

(19)



(10) **LT 2013 108 A**

(12) **PARAIŠKOS APRAŠYMAS**

(21) Paraiškos numeris: **2013 108** (51) Int. Cl. (2014.01): **C03C 15/00**
G01N 1/00

(22) Paraiškos padavimo data: **2013 10 07**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **2015 04 27**

(62) Paraiškos, iš kurios dokumentas išskirtas, numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos numeris: —

(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: —

(85) Nacionalinio PCT lygio procedūros pradžios data: —

(30) Prioritetas: —

(71) Pareiškėjas:

UAB „Optida“, A. Goštauto g. 12, LT-01108 Vilnius, LT
Valstybinis mokslinių tyrimų institutas FIZINIŲ IR TECHNOLOGIJOS MOKSLŲ
CENTRAS, Savanorių pr. 231, LT-02300 Vilnius, LT

(72) Išradėjas:

Rytis BUZELIS, LT
Kęstutis JUŠKEVIČIUS, LT
Simonas KIČAS, LT
Tomas TOLENIS, LT

(74) Patentinis patikėtinis/atstovas:

Lina MEŠKAUSKIENĖ, Advokatų kontora Meškauskienė ir Tuzovaitė, A.
Mickevičiaus g. 6/Karaimų g. 1, LT-08119 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Būdas padidinti lazeriu indukuotos pažaidos slenkstį ęsđinant optinius
padėklus

(57) Referatas:

Šis išradimas aprašo paprastą ir greitą optinių padėklų paviršių lazerinės pažaidos slenkščio padidinimo, panaikinant poliruotą sluoksnį ir išvalant poliravimo suspensiją iš mikrotrūkių, būdą. Minėtasis būdas susideda iš šių žingsnių: poliruoto optinio stiklo bandinio (5) paruošimo nuvalant jį ultragarsinėje vonelėje, kurioje pageidautina kaip valomoji medžiaga yra naudojamas kalio hidroksidas; nuvalyto bandinio (5) patalpinimo bei mirkymo ęsđinančiame fluoro vandenilio ir azoto rūgščių mišinyje (6); hermetiško neęsđinamų bandinio paviršių apsaugojimo nuo ęsđinančios aplinkos; bandinio mirkymo ęsđinančiame tirpale atitinkamą laiko intervalą; bandinio išėmimo ir skalavimo naudojant tinkamą valymo skystį. ęsđinimo procedūros metu yra kontroliuojama ęsđinančios aplinkos temperatūra ir drėgmė. Bandinys ęsđinimo procedūros metu yra patalpinamas ęsđinančioje aplinkoje tokiu būdu, kad ęsđinamasis paviršius būtų kuo tiksliau išlaikomas horizontalioje padėtyje.

BŪDAS PADIDINTI LAZERIU INDUKUOTOS PAŽAIDOS SLENKSTĮ ĖSDINANT OPTINIUS PADÉKLUS

TECHNIKOS SRITIS

Šis išradimas yra susijęs su optinių padėklų pažaidos slenksčio padidinimo būdais. Konkrečiau, šis išradimas yra susijęs su optinių padėklų pažaidos slenksčio padidiniu juos nuėsdinant.

TECHNIKOS LYGIS

Pastaruoju metu didelės galios lazerinės sistemos yra taikomos įvairiose pramonės šakose bei plačiai naudojamos moksliniuose tyrimuose. Tokias sistemas sudarantys vidiniai optiniai elementai, pluoštelio kreipimo arba formavimo optinių įrenginių dalys (optiniai komponentai, pavyzdžiui, dalikliai, poliarizatoriai, veidrodžiai) turi atlaikyti ekstremalias veikos sąlygas.

Visos optinės medžiagos, esant pakankamai dideliems lazerinės spinduliuotės intensyvumams, yra pažeidžiamos dėl įvairių optinėje medžiagoje vykstančių procesų. Optinės medžiagos pažaida įvyksta dėl tiesinės sugerties arba daugiafotonės jonizacijos, kurias lemia medžiagos elektroninė struktūra. Tokia pažaida dažniausiai įvyksta lazerinės spinduliuotės intensyvumui viršijus 200 GW/cm^2 . Tačiau net aukščiausios kokybės, dažniausiai iš kvarcinio stiklo gaminami optiniai elementai yra dažnai pažeidžiami esant žymiai mažesniui spinduliuotės intensyvumui.

Tokia žema optinių elementų pažaida yra susijusi su paviršiniais ir popaviršiniais defektais (įtrūkimais, įskilimais), o taip pat ir su optinio elemento poliravimo metu atsiradusiomis įvairiomis priemaišomis. Nors šlifavimas ir poliravimas yra metodai, taikomi sumažinti paviršinių įtrūkimų skaičių bei pašalinti paviršiaus taršą, pats šlifavimo bei poliravimo naudojant abrazyvinę medžiagą veiksmas sukuria charakteringą, Fig. 1 pavaizduotą paviršiaus struktūrą. Tokie paviršiniai įtrūkimai, dažniausiai makroskopiškai identifikuojami kaip įbrėžimai, dažnai lieka paslėpti ir/arba dalinai užpildyti Bilbio sluoksniu (angl. Bielby layer), kitaip dar vadinamu poliravimo sluoksniu (1). Dėl šių priežasčių jie yra neaptinkami apžiūros bei įprastinės optinės mikroskopijos metodais iki kol neatliekamas cheminis paviršiaus ėsdinimas (daugiau informacijos apie fizinius mechanizmus bei charakterizavimo metodus galima rasti Y.

Li et al., Evaluating subsurface damage in optical glasses, J. Euro. Opt.Soc. Rap. Pub. 6, 11001 (2011)).

Mikrotrūkiai dažniausiai aptinkami defektniame sluoksnyje (2), esančiame nuo 10 iki 100 mikrometrų gylyje nuo paviršiaus. Šis charakteringas defektnis sluoksnis susiformuoja poliravimui naudojant abrazyvines cerio oksido daleles, esančias specialioje suspensijoje. Mikrotrūkiai, užpildyti poliravimo liekamosiomis medžiagomis (suspensija ir cerio oksido dalelėmis), ir yra popaviršinės pažaidos priežastis. Minėtieji popaviršiniai defektai, kuriuose nuo poliravimo yra likusios poliravimo suspensijos, gali būti optinio padėklo pažeidimo priežastimi, kuri ypač pasireiškia aukštos galios lazeriniuose taikymuose (ypatingai ultravioletinėje (UV) spektro srityje).

Siekiant eliminuoti pažeidimo dėl popaviršinių defektų galimybę, buvo pasiūlyti cheminio ėsdinimo metodai, kurie įgalina nuėsdinti deformacinį sluoksnį (3) arba išėsdinti užpildytus mikrotrūkius. Šiuo metu dominuojantis tokio tipo cheminio ėsdinimo metodas yra ėsdinimas naudojant vandeninį fluoro vandenilio rūgšties tirpalą su NH_4F ar kitokios stiprios rūgšties (HCl , HNO_3 arba H_2SO_4 ir t. t.) priedu. Nors toks metodas ir leidžia padidinti optinių elementų lazerinės pažaidos slenkstį ypač ties 355 nm bangos ilgiu (tipinio nanosekundinio Nd:YAG lazerio spinduliuotės trečiosios harmonikos bangos ilgis), tačiau lazerinės pažaidos slenksčio padidinimas yra ribotas. Pavyzdžiui, maksimalus, maždaug iki 60 J/cm^2 pažaidos slenksčio padidėjimas poliruoto kvarco padėklą ėsdinant fluoro vandenilio rūgšties tirpalu (1%HF/15% NH_4) yra aprašytas C. L. Battersby et al. straipsnyje „Effects of wet etch processing on laser-induced damage of fused silica surfaces“, Proc. SPIE 3578, Laser-Induced Damage in Optical Materials, 1998, 446 (1999). Nors cerio oksido abrazyvinėmis dalelėmis poliruotų ir neėsdintų paviršių pažaidos slenkstis yra maždaug 2 J/cm^2 , tačiau yra siekiama didesnio pažaidos slenksčio padidėjimo. Vienas iš pagrindinių šio cheminio apdirbimo trūkumų yra mažas ėsdinimo greitis. Aprašytame pavyzdyje procedūra truko mažiausiai 6 minutes, be to naudojamos rūgštys, kuriomis ėsdinamas stiklas, netirpina nuo poliravimo mikrotrūkiuose užsilikusią abrazyvinių cerio oksido dalelių.

Žinomi ir kiti metodai, kuriuose naudojamos kitokios rūgštys, pavyzdžiui, P. E. Miller et al., „Laser damage precursors in fused silica“, Proc. SPIE 7504, Laser-Induced Damage in Optical Materials, 2009, 75040X (2009), kur buvo aprašytas vandeninio $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ tirpalo panaudojimas, tačiau nei vienu iš jų nėra užtikrinama efektyviam ėsdinimui būtini parametrai, tokie kaip reikiama ėsdinimo sparta bei aukštas lazerine spinduliuote indukuotos pažaidos slenkstis.

Kituose išradimų aprašymuose yra aprašomi būdai pašalinti poliravimo liekamąsias medžiagas iš popaviršinių defektinių sluoksnių, panaudojant kitokias abrazyvines medžiagas, pavyzdžiui, cirkonio oksidą. JAV patentinėje paraiškoje Nr. US6099389, publikuotoje 2000-08-08, aprašomas būdas formuoti optines detales naudojamas lazerinėse optinėse sistemose tokiose kaip, didelės energijos lazeriai, didelės vidutinės išėjimo galios lazeriai ir medicininiai prietaisai. Pagal aprašomą būdą pradinė detalė yra apdirbama panaudojant šlifavimo fiksuotu abrazyvu būdą tam, kad būtų pašalinti popaviršiniai defektai, atsiradę detalės pirminio formavimo metu. Po to detalė apdirbama nefiksuoto abrazyvo mišiniu, papildomai ėsdinama fluorida rūgštimi ir galiausiai nupoliruojama panaudojant cirkonio oksido suspensiją.

Kitoje tarptautinėje paraiškoje Nr. WO2011041188, publikuotoje 2011-04-07, aprašomas būdas skirtas sumažinti optinių elementų atsparumą pažeidimams, sukeliams didelio intensyvumo šviesos šaltinių spinduliuote, įtraukiant grūdinimo žingsnį. Būdą taip pat sudaro ėsdinimas ėsdinimo tirpale su fluorida ir bifluorida jonais, kur ėsdinimas vyksta tirpalą veikiant ultragarsu. Procesas užbaigiamas optinio elemento skalavimu skalavimo vonelėje.

Tokie skirtingų bei sudėtingų procedūrų reikalaujantys procesai ir įranga dėl ėsdinimui naudojamų stiprių rūgščių bei privalomų papildomų saugos priemonių apsunkina paviršių apdirbimo procedūrą.

IŠRADIMO ESME

Tam, kad pašalinti aukščiau nurodytus trūkumus, šis išradimas aprašo paprastą ir greitą būdą padidinti optinių padėklų paviršių lazerinės pažaidos slenkstį nuėsdinant poliravimo (Bilbio) sluoksnį ir išvalant poliravimo medžiagos liekanomis užpildytus įtrūkimus. Minėtas metodas susideda iš šių žingsnių: poliruoto optinio stiklo bandinio (5) paruošimo nuvalant jį ultragarsinėje vonelėje, kurioje kaip valomoji medžiaga pageidautina yra naudojamas kalio šarmas; nuvalyto bandinio (5) patalpinimo į ėsdinantį fluoro vandenilio ir azoto rūgščių mišinį (6) bei mirkymo jame; hermetiško neėsdinamų bandinio paviršių apsaugojimo nuo ėsdinančios aplinkos; bandinio laikymo ėsdinančioje aplinkoje atitinkamą laiko intervalą; bandinio išėmimo ir skalavimo naudojant tinkamą valymo skystį (distiliuotą vandenį). Ėsdinimo procedūros metu yra kontroliuojama aplinkos temperatūra ir drėgmė. Bandinys ėsdinimo procedūros metu yra patalpinamas ėsdinančioje aplinkoje tokiu būdu, kad ėsdinamas paviršius būtų kuo tiksliau išlaikomas horizontalioje padėtyje.

TRUMPAS BRĖŽINIŲ FIGŪRŲ APRAŠYMAS

Norint geriau suprasti išradimą ir įvertinti jo praktinius pritaikymus, pateikiami šie aiškinamieji brėžiniai. Brėžiniai pateikiami tik kaip pavyzdžiai ir jokių būdu neriboja išradimo apimtį.

Fig. 1. Principinė poliruoto optinio stiklo paviršinių sluoksnių skerspjūvio schema, kurioje matomi: poliravimo sluoksnis (1), defektinis sluoksnis (2), deformacinis sluoksnis (3) bei defektų neturintis sluoksnis (4);

Fig. 2. Principinė ęsdinimo procedūros schema.

TINKAMIAUSI ĮGYVENDINIMO VARIANTAI

Šis išradimas aprašo paprastą ir greitą optinių padėklų paviršių pažaidos slenksčio padidėjimo būdą, nuėsdinant poliravimo sluoksnį ir išvalant poliravimo suspensiją su likusiomis abrazyvo dalelėmis iš mikrotrūkių. Po šio išradimo aprašyto apdirbimo gaunami labai aukšti optinių padėklų lazerinės pažaidos slenksčiai net ir naudojant didelės galios UV spektro srities lazerinę impulsinę spinduliuotę.

Tinkamiausiame išradimo įgyvendinimo variante, optinis padėklas (5) (toliau vadinamas bandiniu), kuris pageidautina yra pagamintas iš kvarco, po poliravimo tam tikra poliravimo medžiaga su abrazyvinėmis dalelėmis yra apdirbamas šiame patente aprašomu procesu. Poliravimui naudojamos abrazyvinės dalelės pageidautina yra pagamintos iš cerio oksidų, pavyzdžiui, CeO_2 ar Ce_2O_3 . Toks bandinys (5) pradinei ęsdinimo procedūrai yra paruošiamas keturių lygių ultragarsiniu valymo įrenginiu (nepavaizduotas brėžiniuose). Valymo etapas susideda iš 4 žingsnių, kurie pageidautina yra atliekami tame pačiame valymo įrenginyje, įgalinančiame bandinio kaitinimą, skalavimą bei džiovinimą neišimant iš valymo įrenginio: 5 minučių trukmės ultragarsinis (40kHz) valymas kalio šarmo tirpale kaitinant ir filtruojant; 5 minučių trukmės ultragarsinis (40 kHz) skalavimas vandenyje kaitinant; 5 minučių trukmės skalavimas dejonizuotame vandenyje kaitinant ir lėta nusausinant. Nuvalyti bandiniai (5) yra sudedami į pageidautina iš teflono pagamintoje ęsdinimo vonelėje (8) esantį specialų laikiklį (7). Minėtoje vonelėje bandiniai yra iki 80% padėklo storio panardinami į fluoro vandenilio (HF) bei azoto (HNO_3) rūgščių mišinį, paruoštą sumaišius vieną koncentruotos fluoro vandenilio rūgšties tūrio vienetą su keturiais koncentruotos azoto rūgšties tūrio vienetais. Fluoro vandenilio rūgštis yra skirta nuėsdinti viršutinį poliruoto

padėklo (1) sluoksnį taip atidengiant mikrotrūkius su į juos pakliuvusia poliravimo priemone (cerio oksidu), kuri vėliau yra ištirpinama azoto rūgšties. Norint pasiekti homogenišką padėklo paviršiaus ęsdinimą, ęsdinimo vonelę (8) ir bandinys (5) turi būti horizontalioje padėtyje bei apsaugoti nuo galimų vibracijų. Apsaugojimui nuo dulkių nusėdimo ant kito paviršiaus, o taip pat nuo reakcijos su ęsdinančio tirpalo garais, neęsdinami bandinio paviršiai yra hermetiškai apsaugomi naudojant hermetišką dangtį (9). Bandinys ęsdinančiame tirpale mirkomas 1 minutę. ęsdinančioje aplinkoje yra palaikoma 20-ies laipsnių pagal Celsijų temperatūra bei 80% drėgmė. Po ęsdinimo bandinys yra išimamas iš rūgščių mišinio ir skalaujamas tekančiu distiliuotu vandeniu ne trumpiau nei 20 sekundžių. Laiko intervalas nuo bandinio išėmimo iš rūgščių mišinio neturėtų viršyti 1-2 sekundžių.

Keturiems cilindriniams 25,4 mm diametro bei 5 mm storio optiniams padėklams ęsdinti yra pageidautina naudoti 80 mm diametro bei 15 mm aukščio ęsdinimo vonelę, kurios laikiklių (7) diametras yra 26 mm, o aukštis - 6 mm. Minėtiems 4 cilindriniams optiniams padėklams apdirbti reikia 150 ml minėto rūgščių mišinio (6). Šios srities specialistui turėtų būti akivaizdu, jog bet kokios geometrijos vonelė, laikikliai bei ęsdinančio tirpalo kiekis gali būti pasirinkti siekiant apdirbti tam tikrą kiekį bet kokios formos optinių padėklų. Principinė ęsdinimo schema yra pavaizduota Fig. 2.

Buvo pastebėta, jog po apdirbimo šiuo metodu optiniai padėklai turėjo žymiai aukštesnį pažaidos slenkstį net po minėtų padėklų padengimo optinėmis dangomis.

Kitame tinkamiausiame išradimo įgyvendinimo variante kitais metodais ar kitokiomis abrazyvinėmis dalelėmis poliravimo substancijoje, pavyzdžiui, aliuminio oksidu, cirkonio dioksidu, ar panašiomis mechaniškai nupoliruoti padėklai (5) yra apdorojami minėtuoju cheminio ęsdinimo metodu.

APIBRĒŽTIS

1. Būdas padidinti lazeriu indukuotos pažaidos slenkstj, susidedantis bent iš optinio padéklo valymo, cheminio ésdinimo ir skalavimo, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad cheminio ésdinimo žingsnis apima padéklo ésdinimą HF/HNO₃ rūgščių mišinio tirpale.

2. Būdas pagal pirmą 1 punktą, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad minėtas optinis padéklas (5) yra pagamintas iš optinio stiklo, pageidautina iš kvarcinio stiklo.

3. Būdas pagal vieną iš punktų 1-2, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad minėtas nuvalymas turi ultragarsinio valymo bei skalavimo vandenių žingsnius.

4. Būdas pagal vieną iš punktų 1-3, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad minėta ultragarsinė valymo procedūra yra atliekama kalio hidroksido tirpale.

5. Būdas pagal vieną iš punktų 1-4, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad minėta ultragarsinė valymo procedūra susideda iš padéklo valymo 40-ies kHz dažniu ir kaitinimo.

6. Būdas pagal vieną iš punktų 1-5, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad skalavimas vandenių yra atliekamas naudojant dejonizuotą vandenį.

7. Būdas pagal vieną iš punktų 1-6, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad cheminis ésdinimas yra atliekamas mirkant iš anksto nuvalytus padéklus 1/4 HF/HNO₃ tirpale.

8. Būdas pagal vieną iš punktų 1-7, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad minėtas cheminis ésdinimas yra atliekamas palaikant pastovią 20-ies laipsnių pagal Celsijų ésdinančio tirpalo temperatūrą bei 80% aplinkos drėgmę.

9. Būdas pagal vieną iš punktų 1-8, **b e s i s k i r i a n t i s** tuo, kad minėti optiniai padéklai (5) yra panardinami į ésdinantį tirpalą iki 80% padéklo storio.

10. Būdas pagal vieną iš punktu 1-9, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėti optiniai padėklai (5) yra mirkomi minėtame ēsdinančiame tirpale (6) apie vieną minutę.

11. Būdas pagal vieną iš punktu 1-10, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad po minėto mirkymo minėtas padėklas yra nedelsiant skalaujamas distiliuotu vandeniui ne trumpiau nei 20 sekundžių.

BRĖŽINIAI

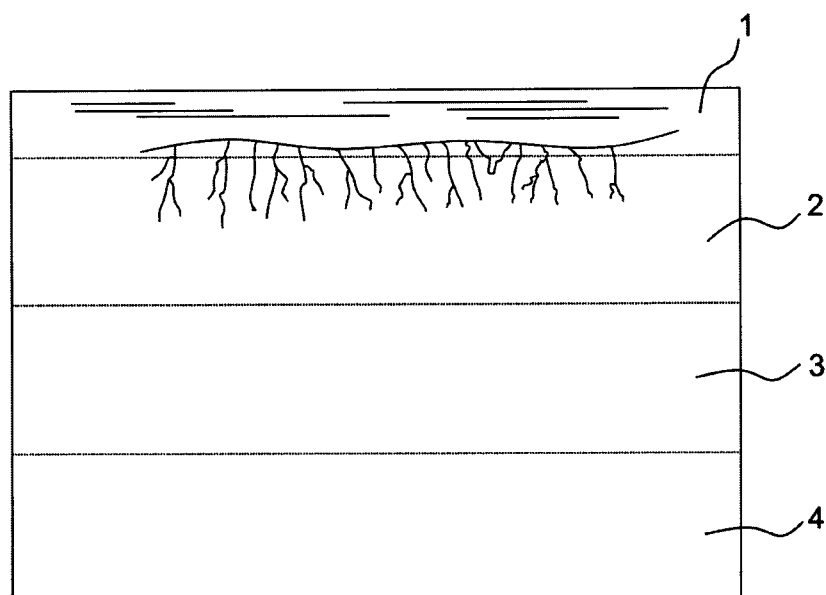
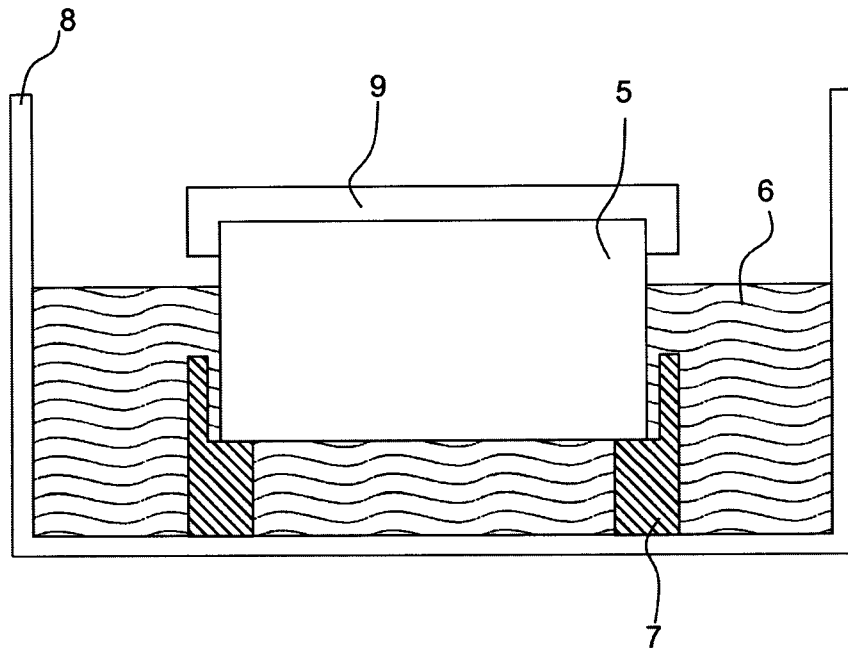


Fig. 1

**Fig. 2**