



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

000520
для служебного пользования ЭКЗ №

(19) **SU** (11) **1566813** **A1**

(51)5 С 30 В 29/46, 23/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4426980/31-26

(22) 16.05.88

(71) Опытный завод Физико-химическо-
го института им. А.В. Богатского

(72) Г.И. Кочерба, В.П. Карфидов,
В.Д. Чугунов, А.В. Остафьев, Г.С. Са-
лищев, А.Ф. Горбунов и В.П. Писарский

(53) 621.315.592(088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1306178, кл. С 30 В 35/00, 1985.

(54) МАТЕРИАЛ ДЛЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ
НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДА ЦИНКА И СПОСОБ
ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Изобретение относится к оптиче-
ским материалам для получения покры-
тий и может быть использовано в опти-
комеханической промышленности, обес-
печивает улучшение качества покрытий

2

за счет устранения поглощения в об-
ласти спектра 0,4-14,0 мкм, стабилиза-
цию высокого показателя преломления
и увеличение механической прочности.
Способ включает самораспространяющий-
ся высокотемпературный синтез из ших-
ты, содержащей цинк и серу с добав-
кой сульфида цинка гексагональной мо-
дификации в количестве 0,5-10 мас.%.
Процесс ведут под давлением инертного
газа 30-80 атм. Получают материал -
сульфид цинка, содержащий 0,3-
4,0 мас.% серы, имеющий гексагональ-
ную структуру и плотность 0,6-0,8 от
теоретической. Показатель преломления
пленок $n = 2,30-2,32$. Способ экономи-
чен, обеспечивает увеличение срока
службы оптических изделий в 2-3 раза.
2 с.п. ф-лы, 1 табл.

Изобретение относится к материалам
для оптических покрытий и способам
их получения и может быть использовано
в оптико-механической промышленно-
сти при создании многослойных пок-
рытий с высоким и стабильным показате-
лем преломления, работающим в широкой
области спектра ($\lambda_1 - \lambda_2 = 0,4-14,0$ мкм).

Целью изобретения является улучше-
ние качества покрытий за счет устра-
нения поглощения в области спектра
0,4-14,0 мкм, стабилизации высокого
показателя преломления и увеличение
механической прочности.

Пример 1. Для получения 1 кг
материала, содержащего сульфид цинка
гексагональной структуры 99,7 мас.%
19-90

и серу 0,3 мас.%, готовят реакционную
смесь из порошкообразных компонентов,
г:

Цинк	636
Сера	314
Сульфид цинка гекса- гональной структуры	50

Введение сульфида цинка гексаго-
нальной структуры необходимо для по-
лучения синтезированного материала
гексагональной структуры в компактной
форме.

Компоненты тщательно перемешивают,
брикетируют и загружают в реактор.
Реактор вакуумируют до 10^{-3} мм рт.ст.,
а затем заполняют инертным газом
(например, аргоном) до достижения дав-
ления 30 атм.

(19) **SU** (11) **1566813** **A1**

Синтез проводят в режиме технологического горения за счет тепла, выделяемого в процессе реакции взаимодействия цинка и серы. Синтезированный продукт выдерживают в реакторе в течение 1-2 ч. Инертный газ и газообразные продукты синтеза выпускают через поглощающее устройство. Из реактора извлекают синтезированный продукт, содержащий сульфид цинка гексагональной структуры 99,7 мас.% и серу 0,3 мас.%, при содержании материала 99,9% в компактной форме в виде спеченных буль плотностью 0,65 от теоретической. Полученные були разрезают на катоды-мишени заданной геометрии для последующего напыления оптических покрытий методом катодного распыления.

Пример 2. Для получения 1 кг материала, содержащего сульфид цинка гексагональной структуры 98,3 мас.% и серу 1,7 мас.%, готовят реакционную смесь из порошкообразных компонентов, г:

Цинк	593
Сера	307
Сульфид цинка гексагональной структуры	100

Далее синтез проводят аналогично примеру 1 при давлении 40 атм. Из реактора извлекают синтезированный продукт, содержащий сульфид цинка гексагональной структуры 98,3 мас.% и серу 1,7 мас.%, при содержании материала 99,9% в компактной форме в виде спеченных буль плотностью 0,75 от теоретической. Полученные були разрезают на таблетки заданной геометрии для последующего напыления оптических покрытий методом электронно-лучевого испарения.

Пример 3. Для получения 1 кг материала, содержащего сульфид цинка гексагональной структуры 96,0 мас.% и серу 4,0 мас.% готовят реакционную смесь из порошкообразных компонентов, г:

Цинк	641
Сера	354
Сульфид цинка гексагональной структуры	5

Далее синтез проводят аналогично примеру 1 при давлении 80 атм.

Из реактора извлекают синтезированный продукт, содержащий сульфид цинка гексагональной структуры 96,0 мас.% и серу 4,0 мас.%, при со-

держании материала в компактной форме в виде спеченных буль плотностью 0,85 от теоретической. Полученный материал используют для напыления оптических покрытий методом резистивного напыления.

Пленки из предлагаемого материала напыляют на установках типа ВУ-1А. Контроль стехиометрии проводят методом резерфордовского обратного рассеивания (РОР) с точностью $1,0 \pm 0,013$ на ускорителе Ван дер Граафа 2МВ. Показатель преломления и спектры пропускания определяют на приборах производства ЛОМО. Механическую прочность определяют на приборе СМ-55: нагрузка наконечника 200 г, частота вращения оптической детали 500 об/мин, расстояние от оси вращения детали до оси вращения наконечника 5 мм. Пленки выдерживают более 2000 оборотов без нарушения, что соответствует первой группе прочности.

Для проверки предлагаемого материала напылены диэлектрические узкополосные интерференционные фильтры (ДУПИФ) на основе $ZnS-Na_3AlF_6$, MgF_2 методом резистивного испарения из молибденовых испарителей. Структура фильтра $(ВН)^1-2В-(НВ)^3-13$ слоев. Относительная полуширина опытных фильтров меньше (0,014), чем у фильтров, получаемых на традиционном сульфиде цинка (0,017).

Предлагаемый материал позволяет получить пленки сульфида цинка гексагональной структуры методами электронно-лучевого испарения, резистивного испарения и катодного распыления. По сравнению с прототипом материал прост и технологичен.

Пленки, полученные при напылении из предлагаемого материала, характеризуются высоким стабильным показателем преломления ($n = 2,30-2,32$), приближающимся к максимально возможному его значению при $\lambda = 0,55$ мкм. В них отсутствует поглощение в области спектра 0,4-14,0 мкм. Они характеризуются первой группой механической прочности.

Оптико-эксплуатационные характеристики полученных покрытий представлены в таблице.

Предлагаемый способ получения материала по сравнению с известным характеризуется следующими преимуществами: материал имеет гексагональную

структуру и компактную форму заданной плотности.

Кроме того, способ отличается высоким энергосбережением, так как процесс синтеза идет за счет энергии реакции взаимодействия цинка с серой. Затраты энергии идут в основном на вспомогательные операции.

Исключается загрязнение окружающей среды.

Экономический эффект от использования изобретения в оптико-механической промышленности ожидается за счет улучшения качества оптических покрытий, технологичности процесса их нанесения, увеличения срока службы оптических изделий в 2-3 раза.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Материал для оптических покрытий на основе сульфида цинка, отличающийся тем, что, с целью улучшения качества покрытий за

счет устранения поглощения в области спектра 0,4-14 мкм, стабилизации высокого показателя преломления и увеличения механической прочности, он содержит добавку серы в количестве 0,3-4,0 мас.%, имеет гексагональную структуру и плотность 0,6-0,8 от теоретической.

2. Способ получения материала для оптических покрытий на основе сульфида цинка, включающий самораспространяющийся высокотемпературный синтез из шихты, содержащей цинк и серу, под давлением инертного газа, отличающийся тем, что, с целью улучшения качества покрытий за счет устранения поглощения в области спектра 0,4-14 мкм, стабилизации высокого показателя преломления и увеличения механической прочности, в шихту дополнительно вводят сульфид цинка гексагональной структуры в количестве 0,5-10,0 мас.% и синтез ведут под давлением 30-80 атм.

Пример	Добавка серы к сульфиду цинка, мас.%	Структурный тип*)	Показатель преломления (n) эллипсоид, 0,63 мкм	Группа прочности	Поглощение	Примечание
1	0,1	$\alpha + \beta$	2,28	II	Отсутствие поглощения в видимой области	
2	0,3	α	2,30	I	То же	
3	1,7	α	2,32	I	- " -	
4	4,0	α	2,31	I	- " -	
5	4,3	α	2,31	I	- " -	Нетехнологичен. Загрязнение вакуумной камеры
6	0	$\alpha + \beta$	2,20-2,25	II	Поглощение в видимой области	

*) α - гексагональный тип; β - кубический тип.

Составитель В. Безбородова

Редактор Л. Лашкова

Техред М. Ходанич

Корректор С. Шевкун

Заказ 1385/ДСП

Тираж 219

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101

2000