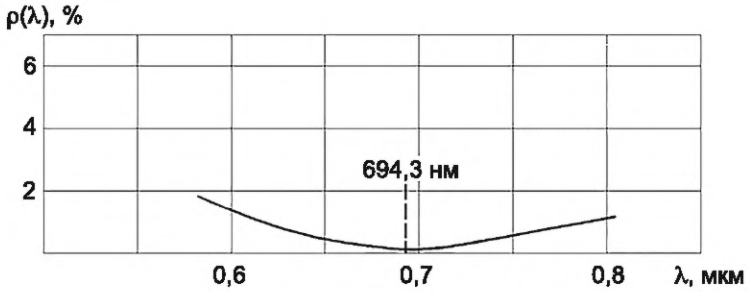
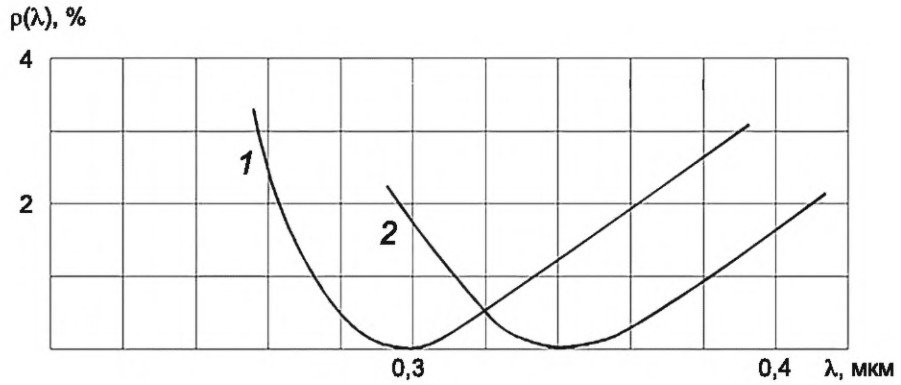


Рисунок А.2 — Кривые спектральных коэффициентов отражения $\rho(\lambda)$ покрытий $14ИП_О$: $12ИП_О$; $14ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $14ИПВ_О$:41ИПВ на деталях из лейкосапфира



1 — покрытия $19ИП_О$:$12ИП_О$; $19ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $19ИПВ_О$:41ИПВ; *2* — покрытия $36ИП_О$: $12ИП_О$; $36ИПВ_О$:$12ИПВ_О$; $36ИПВ_О$:41ИПВ

Рисунок А.3 — Кривые спектральных коэффициентов отражения $\rho(\lambda)$ покрытий на деталях из кварцевого стекла

Приложение Б
(рекомендуемое)

Оборудование, технологическая оснастка, измерительные приборы, инструменты, основные и вспомогательные материалы

Оборудование, технологическая оснастка, измерительные приборы, инструменты, основные и вспомогательные материалы, используемые при выполнении ТТП нанесения покрытий способами ионно-плазменного распыления и ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов, указаны в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Наименование оборудования, материала	Назначение
Кремний поликристаллический	Для изготовления катодов
Полосы циркониевые	То же
Полосы ниобиевые	»
Полосы гафниевые	»
Тантал металлический марок ТВЧ, ТВЧ-1	»
Ленты из тантала неотожженные марки Т	»
Стекло кварцевое оптическое марки КУ по ГОСТ 15130	»
Кислород газообразующий технический осушенный по ГОСТ 5583	Для создания рабочей атмосферы в вакуумной камере при нанесении покрытий
Аргон высокой чистоты технический по ГОСТ 10157	То же
Эмаль ХС-1107М	Для контрольных образцов
Порошок абразивный М7 или М10 по ГОСТ 3647	Для обработки поверхности катодов
Респиратор ШБ-1 «Лепесток» по ГОСТ 12.4.028	Для защиты органов дыхания
Бумага папиросная по ГОСТ 3479	Для укладывания деталей
Сталь нержавеющая марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632	Для изготовления технологических оправ
Сплав алюминиевый марок Д16Т, АМц по ГОСТ 4784	То же
Спирт этиловый ректификованный технический, высший сорт по ГОСТ Р 55878	Для чистки деталей и арматуры
Шкурка шлифовальная бумажная по ГОСТ 6456	Для чистки катодов
Салфетки из бязи и батиста отбеленного по ГОСТ 29298	Для чистки деталей
Вата хлопчатобумажная по ГОСТ 5556	То же
Перчатки резиновые хирургические по ГОСТ 3	»
Напальчники резиновые по ГОСТ 33075	»
Кисть беличья	»
Груша резиновая	»
Кислота азотная по ГОСТ 4461	»
Мыло хозяйственное по ГОСТ 30266	»
Гидрат окиси калия по ГОСТ 9285	»

Окончание таблицы Б.1

Наименование оборудования, материала	Назначение
Бензин	Для чистки загрязненных деталей арматуры и экранов
Пылесос	То же
Термостат	Для сушки деталей арматуры и экранов
Пинцет по ГОСТ 21241	Для установки деталей в оправы
Вакуумная установка ионно-плазменного распыления	Для нанесения покрытий
Вакуумная установка ионно-плазменного высокочастотного распыления металлов	То же
Баллон с редуктором или подушка с рабочим газом	Для нанесения покрытия
Фотометрическое устройство	Для контроля значений спектральных коэффициентов отражения и пропускания
Винилтрихлорсилан и уксуснокислая ртуть	Для обработки деталей с нанесенными покрытиями, предназначенных для работы в условиях влажного климата

Приложение В
(обязательное)

Подготовка оборудования, технологической оснастки и катодов

При подготовке оборудования, технологической оснастки и катодов следует:

- установить катоды, изготовленные из необходимых материалов, в камере;
- очистить поверхности катодов ватным тампоном, смоченным спиртом. При наличии на поверхности металлических катодов белого порошкообразного налета окисла его необходимо удалить шлифовальной бумажной шкуркой и протереть поверхности катодов ватным тампоном, смоченным спиртом;
- подключить к вакуумной установке баллон или подушку, наполненные рабочим газом;
- обработать впервые используемые оправы и детали подколпачной арматуры в разряде по режиму, указанному в таблице 2, в течение 5 мин под любым из катодов;
- отградуировать вакуумную установку для контроля толщин слоев по времени нанесения, т. е. определить зависимость длины волны, соответствующей минимальному значению спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda_{min})$ поверхности детали с первым слоем, указанному в таблице 3, от времени нанесения при определенном режиме и расстоянии детали от катода. С этой целью необходимо нанести на образцы из стекла марки К8 слои различной толщины и зафиксировать время их нанесения, построить кривые спектральных коэффициентов отражения $\rho(\lambda)$ и найти указанную зависимость.

Примечание — В дальнейшем в ТТП рекомендуется использовать указанную зависимость для определения времени нанесения 1-го слоя при известной длине волны λ_{min}. При этом детали следует располагать на том же расстоянии от катода, что и при градуировке установки, и поддерживать тот же режим разряда.

УДК 681.7.026.6:006.354 ОКС 37.020

Ключевые слова: оптика и фотоника, просветляющие покрытия, типовые технологические процессы нанесения однослойных и двухслойных просветляющих покрытий, ионно-плазменное распыление, ионно-плазменное высокочастотное распыление металлов

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.10.2024. Подписано в печать 28.10.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru