



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101620280 B

(45) 授权公告日 2011. 01. 26

(21) 申请号 200910303847. 6

(22) 申请日 2009. 06. 30

(73) 专利权人 中国航空工业集团公司洛阳电光
设备研究所

地址 471009 河南省洛阳市凯旋西路 25 号

(72) 发明人 刘凤玉

(74) 专利代理机构 郑州睿信知识产权代理有限
公司 41119

代理人 陈浩

(51) Int. Cl.

G02B 1/11 (2006. 01)

G23C 14/24 (2006. 01)

G23C 14/06 (2006. 01)

G23C 14/14 (2006. 01)

G23C 14/18 (2006. 01)

(56) 对比文件

WO 2008/023802 A1, 2008. 02. 28, 全文.

CN 101403806 A, 2009. 04. 08, 全文.

CN 101231352 A, 2008. 07. 30, 全文.

JP 2003-149434 A, 2003. 05. 21, 全文.

CN 101067661 A, 2007. 11. 07, 全文.

审查员 卢萍

权利要求书 1 页 说明书 5 页

(54) 发明名称

一种红外双波段减反射膜膜系及其镀制方法

(57) 摘要

本发明公开了一种红外双波段减反射膜膜系及其镀制方法,属于光学薄膜制造技术。本发明膜系由六层或八层膜组成,优选为六层膜组成,由内到外依次为 Ge 膜、ZnS 膜、Ge 膜、ZnS 膜、YbF₃ 膜、ZnS 膜,每层膜的厚度由内到外依次为 895nm、306nm、422nm、1626nm、770nm、200nm。本发明的镀制方法为首先清洁被镀零件,之后烘烤基底,再依次镀制 Ge 膜、ZnS 膜等膜层。采用本发明的膜系和镀制方法得到的光学零件在 3.7 μm ~ 4.8 μm 和 7.7 μm ~ 10.5 μm 两个波段范围的透射率大于 98%,膜层的附着力及环境适应性满足光学薄膜国家军用标准 GJB2485-95 规定的要求。

1. 一种红外双波段减反射膜膜系,其特征在于,该膜系由6层或8层膜组成,由6层膜组成时,由内到外依次为Ge膜、ZnS膜、Ge膜、ZnS膜、YbF₃膜、ZnS膜,每层膜的光学厚度由内到外依次为895nm、306nm、422nm、1626nm、770nm、200nm;由8层膜组成时,由内到外依次为Ge膜、ZnS膜、Ge膜、ZnS膜、Ge膜、ZnS膜、YbF₃膜、ZnS膜,每层膜的光学厚度由内到外依次为130nm、20nm、2650nm、354nm、384nm、1520nm、1120nm、70nm。

2. 根据权利要求1所述的红外双波段减反射膜膜系,其特征在于,该膜系为,由6层膜组成,由内到外依次为Ge膜、ZnS膜、Ge膜、ZnS膜、YbF₃膜、ZnS膜,每层膜的光学厚度由内到外依次为895nm、306nm、422nm、1626nm、770nm、200nm。

3. 根据权利要求1或2所述的红外双波段减反射膜膜系,其特征在于,该膜系镀制的基底材料为锆。

4. 一种镀制红外双波段减反射膜膜系的方法,其特征在于,工艺步骤如下:

(1) 清洁被镀零件,对锆基底光学零件表面进行清洁处理;

(2) 烘烤基底,真空度达到 1×10^{-2} Pa时,加热被镀零件基底 $130^{\circ}\text{C} \sim 160^{\circ}\text{C}$,保温 $1 \sim 2$ 小时,启动离子源清洗基底 $5 \sim 10$ 分钟,关掉离子源;

(3) 镀制Ge膜,锆膜料蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa $\sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,淀积速率为 $0.4\text{nm/s} \sim 0.6\text{nm/s}$,控制膜厚895nm;

(4) 镀制ZnS膜,ZnS膜料蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa $\sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,淀积速率为 $0.7\text{nm/s} \sim 1.0\text{nm/s}$,控制膜厚306nm;

(5) 镀制Ge膜,锆膜料蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa $\sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,淀积速率为 $0.4\text{nm/s} \sim 0.6\text{nm/s}$,控制膜厚422nm;

(6) 镀制ZnS膜,ZnS膜料蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa $\sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,淀积速率为 $0.7\text{nm/s} \sim 1.0\text{nm/s}$,控制膜厚1626nm;

(7) 镀制YbF₃膜,YbF₃膜料蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa $\sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,淀积速率为 $0.6\text{nm/s} \sim 0.8\text{nm/s}$,控制膜厚770nm;

(8) 镀制ZnS膜,ZnS膜料蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa $\sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,淀积速率为 $0.7\text{nm/s} \sim 1.0\text{nm/s}$,控制膜厚200nm;

(9) 真空室冷却至 60°C 以下取出镀制好膜系的光学零件。

一种红外双波段减反射膜膜系及其镀制方法

技术领域

[0001] 本发明属于光学零件薄膜制造技术,涉及一种红外双波段减反射膜膜系及其镀制方法。

背景技术

[0002] 常规光学系统仅使用 $3.7\mu\text{m} \sim 4.8\mu\text{m}$ 或 $7.7\mu\text{m} \sim 10.5\mu\text{m}$ 单波段膜层的光学零件,可选择材料种类多,膜层镀制工艺相对简单,但不能用于共光路系统的光学仪器,所以造成仪器体积庞大笨重,使用不便。若对 $3.7\mu\text{m} \sim 4.8\mu\text{m}$ 和 $7.7\mu\text{m} \sim 10.5\mu\text{m}$ 两波段均要求高透射率,则膜层的设计与镀制工艺均具有较大难度。镀制 $3.7\mu\text{m} \sim 4.8\mu\text{m}$ 和 $7.7\mu\text{m} \sim 10.5\mu\text{m}$ 双波段膜层的光学零件适用于共光路系统的光学仪器,可减小仪器的体积与重量。尚未查找到与本发明相同的镀制 $3.7\mu\text{m} \sim 4.8\mu\text{m}$ 和 $7.7\mu\text{m} \sim 10.5\mu\text{m}$ 红外双波段减反射膜的报道。

发明内容

[0003] 本发明的目的是为用于 $3.7\mu\text{m} \sim 4.8\mu\text{m}$ 和 $7.7\mu\text{m} \sim 10.5\mu\text{m}$ 共光路光学系统的光学零件,设计并镀制出一种牢固度好、透射区域宽且透射率高的膜层。

[0004] 为了达到上述目的,本发明的技术方案如下:

[0005] 一种红外双波段减反射膜膜系,该膜系由 6 层或 8 层膜组成,由 6 层膜组成时,由内到外依次为 Ge 膜、ZnS 膜、Ge 膜、ZnS 膜、YbF₃ 膜、ZnS 膜,每层膜的厚度由内到外依次为 895nm、306nm、422nm、1626nm、770nm、200nm;由 8 层膜组成时,由内到外依次为 Ge 膜、ZnS 膜、Ge 膜、ZnS 膜、Ge 膜、ZnS 膜、YbF₃ 膜、ZnS 膜,每层膜的厚度由内到外依次为 130nm、20nm、2650nm、354nm、384nm、1520nm、1120nm、70nm。该膜系镀制的基底材料为锆。

[0006] 一种红外双波段减反射膜膜系,该膜系优选为,由 6 层膜组成,由内到外依次为 Ge 膜、ZnS 膜、Ge 膜、ZnS 膜、YbF₃ 膜、ZnS 膜,每层膜的厚度由内到外依次为 895nm、306nm、422nm、1626nm、770nm、200nm。

[0007] 一种在锆基底表面镀制 $3.7\mu\text{m} \sim 4.8\mu\text{m}$ 和 $7.7\mu\text{m} \sim 10.5\mu\text{m}$ 红外双波段减反射膜的方法,仪器设备需配置 E 型电子束蒸发源、电阻蒸发源、光学膜厚控制仪、石英晶体膜厚控制仪、等离子体源、加热烘烤装置,工艺步骤如下:

[0008] (1) 清洁被镀零件,使用超声波和 / 或清洁剂对锆基底光学零件表面进行清洁处理;

[0009] (2) 烘烤基底,将被镀零件夹持在夹具上放入高真空镀膜设备中,抽真空到真空度为 $1 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 时,加热基底到 $130^{\circ}\text{C} \sim 160^{\circ}\text{C}$,保温 1 ~ 2 小时,启动离子源清洗基底 5 ~ 10 分钟,关掉离子源;

[0010] (3) 镀制 Ge 膜,锆膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$,淀积速率为 $0.4\text{nm/s} \sim 0.6\text{nm/s}$,控制膜厚 895nm,由光学厚度控制仪控制,控制波长 2100nm,极值过正法控制,工具因子为 1 时,停蒸点 1.7;

[0011] (4) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀, 蒸镀时真空度为 $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 淀积速率为 $0.7 \text{nm/s} \sim 1.0 \text{nm/s}$, 控制膜厚 306nm, 由光学厚度控制仪控制, 控制波长 1106nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1 时, 停蒸点 1.1;

[0012] (5) 镀制 Ge 膜, 锗膜料由电子束蒸发源蒸镀, 蒸镀时真空度为 $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 淀积速率为 $0.4 \text{nm/s} \sim 0.6 \text{nm/s}$, 控制膜厚 422nm, 由光学厚度控制仪控制, 控制波长 2100nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1 时, 停蒸点 0.8;

[0013] (6) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀, 蒸镀时真空度 $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 淀积速率为 $0.7 \text{nm/s} \sim 1.0 \text{nm/s}$, 控制膜厚 1626nm, 由光学厚度控制仪控制, 控制波长 1585nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1 时, 停蒸点 4.1;

[0014] (7) 镀制 YbF_3 膜, YbF_3 膜料由电阻蒸发源蒸镀, 蒸镀时真空度 $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 淀积速率为 $0.6 \text{nm/s} \sim 0.8 \text{nm/s}$, 控制膜厚 770nm, 由光学厚度控制仪控制, 控制波长 1470nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1 时, 停蒸点 2.1;

[0015] (8) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀, 蒸镀时真空度 $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 淀积速率为 $0.7 \text{nm/s} \sim 1.0 \text{nm/s}$, 控制膜厚 200nm, 由光学厚度控制仪控制, 控制波长 728nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1 时, 停蒸点 1.1;

[0016] (9) 真空室冷却至 60°C 以下取出镀制好膜系的光学零件。

[0017] 本发明镀制膜层的原理为: 在真空室的高真空气氛中, 电子枪产生的高能量电子束、电阻蒸发源高功率将被镀膜料加热到蒸发状态, 蒸发出的膜料以分子形式朝真空室内各个方向飞溅。飞溅到被镀零件表面时, 因温度降低而附着, 不断附着的膜料分子逐渐形成薄膜, 随着淀积时间的增加, 膜层不断加厚, 当达到所要求的理想膜厚时, 停止蒸镀。膜层的厚度由光学膜厚控制仪控制。

[0018] 本发明的优点是: 1) 采用多层非规整膜系结构, 镀制的膜层减反射范围宽, 透射率高; 2) 采用离子源清洁基底表面, 镀制的膜层结合力好, 光学特性优; 3) 镀膜过程中, 被镀零件随夹具一起转动, 镀制出的零件各部位厚度均匀一致。

具体实施方式

[0019] 实施例 1

[0020] 采用本发明的优选膜系结构, 即三种膜料组成的六层非规整膜系结构, 该膜系从内到外由六层膜组成, 最内的第一层为 Ge 膜, 其光学厚度为 895nm, 第二层为 ZnS 膜, 其光学厚度为 306nm, 第三层为 Ge 膜, 其光学厚度为 422nm, 第四层为 ZnS 膜, 其光学厚度为 1626nm, 第五层为 YbF_3 膜, 其光学厚度为 770nm, 最外面的第六层为 ZnS 膜, 其光学厚度为 200nm。

[0021] 采用本发明的镀制方法, 具体的工艺过程如下:

[0022] 1、准备工作

[0023] 1) 清洁真空室、镀膜夹具、蒸发源挡板及离子源网栅;

[0024] 2) 固定蒸发舟、将三种膜料分别装填至要求的蒸发舟和坩埚内;

[0025] 3) 更换石英晶体片和光控仪比较片;

[0026] 4) 编写镀膜程序。

[0027] 2、清洁零件

- [0028] 1) 用三氧化二铬抛光液复新锗基底光学零件表面；
- [0029] 2) 用脱脂棉蘸醇醚混合液将零件表面清洁干净；
- [0030] 3) 装入专用工装夹具并尽可能快地装入真空室内。
- [0031] 3、镀制膜层
- [0032] 关闭真空室门,启动镀膜程序开始镀膜,工作步骤如下：
- [0033] 1) 启动抽气系统,真空室内的气体在不断排出,当真空室真空度达到 1×10^{-2} Pa 时,开启加热烘烤设备；
- [0034] 2) 加热基底到 150°C ,保温时间 1 小时,启动离子源并使之工作正常,离子轰击 8 分钟,关断离子源；
- [0035] 3) 镀制 Ge 膜,Ge 膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 5×10^{-3} Pa,淀积速率 0.6nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 895nm ,控制波长 2100nm ,极值过正法控制,工具因子为 1.1,停蒸点 1.87；
- [0036] 4) 镀制 ZnS 膜,ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 5×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.8nm/s ,控制膜厚 306nm ,由光学厚度控制仪控制,控制波长 1106nm ,极值过正法控制,工具因子为 1.05,停蒸点 1.1；
- [0037] 5) 镀制 Ge 膜,锗膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 5×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.5nm/s ,控制膜厚 422nm ,由光学厚度控制仪控制,控制波长 2100nm ,极值过正法控制,工具因子 1.1,停蒸点 0.88；
- [0038] 6) 镀制 ZnS 膜,ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 5×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.8nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 1626nm ,控制波长 1585nm ,极值过正法控制,工具因子 1.05,停蒸点 4.3；
- [0039] 7) 镀制 YbF_3 膜, YbF_3 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 5×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.8nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 770nm ,控制波长 1470nm ,极值过正法控制,工具因子 1.08,停蒸点 2.2；
- [0040] 8) 镀制 ZnS 膜,ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 5×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.8nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 200nm ,控制波长 728nm ,极值过正法控制,工具因子 1.05,停蒸点 1.1；
- [0041] 9) 真空室冷却至 60°C 以下取出镀制好膜系的光学零件。
- [0042] 实施例 2
- [0043] 采用本发明的优选膜系结构、镀制方法镀制,具体的工艺过程如下：
- [0044] 1、准备工作
- [0045] 1) 清洁真空室、镀膜夹具、蒸发源挡板及离子源网栅；
- [0046] 2) 固定蒸发舟、将三种膜料分别装填至要求的蒸发舟和坩埚内；
- [0047] 3) 更换石英晶体片和光控仪比较片；
- [0048] 4) 编写镀膜程序。
- [0049] 2、清洁零件
- [0050] 1) 用三氧化二铬抛光液复新锗基底光学零件表面；
- [0051] 2) 用脱脂棉蘸醇醚混合液将零件表面清洁干净；
- [0052] 3) 装入专用工装夹具并尽可能快地装入真空室内。

[0053] 3、镀制膜层

[0054] 关闭真空室门,启动镀膜程序开始镀膜,工作步骤如下:

[0055] 1) 启动抽气系统,真空室内的气体在不断排出,当真空室真空度达到 1×10^{-2} Pa 时,开启加热烘烤设备;

[0056] 2) 加热基底到 130°C ,保温时间 2 小时,启动离子源并使之工作正常,离子轰击 5 分钟,关断离子源;

[0057] 3) 镀制 Ge 膜, Ge 膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 3×10^{-3} Pa,淀积速率 0.4 nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 895 nm ,控制波长 2100 nm ,极值过正法控制,工具因子为 1.05,停蒸点 1.78;

[0058] 4) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 3×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.7 nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 306 nm ,控制波长 1106 nm ,极值过正法控制,工具因子为 1.08,停蒸点 1.18;

[0059] 5) 镀制 Ge 膜, 锗膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 3×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.4 nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 422 nm ,控制波长 2100 nm ,极值过正法控制,工具因子 1.05,停蒸点 0.84;

[0060] 6) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 3×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.7 nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 1626 nm ,控制波长 1585 nm ,极值过正法控制,工具因子 1.08,停蒸点 4.42;

[0061] 7) 镀制 YbF_3 膜, YbF_3 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 3×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.6 nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 770 nm ,控制波长 1470 nm ,极值过正法控制,工具因子 1.05,停蒸点 2.2;

[0062] 8) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 3×10^{-3} Pa,淀积速率为 0.7 nm/s ,光学厚度控制仪控制膜层厚度 200 nm ,控制波长 728 nm ,极值过正法控制,工具因子 1.1,停蒸点 1.2;

[0063] 9) 真空室冷却至 60°C 以下取出镀制好膜系的光学零件。

[0064] 实施例 3

[0065] 采用本发明的优选膜系结构、镀制方法镀制,具体的工艺过程如下:

[0066] 1、准备工作

[0067] 1) 清洁真空室、镀膜夹具、蒸发源挡板及离子源网栅;

[0068] 2) 固定蒸发舟、将三种膜料分别装填至要求的蒸发舟和坩埚内;

[0069] 3) 更换石英晶体片和光控仪比较片;

[0070] 4) 编写镀膜程序。

[0071] 2、清洁零件

[0072] 1) 用三氧化二铬抛光液复新锗基底光学零件表面;

[0073] 2) 用脱脂棉蘸醇醚混合液将零件表面清洗干净;

[0074] 3) 装入专用工装夹具并尽可能快地装入真空室内。

[0075] 3、镀制膜层

[0076] 关闭真空室门,启动镀膜程序开始镀膜,工作步骤如下:

[0077] 1) 启动抽气系统,真空室内的气体在不断排出,当真空室真空度达到 1×10^{-2} Pa

时,开启加热烘烤设备;

[0078] 2) 加热基底到 160℃,保温时间 1 小时,起动离子源并使之工作正常,离子轰击 10 分钟,关断离子源;

[0079] 3) 镀制 Ge 膜, Ge 膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa, 淀积速率 0.5 nm/s, 光学厚度控制仪控制膜层厚度 895 nm, 控制波长 2100 nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1.08, 停蒸点 1.84;

[0080] 4) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa, 淀积速率为 1.0 nm/s, 光学厚度控制仪控制膜层厚度 306 nm, 控制波长 1106 nm, 极值过正法控制, 工具因子为 1.1, 停蒸点 1.21;

[0081] 5) 镀制 Ge 膜, 锗膜料由电子束蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa, 淀积速率为 0.6 nm/s, 光学厚度控制仪控制膜层厚度 422 nm, 控制波长 2100 nm, 极值过正法控制, 工具因子 1.08, 停蒸点 0.86;

[0082] 6) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa, 淀积速率为 1.0 nm/s, 光学厚度控制仪控制膜层厚度 1626 nm, 控制波长 1585 nm, 极值过正法控制, 工具因子 1.1, 停蒸点 4.5;

[0083] 7) 镀制 YbF₃ 膜, YbF₃ 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa, 淀积速率为 0.7 nm/s, 光学厚度控制仪控制膜层厚度 770 nm, 控制波长 1470 nm, 极值过正法控制, 工具因子 1.1, 停蒸点 2.3;

[0084] 8) 镀制 ZnS 膜, ZnS 膜料由电阻蒸发源蒸镀,蒸镀时真空度 1×10^{-3} Pa, 淀积速率为 1.0 nm/s, 光学厚度控制仪控制膜层厚度 200 nm, 控制波长 728 nm, 极值过正法控制, 工具因子 1.08, 停蒸点 1.18;

[0085] 9) 真空室冷却至 60℃ 以下取出镀制好膜系的光学零件。

[0086] 在镀膜过程中,由光学膜厚控制仪控制膜层的光学厚度,监控片淀积的膜层厚度与零件淀积的膜层厚度会存在差异,二者的比值称之为工具因子,此比值需通过工艺试验确定。

[0087] 三种镀制好膜层的光学零件各项特性指标均满足要求,在 $3.7 \mu\text{m} \sim 4.8 \mu\text{m}$ 和 $7.7 \mu\text{m} \sim 10.5 \mu\text{m}$ 两个波段范围,膜层的平均透射率大于 98%,膜层的附着力及环境适应性均满足光学薄膜国家军用标准 GJB2485-95 规定的要求。