|  |  |
| --- | --- |
| **ТЕХНИЧЕСКИЙ КОДЕКС****УСТАНОВИВШЕЙСЯ ПРАКТИКИ** | **ТКП 478-2013 (02260)** |

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

## Типовые технологические процессы

**защиты от биологических повреждений**

**ДЭТАЛI АПТЫЧНЫЯ**

## Тыпавыя тэхналагiчныя працэсы

## абароны ад бiялагiчных пашкоджанняў

**Издание официальное**

Министерство промышленности

**Республики Беларусь**

**Минск**

УДК МКС **17.180.99**, 37.020 КП 02

**Ключевые слова:** винилтрихлорсилан, защита от биологических повреждений, йод, кислота, реактивы, технологический процесс, оптические детали, химическая устойчивость, чистота поверхности

#### Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь "О техническом нормировании и стандартизации".

1 РАЗРАБОТАН научно-инновационным республиканским унитарным предприятием
"ПРОМСТАНДАРТ" (УП "ПРОМСТАНДАРТ")

ВНЕСЕН управлением машиностроения и управлением электротехнической, оптико-механической промышленности и приборостроения Министерства промышленности Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Министерства промышленности Республики Беларусь от 16 апреля 2013 г. № 274

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий технический кодекс установившейся практики не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Министерства промышленности Республики Беларусь

Издан на русском языке

**Содержание**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 1 | Область применения……………………………………………………………………………………………. | 1 |
| 2 | Нормативные ссылки……………………………………………………………………………………………. | 1 |
| 3 | Термины и определения………………………………………………………………………………………... | 2 |
| 4 | Характеристика и технические требования…………………………………………………………………. | 2 |
|  | 4.1 Характеристика технологических процессов…………………………………………………………… | 2 |
|  | 4.2 Характеристика защитных покрытий…………………………………………………………………….. | 3 |
| 5 | Техника безопасности…………………………………………………………………………………………... | 3 |
| 6 | Реактивы, материалы, приборы, технологическая оснастка……………………………………………… | 4 |
| 7 | Содержание технологического процесса……………………………………………………………............ | 6 |
|  | 7.1 Защита по технологическому процессу 1……………………………………………………………….. | 6 |
|  | 7.2 Защита по технологическому процессу 2……………………………………………………………….. | 6 |
|  | 7.3 Защита по технологическому процессу 3……………………………………………………………….. | 7 |
| 8 | Методы контроля…………………………………………………………………………………………………. | 8 |
| Приложение А (справочное) Оптические и эксплуатационные характеристики покрытий………..………. | 9 |
| Приложение Б (справочное) Приготовление смеси растворов тетраэтоксисилана, сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой и триэтилметакрилоксистаннана (защитного покрытия) ………………………………........... | 12 |
| Приложение В (рекомендуемое) Приготовление индикаторной йодной бумаги (бумаги Полежаева).…….. | 14 |
| Приложение Г (рекомендуемое) Определение количественного содержания ртути на поверхности оптических деталей…………………………………………………………….…………………… | 15 |
| Приложение Д (справочное) Сущность эллипсометрического метода измерения ………………………… | 17 |
| Библиография………………………………………………………………………………………………………….. | 19 |
|  |

#### ТЕХНИЧЕСКИЙ КОДЕКС УСТАНОВИВШЕЙСЯ ПРАКТИКИ

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

## Типовые технологические процессы

**защиты от биологических повреждений**

**ДЭТАЛI АПТЫЧНЫЯ**

## Тыпавыя тэхналагiчныя працэсы

## абароны ад бiялагiчных пашкоджанняў

Optical components

Typical processes of protection against biological damage

##### Дата введения 2013-06-01

###### 1 Область применения

Настоящий технический кодекс установившейся практики (далее – технический кодекс) распространяется на оптические детали тропического исполнения диаметром от 3 до 1000 мм, предназначенные для эксплуатации в макроклиматических районах с тропическим климатом (Т) по
ГОСТ 15150, и устанавливает типовые технологические процессы нанесения защитных покрытий от биологических повреждений (биоповреждений).

Технический кодекс не распространяется на алюминированные зеркала, оптические детали из кристаллов, химически неустойчивого стекла с однослойным химическим покрытием, а также детали из стекол IV и V групп химической устойчивости по ГОСТ 13917.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем техническом кодексе использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА):

ТКП 181-2009 (02230) Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей

ТКП 202-2009 (09100) Правила безопасной работы в химических лабораториях организаций концерна "Белнефтехим"

ТКП 244-2010 (02260) Спирт этиловый. Порядок нормирования расхода, приемки, хранения, отпуска, транспортирования и организации учета

СТБ 2214-2011 Покрытия оптических деталей. Общие технические требования и методы контроля

ГОСТ 2.412-81 Единая система конструкторской документации. Правила выполнения чертежей и схем оптических изделий

ГОСТ 3-88 Перчатки хирургические резиновые. Технические условия

ГОСТ 9.048-89 Единая система защиты от коррозии и старения. Изделия технические. Методы лабораторных испытаний на стойкость к воздействию плесневых грибов

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.008-76 Система стандартов безопасности труда. Биологическая безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.010-76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.003-91 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.002-75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.043-90 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные нанесения оптических покрытий на детали. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.021-75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ lSO 2859-1-2009 Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества.

ГОСТ З118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3514-94 Стекло оптическое бесцветное. Технические условия

ГОСТ 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4165-78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4171-76 Реактивы. Натрия сульфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556-81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5848-73 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриеваяэтилендиамин –N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 11141-84 Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля

ГОСТ 13917-92 Материалы оптические. Методы определения химической устойчивости. Группы химической устойчивости

ГОСТ 14710-78 Толуол нефтяной. Технические условия

ГОСТ 14887-80 Клеи оптические. Типы

ГОСТ 15130-86 Стекло кварцевое оптическое. Общие технические условия

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23932-90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 29298-2005 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

Примечание – При пользовании настоящим техническим кодексом целесообразно проверить действие ТНПА по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим техническим кодексом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Термины и определения**

В настоящем техническом кодексе применяют термины с соответствующими определениями, установленные в СТБ 2214, а также следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 биологический фактор:** Организмы илиих сообщества, воздействие которых на объект нарушает его исправное или работоспособное состояние.

Примечание – Наиболее агрессивны по отношению к материалам и изделиям микроорганизмы (микроорганизмы-деструкторы, биодеструкторы): микроскопические грибы, бактерии, дрожжи.

**3.2 коэффициент преломления (показатель преломления):** Величина, равная отношению фазовых скоростей света (электромагнитных волн) в вакууме и в данной среде.

Примечание – Коэффициент преломления характеризует преломляющую силу прозрачной среды и определяется как отношение синуса угла падения к синусу угла преломления луча, входящего из пустоты в данную прозрачную среду.

**4 Характеристика и технические требования**

**4.1 Характеристика технологических процессов**

Защиту оптических деталей (далее – защиту) в зависимости от свойств стекла, из которых они изготовлены, осуществляют по одному из трех технологических процессов: 1, 2, 3.

**4.1.1 Защита по технологическому процессу 1**

Защита заключается в последовательном нанесении на поверхности деталей покрытий из толуольного раствора винилтрихлорсилана и метанольного раствора уксуснокислой ртути (ртути (II) ацетата). Защите по технологическому процессу I подлежат детали, изготовленные из силикатного стекла по ГОСТ 3514, кварцевого стекла по ГОСТ 15130 групп А устойчивости к воздействию влажной атмосферы и группы 1 кислотоустойчивости (далее – химической устойчивости) по ГОСТ 13917 с просветляющими покрытиями и без них.

**4.1.2 Защита по технологическому процессу 2**

**4.1.2.1** Защита заключается в последовательном нанесении на поверхности деталей покрытий из водных растворов винилтриэтоксисилана иуксуснокислой ртути.

**4.1.2.2** Защите подлежат детали, изготовленные:

- из силикатных и несиликатных стекол групп А и 1 химической устойчивости по ГОСТ 13917 с просветляющими покрытиями и без них;

- из силикатных и несиликатных стекол групп А, 2 и А, 3 химической устойчивости по ГОСТ 13917 с двух- и трехслойными химическими и вакуумным оксидным покрытиями;

- из цветных стекол групп А, 1-3 химической устойчивости по ГОСТ 13917.

**4.1.2.3** Допускается нанесение защитного покрытия по технологическому процессу 2 на покрытие однослойное ионно-плазменным распылением кремния в кислороде и на детали, склеенные оптическими клеями ОК-72ФТ и бальзамином М по ГОСТ 14887 согласно технологическому процессу.

**4.1.3 Защита по технологическому процессу 3**

**4.1.3.1** Защита заключается в нанесении на поверхности деталей покрытия из смеси растворов тетраэтоксисилана и сополимер 4-метилпентена-1 и метакриловой кислоты с добавкой триэтилметакрилоксистаннана или β-триэтилстаннилизоэтилтриэтоксисилана.

**4.1.3.2** Защите по технологическому процессу 3 подлежат детали, изготовленные из органического стекла полиметилметакрилата или полистирола.

**4.2 Характеристика защитных покрытий**

**4.2.1** Качество поверхностей оптических деталей до и после нанесения защитных покрытий должно соответствовать требованиям ГОСТ 11141 и рабочим чертежам на оптическую деталь, оформленных согласно ГОСТ 2.412, утвержденным в установленном порядке с учетом снижения чистоты поверхности на 1 класс после нанесения защитного покрытия.

**4.2.2** Характеристика и свойства защитных покрытий должны соответствовать требованиям СТБ 2214.

**4.2.3** Краевой угол смачивания защитного покрытия должен быть не ниже:

- 80° - для технологического процесса 1;

- 76°-для технологического процесса 2;

- 40° - для технологического процесса 3.

**4.2.4** Защитные покрытия позволяют обеспечить надежность эксплуатации оптических деталей без биоповреждений от 5 до 7 лет.

**4.2.5** Толщина наносимого защитного покрытия должна быть в пределах:

- от 3 до 5 нм для технологических процессов 1, 2;

- от 280 до 230 нм для технологического процесса 3.

**4.2.6** Условное обозначение защитных покрытий должно соответствовать СТБ 2214 и технической документации изготовителя защитных покрытий.

**4.3**Оптические и эксплуатационные характеристики покрытий приведены в приложении А.

**5 Техника безопасности**

**5.1** При организации и проведении технологических процессов по нанесению на оптические детали защитных покрытий должны быть:

- установлены все опасные и вредные факторы и допустимые нормы воздействия при проведении технологических процессов по нанесению защитных покрытий;

- организовано безопасное хранение и транспортирование вредных и легковоспламеняющихся жидкостей (ЛВЖ) и своевременное обеспечение работников спецодеждой, средствами индивидуальной защиты (СИЗ).

Общие требования безопасности должны соответствовать ГОСТ 12.3.043.

**5.2** Санитарно-гигиенические требования к температуре, влажности, подвижности воздуха рабочей зоны и содержанию вредных веществ в нем должны соответствовать ГОСТ 12.1.005.

**5.2.1**Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует проводить в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007 по графику, утвержденному техническим руководителем организации.

**5.2.2**Общие требования безопасности при хранении и применении вредных веществ – по
ТКП 202, ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.010.

**5.3** Оборудование, применяемое для работ, должно соответствовать ГОСТ 12.2.003, ТКП 181 и [1].

**5.3.1** Проведение работ по защите деталей по технологическим процессам 1, 2 и 3 должны соответствовать ГОСТ 12.1.008.

**5.3.2** В помещении должна действовать приточно-вытяжная вентиляция. Вытяжные шкафы должны быть оборудованы вентиляционными устройствами для отсоса воздуха из верхней и нижней зоны. Требования к вентиляции, отоплению и кондиционированию помещений должны соответствовать ГОСТ 12.4.021, [2] (глава 6). Воздухообмен в помещении должен быть рассчитан так, чтобы фактическая концентрация вредных веществ в воздухе помещения не превышала предельно допустимую концентрацию (далее – ПДК) в соответствии с [3].

**5.4** При работе с легковоспламеняющимися веществами должны соблюдаться требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. Недопустимо применение искрообразующих инструментов, открытого огня, курения, оголенных токоведущих инструментов и накопления зарядов статического электричества.

**5.4.1** Не должно допускаться контактирование открытых поверхностей кожи человека с химическими материалами.

**5.4.2** По окончании работы перчатки, не снимая с рук, должны быть промыты в теплой воде с мылом.

**5.4.3** При попадании на кожу химического вещества, немедленно удалить (снять) с помощью ваты или салфетки и тщательно вымыть теплой водой с мылом.

**5.5** Требования к доставке, количеству, условиям хранения и применения химических веществ, а также способы нейтрализации их должны быть согласованы со службами по технике безопасности и пожарной охраны организации.

**5.5.1**Хранение метанола и уксуснокислой ртути должно проводиться в опечатываемых несгораемых шкафах, а на участках – в маркированной посуде. Отработанные растворы уксуснокислой ртути и винилтрихлорсилана подлежат сдаче в установленном в организации порядке сбора отходов для уничтожения.

**5.5.2** Уксуснокислая ртуть и метанол должны поступать на участок в маркированной посуде.

**5.6** Все работы с химическими веществами должны проводиться в вытяжном шкафу.

**5.6.1** Отработанные толуольные растворы винилтрихлорсилана, спиртовые и водные растворы уксуснокислой ртути, спирта, петролейного эфира регенерации не подлежат. Растворы сливают в емкости для отходов горючего и они подлежат сдаче в установленном в организации порядке сбора отходов для уничтожения.

**5.6.2** Перед работой необходимо проверить исправность вентиляции и канализации. При наличии неисправностей необходимо сообщить об этом руководителю и к работе не приступать.

**5.6.3** После окончания работы помещения участка должны закрываться, а также иметь охранную сигнализацию.

**5.7** Все работающие и вновь поступающие на работу должны проходить инструктаж по технике безопасности в соответствии с ГОСТ 12.0.004. К работе допускается лица, не моложе 18 лет, прошедшие предварительный медицинский осмотр в соответствии с [4].

**6 Реактивы, материалы, приборы, технологическая оснастка**

**6.1** Реактивы, материалы и приборы для проведения технологических процессов 1,2 и 3 должны удовлетворять требованиям, приведенным ниже.

**6.2** Реактивы и материалы:

- толуол по ГОСТ 5789 или ГОСТ 14710.

Примечание - Для приготовления раствора толуол должен быть предварительно высушен над цеолитом типа NaA (из расчета 100 г цеолита на 1000 см3 толуола) и отфильтрован;

- винилтрихлорсилан по [5] или [6], или по документации изготовителя, толуольный раствор с массовой долей винилтрихлорсилана от 0,15 % до 0,20 %.

Примечание - Для приготовления толуольного раствора винилтрихлорсилана необходимое количество винилтрихлорсилана 0,2 см3 отмеривают градуированной пробиркой и растворяют в 100 см3 предварительно высушенного толуола. Срок хранения раствора 30 сут, при условии защиты от попадания влаги. В случае попадания влаги раствор становится мутным и к употреблению не пригоден;

- метанол-яд по ГОСТ 6995;

- кислота уксусная по ГОСТ 61;

- ртуть уксуснокислая, метанольный раствор с массовой долей уксуснокислой ртути от 0,35 % до 0,40 % и водный раствор с массовой долей уксуснокислой ртути от 0,35 % до 0,40 %.

Примечания

1 Для приготовления метанольного раствора уксуснокислой ртути массунавески от 0,35 до 0,40 г растворяют в 100 см3 метанола. В случае помутнения раствора следует прибавлять 1-2 капли уксусной кислоты на 100 см3 раствора. Раствор годен к употреблению непосредственно после его приготовления. Срок хранения 30 сут с момента его приготовления при защите от попадания влаги.

2 Для приготовления водного раствора уксуснокислой ртути массу навески от 0,35 до 0,40 г растворяют в 100 см3 дистиллированной воды. Раствор годен к употреблению сразу после его приготовления. Срок храненияраствора 6 сут, в случае выпадания окиси ртути в виде буро-красных точек, в раствор следует прибавлять от одной до двух капель уксусной кислоты на 100 см3 раствора;

- кислота муравьиная по ГОСТ 5848;

- винилтриэтоксисилан по [7] или по документации изготовителя, водный раствор с массовой долей винилтриэтоксисилана 2 %.

Примечания

1 Для приготовления водного раствора винилтриэтоксисилана в круглодонную колбу наливают 90 см3 дистиллированной воды, подкисляют 0,5 см3 муравьиной кислоты, определяют рН раствора универсальной индикаторной бумагой.рН должен быть равен 3. Затем в колбу добавляют 10 см3винилтриэтоксисилана с коэффициентом преломления n от 1,3990 до 1,4005. При другом показателе преломления винилтриэтоксисилан следует перегонять при температуре от 423 К до 433 К (от 150 °С до 160 °С) и атмосферном давлении от 84,0 до 106,7 кПа. Раствор винилтриэтоксисилана перемешивают механической мешалкой от 2,0 до 2,5 ч.

2 В стеклянную колбу наливают 400 см3 дистиллированной воды, добавляют при перемешивании постепенно 25 % водный раствор аммиака в количестве от 0,5 до 1,0 см3, чтобы рН не превышал 9. Растворы винилтриэтоксисилана и аммиака сливают вместе, перемешивают и определяют рН, который должен быть в интервале от 5 до 6.

3 Водный раствор винилтриэтоксисилана выдерживают сутки, после чего он пригоден к употреблению в течение 5 сут.

4 При хранении в стеклянной посуде с притертой пробкой в холодильникепри температуре от 273 К до
278 К (от 0 °С до 5 °С) срок годности раствора 10 сут;

- эфир петролейный;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- спирт этиловый ректификованный технический высший сорт по ГОСТ 18300;

- тетраэтоксисилан по документации изготовителя, спиртовой раствор с массовой долей тетраэтоксисилана от 24 % до 30 %.

Примечание – Для приготовления раствора используют 96 % этиловый спирт;

- сополимер 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой с массовой долей 5 %;

- триэтилметакрилоксистаннан или β - триэтилстаннилтиоэтилтриэтоксисилан по [8] или документации изготовителя;

- смесь для нанесения защитного покрытия, состоящая из спиртовых растворов тетраэтоксисилана с массовой долей от 24 % до 30 %, сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой с массовой долей 5 % в соотношении 10:1 (по объему) с добавкой триэтилметакрилоксистаннана с массовой долей 1 %.

Примечание – Приготовление сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой и смеси для нанесения защитного покрытия приведено в приложении Б;

- бумага индикаторная универсальная по документации изготовителя;

- вата медицинская гигроскопическая глазная хлопковая нестерильная по ГОСТ 5556;

- батист отбеленный по ГОСТ 29298, дополнительно обезжиренный.

**6.3** Приборы, технологическая оснастка:

- сушильный шкаф типа СНОЛ-3,5.3,5.3,5/ЗМ;

- сосуд стеклянный толстостенный по ГОСТ 23932 или ванночки из винипласта, текстолита по чертежам изготовителя, не должны иметь металлического крепежа;

- подставки для деталей из винипласта или текстолита по чертежам изготовителя, не должны иметь металлического крепежа;

- пробирки стеклянные конические мерные по ГОСТ 1770;

- цилиндры измерительные по ГОСТ 1770;

- эксикатор по ГОСТ 23932;

- противни металлические по чертежам организации;

- колбы лабораторные стеклянные по ГОСТ 23932;

- весы лабораторные по ГОСТ 24104;

- перчатки резиновые по ГОСТ 3;

- станки для нанесения просветляющих покрытий на оптические детали типа СП-30М, СП-150М,
СП-300, СП-100.

**7 Содержание технологического процесса**

**7.1 Защита по технологическому процессу 1**

**7.1.1** Защита по технологическому процессу 1 должна состоять из следующих операций:

- подготовки поверхности детали к нанесению защитного покрытия;

- нанесение толуольного раствора винилтрихлорсилана с массовой долей от 0,15 % до 0,20 %;

- промывания и сушки деталей после нанесения толуольного раствора винилтрихлорсилана;

- нанесения метанольного раствора уксуснокислой ртути с массовой долей от 0,35 % до 0,40 %;

- промывания и сушки деталей после нанесения метанольного раствора уксуснокислой ртути.

**7.1.2 Подготовка поверхности деталей перед нанесением 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 по технологической документации изготовителя защитных покрытий.

**7.1.3** **Нанесение толуольного раствора винилтрихлорсиланас массовой долей от 0,15 % до 0,20 %**

Детали размещают на подставках в вертикальном положении и помещают в сосуд или ванночку с толуольным раствором винилтрихлорсилана с массовой долей от 0,15 % до 0,20 %, закрывают крышкой и выдерживают от 45 до 60 мин при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К
(от 20 ºС до 25 ºС). Сосуд должен находиться в вытяжном шкафу.

Время хранения просветленных деталей до нанесения толуольного раствора винилтрихлорсилана не ограничено.

**7.1.4** **Промывание и сушка деталей после нанесения толуольного раствора винилтрихлорсилана**

Детали, не снимая с подставки, немедленно промывают погружением последовательно в две ванны с чистым толуолом или петролейным эфиром. Затем каждую деталь протирают батистовой салфеткой, смоченной этиловым спиртом, размещают их на противне и сушат в термостате при температуре 348 К (75 °С) 30 мин или при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС) – 24 ч, покрывая детали чистой марлей.

**7.1.5** **Нанесение метанольного раствора уксуснокислой ртути с весовой долей от 0,35 % до 0,40 %**

Детали на подставке помещают в ванну с метанольным раствором уксуснокислой ртути с массовой долей от 0,35 % до 0,40 % и выдерживают 2 ч при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС).

Интервал во времени между операциями нанесения толуольного раствора винилтрихлорсилана и метанольного раствора уксуснокислой ртути должен быть не более 30 сут.

**7.1.6** **Промывание и сушка деталей после нанесения метанольного раствора уксуснокислой ртути**

Детали, не снимая с подставки, промывают последовательно в двух ваннах с этиловым спиртом, затем, сняв с подставки, каждую деталь протираютбатистовой салфеткой, смоченной этиловым спиртом, и сушат на противне при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К
(от 20 ºС до 25 ºС) 24 ч под чистой марлей в вытяжном шкафу.

Примечание – Детали, не имеющие после промывки спиртом заметных налетов или загрязнения, протирке не подлежат.

**7.1.6.1** Расход спирта на промывание деталей - по нормам, установленным в технологической документации и утвержденным в установленном порядке, или по ТКП 244.

**7.1.6.2** В случае помутнения промывочного спирта необходима смена спиртовой ванны для того, чтобы не допустить снижения класса чистоты поверхности детали после нанесения защитного покрытия. Расходэтилового спирта при двухкратном промывании 100 деталей диаметром 25 мм составляет примерно 1000 см3.

**7.1.6.3** Один и тот же раствор как винилтрихлорсилана, так и уксуснокислой ртути может быть использован неоднократно для обработки нескольких партий деталей, следующих одна за другой, но с учетом, что в 100 см3 раствора можно последовательно обработать до 0,02 м2 поверхностей деталей. После этого растворы считаются отработанными. При появлении помутнения раствор становится непригодным. Помутнение определяется визуально при появлении в растворе взвешенных частиц или путем сравнения его с эталонными растворами.

**7.2 Защита по технологическому процессу 2**

**7.2.1** Защита по технологическому процессу 2 должна состоять из следующих операций:

- подготовки поверхности детали к нанесению защитного покрытия;

- нанесения водного раствора винилтриэтоксисилана с массовой долей 2,0 %;

- промывания и сушки деталей после нанесения водного раствора;

- нанесения водного раствора уксуснокислой ртути с массовой долей от 0,35 % до 0,40 %;

- промывания и сушки деталей после нанесения водного раствора.

**7.2.2** **Подготовка поверхности детали к нанесению защитного покрытия**

Подготовка поверхности детали к нанесению защитного покрытия должна соответствовать технологической документации изготовителя.

**7.2.3 Нанесение водного раствора винилтриэтоксисилана с массовой долей 2,0 %**

Детали размещает на подставках в вертикальном положении и помещают в сосуд (ванночку) с водным раствором винилтриэтоксисилана с массовой долей 2,0 %. Детали, изготовленные из химически неустойчивого стекла, выдерживают в растворе от 45 до 60 мин, из химически устойчивого стекла – от 60 до 90 мин при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС).

**7.2.4** **Промывание и сушка деталей после нанесения водного раствора винилтриэтоксисилана**

Детали, не снимая с подставки, промывают в ванне с этиловым спиртом и протирают каждую деталь салфеткой, смоченной этиловым спиртом. Промытые детали сушат в термостате при температуре 423 К (150 °С) 2 ч. Термостат отключают и охлаждают детали, не вынимая из термостата, до температуры окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС).

Интервал во времени между операциями нанесения водных растворов винилтриэтоксисилана и уксуснокислой ртути должен быть не менее суток, считая с момента охлаждения деталей, допускается до четырех месяцевпри условии хранения в эксикаторе. После четырех месяцев хранения необходимо проверять краевой угол смачивания защитного покрытия согласно 8.3.

Расход этилового спирта ‑ по нормам, установленным в технологической документации и утвержденным в установленном порядке или по ТКП 244.

**7.2.5** **Нанесение водного раствора уксуснокислой ртути с массовой долей от 0,35 % до 0,40 %**

Детали размещают на подставках в вертикальном положении и погружают в ванну с водным раствором уксуснокислой ртути с массовой долей от 0,35 % до 0,40 %. Детали, изготовленные из химически неустойчивых стекол, выдерживают в растворе 45 мин, из химически устойчивых стекол ‑ 60 мин при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС).

**7.2.6** **Промывание и сушка деталей после нанесения водного раствора уксуснокислой ртути**

Детали, не снимая с подставки, промывают последовательно погружением в двух ваннах с этиловым спиртом и сушат при температуре окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС) под чистой марлей в вытяжном шкафу 24 ч.

Расход этилового спирта при двукратном промывании по 7.1.6.1 – 7.1.6.3.

**7.3 Защита по технологическому процессу 3**

**7.3.1** Защита по технологическому процессу 3 должна состоять из следующих операций:

- подготовки поверхности детали к нанесению защитного покрытия;

- подбора режима нанесения защитного покрытия;

- нанесения защитного покрытия из смеси спиртовых растворов от 24 % до 30 % тетраэтоксисилана и 5 % сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой и добавкой триэтилметакрилоксистаннана с массовой долей 1 %;

- сушки деталей после нанесения защитного покрытия,

**7.3.2** **Подготовка поверхности детали к нанесению защитного покрытия**

Очистку деталей из полиметилметакрилата и полистирола производят батистовыми салфетками, смоченными водным раствором с массовой долей этилового спирта 6 %. При этом не исключено появление микроцарапин, исчезающих при нанесении покрытия.

**7.3.3 Нанесение защитного покрытия**

Нанесение защитного покрытия проводят в соответствии с 7.3.4.

Режим нанесения покрытия подбирается опытным путем. Оценкой правильности выбора режима является получение после термообработки, защитного покрытия, отвечающего техническим требованиям по разделу 4.

Зависимость частоты вращения и концентрации раствора тетраэтоксисилана, содержащего сополимер 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой от диаметра детали приведена в таблице 1.

**Таблица 1**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Диаметр детали, мм | Частота вращения, мин-1 | Массовая доля тетраэтоксисилана, % |
| От 20 до 40 | От 7000 до 6000 | 29 - 30 |
| Св. 40 « 60 | Св.6000 « 4000 | 28 – 29 |
| « 60 « 80 | « 4000 « 3000 | 27 - 28 |

Для нанесения защитного покрытия на детали диаметром свыше 80 мм следует применять менее концентрированные растворы тетраэтоксисилана с массовой долей ≈ 23%.

**7.3.4** **Нанесение защитного покрытия из смеси спиртовых растворов от 14 % до 30 % тетраэтоксисилана и 5 % сополимер 4-метилпентена-1 с метакриловойкислотой и добавкой триэтилметакрилоксистаннана с массовой долей 1 %**

Нанесение защитного покрытия производят на станке для нанесения просветляющих покрытий поочередно на обе стороны детали. Деталь закрепляют в цанговом патроне станка для нанесения просветляющих покрытийи окончательно очищают с помощью намотанного на деревянную палочку ватного тампона, смоченного 6 % водно-спиртовым раствором. Ватный тампон нужно менять по мере загрязнения. Количество раствора должно быть минимальным во избежание попадания его на обратную поверхность детали с нанесенным защитным покрытием.

После очистки деталь приводят во вращение для удаления водно-спиртового раствора (капельно-жидкого), оставшегося на поверхности после очистки, и, после достижения необходимой частоты вращения, на­носят из пипетки смесь спиртовых растворов тетраэтоксисилана, сополимер 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой триэтилметакрилоксистаннана. После нанесения защитного покрытия пипетку быстро отводят в сторону.

**7.3.5 Сушка деталей после нанесения защитного покрытия**

После нанесения защитного покрытия детали укладывают на подставку и помещают в термостат. Температуру термостата поднимают до 333 К (60 °С) и выдерживают при этой температуре 4 ч. Термостат отключают и детали, не вынимая из термостата, охлаждают до температуры окружающей среды от 293 К до 298 К (от 20 ºС до 25 ºС).

Через сутки после охлаждения детали отдают на контроль.

## 8 Методы контроля

**8.1** Контроль производят выборочно для партии деталей по программе и методике изготовителя в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 2859-1.

**8.2** Контроль механической прочности, влагопрочности, термической прочности к воздействию повышенной температуры, пониженной и перепада температур, оптических параметров проводят по
СТБ 2214.

**8.3** Краевой угол смачивания определяют следующим способом. Испытуемый образец стекла с защитным покрытием и нанесенной каплей воды на поверхность помещают в препаратоводитель на столик горизонтально укрепленного микроскопа, на тубусе которого имеется диск, разделенный на 360°, и скользящая по нему стрелка.

В фокусе окуляра микроскопа должна быть сетка, имеющая вид перекрестия. При помощи препоратоводителя стекло передвигается в такое положение, чтобы граница раздела стекло-капля воды совпадала с горизонтальной линией перекрестия, а край капли - с вертикальной осью перекрестия.

Затем путем поворота окуляра со стрелкой по шкале производят отсчет краевого угла.

При качественной проверке на наличие гидрофобности покрытия капля воды, нанесенная на поверхность детали с защитным покрытием, должна принять форму полусферы и скатываться при легком наклоне детали.

Этот метод рекомендуется для серийного технологического процесса защиты деталей.

**8.4** Качественное определение наличия на оптических деталях с защитным покрытием соединений ртути производят с помощью индикаторной йодной бумаги (бумаги Полежаева). Приготовление йодной бумаги приведено в приложении В.

Для контроля полоску йодной бумаги укладывают на деталь (крупно-габаритную), предварительно смочив ее дистиллированной водой (или другими способами по технологическому процессу), или помещают на детали, находящиеся в эксикаторе или бюксе.

При наличии на поверхностях оптических деталей соединений ртути цвет йодной бумаги начинает изменяться: через сутки обнаруживается пепельно-розовая окраска по краям полоски, при более длительном нахождении в контакте с деталями, цвет становится более интенсивно розовым по всей поверхности.

Если индикаторная йодная бумага по истечении 48 ч не порозовеет, нанесение защитного покрытия растворами винилтрихлорсилана и уксуснокислой ртути следует повторить.

**8.5** Количественное определение ртути приведено в приложении Г.

**8.6** Контроль деталей с защитным покрытием от биоповреждений производят эпизодически, выборочно, для партии через 7 сут после нанесения защитного покрытия по ГОСТ 9.048.

**8.7** Контроль толщины защитного покрытия определяют эллипсометрическим методом с помощью эллипсометра или в соответствии с приборами, указанными в технологическом процессе.

Сущность эллипсометрического метода измерения (метода эллипсометрии) изложена в приложении Д.

**Приложение А**

(справочное)

**Оптические и эксплуатационные характеристики покрытий**

**Таблица А.1**

| Наименование детали | Покрытие | Номер технологического процесса | Оптические характеристики | Категория эксплуатации В | Размер детали, мм, не более | Область применения |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Эксплуатационные характеристики |
| Степень жесткости воздействия внешнего воздействующего фактора (ВВФ) по СТБ 2214 |
| Химическая прочность | Влагопрочность | Механическая прочность | Термическая прочность |
| по истиранию | по адгезии | по прочности к воздействию повышенной температуры окружающей среды | по прочности к воздействию пониженной температуры окружающей среды | по прочности к перепаду температур |
| Линзы, призмы, смотро-вые стекла | Однослой-ное из толуольного раствора винилтри-хлорсилана и метанольного раствора уксуснокис-лой ртути (ртути (||) ацетата) | 1 | Величина коэффици-ентаотраже-ния должна оста-ваться без изме-нений | 2 | 1 | 1 | 2 | 2Должно выдержи-вать нагрев до 398 К(125 ºС) | 2 | 2 | 3-1000 | Защита просветленных оптических деталей из химически устойчивых стекол от биологических повреждений в условиях умеренного или влажного климата**ТКП 478-2013 (02260)*****ТКП/РП*** |

9

**Продолжение таблицы А.1**

10

**ТКП 478-2013 (02260)**

| Наименование детали | Покрытие | Номер технологического процесса | Оптические характеристики | Категория эксплуатации В | Размер детали, мм, не более | Область применения |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Эксплуатационные характеристики |
| Степень жесткости воздействия внешнего воздействующего фактора (ВВФ) по СТБ 2214 |
| Химическая прочность | Влагопрочность | Механическая прочность | Термическая прочность |
| по истиранию | по адгезии | по прочности к воздействию повышенной температуры окружающей среды | по прочности к воздействию пониженной температуры окружающей среды | по прочности к перепаду температур |
| Линзы, призмы, смотро-вые стекла любой конфи-гурации10 | Однослой-ноеиз водных растворов винилтриэ-токсисилана иуксуснокис-лой ртути с термообра-боткой слоя | 2 | Величина коэффи-циентаотраже-ния должна оставать-ся без измене-ний | 2 | 1 | 1 | 2 | 2Должно выдержи-вать нагрев до 423 К(150 ºС) | 2 | 2 | 3-1000 | Защита деталей, склеенных оптическими клеями ОК-72 ФТ, бальзамином по ГОСТ 14887, а также от влаги воздуха в условиях относительной влажности более 80 % при температуре более 298 К(25 ºС)**ТКП -2013 (02260)*****ТКП/ОР*** |

**Окончание таблицы А.1**

| Наименование детали | Покрытие | Номер технологического процесса | Оптические характеристики | Категория эксплуатации В | Размер детали, мм, не более | Область применения |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Эксплуатационные характеристики |
| Степень жесткости воздействия внешнего воздействующего фактора (ВВФ) по СТБ 2214 |
| Химическая прочность | Влагопрочность | Механическая прочность | Термическая прочность |
| по истиранию | по адгезии | по прочности к воздействию повышенной температуры окружающей среды | по прочности к воздействию пониженной температуры окружающей среды | по прочности к перепаду температур |
| Линзы из поли-мерных матери-алов | Однослойноеиз смеси растворов тетраэтоксиси-лана и сополимер4 – метилпентена- 1 и метакриловой кислоты с добавкой триэтилметакрилоксистаннанаилиβ -триэтилстанни-лизоэтилтриэтоксисилана с термообработкой слоя | 3 | Величина коэффи-циента отражения должна оставаться без изменений | 2 | 1 | 1 | 2 | 2Должно выдерживать нагрев до 333 К (60 ºС) | 2 | 2 | 20-60 | Защита от плесени оптических деталей из полиметилмета-крилата (ПММА) и полистирола (ПС)**ТКП 478-2013 (02260)** |

11

**Приложение Б**

(справочное)

**Приготовление смеси растворов тетраэтоксисилана, сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой и триэтилметакрилоксистаннана (защитного покрытия)**

**Б.1 Приготовление раствора тетраэтоксисилана**

Состав пленкообразующих растворов тетраэтоксисилана с массовойдолей от 24 % до 30 % приведен в таблице Б.1.

**Таблица Б.1**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Тетраэтоксисилан | Спирт этиловый (или ацетон) | Количество соляной кислоты, на 100 см3 |
| Массовая доля, %при 293 К (20 ºС) | Количество, см3, на100 см3 раствора | Количество,см3 | Массовая доля, %при 293 К (20 ºС) | Для химически устойчивых стекол |
| 24,0 | 25,7 | До 100 | 90,0 | 0,20 |
| 25,0 | 26,8 | То же | 90,0 | 0,20 |
| 26,0 | 27,9 | « | 90,0 | 0,20 |
| 27,0 | 28,9 | « | 88,9 | 0,20 |
| 28,0 | 30,0 | « | 87,0 | 0,20 |
| 29,0 | 31,1 | « | 87,0 | 0,20 |
| 30,0 | 32,1 | « | 85,0 | 0,20 |

Для приготовления спиртового раствора тетраэтоксисилана видимое количество его, отмеренное мерным цилиндром или бюреткой с ценой деления 0,1 см3, помещают в колбу с притертой пробкой 2 класса точности вместимостью 100 см3 по ГОСТ 1770, затем до половины колбы наливают этиловый спирт или ацетон заранее подготовленной концентрации.

Содержимое тщательно встряхивают, добавляют требуемое количество соляной кислоты пипеткой вместимостью от 1 до 2 см3 с ценой деления 0,05 см3, затем доливают этиловый спирт (ацетон) до метки на колбе.

Раствор тетраэтоксисилана выдерживают до созревания и стабилизации от одних суток до двух недель в зависимости от концентрации при температуре (295 ± 2) К (22 ± 2) ºС, после чего он пригоден к нанесению покрытий.

Срок пригодности раствора от трех до шести месяцев при хранении в стеклянных колбах с притертыми пробками при температуре не выше 293 К (20 ºС) или в холодильнике при температуре от 278 К до 283 К (от 5 ºС до 10 ºС).

**Б.2 Приготовление 5 % раствора сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой**

Для приготовления спиртового раствора сополимер 4-метилпентена-1 с метакриловои кислотой с массовой долей 5 % используют 96 % этиловый спирт.

Необходимое количество вещества (в соотношении 1:19 по массе) растворяют в этиловом спирте 1 ч при периодическом взбалтывании. После полного растворения сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловой кислотой раствор фильтруют через бумажный фильтр. Готовый раствор должен быть бесцветным и прозрачным. Раствор пригоден к смешиванию с раствором тетраэтоксисилана сразу же после приготовления.

Раствор до смешения с тетраэтоксисиланом может храниться в холодильнике не более 7 сут.

**Б.3 Приготовление смеси растворов тетраэтоксисилана и сополимер 4 -метилпентена-1 с метакриловои кислотой**

Спиртовый раствор тетраэтоксисилана необходимой концентрации и 5 % раствор сополимера 4-метилпентена-1 с метакриловои кислотой в соотношении соответственно 10:1 (по объему).

Раствор должен быть бесцветным и прозрачным. Срок годности раствора при хранении в холодильнике не более 10 сут.

**Б.4 Приготовление смеси для нанесения защитного покрытия**

К приготовленному по Б.3 раствору по истечении суток добавляют триэтилметакрилоксистаннана с массовой долей 1 %. Смесь растворов фильтруют через бумажный фильтр. Раствор пригоден к нанесению защитного покрытия сразу после его приготовления. Срок хранения в холодильнике 7 сут.

**Приложение В**

(рекомендуемое)

**Приготовление индикаторной йодной бумаги (бумаги Полежаева)**

**В.1 Реактивы и растворы:**

- калий йодистый по ГОСТ 4232, водный раствор с массовой долей 10%;

- медь сернистокислаячда по ГОСТ 4165, водный раствор с массовой долей 10%;

- натрий сернистокислый кристаллический по ГОСТ 4171, водный раствор с массовой долей 10 %;

- спирт этиловый технический ректификованный высший сорт по ГОСТ 18300;

- кислота азотная, плотностью 1,4 по ГОСТ 4461;

- эксикатор по ГОСТ 23932.

**В.2 Приготовление**

**В.2.1** Равные объемы растворов йодистого калия, сернистокислой меди и сернистокислого натрия сливают в одну склянку и перемешивают. Образовавшемуся осадку дают осесть, затем верхний слой раствора сливают декантацией, окончательно отделяя осадок фильтрованием через воронку Бюхнера.

**В.2.2** Осадок на фильтре с отсосом промывают дистиллированной водой, затем переносят его в чисто вымытую склянку с притертой пробкой и добавляют этиловый спирт до получения пастообразной массы. Полученную массу подкисляют азотной кислотой (I капля на 50 г массы). Ватой, завернутой на палочку, полученную массу наносят тонким слоем на полоски фильтровальной бумаги, которые хранят в герметично закрывающемся сосуде (эксикаторе).

Приложение Г

(рекомендуемое)

**Определение количественного содержания ртути на поверхности оптических деталей**

**Г.1 Сущность метода**

Метод основан на выделении окрашенной внутрикомплексной соли ртути (дитизоната ртути) и определении в последней ртути косвенным экстракционным титрованием.

**Г.2 Реактивы и растворы**

Применяемые реактивы и растворы:

- аммиак по ГОСТ 3760, водный раствор с массовой долей 10 %;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709, очищенная. Дистиллированную воду проверяют на присутствие тяжелых металлов. Для этого, в делительную воронку вместимостью 500 см3 помещают 250 см3 воды и с помощью нескольких капель 2 н раствора аммиака доводят среду до рН=9,5, добавляют 2 см3 0,05 % очищенного раствора дитизона и энергично встряхивают. После расслоения фаз органическая фаза должна оставаться бесцветной. В случае окраски фазы дистиллированную воду перегоняют;

- дитизон (дифенилтиокарбазон) по документации изготовителя, ч.д.а.

Для приготовления очищенного исходного раствора 0,1 г дитизона помещают в делительную воронку вместимостью 500 см3, растворяют в 150 см3 хлороформа, приливают в воронку 100 см3 10% аммиака и энергично встряхивают. При этом дитизон переходит в аммиачный слой, а продукты окисления дитизона остаются в слое хлороформа, которой после отстаивания сливают. В воронку, содержащую аммиачный раствор дитизона, приливает 100 см3 хлороформа, подкисляют соляной кислотой до кислой среды и энергично встряхивают. При этом дитизон переходит в слой хлороформа, его отделяет от водной фазы, промывают несколько раз перегнанной дистиллированной водой и фильтруют раствор дитизона в хлороформе в сухую склянку из темного стекла. Перед использованием раствора 1 см3 очищенного дитизона разбавляют в 100 см3 хлороформа;

- кислота соляная, плотностью от 1,17 до 1,19 г/см3 по ГОСТ 3118;

- хлороформ по ГОСТ 20015, свежеперегнанный;

- трилон Б по ГОСТ 10652.

Для определения титра раствора дитизона приготавливают стандартные растворы уксуснокислой ртути из расчета содержания ртути в 1 см3 раствора в количестве 0,05; 0,005 мг.

При помощи бюретки в мерные колбы с аликвотной частью стандартного раствора приливают по каплям дитизон до изменения окраски раствора от оранжево-желтого цвета до зеленого. Отмечают количество дитизона, пошедшее на титрование.

Титр дитизона Т высчитывают по формуле

T = Nx ∙ Ex, (Г.1)

где Nх – концентрация раствора дитизона;

Eх – эквивалентная масса дитизона.

Концентрацию раствора дитизонаNх высчитывают по формуле

Nx = 9исх. ∙ V2 / (V1 ∙ V ∙ Eисх.), (Г.2)

где 9 – масса навески, мг;

Еисх. – эквивалентная масса уксуснокислой ртути;

V1 – количество приготовленного стандартного раствора ртути, см3;

V2 – аликвотная часть, взятая для титрования, см3;

V – количестводитизона, пошедшее на титрование, см3.

**Г.3Проведение анализа**

Для определения содержания ртути детали с защитным покрытием помещают в раствор соляной кислоты и нагревают до323 К (50 °С).

Раствор отделяют от деталей, последние промывают несколько раз водой и промывные воды присоединяют к основному испытуемому раствору, помещенному в делительную воронку, вместимостью 250 см3. Раствор нейтрализуют щелочью по индикаторной бумаге, приливают 10 см3 ацетатного буфера с рН= 4 и 5 см3 0,1 н раствора трилона "Б", который связывает в очень прочные комплексные соединения, мешающие анализу, металла. Затем исследуемый раствор тщательно перемешивают и объем раствора доводят до метки 250 см3.

К подготовленному раствору приливают 1 см3 титрованного раствора дитизона, встряхивают от
1 до 2 минут, дают жидкости разделиться на два слоя и сливают нижний слой в пробирку. Затем снова обрабатывают водный раствор 1 см3 раствора дитизона и полученный экстракт дитизоната ртути сливают во вторую пробирку. Так продолжают до тех пор, пока экстракт не изменит свою оранжево-желтую окраску (дитизона на зеленую (свободный дитизон). Подсчитав число пробирок, содержащих окрашенный в оранжевый цвет экстракт дитизоната ртути, получают количество раствора дитизона в кубических сантиметрах, израсходованного на титрование. Пробирку с раствором смешанной окраски считают соответствующей 0,5 см3. Расчет содержания ртути на 1 см2 поверхности детали Hg, г/см2, вычисляют по формуле

Hg = V ∙ T / S, (Г.3)

где V – объем раствора дитизона, израсходованного на титрование, см3;

Т – титр раствора дитизона установленный по стандартному раствору соли ртути;

S – площадь поверхности оптических деталей, см2.

Найденное количество ртути на 1 см2 поверхности 0,6 – 0,8⋅10-6 г, вычисленное – 0,84⋅10-6 г.

Приложение Д

(справочное)

**Сущность эллипсометрического метода измерения**

**Д.1** Сущность эллипсометрического метода заключается в определении параметров поляризованного света [9].

После отражения плоскополяризованного (линейно поляризованного) света от исследуемой поверхности его поляризация изменяется с линейной на эллиптическую. Это объясняется тем, что электромагнитные колебания, совершающиеся в плоскости падения светового луча и в перпендикулярной плоскости при отражении по-разному изменяют амплитуду электрического вектора и начальную фазу колебаний.

Основное уравнение отражательнойэллипсометрии имеет вид [9]

p = tgψ ∙ eiΔ = Rp / Rs, (Д.1)

где p – относительный коэффициент отражения;

Δ – фазовый эллипсометрический параметр;

Rр– комплексный коэффициент отражения для световой волны в плоскости падения (р);

ψ – амплитудный эллипсометрический параметр;

Rs – комплексный коэффициент отражения для световой волны в плоскости, перпендикулярной плоскости падения (S).

Схема, поясняющая принцип эллипсометрических измерений, показана на рисунке Д.1.

Плоскополяризованный свет

Эллиптически

поляризованный

свет

φ

d

d – толщина покрытия;

φ – угол падения

**Рисунок Д.1**

**Д.2** В процессе измерения определяется отношение комплексных коэффициентов отражения для двух типов поляризации световой волны: в плоскости падения (р) и перпендикулярно к ней (s). Это отношение выражается через эллипсометрические параметры: ψ и ∆.

**Д.3**Обратная задача эллипсометрии – определение толщины покрытия (и других параметров отражающей системы) по измеренным при одном или нескольких углах падения φ значениям. Покрытию с определенной толщиной d соответствуют определенные изменения эллипсометрических параметров ψ и ∆.

Полученные параметры обрабатываются в соответствии с программным обеспечением эллипсометра.

Примечание – угол падения φ отсчитывается от перпендикуляра к отражающей поверхности. Углы падения, как правило, составляют 45º, 60º, 65º, 70º.

**Д.4** Суть измерений состоит в том, что монохроматический пучок света, излучаемый источником, проходит через поляризационную призму (поляризатор Р) и приобретает линейную поляризацию. После отражения от исследуемой поверхности S поляризация света становится эллиптической. Параметры этого эллипса анализируются с помощью фазосдвигающей пластинки (компенсатора С) и второй поляризационной призмы (анализатора А). При некоторых азимутальных положениях оптических элементов световой пучок полностью гасится, и фотоприемник регистрирует нулевой сигнал. Определяя экспериментально эти положения, измеряют эллипсометрические параметры. Это принцип работы нулевогоэллипсометра.

Примечание – В настоящее время применяются фотометрические, спектральные и лазерные быстродействующие эллипсометры.

Схема эллипсометрических измерений показана на рисунке Д.2.

**Р**

А

**С**

**S**

Р – поляризатор;

S – отражающая поверхность;

С – компенсатор (фазосдвигающий элемент);

А – анализатор

**Рисунок Д.2**

**Библиография**

|  |  |
| --- | --- |
| [1] | Межотраслевые правила по охране труда при работе в электроустановкахУтверждены постановлением Министерства труда и социальной защиты Республики Беларусь и Министерством энергетики Республики Беларусь от 30 декабря 2008 № 205/59 |
| [2] | Санитарные правила и нормыСанПиН 2.2.1.13-5-2006 Гигиенические требования к проектированию, содержанию и эксплуатации производственных предприятий |
| [3] | Санитарные нормы, правила и гигиенические нормативы Перечень регламентированных в воздухе рабочей зоны вредных веществУтверждены постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 31.12.2008 № 240 |
| [4] | Порядок проведения обязательных медицинских осмотров работников |
|  | Утвержден постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь 8 августа 2000 г. № 33 |
|  |  |
| [5] | Технические условияТУ 6-09-440-80 Винилтрихлорсилан квалификации чистый |
| [6] | Технические условия |
|  | ТУ 6-02-782-78 Винилтрихлорсилантехнический |
|  |  |
| [7] | Технические условияТУ 6-09-14-1670-82 Винилтриэтоксисилан. Технические условия |
|  |  |  |
| [8] | Технические условияТУ 6-09-11-1188-78 (Трипропилсилилэтилтио) станнан. Технические условия |
|  |  |
| [9] | Пшеницын В.И., Абаев М.И., Лызлов Н.Ю. Эллипсометрия в физико-химических исследованиях. – Л:Химия, 1986. |
|  |  |

Директор УП «ПРОМСТАНДАРТ»,

руководитель разработки В.А.Бубович

Исполнитель,

ведущий инженер Л.И.Шульдова