

Название проекта: **Нанесение многослойных просветляющих покрытий на основе соединений кремния на стекло химическим методом**
Работа раздела (тип работы): **Нелинейно - оптические материалы**

Аннотация проекта

Цель проекта:

- Разработать недорогой, нематериалоёмкий и нересурсоёмкий метод химического нанесения многослойного просветляющего и энергосберегающего оптического покрытия на основе соединений кремния на стекло.

Проблемы, решаемые проектом:

Оконные стёкла теряют от 4 до 12% процентов проходящего через них света за счёт переотражения. Кроме того, зимой через обычное оконное стекло большая часть тепловой энергии уходит в виде инфракрасного излучения. Летом тепловое излучение свободно проходит через обычное стекло увеличивая затраты на кондиционирование помещения.

Гипотезы:

- Система $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ может служить основой просветляющих многослойных оптических покрытий.
- Введение в слой кремниевой кислоты оксида олова придаст покрытию энергосберегающие и антистатические свойства.

Методика решения проектной задачи:

1. Нанесение на поверхность оконного стекла многослойного просветляющего оптического покрытия на основе чередующихся слоёв $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ по разработанной нами методике. Обычное стекло получит энергосберегающие свойства за счёт лучшего светопропускания видимого спектра, кроме того, достоинством данного метода является дешевизна получаемого покрытия.
2. Введение в слой кремниевой кислоты на стадии производства оксида олова SnO_2 прозрачного для видимого света и отражающего ИК излучение с длиной волны выше 2 мкм не даёт проходить тепловому излучению внутрь помещения летом и выходить тепловому излучению из помещения зимой. Полученное покрытие позволит снизить затраты на отопление помещения зимой и кондиционирование помещения летом.

Актуальность работы:

Рост цен на тепловую и электрическую энергию делает актуальными задачу их сбережения. На обычных оконных стёклах потери светопропускания составляют от 4 до 12 процентов на каждой границе стекло-воздух. Большая часть расходования тепловой энергии (~45%) приходится в помещении на окна, через которые часть тепловой энергии уходит из помещения в виде ИК излучения.
Создание стекла обладающего улучшенной светопропускаемостью за счёт недорогого многослойного просветляющего покрытия, а также не выпускающего ИК излучение из помещения за счёт переотражения актуальная на сегодняшний день задача.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	
1.1. ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩЕЕ СТЕКЛО	4
1.2 СОВРЕМЕННЫЕ ВИДЫ ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИХ СТЁКОЛ.....	4
1.2.1 ТВЁРДОЕ ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИЕ ПОКРЫТИЕ (К-СТЕКЛО)..	4
1.2.2 МЯГКОЕ ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИЕ ПОКРЫТИЕ (I-СТЕКЛО)....	5
1.2.3 ДОСТОИНСТВА ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИХ СТЕКОЛ.....	5
1.2. ПРОСВЕТЛЕНИЕ ОПТИКИ.....	5
1.3. СПОСОБЫ НАНЕСЕНИЯ ПРОСВЕТЛЯЮЩИХ ПОКРЫТИЙ НА ОПТИЧЕСКИЕ ДЕТАЛИ.....	6
1.4. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ.....	7
2. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	
2.1. ПОЛУЧЕНИЕ ОДНОСЛОЙНОГО ОПТИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ	9
2.2. ИЗУЧЕНИЕ ЗАВИСИМОСТИ ТОЛЩИНЫ ПОЛУЧАЕМОГО ПОКРЫТИЯ ОТ КОНЦЕНТРАЦИИ СИЛИКАТА НАТРИЯ В РАСТВОРЕ.....	10
2.3. ПОЛУЧЕНИЕ МНОГОСЛОЙНОГО ОПТИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ЧЕРЕДОВАНИЯ СИСТЕМЫ $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{SiO}_3$	10
2.4 ПОЛУЧЕНИЕ СПЕЦИАЛЬНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ.....	11
3. ВЫВОДЫ.....	14
4. ПЕРСПЕКТИВЫ ДАЛЬНЕЙШИХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	14
4. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	15

ВВЕДЕНИЕ

Изначально данная работа создавалась для создания простого и доступного способа нанесения многослойных просветляющих покрытий на стеклянных поверхностях. При решении чисто физической задачи создания демонстрационного микроскопа мы столкнулись с проблемой создания на поверхности стеклянных линз оптических покрытий. В ходе решения стоящей перед нами задачи предложенный способ оказался более удобным для нанесения покрытий на плоские поверхности, так как на сферических поверхностях покрытие получалось разной толщины и без специального оборудования нанести равномерную плёнку не представлялось возможным.

Было принято решение переориентировать работу на создание покрытий для обычных оконных стекол, обладающих энергосберегающими свойствами.

В теоретическую часть добавлен раздел посвящённый обзору современных видов энергосберегающих стёкол. Изучив достоинства и недостатки имеющихся технологий, мы разработали свой способ создания покрытия на поверхности стекла, обладающий энергосберегающими свойствами.

1.1. ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩЕЕ СТЕКЛО

Энергосберегающее стекло - это полированное флоат-стекло, на поверхность которого путем напыления нанесено специальное, содержащее свободные электроны, покрытие из полупроводниковых окислов металлов или цветных металлов. За счет явлений интерференции и электропроводности стекло с таким покрытием отражает тепловые волны в инфракрасном диапазоне, что позволяет существенно сократить теплопотери помещения. Поскольку энергосберегающее стекло *выборочно* пропускает волны, становится понятным одно из его менее распространенных определений как *селективного стекла*.

Известно, что электропроводимость связана с излучательной способностью (в физике это явление называется эмиссией) поверхности. Очевидно, что параметром, характеризующим энергосберегающие свойства стекла, будет являться его излучательная способность, под которой понимают свойство поверхности отражать длинноволновое тепловое излучение. Для сравнения, такой параметр как *эмиссидент* поверхности (E) у обычного стекла имеет числовое значение $E=0,835$, а у селективного – уже менее 0,04, что говорит о том, что эмиссия стекла селективного на порядок ниже эмиссии стекла обычного, откуда и другое название энергосберегающего стекла - *низкоэмиссионное стекло*. В холодную погоду низкоэмиссионное стекло отражает, например, внутрь помещения тепло от отопительных приборов, а в летнее время, напротив, энергосберегающее покрытие отражает тепловую энергию в длинноволновом диапазоне наружу, создавая тем самым ощущение прохлады и комфорта. Энергосберегающее покрытие низкоэмиссионного стекла, имея толщину всего в несколько десятков нанометров, ничем не отличается от обычного прозрачного стекла визуально и абсолютно прозрачно для человеческого глаза. В настоящее время используется два типа низкоэмиссионных покрытий стекла: так называемые I-стекло - мягкое покрытие и K-стекло -твёрдое покрытие.

1.2 СОВРЕМЕННЫЕ ВИДЫ ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИХ СТЕКОЛ

1.2.1 ТВЁРДОЕ ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИЕ ПОКРЫТИЕ (K-СТЕКЛО)

Для придания флоат-стеклу энергосберегающих свойств на поверхность еще горячего стекла методом пиролиза в процессе производства на флоат-линии наносится тонкий слой специального металлооксидного покрытия. Такое покрытие, «спекаясь» со стеклом, отличается особой прочностью и поэтому называется «твёрдое покрытие». Величина излучательной способности k-стекла обычно имеет значение около 0,2. K-стекло получило распространение благодаря своему нейтральному цвету, простоте обработки и исключительным теплоизолирующим характеристикам. K-стекло может быть ламинировано и закалено. K-стекло (Low-E) применяется там, где требуется оптимизировать энергозатраты. K-стекло обычно входит в состав стеклопакетов в качестве стекла «на помещение», а низкоэмиссионное покрытие K-стекла обращено в межстекольное пространство. Таким образом, преимущества K-стекла очевидны: K-стекло (Low-E) улучшает теплоизоляцию, существенно сокращает потери тепла, снижает затраты на отопление, на порядок уменьшает вероятность конденсации влаги на поверхностях стекла, предусматривает возможность остекления вместе с солнцезащитным стеклом. K-стекло обладает высокой светопрозрачностью и визуально практически ничем не отличается от обычного прозрачного стекла. K-стекло имеет прозрачное покрытие (Low-E) нейтрального цвета и его влияние на светопрозрачность и отражение едва заметно. Еще раз следует отметить, что K-стекло предназначено для сокращения потерь тепла, и в особенности через площади оконного остекления. Покрытие K-стекла пропускает

солнечную энергию в коротковолновом диапазоне в помещение, но не пропускает тепловое излучение в длинноволновом диапазоне, например, от приборов и систем отопления.

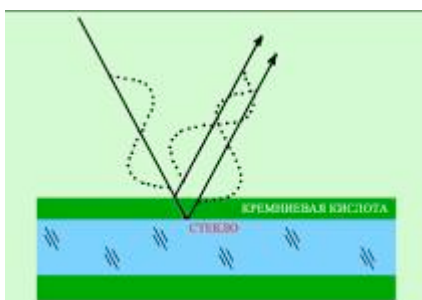
1.2.2 МЯГКОЕ ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИЕ ПОКРЫТИЕ (I-СТЕКЛО)

Следующим серьезным шагом в изготовлении энергосберегающих стекол стало появление I-стекла, по своим характеристикам превосходящего вышеописанное K-стекло. Отличия между I-стеклом и K-стеклом заключаются как в технологии производства, так и в значении коэффициента излучательной способности. Получение I-стекла предполагает нанесение на его поверхность оптического низкоэмиссионного покрытия на основе окислов металлов с использованием высоковакуумного производственного оборудования, оснащенного системой магнетронного распыления. Низкоэмиссионное Double Low-E покрытие I-стекла толщиной в несколько десятков нанометров прозрачно, обладает великолепной светопропускающей способностью и еще более низким ($E=0,04$) коэффициентом излучательной способности в сравнении с K-стеклом. Применение стеклопакетов с I-стеклом в составе позволяет не только добиться снижения энергозатрат, но и заметно повысить комфорт в помещении. За время отопительного сезона энергосберегающий эффект от оконной конструкции средних размеров, остекленной стеклопакетами с I-стеклом в составе эквивалентен сжиганию жидкого топлива (мазут, солярка) общей массой до 300кг. Недостатком I-стекла в сравнении с K-стеклом является его пониженная абразивная стойкость, что представляет определенные затруднения при транспортировке. Однако, с учетом того, что энергосберегающее покрытие и-стекла всегда располагают внутри стеклопакета, данный недостаток не сказывается на эксплуатационных характеристиках I-стекла.

1.2.3 ДОСТОИНСТВА ЭНЕРГОСБЕРЕГАЮЩИХ СТЕКОЛ

- однокамерный стеклопакет с любым (K-стекло, I-стекло) низкоэмиссионным стеклом обладает большим эффектом энергосбережения, чем двухкамерный стеклопакет с обычными стеклами;
- однокамерный стеклопакет с энергосберегающим стеклом легче двухкамерного на 10 кг/м² (при толщине стекла – 4мм), что обеспечивает более продолжительный срок эксплуатации оконного переплета и уменьшает нагрузку на оконную фурнитуру;
- однокамерный стеклопакет с низкоэмиссионным имеет даже большее светопропускание, чем двухкамерный с обычными стеклами;
- при массовом производстве цена однокамерного стеклопакета с энергосберегающим стеклом в составе практически не отличается от цены двухкамерного с обычными стеклами.

1.2. ПРОСВЕТЛЕНИЕ ОПТИКИ



Основная, почти классическая задача, просветляющих покрытий - увеличение спектрального диапазона и уменьшение остаточного отражения. Решение её при создании покрытий, работающих в широком спектральном диапазоне, включающем ультрафиолетовую, видимую и ближнюю инфракрасную часть спектра, осложняется

тем, что оно существенно зависит от показателя преломления просветляемого материала. Показатель преломления просветляемых материалов лежит в интервале от 1,35 до 2,20. Кроме того набор стабильных, химически устойчивых, стойких к воздействию внешней атмосферы плёнообразующих материалов невелик. Наибольшие сложности возникают при создании антиотражающих покрытий на материалах с малым показателем преломления. Однако, при использовании современных методов синтеза удаётся создавать конструкции, обеспечивающие заданные требования. Такие конструкции содержат слои, толщина которых не превышает нескольких нанометров, что вызывает значительные технологические сложности при их реализации, связанные как с контролем толщины слоёв в процессе их изготовления, так и со стабильностью параметров плёнок во времени. Это требует создания новых методов контроля толщины в процессе осаждения и исследование изменения свойств этих слоёв в процессе эксплуатации. Не меньший интерес в последнее время предьявляется к покрытиям, работающим в области вакуумного ультрафиолета. Создание таких покрытий в настоящее время сдерживается из-за отсутствия знаний о показателях преломления плёнообразующих материалов, прозрачных в этой области спектра и приборов, позволяющих аттестовать эти материалы с достаточной точностью.

Особый интерес в последние годы проявляется к просветляющим покрытиям с переменным по толщине показателем преломления. Хотя свойства таких покрытий известно давно их экспериментальная реализация к настоящему времени почти отсутствует. В последнее время, в связи с экспериментальными исследованиями, посвящёнными одновременному испарению двух и более плёнообразующих материалов в вакууме, появляется надежда на создание таких покрытий.

Наибольшее распространение в настоящее время находят просветляющие системы, часто этот вид покрытий выполняет помимо своей основной задачи - снижение коэффициента отражения на границе раздела двух сред с различными показателями преломления, решает и проблему, связанную с защитой неустойчивого (налётоопасного, пятаемого) стекла от влияния окружающей среды. Применение просветляющих покрытий позволяет снизить коэффициент отражения на границе стекло – воздух от 4-12 % до 0,01% на одной длине волны до 0,5% в широком спектральном диапазоне. Что позволяет увеличить пропускание оптической системы, состоящей из 8-12 элементов увеличить (40-50)%. Конструкции просветляющих покрытий, разработанные для лазерных систем, позволяют обеспечить пропускание оптической детали более 99,8%.

В последние годы большинство исследований посвящено поиску и исследованию многослойных тонкопленочных систем, формирующих энергетические характеристики излучения. Результатом их явилась разработка многих типов узкоспециализированных и механически прочных тонкопленочных покрытий.

1.3. СПОСОБЫ НАНЕСЕНИЯ ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОПТИЧЕСКИЕ ДЕТАЛИ

Нанесение покрытий путём термического испарения плёнообразующих материалов в вакууме

Методы термического испарения получили наиболее широкое применение для нанесения покрытий различного назначения и характеризуются высокой производительностью, возможностью контроля и автоматической стабилизации основных технологических параметров в процессе нанесения покрытий, что обеспечивает высокую воспроизводимость их структурных характеристик, состава, оптических и эксплуатационных свойств. Методы позволяют наносить покрытия из плёнообразующих различного состава и природы с широким диапазоном оптических констант в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра.

Нанесение покрытий

Нанесение покрытий методом термического испарения плёнкообразующего материала в вакууме осуществляется в вакуумной установке. Процесс нанесения состоит из трёх этапов испарения плёнкообразующего материала, переноса пара к подложке и конденсации пара на подложке.

Для испарения вещество в испарителе нагревают. Для этого чаще всего используют джоулево тепло, выделяющееся в проводниках при прохождении через них электрического тока (резистивное испарение) или нагрев электронным пучком (электронно-лучевое испарение). При нагреве некоторые вещества плавятся, переходя затем в парообразное состояние, а некоторые переходят в парообразное состояние, минуя жидкую фазу (возгонка). Молекулы материала, получив при нагреве энергию, достаточную для преодоления межмолекулярных связей, удаляются с его поверхности. При столкновении друг с другом молекулы возвращаются обратно в материал (конденсация).

Нанесение покрытий ионно-плазменным распылением плёнкообразующих материалов в вакууме

Ионно-плазменные, или катодные, методы нанесения покрытий основаны на распылении мишени при бомбардировке её ионами инертного или реактивного газа. Источником ионов является самостоятельный разряд в разреженном газе (тлеющий на постоянном токе или высокочастотный) или несамостоятельный разряд (дуговой или с осцилляцией электронов). В оптической технологии наибольшее распространение получили методы диодного и триодного распылений на постоянном токе или с использованием высокочастотного напряжения.

Диодная распылительная система состоит из катода и анода. Катод является источником электронов, возникающих за счёт автоэлектронной эмиссии, и выполняет роль мишени, которая распыляется под ударами положительных ионов. Анод, поддерживает непрерывное горение разряда, одновременно является держателем подложек, на которые осаждается тонкий слой материалов катода.

В триодных системах функции катода и мишени разделены: катод является источником электронов, которые поддерживают разряд инертного газа, а мишень располагается параллельно плазменному шнуру (ось мишени делит расстояние анод – катод в отношении 1:2, где находится положительный столб разряда).

1.4. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ

Метод травления и выщелачивания

Для получения прозрачных покрытий, уменьшающих отражение света от поверхности оптических деталей из силикатных стёкол, предназначен метод травления и выщелачивания. Процесс образования покрытий заключается в химическом взаимодействии поверхности стекла с водными растворами электролитов. Наиболее часто применяют разбавленные растворы кислот: уксусной (концентрацией 0,1н) или азотной (концентрацией 0,5н). в результате из поверхностного слоя стекла выщелачиваются растворимые оксиды и соли, а на поверхности стекла остаётся слой нерастворимого пористого диоксида кремния, показатель преломления которого близок к 1,44.

Эффективность метода просветления оптических деталей травлением повышается с увеличением разности между показателями преломления стекла и поверхностного слоя.

Просветляющие плёнки, получаемые травлением в разбавленных водных растворах кислот и органических растворителях, частично растворимы в растворах щёлочей и

плавиковой кислоты. По механической прочности (устойчивости к истиранию) плёнки из диоксида кремния близки к прочности стекла.

Получение оптических покрытий методом золь-гель-технологии

Метод золь – гель-технологии основан на реакции гидролиза ряда органических и неорганических соединений в спиртовых растворах в присутствии незначительного количества воды. Гидролиз частично протекает в растворе с образованием прозрачных, устойчивых во времени зольей и завершается в тонком слое на поверхности стекла с выделением нерастворимых оксидных соединений в виде прозрачных слоёв геля.

Плёнкообразующими веществами могут быть алкоксисоединения III, IV, V и VIII групп периодической системы и соли минеральных кислот (хлориды, нитраты, ацетаты, хлороксиды), а также мономеры и полимеры кремнийорганических соединений. Сочетание оксидных покрытий с кремнийорганическими или органическими полимерами позволяет получать малопористые, гидрофобные или более эластичные покрытия.

Оптимальные соотношения компонентов раствора должны, с одной стороны, одновременно обеспечить быстрый гидролиз в растворе с сохранением его прозрачности в виде золя, а с другой стороны, - мгновенный полный гидролиз в тонком слое на поверхности стекла с образованием прозрачного геля.

Для ускорения созревания раствора тетраэтоксисилана и для сохранения раствора тетраэтоксититана в виде прозрачного золя в растворы вводят незначительное количество соляной кислоты.

Созревание растворов протекает в несколько стадий: сольволиз; частичный гидролиз; конденсация продуктов гидролиза с образованием полимолекул.

Технологический процесс нанесения покрытий состоит из следующих этапов: подготовки поверхности деталей, нанесение плёкообразующих растворов, термообработки, контроля оптических характеристик и механической прочности покрытий.

Подготовка поверхности деталей перед нанесением покрытий заключается в промывке их этиловым спиртом и протирке обезжиренными салфетками или ватными тампонами. Допускается чистка смесью этилового спирта и петролейного эфира.

Нанесение покрытий осуществляется на специальных станках. Обработанная деталь в зажимах цанги или самоцентрирующихся патронах приводится во вращение со строго регулируемой частотой (от 200 до 18000 с⁻¹ в зависимости от размера детали). Чем меньше деталь, тем больше частота вращения.

После очистки поверхности детали и установления необходимой частоты вращения на цент её подаётся в небольшом количестве плёкообразующий раствор (около 0,03 мм³ на 1 см²). Толщина покрытия регулируется концентрацией раствора и частотой вращения.

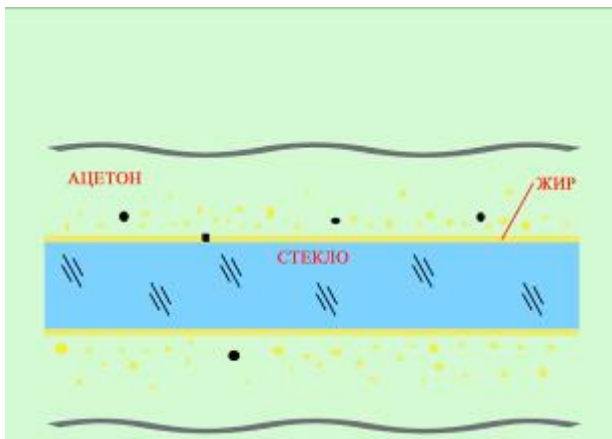
Второй способ нанесения покрытия из растворов заключается в погружении деталей в плёкообразующий раствор и в медленном извлечении их из раствора со строго регулируемой скоростью. Этот способ предназначается для деталей сложной конфигурации и пластин больших размеров. Процесс нанесения покрытий погружением осуществляется на установке РП-714. термообработка деталей с покрытиями осуществляется в электрических печах типа СНОЛ или в специально конструируемых печах для крупногабаритных деталей.

Детали с просветляющими покрытиями прогревают в зависимости от марки стекла до температуры 250 – 350⁰ С (температура должна быть на 20 – 30⁰ С меньше нижней температуры отжига).

Термообработка осуществляется с целью завершения процессов, протекающих в плёнке, удаления растворителя и летучих продуктов реакции, уплотнения плёнки и закрепления её на поверхности стекла. Уплотнение плёнки приводит к повышению показателя преломления. Для большинства оксидных покрытий постоянные максимальные значения показателя преломления достигаются при прогреве 300 – 350⁰ С.

2.1. ПОЛУЧЕНИЕ ОДНОСЛОЙНОГО ОПТИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

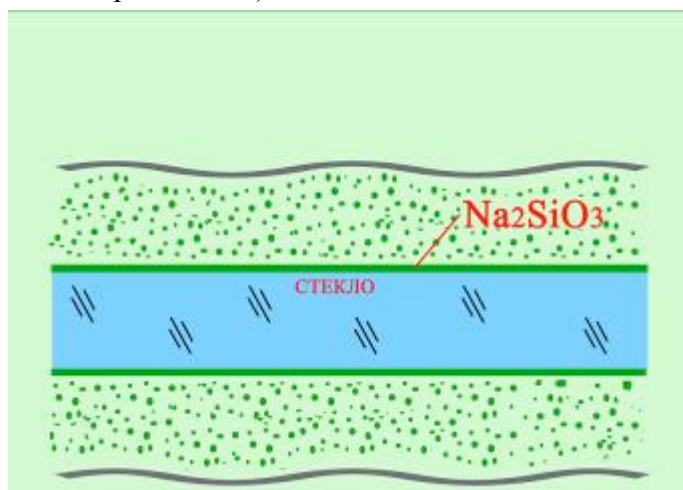
Для получения оптического покрытия на поверхности стекла нами была разработана следующая методика:



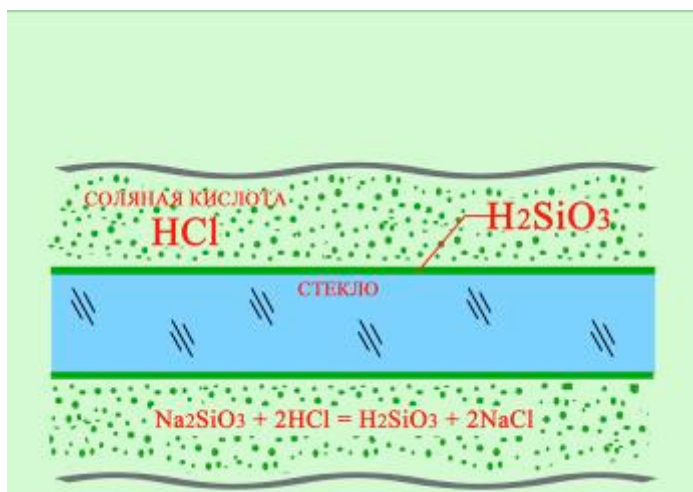
- Первый этап заключался в подготовке стеклянного образца к обработке. Линза, или стекло тщательно обезжиривались при помощи растворителя и моющих средств, для этого образец последовательно промывался в химическом стакане с раствором ацетона (проводить под тягой!!!). Затем промывался 30 минут в растворе моющего средства или щёлочи (наилучшие результаты были получены при промывании стекла в растворе аммиака), а затем промывался в дистиллированной воде (где

находилось непосредственно до проведения второго этапа).

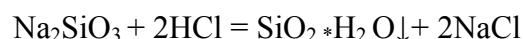
- Второй этап заключался в нанесении на поверхность стекла раствора силиката натрия. Для этого покрываемая деталь быстро извлекалась из воды и вносилась в раствор Na_2SiO_3 . При этом необходимо иметь в виду, что толщина получаемого покрытия зависит, по крайней мере, от температуры раствора и концентрации силиката натрия в растворе. Поэтому от этих двух параметров зависит



воспроизводимость наших опытов и их мы обязаны постоянно контролировать. В условиях школьной лаборатории регулировать концентрацию раствора оказывается намного проще, чем температуру, поэтому в данной работе для задания толщины получаемой плёнки мы использовали зависимость толщины получаемой плёнки от концентрации силиката натрия.



- Третий этап заключается в реакции превращения силиката натрия в кремниевую кислоту под действием более сильной соляной кислоты:



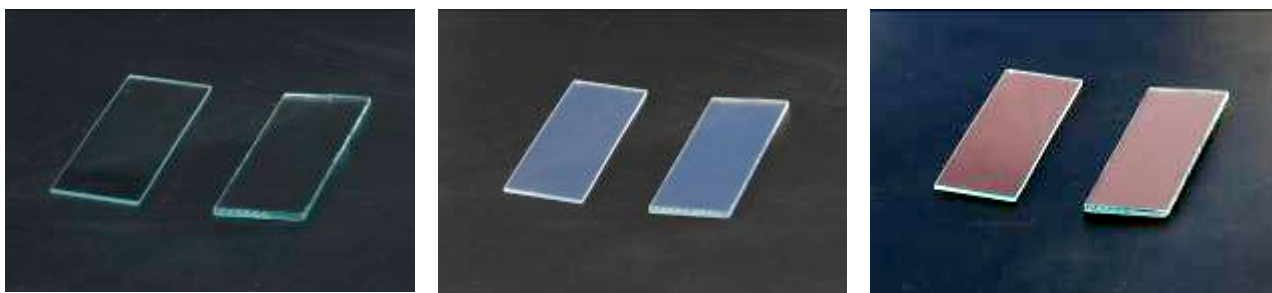
Получившаяся кремниевая кислота представляет очень тонкий малорастворимый в воде аморфный осадок, при аккуратном высушивании в тонких плёнках прозрачный. ■ К

сожалению, при высушивании очень трудно предохранить от пыли поверхность линзы, использование специально разработанной нами беспылевой (приложение 2) камеры помогает не всегда, т. к. образец должен сушиться в течение нескольких часов. Сушка при повышенной температуре приводила к разрушению слоя кремниевой кислоты и как следствие линза «мутнела» покрываясь белым нестираемым налётом SiO_2 . К такому же результату приводило использование раствора Na_2SiO_3 высокой концентрации. К сожалению, у полученного покрытия наряду с достоинствами (дешевизна получаемого покрытия, увеличение светопропускания линзы) есть недостатки:

- невысокая механическая прочность (протирая линзу сухой салфеткой, такое покрытие повреждается);
- невысокая устойчивость к действию агрессивных сред и даже обычной воды;
- удовлетворительное качество с точки зрения оптики;
- сложность сушки полученного покрытия.

2.2. ИЗУЧЕНИЕ ЗАВИСИМОСТИ ТОЛЩИНЫ ПОЛУЧАЕМОГО ПОКРЫТИЯ ОТ КОНЦЕНТРАЦИИ СИЛИКАТА НАТРИЯ В РАСТВОРЕ

Основной характеристикой просветляющего покрытия является толщина его слоёв. Для получения плёнки необходимой нам толщины мы решили варьировать таким параметром как концентрация силиката натрия в плёнообразующем растворе. Нами были взяты



растворы Na_2SiO_3 с концентрациями от 0,05 до 0,9 моль/л. Для проверки толщины получившегося покрытия мы воспользовались таким параметром как интерференционная окраска получаемой плёнки, которая точно соответствует оптической толщине получаемого покрытия. Определение толщины производилось на чёрном фоне в отражённом свете. Полученные результаты занесены нами в таблицу (приложение 1).

2.3. ПОЛУЧЕНИЕ МНОГОСЛОЙНОГО ОПТИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ЧЕРЕДОВАНИЯ СИСТЕМЫ $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{SiO}_3$

Получение многослойного покрытия призвано исправить основные недостатки однослойного покрытия, и прежде всего сточки зрения оптики. Последовательно нанося покрытия разной толщины (для разных длин волн) можно уменьшить светотражение в большей части видимого спектра.

Методика нанесения многослойного покрытия представляет собой совокупность стадий нанесения слоёв состоящих из SiO_2 и H_2SiO_3 .

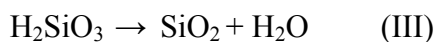
Первая стадия – очистка поверхности стекла от загрязнений. Линза, или стекло тщательно обезжиривались при помощи растворителя и моющих средств, для этого образец последовательно промывался в химическом стакане с раствором ацетона. Затем промывался 30 минут в растворе моющего средства или щёлочи, а затем промывался в дистиллированной воде.

Вторая стадия – химическое осаждение кремниевой кислоты на поверхность стекла. Для этого покрываемая деталь быстро извлекалась из воды и вносилась в раствор Na_2SiO_3 . Как и в первом случае, толщина получаемого покрытия зависит от температуры раствора и

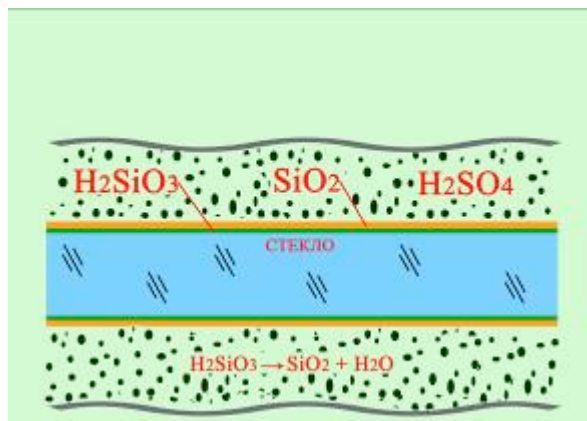
концентрации силиката натрия в растворе. Затем образец вносился в раствор соляной кислоты, где силикат натрия превращался в кремниевую кислоту:



Третья стадия – превращение части плёнки в SiO_2 . Для проведения данной реакции мы воспользовались способностью некоторых кислот отнимать влагу. Для проведения опыта мы воспользовались раствором серной кислоты.



Интерференционная окраска полученной плёнки меняется. Расчёт получившейся интерференционной окраски позволяет сделать вывод, что только часть плёнки H_2SiO_3 переходит в SiO_2 . Если нам требуется многослойное покрытие, то стадии (II) и (III) можно повторять. При расчёте толщины покрытия на второй стадии необходимо помнить, что получившаяся в результате химического осаждения плёнка из H_2SiO_3 , частично превратится в SiO_2 на третьей стадии.



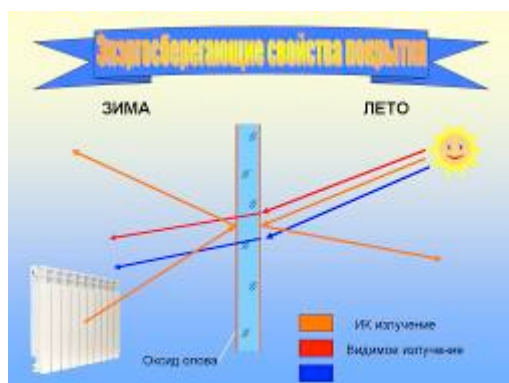
2.4 ПОЛУЧЕНИЕ СПЕЦИАЛЬНЫХ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

На основе плёнки кремниевой кислоты возможно создание большого спектра покрытий обладающих специальными свойствами. Большое значение играют энергосберегающие стекла, дело в том, что на окна приходится более 40% потерь тепла в здании, которые складываются из:

- теплопроводности;
- конвекции;
- теплового излучения

Основная доля (2/3 от всех теплопотерь окна) приходится на тепловое излучение. Главная идея в производстве энергосберегающих стекол — напыление на поверхность особого проводящего слоя из оксидов металлов. Сохранение тепла обеспечивает именно это покрытие, эффективно отражающее тепловую энергию как внутрь помещения зимой, так и вовне - летом. Толщина этого покрытия настолько мала, что оно абсолютно прозрачно для видимого света и солнечных лучей. Покрытие имеет способность отражать инфра-

красную (тепловую) часть светового спектра. Стекло обеспечивает хорошую теплоизоляцию зимой, препятствуя выходу тепла наружу из помещения, обладая в то же время хорошим светопропусканием.



В качестве добавок для придания стеклу энергосберегающих свойств мы пробовали использовать оксиды металлов. Наилучшие результаты нам удалось добиться, вводя в слой кремниевой кислоты небольшое количество оксида

олова.

Технология введения в плёнку кремния оксида олова (II) следующая:

1. Получаем оловянную кислоту $\beta\text{-SnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (иногда ее формулу записывают как H_2SnO_3) по реакции:



Эту стадию необходимо проводить в вытяжном шкафу, так как оксид азота NO_2 очень ядовит.

2. Получившуюся оловянную кислоту вводим в раствор силиката натрия, доведя концентрацию в получившемся растворе до 0,2 моль/л.

3. Проводим цикл нанесения покрытия кремниевой кислоты с осторожной сушкой при температуре $200\text{ }^\circ\text{C}$ в течении 30 минут. При этом оловянная кислота переходит в оксид олова SnO_2 .

Полученное таким образом покрытие обладает двумя очень важными свойствами:

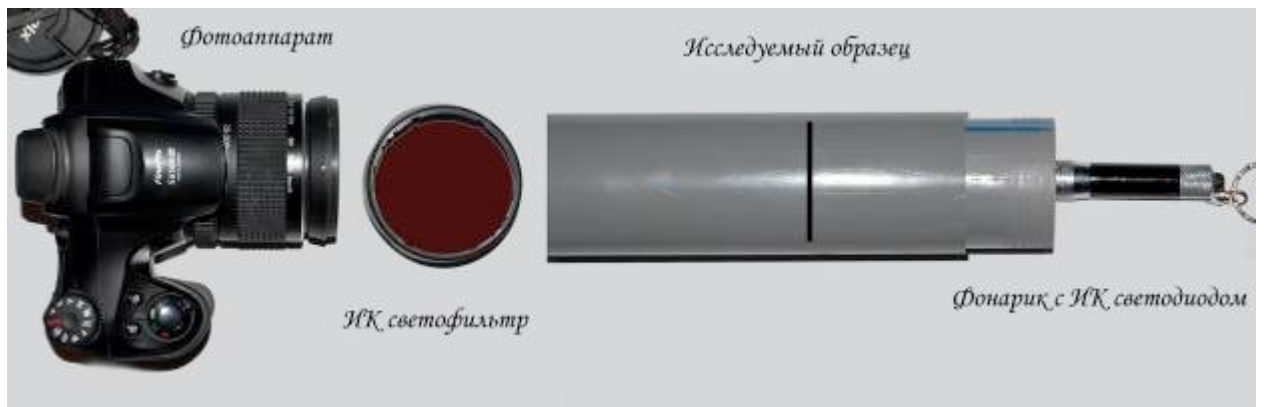
1. Оксид олова SnO_2 прозрачен для видимого света и отражает ИК излучение с длиной волны выше 2 мкм. Поэтому такое покрытие не даст проходить тепловому излучению внутрь помещения летом и выходить тепловому излучению из помещения зимой.

2. Оксид олова SnO_2 полупроводник, покрытие содержащее оксид олова обладает проводимостью (измеренное нами сопротивление составило 38 Мом/см, что вполне достаточно для стекания электростатического заряда). Следовательно, полученное нами покрытие - антистатическое.

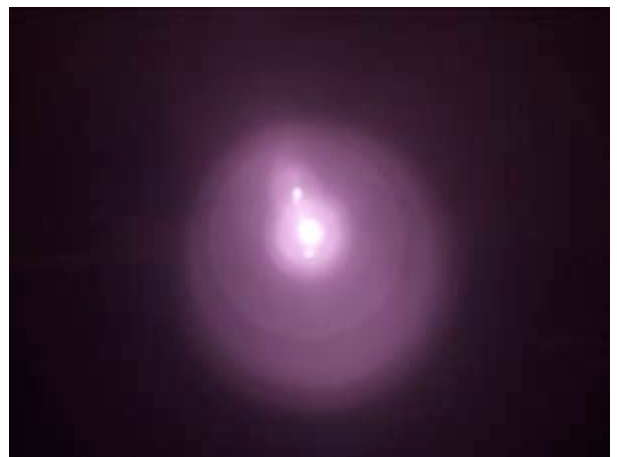
3. Легируя полученное покрытие элементами V группы возможно придание покрытию проводящих свойств (к сожалению, в нашей лаборатории отсутствует сурьма, поэтому проверить данную гипотезу не представляется возможным).

Оценку способности получаемого покрытия отражать тепловое излучение мы проводили следующим образом:

В качестве чувствительного элемента использовалась фотоэкспонетрическая система цифрового фотоаппарата, перед объективом которого установлен ИК фильтр. В качестве источника ИК излучения выступал ИК светодиод. Расстояние от светодиода до изучаемого образца стекла составила 11,3 см. Внутренняя поверхность трубы оклеена бархатной бумагой.



Наиболее чувствительным к ИК излучению из имеющихся в наличии оказался цифровой фотоаппарат FUJIFILM S 6500 fd. Результаты представлены на следующих снимках:



На первом снимке между матрицей фотоаппарата и ИК светодиодом стоит стекло с просветляющим и энергосберегающим покрытием из оксида олова. На втором - обычное стекло. Через обычное стекло ИК излучение проходит гораздо лучше, чем через стекло содержащее оксид олова (II) от которого часть ИК излучения отражается.

ВЫВОДЫ

- Система, состоящая из $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{SiO}_3$, может служить основой специальных оптических покрытий.
- Введение в оптическое покрытие оксида олова придаёт покрытию энергосберегающие и антистатические свойства.
- Изученная зависимость толщины плёнки кремниевой кислоты от концентрации раствора силиката натрия позволяет создать оптическое покрытие заданной толщины.
- Чередование слоёв $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{SiO}_3$ различной толщины позволяет создавать многослойные просветляющие покрытия
- Использование в качестве завершающего слоя SiO_2 позволяет создать устойчивое к механическим и химическим воздействиям просветляющее покрытие.

ПЕРСПЕКТИВЫ ДАЛЬНЕЙШИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

- Планируем изучить возможную зависимость толщины плёнки оксида кремния от концентрации серной кислоты;
- Планируем изучить проводящие свойства покрытия состоящего из кремниевой кислоты и оксида олова (II) легированного сурьмой;
- Планируем изучить свойства покрытий на основе частиц серебра.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Анищенко В.С. Знакомство с нелинейной динамикой. М.—Ижевск: Институт компьютерных исследований, 1992, с.143.
2. Берже П., Помо И., Видаль К. Порядок в хаосе. О детерминистском подходе к турбулентности. М.: Мир, 1991, с.369.
3. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. – М.: Наука, 1973, с.720.
4. Глудкин О.П., Густов А.Е. Устройства и методы фотометрического контроля в технологии производства ИС. – М.: Радио и связь, 1981, с.112.
5. Колодный Г.Я., Левчук Е.А., Мешков Б.Б., Яковлев П.П. Синтез просветляющих покрытий методом прямого поиска // Квантовая электроника. – 1978. – Т. 5, N 1. – с. 83–88.
6. Колодный Г.Я., Левчук Е.А., Порядин Ю.Д., Яковлев П.П. Многослойные интерференционные покрытия в квантовой электронике // Электронная промышленность. – 1981. – N 5, 6. – с. 93–101.
7. Крылова Т.Н. Интерференционные покрытия. – Л.: Машиностроение, 1973, с.224.
8. Марков Б.А., Сухарев Ю.И., Матвейчук Ю.В. Методология анализа процессов, происходящих в полимерных оксигидратных гелях // Химическая физика и мезоскопия, 2000. Т. 2. № 1. с. 38—51.
9. Матвеев А.Н. Оптика. – М.: Высшая школа, 1985, с.351.
10. Москалев В.А. Теоретические основы оптико-физических исследований. – Л.: Машиностроение, 1987, с.318.
11. Носов Ю.Р. Оптоэлектроника. – М.: Радио и связь, 1989, с.359.
12. Путилин Э.С. Покрытия и защита оптических деталей. ЛИТМО. Л. 1977.
13. Ритгер Э. Пленочные диэлектрические материалы для оптических применений / В кн.: Физика тонких пленок // Под ред. Г. Хасса, М. Франкомбра, Р. Гофмана. – т. 8. – М.: Мир, 1978, с. 7–60.
14. Сухарев Ю.И., Матвейчук Ю.В., Зиганшина К.Р. Особенности оптических свойств гелей кремниевой кислоты // Изв. Челябинского науч. центра УрО РАН, 2004. № 1. С.143—148. (www.csc.ac.ru/news).
15. Сухарев Ю.И., Матвейчук Ю.В., Курчейко С.В. Эффект периодической диффузионной проводимости в геле кремниевой кислоты // Изв. Челябинского науч. центра УрО РАН, 1999. № 2. С. 70—76. (www.csc.ac.ru/news).
16. Сухарев Ю.И., Крупнова Т.Г., Юдина Е.П. Геометрия аттракторов гелей оксигидратов иттрия, под- вергшихся воздействию сдвиговых деформаций // Изв. Челябинского науч. центра УрО РАН, 2004. № 4. С.130—133. (www.csc.ac.ru/news).
17. Сухарев Ю.И., Марков Б.А., Крупнова Т.Г. Оператор эволюции Лизеганга оксигидратных гелей как главный фактор изменения оптической плотности // Изв. Челябинского науч. центра УрО РАН, 2005. № 1 (в печати). (www.csc.ac.ru/news)
18. Технология тонких пленок. Справочник / Под ред. Л. Майссела, Р. Глэнга. – т. 1. – М.: Сов. радио, 1977, с.662.
19. Шрейдер Х. Осаждение окисных слоев из органических растворов. Физика тонких пленок. под ред. Г.Хасса и Р. Туна М.:Мир. 1970.
20. Фурман Ш.А. Тонкослойные оптические покрытия. 1977,- Л.: Машиностроение. С.264.
21. Яковлев П.П., Мешков Б.Б. Проектирование интерференционных покрытий / Серия: Библиотека приборостроителя. – М.: Машиностроение, 1987, с.185.
22. Сайт СП «СОЛАР ТИИ»: www.solartii.com

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРЕ:

Автором работы является ученица МОУ ООШ с. Зелёновка Лабутина Ирина Владимировна.