ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72841— 2026

Оптика и фотоника

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

Общие требования к типовым технологическим процессам нанесения оптических покрытий химическим способом

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Лазеры и оптические системы» (ООО «ЛОС»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 296 «Оптика и фотоника»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2026 г. № 1046-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.rst.gov.ru)

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 4
4 Общие требования 4
5 Требования к производственным помещениям 4
6 Требования к материалам, приборам и оборудованию 4
7 Требования к типовым технологическим процессам 5
8 Контроль характеристик оптических покрытий 7
9 Требования безопасности 7
Приложение А (рекомендуемое) Оборудование, приборы и материалы 11
Приложение Б (рекомендуемое) Подготовка посуды и протирочных материалов 14
Приложение В (рекомендуемое) Осушка, перегонка и очистка растворителей и реактивов 15
Библиография 18

Введение

Настоящий стандарт разработан на основе опыта применения отраслевого стандарта ОСТ 3-6775—93 «Детали оптические. Общие требования к типовым технологическим процессам нанесения оптических покрытий химическим способом» и опыта применения современной техники и технологий в области оптических покрытий.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Оптика и фотоника

ДЕТАЛИ ОПТИЧЕСКИЕ

Общие требования к типовым технологическим процессам нанесения оптических покрытий химическим способом

Optics and photonics. Optical components.
General requirements for typical technological processes for optical coating by chemical method

Дата введения — 2027—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на оптические детали (далее — детали) из стекла, кристаллических, поликристаллических и полимерных материалов и устанавливает общие требования к типовым технологическим процессам (ТТП) нанесения на них оптических покрытий (далее — покрытий) химическими способами (растворами или травлением).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие документы:

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

ГОСТ 12.1.003 Система стандартов безопасности труда. Шум. Общие требования безопасности

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

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

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

ГОСТ 12.1.012 Система стандартов безопасности труда. Вибрационная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

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

ГОСТ 12.2.062 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Ограждения защитные

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

ГОСТ 12.3.010 Система стандартов безопасности труда. Тара производственная. Требования безопасности при эксплуатации

Издание официальное

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

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 12.4.120 Система стандартов безопасности труда. Средства коллективной защиты от ионизирующих излучений. Общие технические требования

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 857 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3273 Натрий металлический технический. Технические условия

ГОСТ 3479 Бумага папиросная. Технические условия

ГОСТ 3759 Реактивы. Алюминий хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 3760 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4139 Реактивы. Калий роданистый. Технические условия

ГОСТ 4143 Реактивы. Калий углекислый кислый. Технические условия

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

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4234 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5830 Реактивы. Спирт изоамиловый. Технические условия

ГОСТ 6016 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 8981 Эфиры этиловый и нормальный бутиловый уксусной кислоты технические. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9285 (ИСО 992—75, ИСО 995—75, ИСО 2466—73) Калия гидрат окиси технический. Технические условия

ГОСТ 9536 Спирт изобутиловый технический. Технические условия

ГОСТ 9880 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11141 Детали оптические. Классы чистоты поверхностей. Методы контроля

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13744 Фторопласт-3. Технические условия

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

ГОСТ 16426 Крошка мраморная электротехническая. Технические условия

ГОСТ 22300 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические условия

ГОСТ 23671 Известняк для стекольной промышленности. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25428 Фторопласт-42. Технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29250 Ткани льняные и полульняные грубые. Технические условия

ГОСТ 29298 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 30266 Мыло хозяйственное твердое. Общие технические условия

ГОСТ 30494 Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях

ГОСТ 32479 Средства для стирки. Общие технические условия

ГОСТ 32521 Мешки из полимерных пленок. Общие технические условия

ГОСТ 34060 Инженерные сети зданий и сооружений внутренние. Испытание и наладка систем вентиляции и кондиционирования воздуха. Правила проведения и контроль выполнения работ

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.654 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к программному обеспечению средств измерений. Основные положения

ГОСТ Р 12.0.001 Система стандартов безопасности труда. Основные положения

ГОСТ Р 52574 Спирт этиловый синтетический, технический и денатурированный. Технические условия

ГОСТ Р 55064 Натр едкий технический. Технические условия

ГОСТ Р 55710 Освещение рабочих мест внутри зданий. Нормы и методы измерений

ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59608.3 (ИСО 9211-3:2008) Оптика и фотоника. Покрытия оптические. Часть 3. Классификация по стойкости к воздействию внешних факторов и методы испытаний

ГОСТ Р 59670 (ИСО 20581:2016) Воздух рабочей зоны. Общие требования к методикам определения содержания химических веществ

ГОСТ Р 59739 Оптика и фотоника. Покрытия оптические. Классификация

ГОСТ Р 59972 Системы вентиляции и кондиционирования воздуха общественных зданий. Технические требования

ГОСТ Р 71570 Оптика и фотоника. Детали оптические. Типовые технологические процессы нанесения одно-, двух- и трехслойных просветляющих покрытий на оптические детали из несиликатных химически неустойчивых стекол

ГОСТ Р 71951 Оптика и фотоника. Стекло оптическое бесцветное. Общие технические условия

ГОСТ Р ИСО 9211-1 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 1. Термины и определения

ГОСТ Р ИСО 9211-2 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 2. Оптические свойства

ГОСТ Р ИСО 9211-4 Оптика и оптические приборы. Покрытия оптические. Часть 4. Специальные методы испытаний

СП 30.13330 «СНиП 2.04.01—85* Внутренний водопровод и канализация зданий»

СП 52.13330 «СНиП 23-05—95* Естественное и искусственное освещение»

СП 56.13330 «СНиП 31-03—2001 Производственные здания»

СП 60.13330 «СНиП 41-01—2003 Отопление, вентиляция и кондиционирование воздуха»

СП 112.13330 «СНиП 21-01—97* Пожарная безопасность зданий и сооружений»

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил) в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный документ, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого документа с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку. Сведения о действии сводов правил целесообразно проверить в Федеральном информационном фонде стандартов.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 9211-1, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **оптическое покрытие:** Тонкая (соизмеримая с длиной волны излучения), в т. ч. многослойная, пленка, наносимая на оптическую деталь с целью улучшения ее оптических свойств.

3.2 **пленкообразующий раствор:** Раствор пленкообразующего вещества и вспомогательных реагентов в органическом растворителе с концентрацией, необходимой для нанесения покрытия.

4 Общие требования

4.1 Нанесение на детали покрытий всех типов по ГОСТ Р 59739 химическим способом следует проводить по нормативным документам (НД) на специализированном участке по нанесению покрытий химическим способом (далее — участок).

4.2 Детали, на которые наносят покрытия, должны соответствовать требованиям НД, утвержденных в установленном порядке.

4.3 Свойства и характеристики покрытий устанавливают по ГОСТ Р ИСО 9211-2 и ГОСТ Р 59608.3.

4.4 Поверхность детали должна иметь чистоту после полирования на 1—2 класса выше требований к поверхности детали с покрытием. Классы чистоты поверхностей деталей — по ГОСТ 11141.

4.5 Срок хранения деталей в условиях окружающей среды после полирования перед нанесением покрытий в зависимости от химической устойчивости материала детали должен соответствовать требованиям, установленным к конкретному ТТП.

5 Требования к производственным помещениям

5.1 ТТП нанесения покрытий на детали химическим способом проводят в условиях производственных помещений, оборудованных вентиляцией и отоплением в соответствии с требованиями СП 60.13330, водопроводом с горячей и холодной водой по СП 30.13330, имеющих весь перечень оборудования для выполнения необходимых работ.

5.2 Производственные помещения должны соответствовать требованиям СП 56.13330, СП 112.13330, ГОСТ 30494.

5.3 В помещении должны действовать вентиляционные системы: вытяжная общеобменная и местные от вытяжных шкафов и от станков для нанесения покрытий.

5.4 Вентиляционные установки должны быть выполнены в соответствии с требованиями ГОСТ 34060, ГОСТ Р 59972.

5.5 Воздуховоды местных отсосов должны очищаться в соответствии с требованиями, указанными в ГОСТ Р 59972.

5.6 Освещенность рабочих поверхностей в помещениях должна соответствовать требованиям ГОСТ Р 55710. Нормы проектирования освещения — по СП 52.13330. Светильники на рабочих местах должны иметь наиболее простую форму.

5.7 Помещение должно быть оборудовано кранами с холодной и горячей водой и фонтанчиками с холодной водой.

5.8 Помещение должно быть просторным и легкодоступным для мытья и обеспыливания.

5.9 Допускаются колебания температуры и относительной влажности воздуха в пределах (23 ± 2) °С и (50 ± 10) % соответственно.

5.10 При наличии стеклянных перегородок в производственных помещениях не должно быть мелких переплетов. Выступы переплетов должны быть обращены в сторону коридора.

5.11 Для хранения оптических деталей и технологической оснастки должны быть предусмотрены стеллажи или шкафы; для оптических деталей также предусмотрена технологическая тара.

6 Требования к материалам, приборам и оборудованию

6.1 Обрудование, основные и вспомогательные материалы и реактивы, применяемые при проведении ТТП нанесения покрытий химическим способом, должны соответствовать требованиям НД.

6.2 Материалы, реактивы и оборудование, применяемые при нанесении покрытий, приведены в приложении А.

6.3 Применяемые средства измерений должны быть поверены или калиброваны в установленном порядке. Программное обеспечение средств измерений должно соответствовать требованиям ГОСТ Р 8.654.

7 Требования к типовым технологическим процессам

7.1 ТТП нанесения покрытий химическим способом состоят из следующих технологических операций:

- подготовки посуды, протирочных материалов и оборудования;
- осушки и перегонки растворителей;
- перегонки и очистки (при необходимости) реактивов для приготовления пленкообразующих растворов и их контроль;
- приготовления пленкообразующих растворов и смесей из растворов и их хранения;
- подготовки поверхности детали к нанесению покрытия;
- термообработки детали (при необходимости);
- нанесения покрытия на поверхность детали;
- термообработки детали с покрытием.
- контроля характеристик покрытий.

Технологические операции выполняют в соответствии с 7.3—7.10 и разделом 8.

7.2 Межоперационное хранение и транспортировку деталей осуществляют согласно технической документации (ТД) с соблюдением требований к упаковке.

7.3 Подготовка посуды, протирочных материалов и оборудования

7.3.1 Подготовку посуды и протирочных материалов проводят в соответствии с приложением Б.

7.3.2 При подготовке оборудования и технологической оснастки к проведению технологических операций поверяют исправность работы оборудования в соответствии с требованиями ГОСТ 12.3.043 по технике безопасности, а также проводят чистку оправ для закрепления деталей, кассет и подставок для размещения деталей при термообработке и транспортировании.

7.3.3 Чистку оправ для закрепления деталей, кассет и подставок проводят этиловым ректификованным спиртом, ацетоном или спиртоэфирной смесью (10 об.% этилового спирта ректификата и 90 об.% этилацетата).

Примечание — Впервые используемые стальные кассеты и подставки следует прокалить при температуре не ниже 350 °С в течение 1 ч.

7.4 Осушка и перегонка растворителей

Осушку и перегонку растворителей проводят в соответствии с приложением В.

7.5 Перегонка и очистка реактивов для приготовления пленкообразующих растворов

Перегонку и очистку (при необходимости) реактивов для приготовления пленкообразующих растворов и их контроль проводят в соответствии с приложением В и ТД на реактив конкретного вида.

7.6 Приготовление пленкообразующих растворов и смесей и их хранение

Приготовление пленкообразующих растворов следует проводить в соответствии с НД.

7.7 Контроль годности пленкообразующих растворов и их смесей к нанесению покрытий

Контроль годности пленкообразующих растворов и их смесей к нанесению покрытий после хранения проводят технологической пробой на одном-двух контрольных образцах сходного размера с деталью и из такой же марки стекла, что и деталь. Контрольный образец закрепляют в патроне станка, очищают по 7.9.6, наносят покрытие при вращении шпинделя с частотой, обеспечивающей получение покрытия заданной оптической толщины, подвергают термообработке и проверяют механическую прочность по ГОСТ Р ИСО 9211-4 и чистоту покрытия по ГОСТ 11141. Пленкообразующий раствор считают годным к нанесению покрытий при соответствии характеристик установленным требованиям.

7.8 Подбор режима нанесения покрытия на детали

7.8.1 Перед выполнением ТТП нанесения покрытий химическим способом проводят подбор режимов нанесения покрытий и термообработки.

7.8.2 Подбор режима нанесения покрытия проводят путем нанесения одиночных слоев из пленкообразующих растворов различной концентрации на разных скоростях на контрольные образцы, представляющие собой клиновидные (угол клиновидности от 10° до 12°) или плоскопараллельные пластины из стекла марки К8 по ГОСТ Р 71951 или из стекла типа ТФ (для покрытия из тетраэтоксисилана).

Частоту вращения детали подбирают с учетом размера детали и максимально допустимой ширины канта, образуемого покрытием по краю поверхности детали.

Толщину одиночного слоя определяют спектрофотометрическим или эллипсометрическим методами.

Подобранные режимы нанесения одиночных слоев проверяют на контрольном образце из того же материала, что и оптическая деталь, с учетом конструкции покрытия.

7.8.3 При подборе режима термообработки учитывают предельные температуры прогрева деталей с учетом нижней границы отжига.

7.8.4 Режим нанесения покрытий считают окончательно подобранным, если покрытия на контрольных образцах после нанесения пленкообразующих растворов и термообработки слоев удовлетворяют заданным требованиям по толщине, спектральному коэффициенту отражения и механической прочности.

7.9 Подготовка поверхности детали к нанесению покрытия

7.9.1 Перед нанесением покрытий детали контролируют на отсутствие царапин, серости, налетов, на соответствие класса чистоты по ГОСТ 11141 и требованиям рабочих чертежей на деталь согласно ГОСТ 2.412.

7.9.2 Качество подготовки поверхности детали контролируют визуально в отраженном или проходящем свете на фоне черного экрана. Допускается использование лупы с кратностью увеличения не менее 6.

7.9.3 При обнаружении налетов поверхность детали осторожно очищают, протирая салфеткой, смоченной спиртовой суспензией полирита, затем два-три раза промывают перегнанным этиловым или абсолютированным спиртом в зависимости от химической устойчивости материала детали и вытирают насухо салфеткой.

Примечания

1 Абсолютированный спирт следует использовать в основном для чистки деталей из химически неустойчивых несиликатных материалов 4, 5, 6, $В_н$, $Г_н$ групп химической устойчивости по ГОСТ 13917.

2 Допускается при необходимости применять спиртоэфирную смесь с концентрацией 90 объемной доли спирта этилового ректификованного высшего сорта по ГОСТ Р 55878 и 10 объемной доли эфира этилового очищенного по ГОСТ 22300.

7.9.4 Если после чистки на поверхности детали обнаруживают дефекты в виде налета, серых пятен, мазков или разводов от загрязнений, то детали отправляют на переполирование по 7.9.3.

7.9.5 При необходимости детали из химически неустойчивых несиликатных материалов (4, 5, 6, $В_н$, $Г_н$ групп химической устойчивости) перед операцией нанесения покрытия подвергают предварительной термообработке по ГОСТ Р 71570.

7.9.6 Окончательную чистку детали перед нанесением покрытия проводят после закрепления ее в патроне станка при вращении с небольшой скоростью, ведя салфеткой или тампоном ваты от центра поверхности к ее краю. После каждого такого прохода тампон меняют. Салфетку или тампон смачивают перегнанным этиловым спиртом.

7.10 Нанесение покрытия на поверхность детали

7.10.1 Пленкообразующие растворы непосредственно перед нанесением просветляющих покрытий фильтруют через стеклянный пористый фильтр с размером пор от 16 до 40 мкм или через двойной бумажный фильтр.

7.10.2 Для нанесения пленкообразующих растворов используют пипетки и стаканчики. Для нанесения каждого пленкообразующего раствора используют отдельную пипетку. В перерывах между нанесением пленкообразующего раствора каждую пипетку помещают в соответствующий пленкообразу-

ющий раствор, предназначенный только для нее и не используемый для нанесения покрытия. Следят за чистотой пипеток и при обнаружении загрязнения или появления кристаллов заменяют их сухими и чистыми.

7.10.3 Пленкообразующие растворы наносят на поверхность детали после установления требуемой частоты вращения шпинделя станка.

7.10.4 Пленкообразующие растворы наносят на центр поверхности детали, за исключением деталей с отверстием в середине, когда раствор наносят у края отверстия по центру.

7.10.5 После нанесения пленкообразующего раствора пипетку или сосуд для его подачи незамедлительно отводят в сторону для того, чтобы капля пленкообразующего раствора, как правило, остающаяся на конце пипетки или сосуда, не попала на уже образовавшееся покрытие.

После формирования покрытия требуемой толщины станок выключают. Оптическую толщину покрытия оценивают по цвету (интерференционной окраске). При обнаружении дефектов слой покрытия удаляют салфеткой, смоченной этиловым спиртом, и корректируют скорость вращения детали при нанесении покрытия.

7.10.6 Количество пленкообразующих растворов при нанесении на одну поверхность детали в зависимости от ее диаметра или диагонали устанавливают в соответствии с НД.

7.10.7 После нанесения покрытия детали устанавливают в кассеты или на подставки и помещают в электропечь для термообработки.

Скорость нагрева и охлаждения устанавливают в зависимости от габаритов и материала деталей по НД.

7.10.8 После термообработки электропечь открывают при охлаждении деталей до температуры не выше 30 °С.

8 Контроль характеристик оптических покрытий

8.1 Контроль соответствия требованиям чертежа характеристик покрытий, указанных по ГОСТ Р ИСО 9211-2, проводят на спектрофотометрах.

Контроль проводят по спектральному коэффициенту отражения или спектральному коэффициенту пропускания в зависимости от требований, указанных на чертеже.

Погрешность определения спектральных коэффициентов отражения и пропускания принимают равной погрешности спектрофотометра, установленной при его метрологической аттестации или поверке.

8.2 Контроль качества крупногабаритных деталей проводят с помощью контрольных образцов, представляющих собой плоскопараллельную или клиновидную пластину (угол клиновидности от 10° до 12°) диаметром от 20 до 200 мм, изготовленную из того же материала, что и оптическая деталь, покрытие на которую нанесено в тех же условиях, что и на деталь.

8.3 Качество поверхности деталей с покрытиями на соответствие требованиям чертежа контролируют по ГОСТ 11141.

8.4 Контроль механической прочности (испытание на сопротивление истиранию), адгезию, влагопрочность, термическую прочность, химическую прочность и т. д. деталей с покрытиями проводят по ГОСТ Р ИСО 9211-4 согласно требованиям, указанным на чертеже в соответствии с ГОСТ Р 59608.3.

9 Требования безопасности

9.1 Организация и проведение работ по нанесению покрытий

9.1.1 Работы по нанесению покрытий на детали химическим способом проводят в соответствии с ГОСТ 12.3.002, ГОСТ 12.3.043, ГОСТ Р 12.0.001.

9.1.2 При организации и проведении работ по нанесению покрытий на детали в соответствии с настоящим стандартом административно-технический персонал подразделений в установленном на предприятии порядке обязан:

- установить все опасные и вредные факторы и допустимые нормы их воздействия при проведении конкретных работ, процессов и операций;
- разработать и осуществить мероприятия, направленные на исключение или уменьшение воздействия опасных и вредных факторов;

- обеспечивать безопасность труда на рабочих местах, исправное состояние и безопасную эксплуатацию оборудования, приспособлений, инструмента, защитных и оградительных средств, грузоподъемных средств, безопасную организацию рабочих мест, проходов;

- осуществлять постоянный контроль за соблюдением установленных в настоящем разделе требований безопасности;

- обеспечивать контроль воздушной среды;

- разработать инструкции по технике безопасности, определить наименования и число сред пожаротушения во всех помещениях и на рабочих местах и утвердить суточные и сменные нормы хранения растворителей, кислот, щелочей, пленкообразующих растворов и их смесей;

- организовать безопасное хранение и транспортирование вредных и легковоспламеняющихся жидкостей и своевременное обеспечение работников защитной одеждой и предохранительными приспособлениями.

9.1.3 Все работы с тетраэтоксисиланом, тетраэтоксититаном, хлорокисями гафния и циркония следует проводить в условиях эффективной вытяжки вентиляции, при систематическом лабораторном контроле за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ Р 59670.

9.1.4 Работы с кислотой и щелочью следует проводить с соблюдением требований техники безопасности и промышленной санитарии при работе с агрессивными жидкостями, а также инструкций, действующих на предприятии.

При приготовлении щелочных растворов необходимо добавлять в холодную воду щелочь, не допуская введения крупных кусков.

При работе с кислотами необходимо:

- переливать кислоты с помощью сифона, используя для заполнения вакуума резиновую грушу или насос, изготовленный из кислотоустойчивых материалов;

- приготовлять растворы с постепенным переливанием небольших порций кислот в холодную воду, а не наоборот.

9.1.5 Работы с азотнокислым торием проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.120.

9.1.6 При ожогах щелочами и кислотами кожных покровов и особенно глаз следует оказать срочную первую помощь на рабочем месте, даже если пострадавший не испытывает болевых ощущений:

- пораженные щелочью кожные покровы немедленно обильно промыть струей воды в течение 15—20 мин, затем обработать 2 %-ным раствором борной кислоты;

- пораженные кислотой кожные покровы немедленно (не более чем через 10 с после ожога) промыть струей в течение 15—20 мин, затем обработать 5 %-ным раствором питьевой соды;

- пораженные щелочью или кислотой глаза немедленно промыть направленной струей воды в течение 15—20 мин.

Во всех случаях после оказания первой помощи пострадавшего необходимо срочно доставить в медицинское учреждение.

9.2 Предельно допустимые концентрации вредных веществ

9.2.1 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должны превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.007. Допустимые показатели микроклимата в рабочей зоне — по ГОСТ 12.1.005.

9.2.2 ПДК вредных веществ, применяемых при нанесении покрытий из растворов:

- тетраэтоксисилана — 20 мг/м^3; при концентрации 2,1 мг/м^3 вызывает раздражение слизистой оболочки носа; при концентрации 10 мг/м^3 — резкое жжение в глазах и носу при кратковременном воздействии;

- тетраэтоксититана (ПДК для окислов титана) — 10 мг/м^3;

- хлорокиси циркония (ПДК циркония и его нерастворимых соединений) — 6 мг/м^3;

- спиртов изоамилового и изобутилового — 10 мг/м^3;

- спирта этилового — 1000 мг/м^3; температура вспышки — 13 °С, температура самовоспламенения — 404 °С, предел взрывоопасности в смеси с воздухом при объемной концентрации от 3,6 % до 19,0 %; наркотик, вызывает сначала возбуждение, затем паралич центральной нервной системы, а также заболевание сердечнососудистой системы, печени, желудка;

- ацетона — 200 мг/м^3, температура вспышки — минус 18 °С, предел взрывоопасности в смеси с воздухом при объемной концентрации от 2,2 % до 13,0 %, при вдыхании раздражающе действует на слизистые оболочки глаз, носа, горла, оказывает влияние на нервную систему.

9.2.3 Все работы с химическими веществами, в том числе процессы нагревания, следует проводить в вытяжном шкафу (через проемы рук или манипуляторами) при исправно действующей вентиляции.

9.2.4 Производство должно быть обеспечено техническими средствами контроля воздушной среды. Контроль состояния воздушной среды помещения надлежит проводить по графику, утвержденному в установленном порядке.

9.3 Помещения и технологическое оборудование

9.3.1 Требования безопасности к помещениям и технологическому оборудованию — по ГОСТ 12.3.002, ГОСТ 12.2.003, ГОСТ Р 12.0.001.

9.3.2 Требования пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004 и СП 112.13330, правила противопожарного режима в производственном помещении — в соответствии с [1].

При работе с легковоспламеняющимися веществами следует соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

Не допускается применение искрообразующих инструментов, открытого огня, оголенных токоведущих инструментов, накопление статического электричества.

9.3.3 Требования электробезопасности к помещениям, применяемому технологическому оборудованию и оснастке — по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с [2], правила безопасности при эксплуатации электроустановок — по [3]. Технологическое оборудование должно быть заземлено. Требования безопасности к защитному заземлению, занулению производственного оборудования — по ГОСТ 12.1.030.

9.3.4 Уровни шума и нормы вибрации на рабочем месте не должны превышать предельно допустимых значений по ГОСТ 12.1.003 и ГОСТ 12.1.012 соответственно.

9.3.5 Станки для нанесения покрытий при обращении с ними не должны причинять травмы и вред здоровью работающего персонала.

Крепежные приспособления (патроны, планшайбы и т. п.) должны быть закрыты защитным кожухом, снабженным блокировочным устройством, не допускающим открытие или снятие кожуха во время работы механизмов станка, и соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.062.

Защитный кожух должен иметь:

- смотровое окно для контроля обрабатываемой детали;
- подсветку на обрабатываемую деталь;
- совмещенное с осью шпинделя станка отверстие диаметром 100 мм для нанесения через него капли раствора на установленную деталь;
- вентиляционное устройство (желательно кругового отсоса), полностью отсасывающее аэрозоли и вредные вещества и удаляющее их с места образования в вытяжную систему.

На шпинделе станка должно быть оборудовано автоматическое тормозное устройство, прекращающее его инерционное вращение при выключении энергопитания.

9.4 Персонал

9.4.1 К работе с агрессивными жидкостями допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медосмотр, обучение и аттестацию на право работы с агрессивными жидкостями.

9.4.2 Персонал, непосредственно работающий с агрессивными жидкостями, должен быть обеспечен спецодеждой и другими средствами индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011, ГОСТ 12.4.103, соответствующими требованиям [4], с учетом условий проведения работ.

9.4.3 Хранение, использование, периодический ремонт, чистка и другие виды профилактической обработки средств индивидуальной защиты персонала следует проводить в соответствии со стандартами и техническими условиями на эти средства защиты.

9.4.4 К работе с электрооборудованием допускаются лица, прошедшие инструктаж по технике безопасности и имеющие допуск к работе согласно [3].

9.4.5 На рабочих местах должны находиться инструкции по охране труда, разработанные в соответствии с положением о разработке инструкций по охране труда предприятия и требованиями настоящего стандарта.

9.4.6 При изменении технологического процесса, применяемого оборудования, условий труда, а также в случае нарушения требований безопасности труда необходимо проводить внеплановый инструктаж и проверку знаний по безопасности труда и правилам пожарной безопасности.

9.4.7 Все вновь поступающие на работу должны проходить первичный инструктаж по безопасности труда, а работающие — периодический согласно утвержденной инструкции.

9.5 Хранение и транспортирование химических веществ

9.5.1 Хранение и транспортирование исходных материалов и готовой продукции следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.3.002 и настоящего стандарта.

9.5.2 Тара, используемая для хранения и транспортирования химических веществ, должна соответствовать ГОСТ 12.3.010.

9.5.3 Тара с химическими веществами должна иметь этикетки с наименованием и краткой характеристикой ее содержимого. Транспортирование необходимо проводить в небьющейся таре или толстостенной стеклянной таре с притертой пробкой, устанавливаемой в корзину или пластмассовую оболочку с надежными ручками.

9.5.4 Отработанные растворители необходимо сливать в общие емкости и передавать на регенерацию.

Слив отработанных растворов следует проводить в производственные емкости с системой отстойников.

9.5.5 Стеклянную посуду для химических веществ необходимо ежедневно проверять. Битую посуду следует изымать и сдавать в утиль, а с поврежденными кромками — направлять в стеклодувную мастерскую на оплавление острых кромок.

9.5.6 Кислоты следует транспортировать со склада в производственное помещение в бутылях, вставленных в корзины или ящики, на изготовленных для этой цели тележках.

Кислоты в небольших количествах допускается переносить в небьющейся или толстостенной стеклянной с притертой пробкой таре, устанавливаемой в полиэтиленовые ведра с ручкой и мягкой прокладкой на дне.

Кислоты следует хранить в вытяжном шкафу с этикетками на таре.

Приложение А
(рекомендуемое)

Оборудование, приборы и материалы

А.1 Оборудование и материалы

А.1.1 В ТТП нанесения покрытий химическим способом применяют следующие материалы и оборудование:

- баню водяную лабораторную;
- баню песчаную баню или металлическую (сплав Вуда);
- бензин или петролейный эфир;
- бумагу папиросную по ГОСТ 3479;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- вату по ГОСТ 5556;
- весы технические I класса по ГОСТ OIML R 76-1;
- воду дистиллированную по ГОСТ Р 58144;
- гильзу экстракционную;
- кассеты и подставки для размещения деталей при термообработке и транспортировании;
- кисти беличьи или из любого другого мягкого меха;
- крошку мраморную по ГОСТ 16426 или известь по ГОСТ 23671;
- колбы стеклянные по ГОСТ 1770;
- лак защитный для оптических стекол;
- лампу инфракрасную;
- лупу с кратностью увеличения не менее 6;
- мешки из полимерных пленок по ГОСТ 32521;
- мыло хозяйственное по ГОСТ 30266 или моющие средства по ГОСТ 32479;
- насос водоструйный;
- оправы для закрепления деталей;
- печь, обеспечивающую требуемый режим нагревания и охлаждения детали с заданным градиентом температур;
- пипетки вместимостью от 1 до 2 $см^3$ с ценой деления 0,05 $см^3$ по ГОСТ 29227;
- пластины плоскопараллельные или клиновидные, изготовленные из той же марки стекла, что и детали, и размерами, близкими к размерам деталей;
- пленку полиэтиленовую по ГОСТ 10354;
- салфетки безворсовые по ГОСТ 29250;
- салфетки хлопчатобумажные из отбеленного мадаполама, отбеленного батиста и белой ворсованной фланели по ГОСТ 29298;
- спектрофотометр с соответствующими насадками для измерения спектрального коэффициента отражения $\rho(\lambda)$;
- стаканчики и бюксы по ГОСТ 25336;
- станок для просветления деталей;
- термостат;
- тигли платиновые по ГОСТ 6563 или фарфоровые по ГОСТ 9147;
- установку для перегонки с дефлегматором;
- фильтр стеклянный с порами размером от 16 до 40 мкм по ГОСТ 25336;
- холодильник Либиха;
- центрифугу отжимную;
- цилиндры и бюретки мерные с ценой деления 0,1$см^3$ по ГОСТ 1770;
- шкаф сушильный;
- шпатели;
- экран черный;
- эксикаторы;
- электропечь с автоматическим терморегулированием, обеспечивающую скорость нагревания и охлаждение детали по заданной программе.

А.1.2 Вату и салфетки применяют в качестве протирочных материалов для очистки и протирки деталей. Салфетки и вата должны быть обезжиренными и не иметь узлов. Повторное использование тампонов из ваты не допускается.

Примечание — Для очистки поверхности детали площадью 1 $м^2$ и диаметром не более 500 мм до нанесения покрытия и для снятия неудачно нанесенного слоя покрытия рекомендуется применять 5—6 батистовых салфеток и 0,8 $дм^3$ этилового спирта.

А.1.3 Станки, используемые для нанесения покрытий, должны удовлетворять требованиям ТТП для нанесения покрытий и габаритам деталей.

Станки должны иметь точную регулировку частоты вращения шпинделя с отклонением фактической частоты вращения шпинделя от установленной по прибору станка во всем диапазоне регулирования ±3 %.

А.1.4 Станки должны быть укомплектованы приспособлениями, обеспечивающими надежное крепление деталей: патронами, цангами, вакуумными и механическим приспособлениями для крепления деталей, наборами оправ, а также оснащены вентиляционным устройством кругового отсоса, подсветкой обрабатываемой детали (рабочей зоны), защитным кожухом.

Приспособления для крепления деталей на станке должны обеспечивать равномерное растекание раствора по поверхности детали независимо от ее конфигурации.

А.1.5 Станки должны быть снабжены табуретами с регулируемой высотой для оператора.

А.1.6 Для транспортирования крупногабаритных деталей массой более 10 кг следует использовать стол на колесах или транспортер, а для подъема и установки их на станок или в печь — таль или кран-балку.

А.1.7 Кассеты и подставки для размещения деталей при термообработке и транспортировании должны быть изготовлены из коррозионно-стойкой стали марки 12Х18Н10Т или дюралюминиевых сплавов марок Д16Т и АМц.

А.1.8 Электропечи и сушильные шкафы должны обеспечивать равномерный нагрев деталей в процессе термообработки по заданной программе, градиент температуры не должен превышать 5 °С.

А.1.9 Вытяжные шкафы, используемые при работе с химическими веществами, должны обеспечивать обмен воздуха в рабочем проеме со скоростью от 0,6 до 1,0 м/с.

А.2 Реактивы, применяемые при нанесении покрытий

В ТТП нанесения покрытий химическим способом применяют следующие реактивы:

- алюминий хлористый по ГОСТ 3759;
- амилацетат пищевой;
- аммиак водный по ГОСТ 3760;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- бутилацетат по ГОСТ 8981;
- гидроокись натрия по ГОСТ 4328;
- калий роданистый по ГОСТ 4139;
- калий углекислый ГОСТ 4143;
- калий хлористый по ГОСТ 4234;
- кальций хлористый по ГОСТ 450;
- кислоту соляную плотностью 1,19 г/см^3 по ГОСТ 3118, х. ч. и ос. ч. или марки А по ГОСТ 857;
- медь сернокислую по ГОСТ 4165;
- натр едкий по ГОСТ Р 55064 или калий едкий по ГОСТ 9285;
- натрий металлический технический по ГОСТ 3273;
- натрий сернокислый по ГОСТ 4166;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233;
- полимер фторорганический Ф42-В по ГОСТ 25428 или Ф3-А по ГОСТ 13744;
- раствор спиртовый массовой долей 1,0 %—1,5 % ч., х.ч.;
- полирит оптический;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277;
- смесь хромовую, приготовленную по ГОСТ 4517;
- спирт изоамиловый по ГОСТ 5830;
- спирт изобутиловый по ГОСТ 6016;
- спирт изобутиловый технический по ГОСТ 9536;
- спирт этиловый технический гидролизный ректификованный высшего сорта по ГОСТ Р 55878;
- спирт этиловый технический марки Б по ГОСТ Р 52574;
- суспензию спиртовую (в 94 %-ном этиловом спирте) из оксид церия;
- толуол по ГОСТ 9880;
- фосфора пятиокись х. ч. или ч. д. а.;
- цеолит;
- этилацетат по ГОСТ 8981.
- эфир этиловый.

А.3 Реактивы, применяемые для приготовления пленкообразующих растворов

Для приготовления пленкообразующих растворов применяют следующие реактивы:

- тетразтоксисилан ос. ч. (не допускается желтая окраска слабой интенсивности и кислая реакция; при наличии желтой окраски и кислой реакции следует провести перегонку и нейтрализацию);
- тетразтоксититан ос. ч. (допускается желтая окраска слабой интенсивности; при более интенсивной окраске следует провести перегонку);

- гафния хлорокись восьмиводную х. ч., ч. (при ограниченной растворимости следует провести перекристаллизацию);
- циркония хлорокись восьмиводную х. ч., ч. (при ограниченной растворимости следует провести перекристаллизацию);
- торий азотнокислый ч. или ч. д. а.;
- спирт этиловый ректификованный технический высший сорт по ГОСТ Р 55878;
- спирт этиловый технический марки Б по ГОСТ Р 52574;
- спирт изоамиловый по ГОСТ 5830;
- спирт изобутиловый по ГОСТ 6016;
- кислоту соляную плотностью 1,19 г/см^3 по ГОСТ 3118, х. ч. и ос. ч. или марки А ГОСТ 857.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Подготовка посуды и протирочных материалов

Б.1 Подготовка посуды

Новую посуду для приготовления и хранения растворов перед употреблением тщательно моют хромовой смесью, затем споласкивают последовательно проточной и дистиллированной водой. После этого новую посуду выдерживают в сушильном шкафу при температуре от 120 °С до 150 °С.

Посуду, бывшую в употреблении, помещают в водный раствор едкого натра концентрацией от 5 % до 10 % и выдерживают от 2 до 3 ч, затем промывают от щелочи горячей водой и споласкивают дистиллированной водой. Затем выдерживают в сушильном шкафу при температуре от 120 °С до 150 °С.

Б.2 Обезжиривание и стирка новых салфеток

Салфетки, применяемые для чистки деталей перед и после нанесения покрытий и контроля, помещают в емкость с 0,5 %-ным водным раствором щелочи по ГОСТ 4328, кипятят в течение 1 ч, прополаскивают в проточной воде и стирают с применением хозяйственного мыла или моющих средств.

Обезжиренные и выстиранные салфетки прополаскивают в теплой проточной воде (не менее восьми раз), отжимают в центрифуге и сушат в сушильном шкафу. Сухие салфетки проглаживают, складывают рабочей стороной внутрь и убирают в шкаф.

Б.3 Обезжиривание и стирка салфеток, бывших в употреблении

Салфетки, применяемые для чистки деталей перед и после нанесения покрытий и контроля, стирают хозяйственным мылом с последующим кипячением в воде с добавлением 25 %-ого раствора аммиака по ГОСТ 3760 (2,5 $см^3$ на 10 л воды). Затем снова кипятят несколько раз в проточной воде и окончательно — в дистиллированной воде.

На всех этапах стирку салфеток осуществляют в смягченной воде с карбонатной жесткостью 0,3.

Обезжиренные и выстиранные салфетки должны быть мягкими на ощупь, хорошо просушены, не содержать пыли.

Содержание жировых и воскообразных веществ должно быть не более:

- 0,2 % массовой доли в обезжиренных салфетках;
- 0,4 % массовой доли в выстиранных салфетках.

Б.4 Обезжиривание ваты

Вату, применяемую для чистки деталей перед нанесением покрытий и для их окончательной чистки, обезжиривают щелочью.

Вату помещают в емкость с 0,5 %-ным водным раствором щелочи по ГОСТ 4328 и кипятят в течение 1 ч, затем прополаскивают в проточной воде. Далее снова кипятят в воде четыре-пять раз, еще один раз в слегка подкисленной проточной воде и прополаскивают. Не отжимая вату, дают стечь воде и высушивают в сушильном шкафу.

Сухую вату расчесывают и расфасовывают в виде тампонов массой (20 + 5) г каждый.

Содержание жира в вате не должно превышать 0,15 %.

Обезжиренную вату перед применением увлажняют. Для этого вату располагают на решетке эксикатора рыхлым слоем к ее поверхности и выдерживают над дистиллированной водой в течение 15—16 ч.

Увлажненную вату упаковывают в чистую полиэтиленовую пленку.

Срок хранения увлажненной и расфасованной ваты — 3 сут.

Б.5 Методы контроля

Количество жира в выстиранных салфетках определяют методом экстракции в аппарате Сокслета.

Сухую салфетку массой (15 ± 5) г помещают в экстракционную гильзу. В предварительно взвешенную колбу наливают этиловый эфир в количестве, превышающем на 0,33 объема экстракционной гильзы.

Экстракцию эфиром проводят в водяной бане при температуре от 45 °С до 50 °С в течение 5 ч для гладких тканей и 8 ч для фланели, сливая растворитель два-три раза в час.

После отгонки растворителя колбу сушат в термостате при температуре от 90 °С до 100 °С.

Количество жира в салфетках рассчитывают по разности масс колбы до и после экстракции. Количество воскообразных веществ в салфетках определяют аналогично, но в качестве растворителя применяют этиловый спирт.

Экстракцию спиртом проводят на водяной бане при температуре 100 °С в течение 10 ч, сливая растворитель один-два раза в час.

Контроль качества выстиранных салфеток проводят при установлении технологического режима стирки и при применении новой партии моющих средств.

Приложение В
(рекомендуемое)

Осушка, перегонка и очистка растворителей и реактивов

В.1 Осушка и перегонка растворителей

В.1.1 Перед перегонкой все растворители, за исключением этилового спирта, предварительно сушат в течение 1 сут над прокаленным сернокислым натрием или углекислым калием, затем производят перегонку при атмосферном давлении на металлической (сплав Вуда) или песчаной бане на установке для перегонки с дефлегматором.

Собирают фракции с температурой кипения:

- от 110,6 °С до 110,8 °С — для толуола;
- от 130 °С до 140 °С — для амилацетата;
- от 122 °С до 127 °С — для бутилацетата.

Перегонку ацетона и этилацетата проводят аналогично, но на водяной бане, собирая фракции с температурой кипения 56 °С для ацетона и от плюс 74 °С до 80 °С — для этилацетата.

В.1.2 Осушку и перегонку этилового спирта выполняют методами, описанными в В.1.2.1—В.1.2.3.

В.1.2.1 Метод 1. Для приготовления 98 %-ного этилового спирта ректификат сушат в течение 15—18 ч над обезвоженной сернокислой медью, затем проводят перегонку. На 1 л спирта применяют сернокислую медь (прокаленную, в виде белого порошка) массой 200 В.

В.1.2.2 Метод 2. Осушку этилового спирта проводят над прокаленными при температуре от 800 °С до 900 °С известью или мрамором в круглодонной колбе с обратным холодильником путем кипячения на водяной бане в течение 10 ч.

После осушки этиловый спирт перегоняют в колбе с дефлегматором и холодильником Либиха, после чего получают этиловый спирт концентрацией от 99,7 % до 99,9 %.

Для получения 1000 $см^3$ перегнанного этилового спирта необходимо для перегонки применять 94 %-ный этиловый спирт объемом 1100 $см^3$.

На 1 л этилового спирта применяют прокаленный мрамор или известь массой 500 В.

Для получения абсолютированного этилового спирта остатки воды удаляют металлическим натрием с повторной перегонкой.

В.1.2.3 Метод 3. Для осушки этилового спирта концентрацией от 99,5 % до 99,7 % объемом 1 л применяют цеолит массой 600 г, предварительно прокаленный при температуре 425 °С в течение 2—3 ч. Цеолит, охлажденный до температуры от 70 °С до 80 °С, небольшими порциями засыпают в колбу с этиловым спиртом. Колбу закрывают пробкой с хлоркальциевой трубкой и выдерживают от 24 до 48 ч в зависимости от того, до какой крепости необходимо осушить этиловый спирт.

Содержимое колбы время от времени перемешивают встряхиванием. По истечении указанного срока этиловый спирт перегоняют.

Цеолит используют многократно после соответствующей термообработки.

Для получения 1000 $см^3$ перегнанного этилового спирта необходимо для перегонки применять 94 %-ный этиловый спирт объемом 1100 $см^3$; для получения 1000 $см^3$ осушенного этилового спирта — 94 %-ный этиловый спирт объемом от 1600 до 1650 $см^3$.

В.2 Перегонка и очистка реактивов для приготовления пленкообразующих растворов

В.2.1 Перегонку и очистку (при необходимости) реактивов для приготовления пленкообразующих растворов и их контроль проводят в соответствии с настоящим стандартом и ТД на реактив конкретного вида.

В.2.2 Перегонка тетраэтоксититана должна быть проведена на заводе-изготовителе.

В.2.3 Поставку тетраэтоксититана осуществляют в запаянных ампулах с прилагаемым протоколом приемосдаточных испытаний.

В.2.4 Тетраэтоксисилан, имеющий кислую реакцию (розовый оттенок индикатора), нейтрализуют спиртовым раствором алкоголята натрия до слабощелочной реакции (оранжево-желтоватый оттенок индикатора) по индикатору метиловому оранжевому. Появившийся осадок отфильтровывают, а оставшийся тетраэтоксисилан подвергают разгонке при нормальном давлении с отбором фракций, кипящих при температуре от 164 °С до 170 °С, с содержанием не менее 85 % фракции с температурой кипения от 164 °С до 167 °С.

В.2.5 При необходимости очистку хлорокисей гафния и циркония путем перекристаллизации и контроль проводят в соответствии с В.3.

В.3 Очистка хлорокисей гафния и циркония путем перекристаллизации и контроль

В.3.1 Очистка хлорокиси гафния и контроль

В.3.1.1 По внешнему виду хлорокись гафния представляет собой белый кристаллический порошок с массовым содержанием:

- 17,3 % хлора;
- 43,58 % гафния;
- 33,84 % воды.

В.3.1.2 При наличии хлорокиси гафния с суммарным содержанием примесей, превышающим 0,0634 %, проводят ее перекристаллизацию. Для этого навеску хлорокиси гафния массой приблизительно 200 г растворяют в дистиллированной воде объемом от 350 до 400 $см^3$ и добавляют концентрированную соляную кислоту объемом 250 $см^3$. Раствор фильтруют через двойной плотный бумажный фильтр, затем раствор с избытком соляной кислоты медленно выпаривают на водяной бане до появления плотной пленки на поверхности раствора. Содержимое медленно охлаждают до температуры окружающей среды и выдерживают в течение 8 ч. Выделившиеся кристаллы отфильтровывают через стеклянный фильтр с применением водоструйного насоса. Кристаллы несколько раз промывают концентрированной соляной кислотой, охлажденной до 0 °С, при этом соляную кислоту отсасывают до тех пор, пока кристаллы при помешивании не перестанут прилипать к шпателю. Затем кристаллическую соль высушивают на воздухе или в эксикаторе над хлористым кальцием до степени сыпучести.

В.3.1.3 Внешний вид и цвет хлорокиси гафния определяют визуально, рассматривая пробы непосредственно в ампулах.

Массовое содержание хлора в хлорокиси гафния определяют следующим методом.

На весах взвешивают навеску хлорокиси гафния, растворяют дистиллированной водой и осаждают в разбавленном растворе аммиака гидрат окиси гафния. Аммиак в раствор добавляют до тех пор, пока его новая порция не перестанет вызывать помутнение раствора.

После того как осаждение выполнено полностью, осадок отфильтровывают и промывают дистиллированной водой до тех пор, пока качественная реакция не перестанет обнаруживать в водной вытяжке присутствие хлора. В фильтрате определяют содержание хлора, в осадке — двуокись гафния.

Для определения хлора измеряют объем фильтрата, отбирают из него пипеткой по (25 ± 5) $см^3$ в три-четыре конические колбы и определяют содержание в них хлора методом аргентометрии.

Испытуемую жидкость подкисляют азотной кислотой в соотношении 1:1, не содержащей хлора, добавляют избыток 0,1 н раствора азотнокислого серебра и отфильтровывают образовавшийся осадок хлористого серебра. Затем вводят индикатор — 40 %-ный раствор железо-аммониевых квасцов объемом от 1 до 2 $см^3$ и проводят обратное титрование 0,1 н раствором роданистого калия. Титрование считают законченным, когда появляющееся от введения роданистого калия окрашивание перестанет исчезать при взбалтывании и раствор станет кирпично-красного цвета.

Для определения титра раствора нитрата серебра применяют 0,1 н раствора хлористого натрия или хлористого калия. Титр роданистого калия определяют по установленному титрованному раствору нитрата серебра.

Массовое содержание хлора X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(aK_1 - bK_2) \cdot A \cdot C \cdot 100}{1000 \cdot d \cdot E}, \quad (В.1)$$

где a — количество 0,1 н раствора азотнокислого серебра, $см^3$;

K_1 — поправочный коэффициент азотнокислого серебра;

b — количество раствора роданистого калия, $см^3$;

K_2 — поправочный коэффициент раствора роданистого калия;

A — азотная масса хлора, равная 35,5 г;

C — общий объем водной вытяжки, $см^3$;

d — количество водной вытяжки для титрования, $см^3$;

E — масса вещества для определения хлора, В.

Пример — После растворения хлорокиси гафния массой 0,1521 г, осаждения и отфильтровывания осадка, объем фильтрата составил 100 $см^3$.

Для титрования отбирают фильтрат объемом 40 $см^3$, который подкисляют азотной кислотой, не содержащей хлора, затем добавляют 0,1 н раствора азотнокислого серебра объемом 4 $см^3$. На обратное титрование избытка ионов серебра затрачено 0,125 н раствора роданистого калия объемом 0,85 $см^3$.

$$K_1 = 0,1;\ K_2 = 0,125.$$

Массовое содержание хлора в хлорокиси гафния составляет 17,14 %:

$$X = \frac{(4 \cdot 0,1 - 0,85 \cdot 0,125) \cdot 100 \cdot 35,5 \cdot 100}{0,1521 \cdot 1000 \cdot 40} = 17,14\ \%.$$

Массовое содержание гафния X_2 в процентах определяют по двуокиси гафния X_1, последнюю определяют путем прокаливания осадка гидрата окиси гафния до постоянной массы. В предварительно прокаленный до постоянной массы платиновый или фарфоровый тигель помещают фильтр с осадком гидрата окиси гафния и прокаливают до постоянной массы при температуре 1000 °С — 1200 °С. Массовое содержание в навеске двуокиси гафния X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C - a) \cdot 100}{b - a}, \quad (В.2)$$

где C — масса тигля с навеской двуокиси гафния после прокаливания, г;

a — масса пустого тигля, г;

b — масса тигля с навеской хлорокиси гафния до прокаливания, г.

Пример — Масса навески двуокиси гафния после прокаливания: C — a = 0,1216 В; масса навески хлорокиси гафния до прокаливания: b — a = 0,2374 В. Массовое содержание двуокиси гафния составляет 51,22 %.

$$X_1 = \frac{0,1216 \cdot 100}{0,2374} = 51,22\ \%.$$

Далее выполняют пересчет на гафний. Молекулярная масса двуокиси гафния HfO_2 = 210,5, атомная масса гафния Hf = 178,5. Массовое содержание гафния в хлорокиси гафния составляет 43,43 %.

$$X_2 = \frac{51,22 \cdot 178,5}{210,5} = 43,43\ \%.$$

В.3.2 Очистка хлорокиси циркония и контроль

В.3.2.1 Очистку хлорокиси циркония проводят путем перекристаллизации.

Имеющуюся хлорокись циркония, содержащую 8 молекул кристаллизационной воды, перекристаллизовывают следующим способом. 25 г вещества растворяют в 100 мл воды, к которой добавлено 6 мл концентрированной соляной кислоты. Раствор нагревают до температуры 70 °С и фильтруют. Фильтрат концентрируют до объема 75 мл и охлаждают без перемешивания. Выпавшие кристаллы отделяют от маточного раствора отсасыванием и промывают на фильтре холодным раствором, состоящим из смеси спирта и концентрированной соляной кислоты (соотношение 1:1). Выход — 10 г очищенного препарата. Дополнительное количество (7 г) можно получить из маточного раствора путем дальнейшего концентрирования и кристаллизации.

В.3.2.2 Точную массовую концентрацию двуокиси циркония устанавливают гравиметрическим методом.

Подготавливают стандартный раствор циркония, растворяя навеску хлорокиси циркония массой 13—14 г в растворе соляной кислоты 1,5 моль/л объемом 50—80 мл в стакане вместимостью 200 мл. Полученный раствор переводят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, доливают этим же раствором соляной кислоты до метки и перемешивают.

Далее в стакан вместимостью 250—300 мл отбирают стандартный раствор объемом 20 мл, разбавляют водой до 100 мл, добавляют 2 г хлористого аммония, нагревают до температуры от 50 °С до 60 °С и осаждают избытком аммиака гидроокись циркония. Раствор с осадком нагревают до кипения, дают осадку осесть и отфильтровывают на фильтр. Осадок промывают горячим раствором азотнокислого аммония с массовой долей 2 % до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с раствором азотнокислого серебра).

Фильтр с осадком помещают во взвешенный платиновый тигель, подсушивают, озоляют и прокаливают до постоянной массы в электропечи при температуре 1200 °С. Массовую концентрацию двуокиси циркония в 1 $см^3$ стандартного раствора находят делением массы осадка двуокиси циркония в граммах на 20.

Библиография

[1] Правила противопожарного режима в Российской Федерации (утверждены постановлением Правительства Российской Федерации от 16 сентября 2020 г. № 1479)

[2] Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей электрической энергии (утверждены приказом Министерства энергетики Российской Федерации от 12 августа 2022 г. № 811)

[3] Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок (утверждены приказом Министерства труда и социальной защиты Российской Федерации от 15 декабря 2020 г. № 903н)

[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 019/2011 О безопасности средств индивидуальной защиты

УДК 681.7.026.6:006.354 ОКС 37.020

Ключевые слова: оптика и фотоника, детали оптические, общие требования к типовым технологическим процессам нанесения оптических покрытий химическим способом

Редактор *М.В. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 01.09.2026. Подписано в печать 15.09.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов.
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru