

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31519

Kl. 22 g, 10/01

Ernst Leitz G. m. b. H., Wetzlar

Co3c 17/22

Sposób zmniejszania odbicia powierzchni optycznie czynnych i urządzenie do wykonywania tego sposobu

Zgłoszono 5 października 1940

Udzielono 18 lutego 1943

Pierwszeństwo: 17 listopada 1939 dla zastrz. 1 — 3; 3 czerwca 1940 dla zastrz. 4 — 7;
4 czerwca 1940 dla zastrz. 8 — 11 (Niemcy)

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu zmniejszania odbicia powierzchni optycznie czynnych oraz urządzenia do wykonywania tego sposobu. Pod wyrażeniem „powierzchnie optycznie czynne” należy przy tym rozumieć powierzchnie soczewek optycznych, pryzmatów, płytek i podobnych, wykonanych z najrozmaitszych rodzajów szkła i innych materiałów przezroczystych, jak spatu wapiennego, soli kamiennej, szkła kwarcowego, materiałów sztucznych, lub materiałów odbijających. Celem wynalazku jest zwiększenie przepuszczalności światła i zmniejszenie szkodliwych odbić w układach optycznych.

Znane są rozmaite sposoby zmniejszania odbijania powierzchni optycznie czynnych, np. na drodze chemicznej przez wytrawienie przy pomocy kwasów, siarkowodoru, siarczaku amonowego lub podobnych związków, na drodze fizycznej przez pokrywanie warstwą innej substancji, np. fluorkiem wapnia, osadzonym na powierzchni przez odparowanie.

Znane sposoby wykazują tę wadę, że naniesione warstwy substancji obcych nie posiadają szczególnie dużej zdolności przylegania, tak że najczęściej można je usunąć nawet przez lekkie tarcie. Oprócz tego warstwy takie, np. warstwy fluorków zasa-

dowych, nie są dostatecznie odporne na działanie składników powietrza atmosferycznego, jak pary wodnej, dwutlenku węgla i tlenu, a poza tym wytwarzanie warstw przez odparowywanie jest złożone i kosztowne. Natomiast sposoby z wytrawianiem wykazują tę wadę, że warstwy o równomiernej grubości ustalonej dają się wytwarzać tylko z wielką trudnością.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest natomiast sposób otrzymywania równomiernych warstw, szczególnie silnie przylegających, chemicznie odpornych i wytwarzanych najprostszymi środkami.

W myśl wynalazku powierzchnie optycznie czynne najpierw czyści się dokładnie, ażeby usunąć zwłaszcza warstwy brudu, zawierające tłuszcz. Oczyszczone powierzchnie zwilża się roztworem, zawierającym kwas krzemowy, np. przez zanurzenie, polewanie lub spryskiwanie, po czym powierzchnie te ewentualnie suszy się, a następnie traktuje środkiem, który usuwa kwas krzemowy. Bezpośrednio po tym wymywa się nie zawierające kwasu krzemowego składniki. Środek strącający, np. kwas solny, stosuje się najodpowiedniej w postaci roztworu wodnego, tak że wytrącanie kwasu krzemowego i rozpuszczanie pozostałych składników może być dokonywane w jednym zabiegu roboczym.

Oprócz kwasu krzemowego do wykonywania sposobu według wynalazku nadają się również substancje pokrewne, zwłaszcza związki pierwiastków 4-ej grupy układu okresowego, które dają stałe, nierozpuszczalne związki tlenowe, przezroczyste w cienkich warstwach, jak np. kwas tytanowy, dwutlenek cyrkonu, kwas cynowy. Wymienione związki można stosować w postaci rozpuszczalnych w wodzie soli, zwłaszcza soli potasowcowych. Przez dodawanie kwasów nieorganicznych, jak np. siarkowego, solnego, fosforowego, azotowego i podobnych, kwasów organicznych, jak mrówczanego, octowego, propionowego,

mlekowego, winowego, cytrynowego, benzeno-sulfonowego i podobnych lub przez dodawanie soli kwasów, jak dwusiarczanu potasu, dwusiarczynu itd., można otrzymywać kwasy krzemowe względnie analogiczne związki na powierzchniach optycznie czynnych. Przez zastosowanie soli odpowiednich wielokwasów, jak np. wielokrzemianów, można również wywołać strącanie przy pomocy rozpuszczalników ograniczonych, jak np. alkoholu etylowego.

Kwas krzemowy i związków podobne można również zastosować w innej postaci, np. w postaci czterochlorku krzemu, czterochlorku cyny, siarczanu cyrkonu i podobnych. Związki te rozpuszcza się bądź w wodzie, bądź w rozpuszczalnikach organicznych, po czym zwilża się powierzchnię, która ma być powleczone odpowiednimi roztworami. Wytrącenie kwasu krzemowego względnie podobnych związków na optycznie czynnych powierzchniach uskutecznia się następnie przez traktowanie wodą, zasadami lub podobnymi substancjami.

Wreszcie kwas krzemowy itd. można również stosować w postaci organicznych związków zespolonych, np. jako krzemian dwumetyloaminoguanidynowy.

Ogólnie więc biorąc, według wynalazku zwilża się optycznie czynne powierzchnie roztworem substancji, z której można wytrącić związek nierozpuszczalny o wzorze ogólnym $MeO_2 \cdot xH_2O$, przy czym Me oznacza pierwiastek 4-tej grupy układu okresowego. Ponieważ, jak wiadomo, wymienione związki pierwiastków 4-ej grupy układu okresowego, zawierające tlen, mogą tworzyć najrozmaitsze wodorotlenki, przeto x może oznaczać liczbę dowolną. Związki te, zwłaszcza po odpowiednim wysuszeniu, można również otrzymywać w postaci wolnej od wody. Po dokonanych wytrąceniu składniki warstw naniesionych na optycznie czynne powierzchnie, które nie zawierają kwasu krzemowego lub podobnego, usuwa się przez dokładne wymycie. Zosta-

ją więc usunięte sole, powstające np. wskutek reakcji krzemianów potasowców z kwasami lub przy rozkładzie czterochlorku krzemu albo czterochlorku cyny w obecności zasad. Wymywanie uskutecznia się na ogół wodą, można jednak również zastosować rozpuszczalniki organiczne, jak np. alkohol.

Odpowiednio do żądanej grubości warstwy traktowanie według wynalazku może być dokonywane raz lub kilka razy. Choć grubość warstwy może się zmieniać w szerokich granicach nie tracąc swego działania zmniejszającego odbicie, to jednak istnieje pewna najwłaściwsza grubość warstwy, przy czym pozostaje rzeczą nierozstrzygniętą, czy działanie zależy od samej grubości warstwy, czy też od zmiany współczynnika załamania, związanej ze zmianą grubości.

Grubość warstwy można również zmieniać nie tylko przez wielokrotne powtarzanie traktowania według wynalazku, lecz także przez zastosowanie odpowiedniego stężenia roztworu, którym zwilża się odnośne powierzchnie.

Warstwy utworzone na powierzchniach optycznie czynnych w celu zwiększenia ich wytrzymałości mechanicznej można również poddawać dodatkowo traktowaniu cieplnemu, np. przez ogrzewanie do wysokich temperatur, w szczególności np. do 200—500° C przy obróbce szkła. Jeżeli wytwarzania warstw dokonywa się przez wielokrotne powtarzanie traktowania według wynalazku, wówczas dobrze jest, aby ogrzewanie następowało po tym traktowaniu.

Warstwy zmniejszające odbicie w stopniu szczególnie wysokim otrzymuje się wtedy, gdy z roztworu, którym zwilża się powierzchnie optycznie czynne, kwas krzemowy lub związki podobne wydzielają się częściowo w postaci koloidalnej. Może to nastąpić np. przez dodawanie środków słabo kwaśnych, np. soli jednozasadowych kwasów tlenowych lub mieszanin soli, złasz-

cza soli amonowych tych kwasów. Do tego celu nadają się również kwasy ftalowe, amidy kwasów ftalowych, fenole wielowartościowe, jak np. rezorcyna i floroglucyna. Można również zastosować wielocząsteczkowe alkohole alifatyczne, jak alkohol oktylowy i nonylowy. Przez odpowiedni dobór ilości wspomnianych substancji, temperatury i stężenia roztworów wyjściowych można w dużym stopniu wpływać na właściwości koloidalne kwasu krzemowego względnie związków podobnych. Otrzymanymi w ten sposób roztworami zwilża się następnie powierzchnie optycznie czynne, a następnie uzupełnia się wytrącany kwas krzemowy lub podobny w wyżej podany sposób.

Ponieważ w tych roztworach wydzielony kwas krzemowy i podobny istnieje w postaci bardzo rozproszony tylko przez ograniczony okres czasu, przeto roztwór do zwilżania traktowanej optycznie czynnej powierzchni musi być stosunkowo świeży. Można jednak zwiększyć trwałość tego rodzaju roztworów przez dodawanie odpowiedniego koloidu ochronnego, np. gumy arabskiej, gumy tragantowej, dekstryny, olejanu wapnia i podobnego środka.

Warstwy zmniejszające odbicie w znacznym stopniu można np. otrzymywać w sposób następujący:

100 g krzemianu wapnia, który na 1 cząsteczkę (Mol) zasady zawiera 3,6 cząsteczek kwasu krzemowego, rozpuszcza się w 2,5 litrów wody i miesza z 75 cm³ 50%-owego roztworu mleczanu amonowego i 0,2 g olejanu wapnia w temperaturze pokojowej. W roztworze tym zanurza się na krótko traktowane powierzchnie po uprzednim dokładnym usunięciu tłuszczu, po czym nadmiar cieczy odwirowywa się. Następnie powierzchnie traktuje się 30%-owym roztworem kwasu azotowego w ciągu 30 minut w temperaturze kąpieli 60° C i wreszcie przedmiot myje się dokładnie wodą.

Osiągnięty według wynalazku postęp techniczny wynika z tego, że np. przy zastosowaniu szkła o wskaźniku załamania 1,64 strata światła określonej powierzchni wskutek odbicia wynosi prawie 0,1%, gdy powierzchnia ta została powleczonea warstwą w sposób podany powyżej, natomiast w przeciwnym przypadku strata światła tejże powierzchni wynosi około 6%.

Odporność mechaniczną warstw otrzymanych sposobem według wynalazku, np. na nacięcia, można zasadniczo zwiększyć przez to, że do roztworów, którymi zwilża się traktowane powierzchnie, dodaje się dioksanów lub pochodnych furanowych, jak np. furfurolu. Do tego wyżej podanego roztworu można dodać np. obok mleczanu amonowego i olejanu wapniowego 10 cm³ dioksanu. W ten sposób zwiększa się w wysokim stopniu twardość warstw.

Warstwy, nanoszone na powierzchnie optycznie czynne, można również utwardzać w ten sposób, że obok traktowania obrabianych powierzchni zgodnie z wynalazkiem nanosi się jeszcze na nie niezwykle cienką warstewkę ochronną z kwasu krzemowego lub podobnego środka. Uskutecznia się to w ten sposób, że powierzchnie, pokryte warstwami zmniejszającymi odbicie poddaje się jeszcze raz postępowaniu według wynalazku, lecz przy użyciu roztworu krzemianu wapnia lub podobnego, posiadającego bardzo małe stężenie. Do wytwarzania takich cienkich i szczególnie twarych warstw okazały się specjalnie odpowiednimi np. roztwory krzemianu wapnia, zawierające 10 g krzemianu na 1 litr wody.

Warstwy zmniejszające odbicie, otrzymane sposobem według wynalazku, trzymają się nie tylko bardzo dobrze, lecz są również całkowicie odporne na działanie zwykłych kwasów, z wyjątkiem fluorowodoru i gorącego kwasu fosforowego, jak również na działania atmosferyczne, natomiast na działanie ciepła warstwy te są niewrażliwe.

Dla ułatwienia wytwarzania warstw zmniejszających odbicie o grubości stałej zaleca się, przed przystąpieniem do wytrącania kwasu krzemowego itd., poddawanie powierzchni zwilżonych roztworami traktującymi działaniu siły odśrodkowej. W tym celu powierzchnie zwilżone roztworami krzemianu wapnia lub podobnymi wprowadza się w stanie jeszcze wilgotnym do wirówki. Stosownie do liczby jej obrotów na minutę i długości czasu wirowania można otrzymywać warstwy o zupełnie określonej grubości.

Wirówka taka posiada najkorzystniej wymienne wkładki, które są zaopatrzone w większą liczbę przyrządów do przytrzymywania traktowanych przedmiotów. Odnośne przedmioty są umieszczane w możliwie wielkiej odległości od osi obrotu wirówki; dzięki temu unika się tego, że na oddalone od osi części odnośnego przedmiotu oddziałują znacznie większa siła odśrodkowa, niż na części, zbliżone do osi.

Na rysunku uwidoczniono schematycznie przykład urządzenia do wykonywania sposobu według wynalazku.

Fig. 1 przedstawia odpowiednio przystosowaną wirówkę, a fig. 2 — wymienną wkładkę do tej wirówki w widoku z góry.

Jak widać na fig. 1, oś obrotu 1 wirówki jest napędzana ślimakiem 2 i kołem ślimakowym 3. Dająca się odejmować wkładka 4 wirówki posiada szpony 5 do przytrzymywania przedmiotu 6.

Mechanicznie czyszczone przedmioty umocowuje się w szponach 5, a po odtłuszczeniu nadtlenkiem wodoru myje się je destylowaną wodą i suszy. Następnie wkładkę 4 zanurza się np. w roztworze zawierającym krzemian wapnia, wkłada się ją do wirówki i natychmiast odwirowuje. Po wyjęciu wkładki z wirówki, suszy się przedmioty i strąca się następnie kwas krzemowy lub podobny. Przedmioty można jednak również po wysuszeniu jeszcze raz lub kilka razy powtórnie zanurzyć i ponownie

wytrącić kwas. Wytrącanie kwasu krzemowego uskutecznia się w ten sposób, że wkładkę 4 wraz z obrabianymi przedmiotami pozostawia się przez dłuższy czas w kąpeli kwasowej lub alkoholowej, najlepiej przy jednoczesnym powolnym obracaniu jej. Po wytrąceniu kwasu krzemowego lub podobnego przedmioty wymywa się wodą i płucze, a następnie dopiero wyjmuje się je z wkładki. W żadnym okresie obróbki przedmiotów obrabianych nie dotyka się rękami.

Stwierdzono, że spotęgowanie mechanicznego działania wirowania osiąga się przez dodawanie do roztworów, którymi zwilża się obrabiane przedmioty, substancyj, które zmniejszają ich napięcie powierzchniowe, np. mydła, alkiylowanych aromatycznych kwasów sulfonowych, jak np. kwasu izopropylonaftalenosulfonowego i innych znanych substancji, zmniejszających napięcie powierzchniowe. Przy zastosowaniu kwasu izopropylonaftalenosulfonowego szczególnie korzystną okazała się domieszka 15 cm³ nasyconego roztworu na 1 litr cieczy traktującej. Przy użyciu tego rodzaju roztworu okazało się korzystnym nastawianie wirówki na taką liczbę obrotów, przy której obrabiane przedmioty posiadają przeciętną szybkość obwodową, wahającą się między 10 i 100 m/sek, przy czym promień toru wynosi 20 cm. Czas wirowania utrzymuje się przy tym w granicach 1—3 minut. Ażeby podczas wirowania krople cieczy nie zwiisały na oddalonych od osi końcach przedmiotów zanurzonych, poleca się przytrzymywać przedmioty w wirówce tak, aby ich powierzchnie optycznie czynne przechodziły bez przerw i występów w oprawę.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób zmniejszania odbicia powierzchni optycznie czynnych, znamieny tym, że powierzchnie te poddaje się oczysz-

czaniu i zwilża roztworem substancji, z której daje się wytrącić nierozpuszczalny związek o wzorze ogólnym $MeO_2 \cdot x \cdot H_2O$, w którym *Me* oznacza pierwiastek 4-ej grupy układu periodycznego, a *x* — liczbę dowolną, następnie wytrąca się wspomniany związek nierozpuszczalny i wreszcie warstwę strąconą na wspomnianych powierzchniach wymywa się i suszy, przy czym grubość warstwy należy dobierać tak, aby optyczny współczynnik odbicia tych powierzchni był jak najmniejszy.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że traktowanie roztworem, wytrącanie związku nierozpuszczalnego, wymywanie i suszenie powtarza się wielokrotnie.

3. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że powierzchnię zwilża się roztworem krzemianu potasowca, a następnie wytrąca się kwas krzemowy.

4. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że wytworzone warstwy ogrzewa się do wysokich temperatur.

5. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że związek nierozpuszczalny wytrąca się początkowo częściowo, a następnie całkowicie.

6. Sposób według zastrz. 1—5, znamieny tym, że po oczyszczeniu roztworem substancji, z której daje się wytrącić nierozpuszczalny związek o wzorze ogólnym $MeO_2 \cdot x \cdot H_2O$, w którym *Me* oznacza pierwiastek 4-ej grupy układu periodycznego, a *x* — liczbę, związek nierozpuszczalny wytrąca się częściowo, a następnie całkowicie po dodaniu stabilizatorów.

7. Sposób według zastrz. 1—6, znamieny tym, że stosuje się roztwór, zawierający składniki wybrane z grupy obejmującej dioksany i pochodne furanowe.

8. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że po obróbce pierwszej powtarza się wspomniany zabieg przy użyciu bardzo rozcieńczonego roztworu w celu otrzymania dalszej, niezwykle cienkiej warstewki.

9. Sposób według zastrz. 1 — 8, znamieny tym, że po zwilżeniu powierzchni poddaje się ją odwirowaniu w wirówce, po czym dopiero wytrąca się związek nierozpuszczalny.

10. Sposób według zastrz. 1 — 9, znamieny tym, że stosuje się roztwór, który zawiera zwykłe substancje zmniejszające napięcie powierzchniowe, a po odwirowaniu powierzchni w wirówce wytrąca się związek nierozpuszczalny.

11. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1—10, znamienne tym,

że składa się z wirówki o wymiennych wkładkach, zaopatrzonych w przyrządy trzymakowe, nadające się do niezawodnego przytrzymywania przedmiotów, których powierzchnie mają być zaopatrzone w zmniejszające odbicie warstwy, przy czym wkładki są wykonane tak, że powierzchnie optycznie czynne przechodzą równomiernie i bez przerw w oprawę.

Ernst Leitz G. m. b. H.

Zastępca: inż. St. Pawlikowski
rzecznik patentowy

FIG. 1

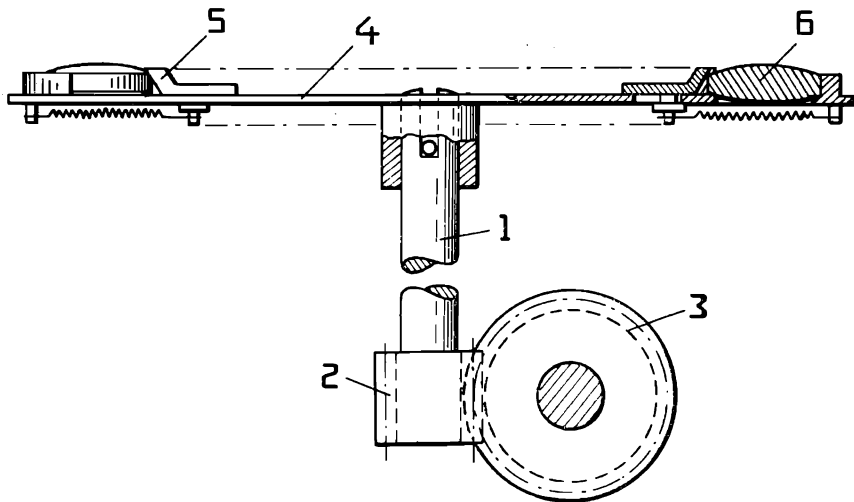


FIG. 2

