

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** **2 034 278** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

[G01N 23/22 \(1995.01\)](#)[G01B 7/34 \(1995.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 12.01.2004)

(21)(22) Заявка: [4896885/25](#), 26.12.1990

(45) Опубликовано: 30.04.1995

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **1. Авторское свидетельство СССР N 577923, кл. G 01B 7/34, 1977.2. Кортюв В.С. и др. О взаимосвязи параметров экзоэмиссии с лучевой стойкостью элементов ОКГ. - Квантовая электроника, 1976, N 5, с.1143-1145.**

(71) Заявитель(и):

Уральский государственный технический университет

(72) Автор(ы):

**Глебов Л.Б.,
Зацепин А.Ф.,
Кортюв В.С.,
Никоноров Н.В.,
Тюков В.В.,
Ушкова В.И.**

(73) Патентообладатель(и):

Уральский государственный технический университет

(54) СПОСОБ КОНТРОЛЯ ЛУЧЕВОЙ ПРОЧНОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ОПТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Использование: в неразрушающих методах контроля с использованием ионизирующего излучения. Сущность изобретения: после предварительного облучения поверхности пучком ионизирующего излучения измеряют энергетическое распределение электронов, эмиттируемых поверхностью в интервале температур 130-150°C с поверхности контролируемых образцов, и по значению средней кинетической энергии судят о лучевой прочности поверхности. Описан вариант, при котором проводят 2-4 последовательных цикла облучение - нагрев - регистрация, и в качестве параметра контроля используют значение средней кинетической энергии экзоэлектронов. 1 з.п. ф-лы, 3 ил., 2 табл.

Изобретение относится к неразрушающим методам контроля лучевой прочности поверхности диэлектрических материалов и стекол и может применяться для оценки и прогнозирования качества поверхности оптических материалов, используемых в лазерной технике и силовой оптике.

Известен метод сканирующего светового зонда для неразрушающего экзоэмиссионного контроля образцов оптических стекол К8 и ГЛС-1 [1] В качестве критерия лучевой прочности контролируемой поверхности использована величина интегральной интенсивности фотостимулированной экзоэлектронной эмиссии (ФСЭЭ), определяемая как интегральная интенсивность ФСЭЭ вдоль линии сканирования S.

Однако в этом методе параметром контроля являются величины, производные от интенсивности экзоэмиссии (T_p , S , $\Sigma I_{\Delta T}$), которые могут существенно меняться при варьировании режимов регистрации эмиссии, в частности вакуумных условий измерений.

Наиболее близким по технической сущности является способ оценки лучевой прочности, основанный на измерении экзоэмиссионной активности предварительно возбужденной поверхности в условиях линейного нагрева [2]. Суть этого метода заключается в том, что контролируемые образцы нагревают до температуры, соответствующей освобождению электронов со всех дефектных уровней захвата ($\approx 400-500^\circ\text{C}$), и по общему числу эмиттированных электронов, определяемому как площадь под кривой температурной зависимости интенсивности экзоэмиссии $I(T)$, оценивают их лучевую стойкость. Метод характеризуется сравнительной простотой и позволяет оценивать лучевую прочность оптических материалов, обладающих высокой эмиссионной активностью.

В то же время данный способ имеет целый ряд недостатков: поскольку интенсивность I максимумов термостимулированной экзоэмиссии существенно зависит от вакуумных условий измерения и толщины адсорбированных на поверхности слоев и результаты контроля характеризуются неоднозначностью, то для сопоставления результатов контроля, выполненного на различных установках, требуются специальные методы для стабилизации условий контроля; метод ограниченно применим к оптическим стеклам, так как экзоэмиссионная активность их поверхности значительно ниже, чем у кристаллических материалов, что существенно повышает погрешность ее измерения и тем самым снижает надежность оценки лучевой прочности поверхности, а в ряде случаев делает вообще невозможным осуществление контроля; оценка стабильности и прочности поверхности по значению интегральной экзоэмиссионной активности требует обычно нагрева образца до достаточно высоких температур ($\approx 400-500^\circ\text{C}$), соответствующих освобождению электронов с самых глубоких ловушек, что не всегда возможно для крупногабаритных оптических деталей и вообще исключено для стеклообразных материалов с низкой температурой размягчения (например, промышленное оптическое стекло ИФ10 имеет $T_d \approx 300-350^\circ\text{C}$), а кроме того, может вызывать необратимые изменения свойств поверхности.

Целью изобретения является разработка экзоэмиссионного способа оценки и прогнозирования лучевой прочности поверхностных слоев оптических стекол, в том числе обладающих низкой эмиссионной активностью, независимого от вакуумных условий измерения, не требующего нагрева контролируемых образцов до высоких температур и в конечном счете приводящего к повышению надежности и достоверности результатов контроля.

Поставленная цель достигается тем, что оценка лучевой прочности осуществляется на основе измерения кинетической энергии экзоэлектронов в температурном интервале $130-150^\circ\text{C}$ при нагреве с постоянной скоростью после возбуждения анализируемой поверхности, причем о стойкости материала к светолучевым нагрузкам судят по значению средней энергии экзоэлектронов.

Предлагаемый метод основан на установленной авторами закономерной взаимосвязи кинетической энергии экзоэлектронов от лучевой прочности поверхностных слоев оптических диэлектрических материалов, которая в свою очередь определяется зависимостью этих параметров от типа и концентрации дефектов приповерхностного слоя, образованных в процессе изготовления оптических деталей и технологической обработки их поверхности.

Увеличение дефектности поверхностного слоя приводит, с одной стороны, к снижению лучевой прочности, с другой стороны, к изменению условий выхода электронов на поверхность, определяющих значение их кинетической энергии. Специальными экспериментами установлено, что поверхностные дефекты, определяющие величину порога лучевого пробоя оптических силикатных стекол, являются эмиссионно-активными электронными центрами захвата, обуславливающими возникновение максимума ТСЭЭ в области $130-150^\circ\text{C}$ (фиг.1).

Для осуществления предлагаемого способа контролируемые образцы помещают в измерительную камеру, в вакуум $\approx 10^{-4}$ Па. Электроны регистрируют вторично-электронным умножением ВЭУ-6. Возбуждение образцов производят непосредственно в измерительной камере электронной бомбардировкой ($0,5-1,5$ кэВ, $100-1000$ мкА/см²; 1-5 мин) либо другим видом ионизирующего излучения (рентгеновского, γ), не вызывающего образования радиационных дефектов в контролируемом материале. Затем в процессе нагрева в температурном диапазоне

130-150°C, соответствующем основному экзоэмиссионному максимуму в оптических стеклах, регистрируют интегральное энергетическое распределение экзоэлектронов (кривая задержки) методом задерживающего потенциала с применением быстродействующего многоканального амплитудного анализатора импульсов. В случае слабой эмиссионной активности контролируемого образца для увеличения точности измерения энергетического распределения электронов (ЭРЭ) возбуждение, последующий нагрев и регистрацию ЭРЭ повторяют 2-4 раза для накопления информации. Аппроксимируя восходящий участок полученной суммарной кривой задержки прямой линией, вычисляют среднюю энергию электронов

$$\bar{E} = eU \cdot \frac{0,43(U - U_H)}{\lg I - \lg I_H}$$

(1) где I_H интенсивность экзоэмиссии на участке насыщения;

U_H потенциал в начальной точке насыщения тока эмиссии.

Для количественного определения значения лучевой прочности Q изготавливают серию эталонных образцов конкретной марки оптического стекла, различающихся технологией обработки поверхности, либо серию стекол различных марок с однотипной обработкой (в зависимости от целей контроля). На эталонных образцах после предварительного возбуждения измеряют среднюю кинетическую энергию электронов, эмиттируемых в температурном интервале 130-150°C, в процессе нагрева. Затем определяют лучевую прочность поверхности эталонных образцов. После этого строят калибровочный график зависимости $Q - \bar{E}$. Поскольку средняя энергия электронов определяется с некоторой погрешностью, а величина лучевой прочности имеет статистический характер, реально калибровочный график представляет собой корреляционное поле зависимости $Q - \bar{E}$. Исходя из полученных экспериментальных данных, методами корреляционного анализа подбирают вид аппроксимирующей функции, описывающей зависимость $Q - \bar{E}$, и рассчитывают ее параметры. Полученная калибровочная кривая используется для определения значений лучевой прочности контролируемых образцов.

Температурный интервал измерения ЭРЭ выбран из следующих соображений. В этом интервале расположен основной экзоэмиссионный максимум, характерный для всех оптических стекол, используемых в лазерной технике (фиг.1). Параметры этого максимума определяются технологией обработки поверхности. При температурах ниже 130°C не имеется экзоэмиссионного пика общего для всех стекол, что позволяло бы контролировать и сравнивать лучевую прочность стекол различных марок. Выше температуры 150°C наблюдается резкий спад интенсивности указанного характеристического максимума ТСЭЭ, что существенно ухудшает условия регистрации ЭРЭ. (Ошибка в измерении \bar{E} составляет более 15%).

Максимальное количество циклов возбуждение нагрев регистрация ЭРЭ определяется тем, что большее их число уже не вызывает увеличения точности определения \bar{E} .

Специальными экспериментами показано, что погрешность определения \bar{E} , установленная на основании измерений в идентичных условиях возбуждения и регистрации экзоэмиссии, с доверительной вероятностью 0,9 не превышает 8%.

П р и м е р 1. Прогнозирование лучевой прочности различных марок стекол с однотипной обработкой поверхности.

Для осуществления данного способа контроля лучевой прочности был проведен контроль образцов промышленных оптических стекол, обработанных методом глубокого шлифования и полирования (ГШП). Предварительно была проведена калибровка зависимости $Q - \bar{E}$ на специально приготовленных эталонных образцах оптических силикатных стекол ЛК5, К8, БК6, ТК2 и ТФ10. Калибровочный график, полученный методом наименьших квадратов, приведен на фиг.2. Зависимость $Q - \bar{E}$ имеет прямо пропорциональный характер; большим значениям лучевой прочности поверхности соответствуют большие значения средней энергии \bar{E} эмиттированных электронов.

Порог поверхностного оптического пробоя Q определяли с помощью прибора ИТ-181 на длине волны 1,06 мкм при длительности импульса $4 \cdot 10^{-8}$ с в многомодовом режиме генерации.

Контролируемые образцы стекол последовательно помещали в вакуумную камеру с остаточным давлением не ниже 10^{-4} Па и облучали сфокусированным пучком электронов. После возбуждения образцы нагревали с постоянной скоростью 20 град/

мин и в диапазоне 130-135°C методом задерживающего потенциала с помощью многоканального амплитудного анализатора АИ-256 регистрировали кривую задержки. Значения средней кинетической энергии получены при обработке кривой задержки по формуле (1). Результаты измерения \bar{E} приведены в табл.1 для трех образцов стекол различных марок и для двух граничных режимов облучения. Там же приведены значения контролируемых величин поверхностной лучевой прочности, найденных по измеренному значению \bar{E} по калибровочной кривой, а также определенных по лазерному пробую описанным выше способом.

Таким образом, предлагаемый способ контроля лучевой прочности позволяет количественно оценивать значение порога поверхностно-лучевого пробоя стекол различных марок с погрешностью $\cong 25\%$ Для сравнения в табл.1 приведены данные по измерению интегральной экзоэмиссионной активности S-контролируемого параметра, предлагаемого по способу-прототипу. Способ-прототип вообще не позволяет оценить лучевую прочность данной серии оптических стекол, так как не наблюдается корреляции параметра S с лучевой прочностью, что обусловлено низкой эмиссионной активностью поверхности стекол и тем, что в данном случае параметр S учитывает все существующие виды поверхностных эмиссионно-активных дефектов (структурные, адсорбционные), в том числе и те, которые не являются критическими для лучевой прочности.

П р и м е р 2. Определение лучевой прочности поверхности стекол одной марки после разных видов технологической обработки.

Испытаны образцы промышленного оптического стекла К8, подвергнутого низкотемпературной ионообменной обработке, режимы которой в достаточно широких пределах изменяют прочностные свойства поверхности, а именно: создание в при поверхностном слое напряжений сжатия приводит к росту лучевой прочности поверхности и, наоборот, возникновение напряжений растяжения сопровождается снижением лучевой стойкости стекла. Методика испытаний аналогична таковой в примере 1. На фиг.3 приведен калибровочный график зависимости $Q-\bar{E}$ для данного типа стекла, полученный аналогично примеру 1 предварительно на эталонных образцах стекла К8, подвергнутых диффузионной обработке в расплавах KNO_3 и $NaNO_3$.

В табл.2 приведены результаты измерения по трем циклам возбуждения-регистрации средней энергии электронов \bar{E} для двух граничных режимов электронной бомбардировки и интегральной экзоэмиссионной активности S для четырех контролируемых образцов стекла К8 после различных режимов диффузионной обработки поверхности. Как видно из табл.2, погрешность оценки лучевой прочности по средней кинетической энергии экзоэлектронов не превышает 15% в то время как погрешность определения значения Q по способу-прототипу может достигать 50% Таким образом, предлагаемый способ контроля лучевой прочности поверхности оптических материалов по средней кинетической энергии экзоэлектронов позволяет надежно количественно оценивать прочностные свойства поверхности оптических диэлектрических материалов после технологической обработки. Среди преимуществ данного способа, вытекающих из сравнения его со способом-прототипом, можно выделить следующие:

возможность оценки лучевой прочности из экзоэмиссионных измерений в случае низкой эмиссионной активности материала, достигаемая накоплением информации об ЭРЭ в амплитудном анализаторе при многократном повторении последовательных операций контроля (возбуждение нагрев регистрация);

необходимость нагрева контролируемых образцов лишь до 150°C в отличие от способа-прототипа, по которому образцы подвергаются нагреву до 400°C, что позволяет контролировать изделия из стеклообразных материалов с низкой температурой размягчения и более крупногабаритные детали;

возможность контроля как партии стекол одного типа с различной обработкой поверхности, так и партии стекол различных марок с однотипной обработкой поверхности;

повышение надежности и достоверности результатов контроля вследствие отсутствия зависимости контролируемого параметра от вакуумных условий;

возможность автоматизации процесса измерения, что повышает удобство и экспрессивность контроля.

Предлагаемый способ может использоваться для оценки лучевой прочности поверхности оптических стекол как в целях контроля лучевой стойкости, формируемой в результате технологической обработки, так и в целях оптимизации

технологических режимов обработки поверхности материалов и элементов лазерной техники и силовой оптики.

Формула изобретения

1. СПОСОБ КОНТРОЛЯ ЛУЧЕВОЙ ПРОЧНОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ОПТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, включающий измерение термостимулированной экзоэлектронной эмиссии после предварительного облучения поверхности пучком ионизирующего излучения, отличающийся тем, что измеряют энергетическое распределение электронов, эмиттируемых поверхностью в интервале температур 130-150°С с поверхности контролируемых образцов, и по значению средней кинетической энергии экзоэлектронов судят о лучевой прочности поверхности.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что проводят 2-4 последовательных цикла облучение-нагрев-регистрация и в качестве параметра контроля используют значение средней кинетической энергии экзоэлектронов, получаемое из результирующей кривой энергетического распределения.

Таблица 1

Лучевая прочность и экзозмиссионные параметры поверхности промышленных оптических стекол

Стекло	Предлагаемый способ					Прототип
	Режим возбуждения	Количество циклов возбуждения-нагрев-регистрация	Параметр контроля $E, \text{эВ}$	Прогнозируемая лучевая прочность, о.е.*	Измеренная лучевая прочность, о.е.	
ЛК5	E=0,5 кВ I=100 мкА/см ² t=1 мин	1	Не регистрируется	-	-	-
		2	1,60	7,9	9	14
		3	1,65	8,2	9	9
		4	1,65	8,2	9	9
БК6	E=1,5 кВ I=1000 мкА/см ² t=5 мин	3	1,70	8,8	9	2
		3	1,30	4,8	6	20
ТК2	E=0,5 кВ I=100 мкА/см ² t=1 мин	3	1,36	5,2	6	13
		3	1,10	3	4	25
	E=1,5 кВ I=1000 мкА/см ² t=5 мин	3	1,10	3	4	25
		3	1,10	3	4	25

* Значения порога лучевого пробоя приведены в относительных единицах, так как его абсолютная величина зависит от конкретных режимов лучевых испытаний.

Таблица 2

И обработка

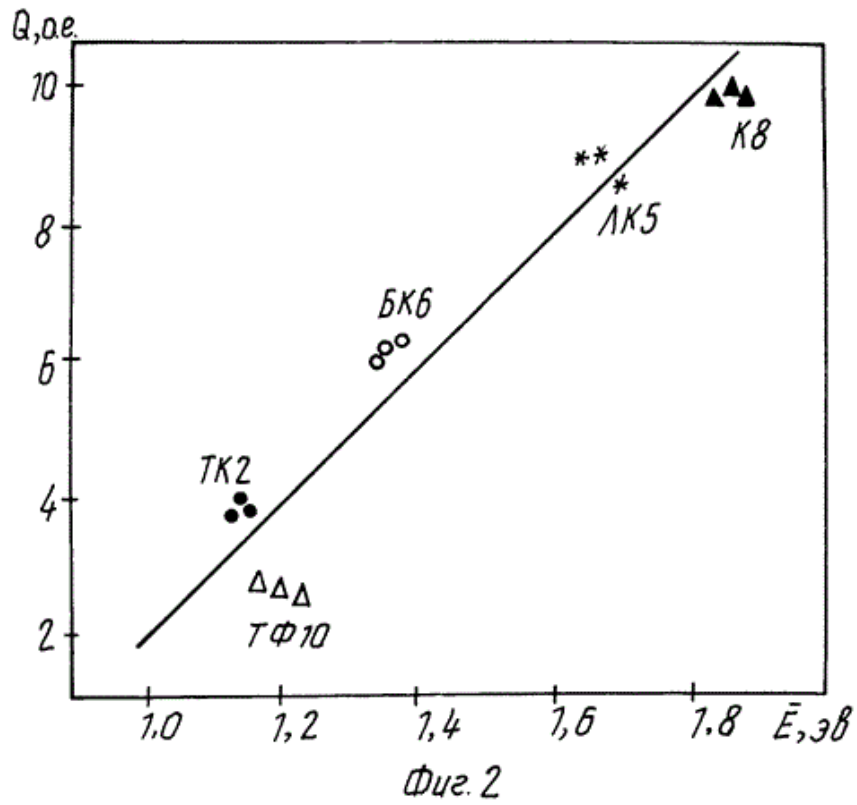
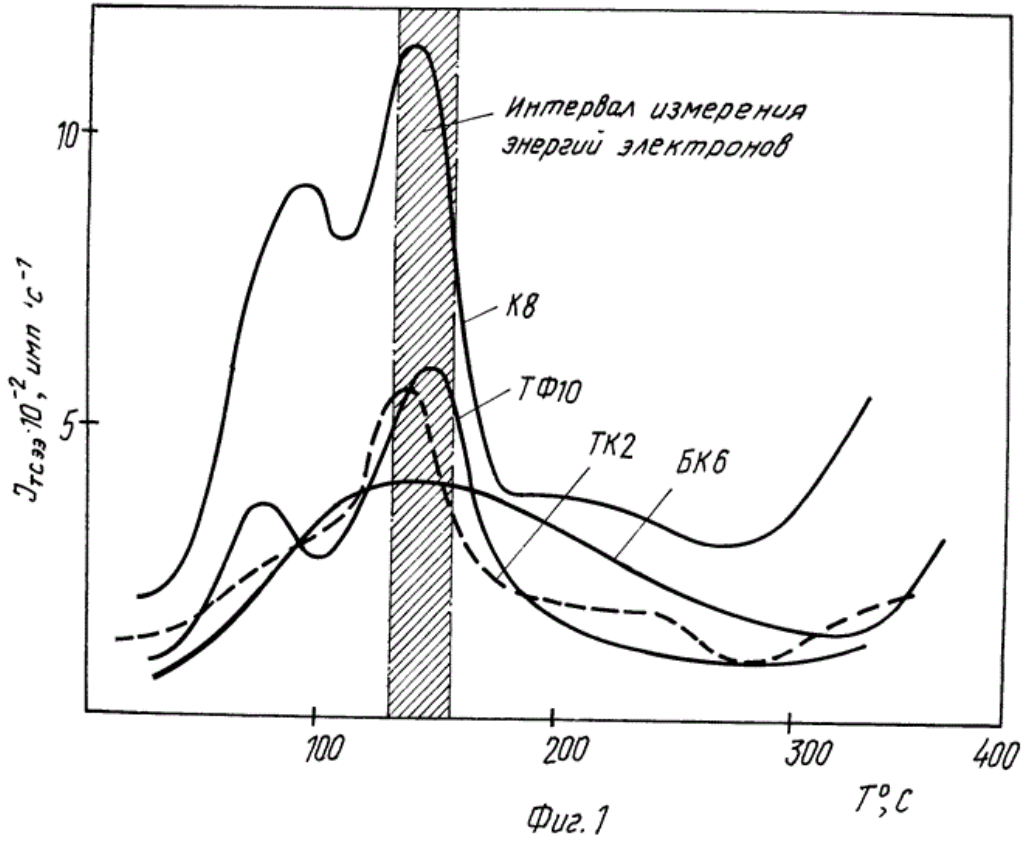
И-прототип	Измеренное значение $Q, \text{о.е.}$	$\frac{\Delta Q}{Q}, \%$
	11,5	11
	11	15

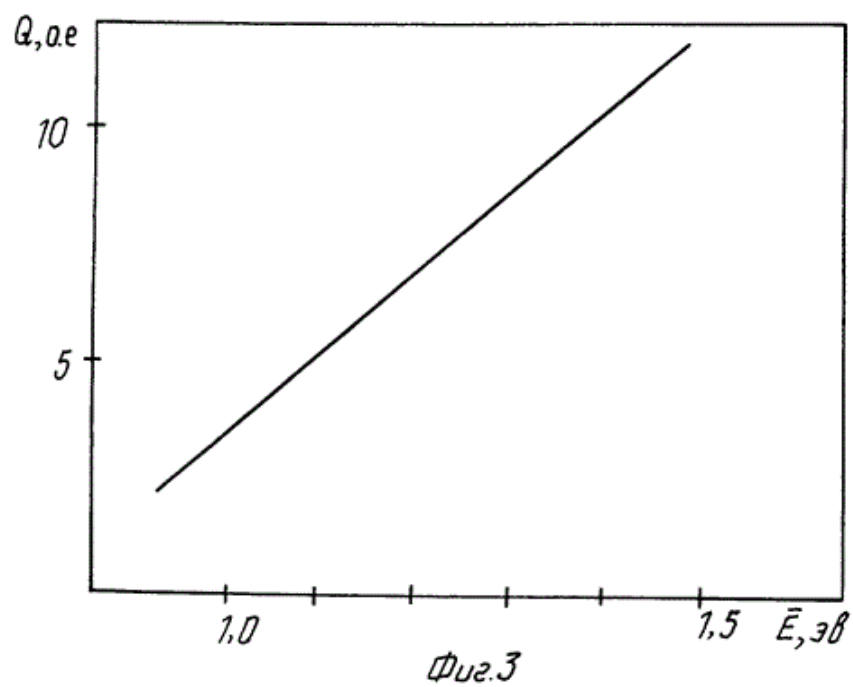
Лучевая прочность и экзозмиссионные параметры поверхности стекла К8 после ионообменно

Режим об- работки	Режим воз- буждения	Предлагаемый способ			Способ		
		Параметр контроля E, эВ	Прогнозиру- емая луче- вая прочность, о.е.	Измеренное значение лучевой прочности, о.е.		$\frac{\Delta Q}{Q}, \%$	Параметр контроля- интеграль- ная экзо- сумма S, имп.
Расплав KNO ₃ T=400° t=2 часа (сжатие)	E=0,5 кэВ I=100 мкА/см ² t=1 мин	1,4	11,25	11,5	2	1,5 · 10 ⁵	10,5
		1,4	11,25	11,3	2		
Расплав KNO ₃ T=400° t=2 часа (сжатие)	E=0,5 кэВ I=100 мкА/см ² t=5 мин	1,35	10,7	11,0	3	1,0 · 10 ⁵	12,5
		1,4	11,25	11,0	2		

Продолжение табл. 2

Режим об- работки	Режим воз- буждения	Предлагаемый способ			Способ-прототип				
		Параметр контроля E, эВ	Прогнозиру- емая луче- вая прочность, о.е.	Измеренное значение лучевой прочности, о.е.	$\frac{\Delta Q}{Q}, \%$	Параметр контроля- интеграл- ная экспо- сумма S, имп.	Прогнозиру- емая луче- вая прочность Q, о.е.	Измеренное значение Q, о.е.	$\frac{\Delta Q}{Q}, \%$
Расплав NaNO ₃ T=400° t=2 часа (растяж.)	E=0,5 кэВ I=100 мкА/см ² t=1 мин	1,05	3,6	4	10	2,5 · 10 ⁵	6	4	50
	E=1,5 кэВ I=1000 мкА/см ² t=5 мин	1,0	3,4	4	15				
Расплав NaNO ₃ T=400° t=2 часа (растяж.)	E=0,5 кэВ I=100 мкА/см ² t=1 мин	1,0	3,4	3	15	3,5 · 10 ⁵	1,5	3	50
	E=1,5 кэВ I=1000 мкА/см ² t=5 мин	1,0	3,4	3	15				





ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Извещение опубликовано: 20.08.2001

БИ: 23/2001