



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2012131962/05, 25.07.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
25.07.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 25.07.2012

(43) Дата публикации заявки: 27.01.2014 Бюл. № 3

(45) Опубликовано: 10.12.2014 Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2134708C1, 20.08.1999. SU 948994 A1, 07.08.1982. SU 1204623 Ф1, 15.01.1986; . RU 2051940 C1, 10.01.1996; . US 2009109416 A1, 30.04. 2009

Адрес для переписки:

192171, Санкт-Петербург, ул. Бабушкина, 36, корп.1, ОАО "НИТИОМ ВНЦ "ГОИ им. С.И. Вавилова", Сектор интеллектуальной собственности, Т.А. Репкиной

(72) Автор(ы):

**Евстропьев Сергей Константинович (RU),  
Волынкин Валерий Михайлович (RU),  
Титов Александр Николаевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Открытое акционерное общество "Научно-исследовательский и технологический институт оптического материаловедения Всероссийского научного центра "Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова" (ОАО "НИТИОМ ВНЦ "ГОИ им. С.И. Вавилова") (RU)**

**(54) ИММЕРСИОННАЯ ЖИДКОСТЬ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к иммерсионной жидкости, которая может быть использована в оптическом приборостроении для контроля оптических параметров неорганических материалов и оптических деталей, в том числе крупногабаритных изделий сложной формы. Иммерсионная жидкость для оптических исследований содержит 97-99 вес. % мета-бис (мета-феноксифенокси)бензола и 1-3 вес. % 2-нафтола. Для уменьшения вязкости и поверхностного натяжения иммерсионная жидкость может дополнительно содержать 0,1-3

вес. % дибутилсебацата сверх 100 вес. % указанного состава. Предложенная иммерсионная жидкость нетоксична, обладает высоким значением показателя преломления  $n_D > 1,6$  и высокой адгезией к неорганическим оптическим материалам, что позволяет наносить на всю поверхность исследуемого субстрата или его части тонкий слой иммерсии и использовать для эффективного контроля качества крупногабаритные оптические изделия без погружения в кювету с иммерсионной жидкостью. 1 з.п. ф-лы, 2 ил., 2 табл., 2 пр.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

*C09K* 3/00 (2006.01)*G02B* 1/04 (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2012131962/05, 25.07.2012

(24) Effective date for property rights:  
25.07.2012

Priority:

(22) Date of filing: 25.07.2012

(43) Application published: 27.01.2014 Bull. № 3

(45) Date of publication: 10.12.2014 Bull. № 34

Mail address:

192171, Sankt-Peterburg, ul. Babushkina, 36, korp.1,  
OAO "NITIOM VNTs "GOI im. S.I. Vavilova",  
Sektor intellektual'noj sobstvennosti, T.A. Repkinov

(72) Inventor(s):

Evstrop'ev Sergej Konstantinovich (RU),  
Volynkin Valerij Mihajlovich (RU),  
Titov Aleksandr Nikolaevich (RU)

(73) Proprietor(s):

Otkrytoe aktsionernoe obshchestvo "Nauchno-  
issledovatel'skij i tekhnologicheskij institut  
opticheskogo materialovedenija Vserossijskogo  
nauchnogo tsentra "Gosudarstvennyj opticheskij  
institut im. S.I. Vavilova" (OAO "NITIOM VNTs  
"GOI im. S.I. Vavilova") (RU)

(54) **IMMERSION LIQUID**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to an immersion liquid which can be used in optical instrument-making for investigating optical parameters of inorganic materials and optical components, including large, irregularly shaped articles. The immersion liquid for optical investigation contains 97-99 wt % meta-bis (meta-phenoxyphenoxy)benzene and 1-3 wt % 2-naphthol. To reduce viscosity and surface tension, the immersion liquid may further contain 0.1-3 wt % dibutyl

sebacate per 100 wt % of said composition.

EFFECT: disclosed immersion liquid is nontoxic, has a good refraction index  $n_D > 1,6$  and high adhesion to inorganic optical materials, which enables to deposit on the entire surface of the investigated substrate or part thereof a thin immersion layer and use thereof for effective quality control of large optical articles without immersion in a cell with an immersion liquid.

2 cl, 2 dwg, 2 tbl, 2 ex

Изобретение относится к прикладной химии и может быть использовано в качестве иммерсионной жидкости в оптическом приборостроении для контроля оптических параметров неорганических материалов и оптических деталей, в том числе крупногабаритных изделий сложной формы.

5 Известны иммерсионные жидкости на основе белого фосфора, йодистого метилена, органических растворителей  $\beta$ -бромнафталина, бромформа, декалина, тетралина, которые имеют высокий показатель преломления (более 1,5) (Справочник химика, т.4, М.-Л.: Химия, с.821). К недостаткам этих жидкостей относится их высокая токсичность, чрезвычайная ядовитость, взрывоопасность и дороговизна.

10 Известны высокопреломляющие жидкости Мейровитца (Геологический словарь. - М.: Недра. Под ред. К.Н. Паффенгольца и др., 1978, т.1, 486 с.) на основе селена Se, сульфида мышьяка  $As_2S_3$ , бромида мышьяка  $AsBr_3$  и йодистого метилена  $CH_2I_2$ , а также иммерсионные жидкости на основе йодистого метилена  $CH_2I_2$ , содержащие белый  
15 фосфор, бромид мышьяка  $AsBr_3$ , сульфид мышьяка  $As_2S_3$ , серу, йодид олова  $SnI_4$  и йодид сурьмы  $SbI_3$ . Эти жидкости являются очень токсичными и быстро разлагаются под действием света.

Известны более дешевые и безопасные жидкости на основе йодидов металлов. Например, водный раствор йодидов калия и кадмия и хлористого цинка с максимальным  
20 показателем преломления  $n_D=1.625$  (Авторское свидетельство СССР N 948994, МПКЗ: C09K 3/00 и G01M 11/00, опубликованное 07.08.1982). Но при достаточной стабильности этой жидкости она не позволяет получить более высоких показателей преломления одновременно с большими значениями вязкости.

Известна менее стабильная жидкость в виде водного раствора йодида цинка с  
25 показателем преломления  $n_D=1.64$  (Патент РФ №2051940, МПК6: C09K 3/00, G02B 1/06 и G01M 1/00, опубликованный 10.01.1996), вязкость которой достигается больших значений (8.1 относительно воды). Но недостатком этой жидкости является недолговечность сохранения ее высоких оптических свойств. Через несколько дней в жидкости образуются комплексы, меняющие ее оптические свойства.

30 Из известных технических решений наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому объекту является иммерсионная жидкость для оптических исследований, содержащая йодид кадмия  $CdI_2$ , йодид натрия  $NaI$  и воду, описанная в патенте РФ 2134708, МПК6: C09K 3/00 и G02B 1/06, опубликованном 20.08.1999. В  
35 патенте заявлено, что жидкость стабильна, малотоксична, легко смывается водой, имеет высокий показатель преломления. При максимальном показателе преломления  $n_D=1,66$  плотность жидкости равна 2,787, а относительная вязкость имеет значение 7,7.

Иммерсионная жидкость, которая может быть использована для контроля крупногабаритных деталей из современных монокристаллов, оптических стекол или  
40 керамики (таких как оптические детали из лейкосапфира, алюмомагниевого шпинели, алюмоиттриевого граната, различных стекол и др.), должна удовлетворять следующим требованиям:

- 1) иметь высокий ( $n>1,6$ ) показатель преломления и высокую прозрачность в видимой части спектра;
- 45 2) обладать высокой адгезией к поверхности неорганических оптических материалов;
- 3) иммерсионная жидкость и ее компоненты должны быть нетоксичными;
- 4) обладать высокой температурой кипения и низкой упругостью пара при комнатной температуре.

Иммерсионная жидкость, описанная в патенте РФ 2134708, обладает существенными недостатками - высокой токсичностью (наличие в ее составе йодида кадмия  $CdI_2$ ), она также не позволяет получить тонкий слой на поверхности контролируемого изделия, обладающий необходимой однородностью и стабильностью свойств на время проведения испытаний (из-за испарения воды).

Задача настоящего изобретения состоит в создании высокопреломляющей нетоксичной иммерсионной жидкости, обладающей высокой адгезией к неорганическим оптическим материалам. Это позволяет получать на поверхности испытуемых материалов и изделий тонкие слои иммерсии без погружения крупногабаритных изделий в кювету с иммерсионной жидкостью. Отсутствие токсичных компонентов обеспечивает экологическую безопасность использования предлагаемой иммерсионной жидкости.

Новая иммерсионная жидкость для контроля крупногабаритных высокопреломляющих оптических материалов и изделий содержит высококипящие, вязкие органические соединения.

Технический результат достигается использованием в качестве иммерсионной жидкости смеси мета-бис (мета феноксифенокси) бензола с 2-нафтолом. Химический состав иммерсионной жидкости (вес.%):

мета-бис(мета феноксифенокси)бензол	97-99;
2-нафтол	1-3

Для уменьшения толщины слоя иммерсии, наносимого на исследуемый материал, необходимо уменьшить вязкость и поверхностное натяжение жидкости, не изменяя при этом ее показатель преломления. Для этого в состав иммерсионной жидкости может дополнительно вводиться 0,1-3 вес.% дибутилсебацата (сверх 100%).

Показатель преломления иммерсионной жидкости в видимой части спектра составляет 1,63-1,64. Оба компонента жидкости характеризуются высокими температурами кипения ( $T_{кип. (1)} > 360^\circ C$ ;  $T_{кип. (2)} > 290^\circ C$ ) и низкими значениями упругости пара ( $\leq 5 \cdot 10^{-7}$  мм ртутного столба) при комнатной температуре, что определяет отсутствие испарения иммерсионной жидкости. Это обеспечивает стабильность свойств слоя иммерсионной жидкости и отсутствие неприятного запаха и токсичных паров в процессе проведения испытаний оптических материалов. Введение в состав материала 2-нафтола стабилизирует структуру и свойства материала.

Сам по себе факт введения в состав иммерсионной жидкости ароматических углеводородов не обеспечивает значительного увеличения показателя преломления жидкости. Так, например, патент США №4465621 описывает иммерсионную жидкость, состоящую из бутил-бензил-фталата, смешанного с диалкилфталатом и/или с хлорированным парафином, и имеющую показатель преломления в видимой части спектра только 1,49-1,53.

В описании патента США №4832855 иммерсионная жидкость на основе диалкилового эфира фталевой кислоты и хлорированного парафина имеет показатель преломления для видимой части спектра в диапазоне 1,50-1,60. Однако в приведенных примерах, описанных в этом патенте, значения показателя преломления иммерсионной жидкости не превосходят 1,52.

Для получения тонкого слоя на поверхности испытуемого материала иммерсионную жидкость наносят кистью или тампоном, а при разбавлении летучим растворителем (например, ацетоном) пульверизацией. После нанесения слоя иммерсионной жидкости на шлифованную или матированную поверхность испытуемого образца при просвечивании могут быть определены включения, пузыри, свиля и другие дефекты в

объеме материала.

Разработанная иммерсионная жидкость может быть использована также в микроскопии при создании иммерсионных объективов.

На Фиг.1 представлена фотография шлифованного среза кристалла галлий-скандий-гадолиниевого граната без иммерсионной жидкости.

На Фиг.2 представлена фотография шлифованного среза кристалла галлий-скандий-гадолиниевого граната с нанесенным на него слоем новой иммерсионной жидкости.

#### Пример 1

Изготовлены иммерсионные жидкости путем смешения при комнатной температуре компонентов по п.1 формулы при различных соотношениях. Химический состав и свойства жидкостей приведены в таблице 1. Без добавок модифицирующего компонента (2-нафтол) основной компонент иммерсионной жидкости - мета-бис(мета-феноксифенокси) бензол - склонен к спонтанной кристаллизации с переходом в гелеобразное состояние и потерей высокой оптической однородности. Введение в состав иммерсионной жидкости 1-3 вес.% 2-нафтола стабилизирует ее структуру и позволяет получать высокооднородные прозрачные вязкие композиции, обладающие высоким показателем преломления ( $n_D > 1,6$ ). Эксперименты показали также, что введение в состав иммерсионной жидкости более 3 вес.% 2-нафтола приводит к ее помутнению.

20 Таблица 1

Химический состав и свойства иммерсионных жидкостей.

	Химический состав, вес.%		Свойства иммерсионной жидкости		
	мета-бис(мета-феноксифенокси)бензол	2-нафтол	Внешний вид	Показатель преломления, $n_D$	Вязкость, сП
25 1	100,0	-	Неоднородное гелеобразное вещество	-	-
2	99,0	1,0	Вязкая прозрачная жидкость	1,633	3600
3	98,0	2,0	Вязкая прозрачная жидкость	1,636	3480
4	97,0	3,0	Вязкая прозрачная жидкость	1,640	3410
30 5	96,0	4,0	Мутная жидкость	-	-

#### Пример 2

Изготовлены иммерсионные жидкости путем смешения при комнатной температуре компонентов по п.2 формулы при различных соотношениях. Химический состав и свойства жидкостей приведены в таблице 2.

35 Таблица 2

Химический состав и свойства иммерсионных жидкостей.

	Химический состав, вес.%			Свойства иммерсионной жидкости	
	мета-бис(мета-феноксифенокси)бензол	2-нафтол	Дибутилсебагинат (сверх 100%)	Показатель преломления $n_D$	Вязкость, сП
40 1	99,0	1,0	-	1,633	3600
2	99,0	1,0	2	1,633	2400
3	99,0	1,0	3	1,633	1300
4	99,0	1,0	4	1,623	700

Из таблицы видно, что введение в состав иммерсионной жидкости добавки дибутилсебагината в количестве до 3 вес.% (сверх 100%) приводит к значительному снижению ее вязкости, при этом значение показателя преломления практически не изменяется. Введение этой добавки в количестве более 3 вес.% приводит к нежелательному уменьшению показателя преломления иммерсионной жидкости.

#### Пример 3

Разработанная иммерсионная жидкость может быть использована для контроля оптической однородности изделий из различных оптических материалов. В качестве испытуемого был выбран кристалл галлий-скандий-гадолиниевого граната (ГСГГ). Из були кристалла ГСГГ, имеющей цилиндрическую форму, вырезан образец в виде пластины толщиной 3 мм. Противоположные торцы образца были отшлифованы. Иммерсионная композиция наносилась тампоном на шлифованные торцевые поверхности образца кристалла. Образец помещался между скрещенными поляроидами, что позволяло визуально наблюдать искажение волнового фронта, обусловленное наличием в образце посторонней фазы, свилей или напряжений.

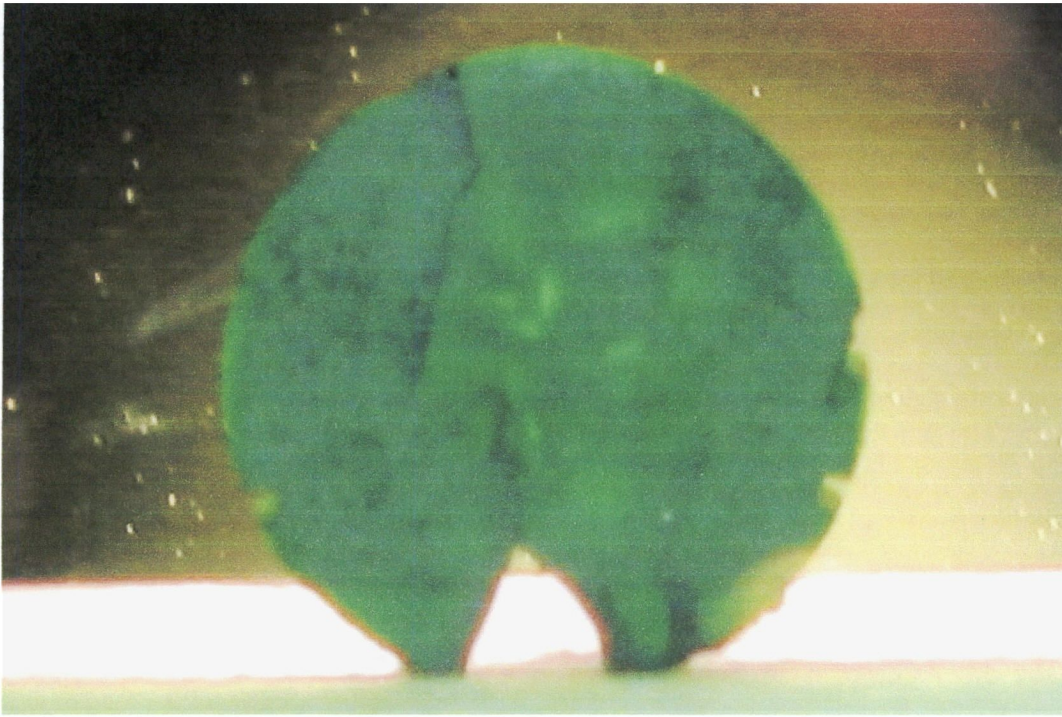
Сравнение фотографий, приведенных на Фиг.1 и 2, демонстрирует высокую эффективность применения разработанной иммерсионной жидкости для контроля качества оптических элементов.

#### Формула изобретения

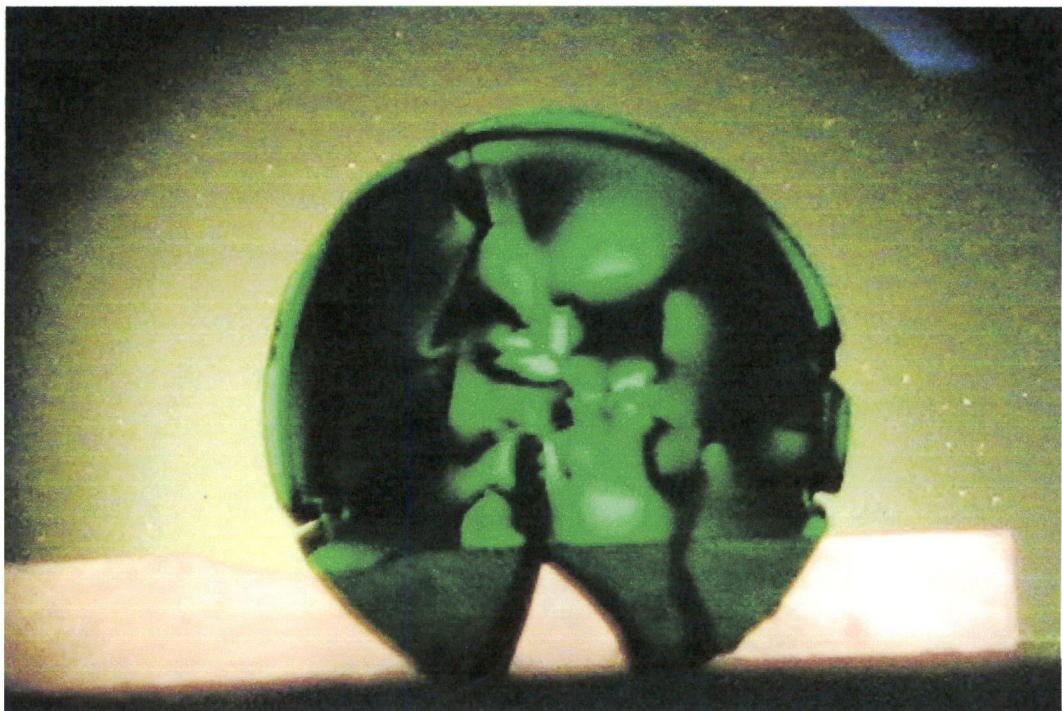
1. Иммерсионная жидкость для оптических исследований, содержащая мета-бис(мета-феноксифенокси)бензол и 2-нафтол при следующем соотношении компонентов, вес. %:

мета-бис(мета-феноксифенокси)бензол	97-99
2-нафтол	1-3

2. Иммерсионная жидкость по п.1, отличающаяся тем, что дополнительно содержит 0,1-3 вес. % дибутилсебагината сверх 100 вес. % состава иммерсионной жидкости по п.1.



**Фиг. 1**



**Фиг. 2**