



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116577850 B

(45) 授权公告日 2024.07.02

(21) 申请号 202310334084.1

G02B 1/14 (2015.01)

(22) 申请日 2023.03.31

G02B 5/28 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

G02B 27/00 (2006.01)

申请公布号 CN 116577850 A

G23C 14/26 (2006.01)

G23C 14/30 (2006.01)

(43) 申请公布日 2023.08.11

G23C 14/06 (2006.01)

G23C 14/16 (2006.01)

(73) 专利权人 云南驰宏国际锗业有限公司

地址 655011 云南省曲靖市经济技术开发区  
驰宏公司办公楼第二层

(56) 对比文件

CN 217332908 U, 2022.08.30

CN 102115868 A, 2011.07.06

CN 114047571 A, 2022.02.15

CN 115201941 A, 2022.10.18

(72) 发明人 钱海东 崔丁方 陈琳 杨康

李俊仪 缪彦美 子光平 陈俊肖  
姬红佳

王懿喆. 3.5~12.5 μm三波段宽带红外Ge窗  
1:3 多层增透膜的研制. 光学与光电技术. 2005,  
第3卷(第1期), 32-34.

(74) 专利代理机构 北京名华博信知识产权代理  
有限公司 11453

专利代理师 薛飞

审查员 韩雪明乐

(51) Int. Cl.

G02B 1/115 (2015.01)

权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种8-12μm波段HD膜红外锗窗口片

(57) 摘要

本发明涉及一种8-12μm波段HD膜红外锗窗口片,属于红外光学技术领域。该窗口片包括锗基底、正面HD膜与反面AR膜,正面HD膜膜系由内向外依次包括Ge膜层、ZnS膜层、Ge膜层、ZnS膜层、YbF<sub>3</sub>膜层和红外加硬膜膜层,反面AR膜膜系由内向外依次包括Ge膜层、ZnS膜层、Ge膜层、ZnS膜层、YbF<sub>3</sub>膜层和第三层ZnS膜层。本发明根据锗镜片红外光学薄膜膜强度和光谱透过性要求选用特殊材料合理搭配膜层结构精细控制各膜层厚度设计优化锗镜片正面HD膜和反面高效增透膜,并利用设定特定工艺参数的镀膜机进行蒸镀制备的HD膜锗镜片具有高透过率、耐重摩擦和环境适应能力极强的特点。

1. 一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片,其特征在于:以单晶锗为基底,基底正面镀HD膜,基底反面镀AR膜;

正面HD膜膜系结构为:

基底/0.281H/0.475M/0.4641H/0.644M/0.578L/0.126P/空气;

反面AR膜膜系结构为:

基底/0.281H/0.475M/0.4641H/0.644M/0.578L/0.126M/空气;

式中,H表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的Ge膜层;M表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的ZnS膜层;L表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的YbF<sub>3</sub>膜层;P表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的红外加硬膜膜层, $\lambda_0$ 为中心波长,H、M、L和P前的数字均为膜层的厚度比例系数;

红外加硬膜膜层所用材料为Al<sub>2</sub>X<sub>y</sub>ZO<sub>3</sub>材料,其是Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>经过元素改性后得到;Al<sub>2</sub>X<sub>y</sub>ZO<sub>3</sub>材料的折射率为2。

2. 根据权利要求1所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片,其特征在于:锗基底的厚度为2-3mm。

3. 根据权利要求1-2任一项所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤一:基片准备:将锗基片擦拭干净后装入镀膜机中;

步骤二:镀前准备:将镀膜材料分别加入钼舟、无氧铜坩埚或钼坩埚中,将镀膜机加热、恒温、抽真空,将坩埚内的膜料手动预熔到熔融状态;

步骤三:镀膜:采用电阻加热蒸发与电子束蒸发的方法进行真空蒸镀。

4. 根据权利要求3所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:步骤一中,锗基片采用配比为3:1的乙醚乙醇混合液进行擦拭,之后用无尘洁净布对锗基片表面进行擦拭。

5. 根据权利要求3所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:镀前恒温温度与镀膜温度为150-170 $^{\circ}\text{C}$ ,其中恒温时间为30-40min;镀膜前使用霍尔离子源进行清洁,清洁时间为700s,离子源阳极电压为150V,阳极电流为1.2A,发射极电流为2A。

6. 根据权利要求3所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:蒸镀过程中使用霍尔离子源助镀,其中离子源阳极电压为120V,阳极电流为1A,发射极电流为1.5A;蒸镀结束后使用霍尔离子源对膜层表面进行轰击,其中离子源阳极电压为100V,阳极电流为0.5A,发射极电流为1A。

7. 根据权利要求3所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:ZnS膜层采用钼舟加电阻加热蒸发的方式进行蒸镀,其中阻蒸电流为560-580A,ZnS膜层沉积速率为0.8-1 nm/s;Ge膜层采用无氧铜坩埚加电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为220-240mA,电子束光斑直径为2-3mm,Ge膜层沉积速率为0.25-0.35 nm/s;YbF<sub>3</sub>膜层采用无氧铜坩埚加电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为30-40mA,电子束光斑直径为18-20mm,YbF<sub>3</sub>膜层沉积速率为0.6-0.8 nm/s。

8. 根据权利要求3所述的一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:红外加硬膜膜层采用钼坩埚加电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为190-210mA,红外加硬膜膜层沉积速率为0.1-0.2 nm/s;红外加硬膜膜料蒸镀时电子束光斑直径为16-18mm。

9. 根据权利要求3所述的一种8-12um波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,其特征在于:在每层膜料蒸镀前在镀膜程序中均设有镀前预熔的自动化程序,都分为三个梯度进行,其中ZnS膜料熔料时的电阻电流和时间依次为400A-120s、520A-130s、570A-150s,Ge膜料熔料时的电子束电流和时间依次为150mA-30s、190mA-30s、230mA-30s,YbF<sub>3</sub>膜料熔料时的电子束电流和时间依次为30mA-30s、45mA-30s、55mA-30s,红外加硬膜膜料熔料时的电子束电流和时间依次为170mA-30s、180mA-30s、200mA-30s;镀膜过程中采用石英晶体控制仪控制膜层沉积速率及膜层厚度。

## 一种8-12um波段HD膜红外锗窗口片

### 技术领域

[0001] 本发明属于红外光学领域,具体涉及一种以锗单晶为基底的8-12um红外透过波段HD膜红外窗口片。

### 背景技术

[0002] 锗镜片经过镀膜后可有效的提高镜片的红外透过率,同时能对镜片表面起到一定的保护作用。常用的有高效增透膜和类金刚石碳膜,高效增透膜具有极高透过性能但是其膜层硬度及抗摩擦性能差,在复杂多变的恶劣环境中只适用于机组内部或者一般环境中使用;类金刚石碳膜膜强度、耐热、耐腐蚀性极高,但由于其是单层膜其透过率不高同时透过率曲线不平直,主要用于军用领域的红外制导系统中中和极其恶劣的环境中。两种膜结构在透过率和环境适应能力方面呈现此消彼长的现象。

[0003] 常用的单晶锗基底镀膜材料有ZnSe、ZnS、Ge、Si、SiO<sub>2</sub>、YbF<sub>3</sub>、YF<sub>3</sub>、BaF<sub>2</sub>等,但是这些材料通过搭配使用在增加镜片透过率方面有显著效果,但是在镜片膜层抗干扰环境能力方面增益很小,随着红外镀膜锗镜片在军用民用领域的不断扩展,其对镀膜锗镜片在透过率和膜强度方面的要求越来越高,现有红外镀膜锗镜片难以兼容透过率和膜强度两个特点。

### 发明内容

[0004] 为解决上述锗窗口片光学薄膜透过率和膜层强度难以兼容的问题,本发明致力提供一种8-12um波段能兼容透过率和膜强度的HD膜红外锗窗口片及其制备方法。

[0005] 为实现上述目的,本发明是通过如下技术方案实现的:

[0006] 所述的8-12um波段HD膜红外锗窗口片,以单晶锗为基底,基底正面镀HD膜,基底反面镀AR膜;

[0007] 正面HD膜膜系结构为:

[0008] 基底/0.281H/0.475M/0.4641H/0.644M/0.578L/0.126P/空气;

[0009] 反面AR膜膜系结构为:

[0010] 基底/0.281H/0.475M/0.4641H/0.644M/0.578L/0.126M/空气;

[0011] 式中,H表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的Ge膜层;M表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的ZnS膜层;L表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的YbF<sub>3</sub>膜层;P表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的红外加硬膜膜层, $\lambda_0$ 为中心波长,H、M、L和P前的数字均为膜层的厚度比例系数。

[0012] 进一步优选,锗基底的厚度为2-3mm。

[0013] 进一步优选,红外加硬膜膜层所用材料为Al<sub>2</sub>XyZ<sub>3</sub>O<sub>3</sub>材料,Al<sub>2</sub>XyZ<sub>3</sub>O<sub>3</sub>材料的折射率为2。

[0014] 进一步优选,Al<sub>2</sub>XyZ<sub>3</sub>O<sub>3</sub>材料是Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>经过元素改性后得到,改性方式可以是物理改性或化学改性。

[0015] 改性原因:氧化铝由于耐热性强、晶相稳定、硬度高、耐磨性优良用于光学镜片膜层最外做保护膜可大幅提高光学镜片的环境适应能力,但由于Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>氧化铝表面极性较强,

与锗镜片基底结合性和相容性差,直接进行镀制极易脱膜,为此需对其进行改性,改性为先进进行物理改性再进行化学改性,以提高其与锗镜片基底的相容性与结合性。

[0016] 其改性机理如下:(1)物理改性:通过机械力和超声波分散和高能处理法使其在介质中分散。机械力分散主要是通过依次通过研磨、球磨、砂磨、高速搅拌的方式使 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 无机纳米粒子与高分子聚合物机械共混,形成无机复合材料。超声波分散是利用超声空化时产生的局部高温、高压或强冲击波和微射流等,减小 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 纳米粒子间的作用能,防止纳米粒子团聚。高能处理法主要是通过高能粒子离子体射线作用,使 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 纳米粒子表面受激产生活活性点,增加表面活性,易于其他物质附着或发生化学反应,从而达到物理改性。(2)化学改性:利用硅烷偶联剂官能团与无机粉体表面生成化学键,偶联剂分子通过化学键的作用力紧密包覆在 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 表面,硅烷偶联剂相当于一个桥梁,可以改善 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的分散性和 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 与锗镜片基底的结合能力,使 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 表面有机化而达到表面化学改性。

[0017] 本发明还提供了一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,包括如下步骤:

[0018] 步骤一:基片准备:将锗基片擦拭干净后装入镀膜机中;

[0019] 步骤二:镀前准备:将镀膜材料分别加入钼舟、无氧铜坩埚或钼坩埚中,将镀膜机加热、恒温、抽真空,将坩埚内的膜料手动预熔到熔融状态;

[0020] 步骤三:镀膜:采用电阻加热蒸发与阻电子束蒸发的方法进行真空蒸镀。

[0021] 步骤一中,锗基片采用配比为3:1的乙醚乙醇混合液进行擦拭,之后用无尘洁净布对锗基片表面进行擦拭。

[0022] 进一步优选,镀前恒温温度与镀膜温度为150-170 $^{\circ}\text{C}$ ,其中恒温时间为30-40min;镀膜前使用霍尔离子源进行清洁,清洁时间为700s,离子源阳极电压为150V,阳极电流为1.2A,发射极电流为2A。

[0023] 进一步优选,蒸镀过程中使用霍尔离子源助镀,其中离子源阳极电压为120V,阳极电流为1A,发射极电流为1.5A。

[0024] 进一步优选,蒸镀结束后使用霍尔离子源对膜层表面进行轰击,其中离子源阳极电压为100V,阳极电流为0.5A,发射极电流为1A。

[0025] 进一步优选,ZnS膜层采用钼舟加电阻加热蒸发的方式进行蒸镀,其中阻蒸电流为560-580A,ZnS膜层沉积速率为0.8-1 nm/s。

[0026] 进一步优选,Ge膜层采用无氧铜坩埚加电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为220-240mA,电子束光斑直径为2-3mm,Ge膜层沉积速率为0.25-0.35 nm/s。

[0027] 进一步优选, $\text{YbF}_3$ 膜层采用无氧铜坩埚加电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为30-40mA,电子束光斑直径为18-20mm, $\text{YbF}_3$ 膜层沉积速率为0.6-0.8 nm/s。

[0028] 进一步优选,红外加硬膜膜层采用钼坩埚加电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为190-210mA,红外加硬膜膜层沉积速率为0.1-0.2 nm/s;红外加硬膜膜料蒸镀时电子束光斑直径为16-18mm。

[0029] 进一步优选,在每层膜料蒸镀前在镀膜程序中均设有镀前预熔的自动化程序,都分为三个梯度进行,其中ZnS膜料熔料时的电阻电流和时间依次为400A-120s、520A-130s、570A-150s,Ge膜料熔料时的电子束电流和时间依次为150mA-30s、190mA-30s、230mA-30s, $\text{YbF}_3$ 膜料熔料时的电子束电流和时间依次为30mA-30s、45mA-30s、55mA-30s,红外加硬膜膜料熔料时的电子束电流和时间依次为170mA-30s、180mA-30s、200mA-30s。

[0030] 进一步优选,镀膜过程中采用石英晶体控制仪控制膜层沉积速率及膜层厚度。

[0031] 本发明的有益效果:

[0032] 至今现有红外光学系统应用中所用的红外镀膜锗镜片仅有红外增透膜锗镜片和红外加硬膜锗镜片,红外增透膜锗镜片8-12 $\mu\text{m}$ 波段透过率高,高达98%以上,但是其膜层的环境适应能力极差,膜层极易损坏;红外硬碳膜锗镜片8-12 $\mu\text{m}$ 波段透过率高环境适应能力极强,但是其透过率低下8-12 $\mu\text{m}$ 波段透过率最高仅有92%,在环境适应能力适中但是透过率要求相对较高的红外光学系统制作与应用中以上两者镜片均不能同时兼顾使用要求,只能通过复杂的光学设计增加镜片数量减小镜片厚度来实现,这极大的增加了光学系统设计与制作难度大幅提高了光学系统设计、制作成本,且镜片厚径比的较小降低了光学系统的防震等级,镜片极易破损。为解决上述问题,本发明提供了一种以锗单晶为基底的8-12 $\mu\text{m}$ 红外透过波段HD膜红外窗口片,根据锗镜片红外光学薄膜膜强度和光谱透过性要求选用特殊材料合理搭配膜层结构精细控制各膜层厚度设计优化锗镜片正面HD膜和反面高效增透膜,并利用设定特定工艺参数的镀膜机进行蒸镀制备,其8-12 $\mu\text{m}$ 波段透过率 $\geq 95\%$ ,耐重摩擦和环境适应能力高,其综合光学性能和膜层环境适应能力均介于红外增透膜锗镜片与红外硬碳膜锗镜片之间,可打破现有两种镀膜锗镜片的应用局限性,在环境适应能力适中但是透过率要求相对较高的红外光学系统制作与应用中可大幅降低光学系统设计与制作难度大幅提高了光学系统设计、制作成本,保证其防震等级。

#### 附图说明

[0033] 图1为本发明的膜系结构图。

[0034] 图2为本发明的单晶锗基片红外光谱图。

[0035] 图3为本发明的单面AR膜红外光谱图。

[0036] 图4为本发明的单面HD膜红外光谱图。

[0037] 图5为本发明的AR膜+HD膜锗窗口膜红外光谱图。

#### 具体实施方式

[0038] 为了使本发明的目的、技术方案和有益效果更加清楚,下面将对本发明的优选实施例进行详细的说明,以方便技术人员理解。

[0039] 本发明提供了一种8-12 $\mu\text{m}$ 波段HD膜红外锗窗口片,以单晶锗为基底,基底正面镀HD膜,基底反面镀AR膜;

[0040] 正面HD膜膜系结构为:

[0041] 基底/0.281H/0.475M/0.4641H/0.644M/0.578L/0.126P/空气;

[0042] 反面AR膜膜系结构为:

[0043] 基底/0.281H/0.475M/0.4641H/0.644M/0.578L/0.126M/空气;

[0044] 式中,H表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的Ge膜层;M表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的ZnS膜层;L表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的YbF<sub>3</sub>膜层;P表示一个 $\lambda_0/4$ 光学厚度的红外加硬膜膜层, $\lambda_0$ 为中心波长,H、M、L和P前的数字均为膜层的厚度比例系数。

[0045] 其中,锗基底的厚度为2-3mm;红外加硬膜膜层所用材料为Al<sub>2</sub>X<sub>y</sub>ZO<sub>3</sub>材料,Al<sub>2</sub>X<sub>y</sub>ZO<sub>3</sub>材料的折射率为2。

[0046]  $Al_2XyZO_3$ 材料是 $Al_2O_3$ 经过元素改性后得到,改性方式可以是物理改性或化学改性。

[0047] 改性原因:氧化铝由于耐热性强、晶相稳定、硬度高、耐磨性优良用于光学镜片膜层最外做保护膜可大幅提高光学镜片的环境适应能力,但由于 $Al_2O_3$ 氧化铝表面极性较强,与锗镜片基底结合性和相容性差,直接进行镀制极易脱膜,为此需对其进行改性,改性为先进进行物理改性再进行化学改性,以提高其与锗镜片基底的相容性与结合性。

[0048] 改性机理:(1)物理改性:通过机械力和超声波分散和高能处理法使其在介质中分散。机械力分散主要是通过依次通过研磨、球磨、砂磨、高速搅拌的方式使 $Al_2O_3$ 无机纳米粒子与高分子聚合物机械共混,形成无机复合材料。超声波分散是利用超声空化时产生的局部高温、高压或强冲击波和微射流等,减小 $Al_2O_3$ 纳米粒子间的作用能,防止纳米粒子团聚。高能处理法主要是通过高能粒子离子体射线作用,使 $Al_2O_3$ 纳米粒子表面受激产生活性点,增加表面活性,易于其他物质附着或发生化学反应,从而达到物理改性。(2)化学改性:利用硅烷偶联剂官能团与无机粉体表面生成化学键,偶联剂分子通过化学键的作用力紧密包覆在 $Al_2O_3$ 表面,硅烷偶联剂相当于一个桥梁,可以改善 $Al_2O_3$ 的分散性和 $Al_2O_3$ 与锗镜片基底的结合能力,使 $Al_2O_3$ 表面有机化而达到表面化学改性改性。

[0049] 上述8-12um波段HD膜红外锗窗口片的制备方法,包括如下步骤:

[0050] 步骤一:基片准备:将锗基片擦拭干净后装入镀膜机中;

[0051] 步骤二:镀前准备:将镀膜材料分别加入钼舟、无氧铜坩埚或钨坩埚中,将镀膜机加热、恒温、抽真空,将坩埚内的膜料手动预熔到熔融状态;

[0052] 步骤三:镀膜:采用电阻加热蒸发与阻电子束蒸发的方法进行真空蒸镀。

[0053] 具体步骤如下:

[0054] 1.基片检测:使用傅里叶光谱仪测量未镀锗基片的透过率。如图2所示,8-12um波段内平均透过率47%左右。

[0055] 2.反面AR膜镀制:

[0056] (1)采用乙醚乙醇混合液(配比为3:1),并用无尘洁净布进行对锗基片表面的擦拭,并将擦拭完的锗基片放入镀膜工件盘中。

[0057] (2)用酒精和无尘布擦拭真空室后用吸尘器清除尘,并将ZnS膜料置于钼舟中,Ge膜料和 $YbF_3$ 膜料置于不同的无氧铜坩埚锅位中。

[0058] (3)将放有锗基片的镀膜工件盘装入镀膜机中,并关闭室门。

[0059] (4)抽真空,打开烘烤,打开工转,烘烤工转为7转/分钟。

[0060] (5)基片烘烤,当烘烤温度达到160°C后,真空室内以该温度恒温35min。

[0061] (6)预熔Ge膜料:待室内真空度到达 $6 \times E - 3Pa$ 时候,坩埚位置旋转至Ge膜料锅位,打开高压高压,关闭电子枪挡板,打开电子枪,调节电子枪束流大小、光斑大小、光斑位置,对Ge膜料进行预熔,直至Ge膜料为熔融状态,关闭高压,关闭电子枪。

[0062] (7)预熔 $YbF_3$ 膜料:Ge膜料预熔完成后,坩埚位置旋转至 $YbF_3$ 膜料锅位,打开高压高压,关闭电子枪挡板,打开电子枪,调节电子枪束流大小、光斑大小、光斑位置,对 $YbF_3$ 膜料进行预熔,直至 $YbF_3$ 膜料为熔融状态,关闭高压,关闭电子枪。

[0063] (8)离子源预清洁:待真空度达到 $3 \times E - 3Pa$ 时候,打开离子源对基片进行镀前清洁,清洁时间为700s,其中离子源阳极电压为150V,阳极电流为1.2A,发射极电流为2A。

[0064] (9) 离子源助镀:各膜层镀制过程中均使用离子源助镀,其中离子源阳极电压为120V,阳极电流为1A,发射极电流为1.5A。

[0065] (10) ZnS膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对ZnS膜料进行预熔,分三个梯度进行,其电阻电流和时间依次为400A-120s、520A-130s、570A-150s,预熔完成后,打开阻蒸挡板,采用电阻加热方式进行蒸镀,其中阻蒸电流为 $570 \pm 3$ A,ZnS膜层沉积速率为0.8nm/s。

[0066] (11) Ge膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对Ge膜料进行预熔,分三个梯度进行,其电子束电流和时间依次为150mA-30s、190mA-30s、230mA-30s,预熔完成后,打开电子枪挡板,采用电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为 $235 \pm 5$ mA,电子束光斑大小为2.5mm,Ge膜层沉积速率为0.3nm/s。

[0067] (12) YbF<sub>3</sub>膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对YbF<sub>3</sub>膜料进行预熔,分三个梯度进行,其电子束电流和时间依次为30mA-30s、45mA-30s、55mA-30s,预熔完成后,打开电子枪挡板,采用电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为 $40 \pm 2$ mA,电子束光斑大小为18mm,YbF<sub>3</sub>膜层沉积速率为0.6nm/s。

[0068] (13) 膜系镀制:根据上述膜系结构及膜层镀制工艺参数依次镀制锗基底反面AR膜各膜层。

[0069] (14) 最后一层薄膜镀制结束后使用离子源继续对膜表面进行轰击5min,以增强膜层牢固度,其中离子源阳极电压为100V,阳极电流为0.5A,发射极电流为1A。

[0070] (15) 镀膜结束后,当真空室内温度不高于70°C时,打开真空室,取出镀膜元件。

[0071] 使用傅里叶光谱仪检测单面AR膜镀膜元件的透过率,如图3所示,8-12um波段内平均透过率大于64%。

[0072] 3. 正面HD膜镀制:

[0073] (1) 采用乙醚乙醇混合液(配比为3:1),并用无尘洁净布进行对锗基片和镀有单面AR膜的基片表面擦拭,并将擦拭完的锗基片和镀有单面AR膜的锗基片放入镀膜工件盘中。

[0074] (2) 用酒精和无尘布擦拭真空室后用吸尘器清除尘,并将ZnS膜料置于钼舟中,Ge膜料和YbF<sub>3</sub>膜料置于不同的无氧铜坩埚锅中,红外加硬膜料置于钼坩埚锅中。

[0075] (3) 将放有锗基片的镀膜工件盘装入镀膜机中,并关闭室门。

[0076] (4) 抽真空,打开烘烤,打开工转,烘烤工转为7转/分钟。

[0077] (5) 基片烘烤,当烘烤温度达到160°C后,真空室内以该温度恒温35min。

[0078] (6) 预熔Ge膜料:待室内真空度到达 $6 \times 10^{-3}$ Pa时候,坩埚位置旋转至Ge膜料锅位,打开高压高压,关闭电子枪挡板,打开电子枪,调节电子枪束流大小、光斑大小、光斑位置,对Ge膜料进行预熔,直至Ge膜料为熔融状态,关闭高压,关闭电子枪。

[0079] (7) 预熔YbF<sub>3</sub>膜料:Ge膜料预熔完成后,坩埚位置旋转至YbF<sub>3</sub>膜料锅位,打开高压高压,关闭电子枪挡板,打开电子枪,调节电子枪束流大小、光斑大小、光斑位置,对YbF<sub>3</sub>膜料进行预熔,直至YbF<sub>3</sub>膜料为熔融状态,关闭高压,关闭电子枪。

[0080] (8) 离子源预清洁:待真空度达到 $3 \times 10^{-3}$ Pa时候,打开离子源对基片进行镀前清洁,清洁时间为700s,其中离子源阳极电压为150V,阳极电流为1.2A,发射极电流为2A。

[0081] (9) 离子源助镀:各膜层镀制过程中均使用离子源助镀,其中离子源阳极电压为120V,阳极电流为1A,发射极电流为1.5A。

[0082] (10) ZnS膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对ZnS膜料进行预熔,分三个梯度进行,

其电阻电流和时间依次为400A-120s、520A-130s、570A-150s,预熔完成后,打开阻蒸挡板,采用电阻加热方式进行蒸镀,其中阻蒸电流为 $570 \pm 3$ A,ZnS膜层沉积速率为0.8nm/s。

[0083] (11) Ge膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对Ge膜料进行预熔,分三个梯度进行,其电子束电流和时间依次为150mA-30s、190mA-30s、230mA-30s,预熔完成后,打开电子枪挡板,采用电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为 $235 \pm 5$ mA,电子束光斑大小为2.5mm,Ge膜层沉积速率为0.3nm/s。

[0084] (12) YbF<sub>3</sub>膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对YbF<sub>3</sub>膜料进行预熔,分三个梯度进行,其电子束电流和时间依次为30mA-30s、45mA-30s、55mA-30s,预熔完成后,打开电子枪挡板,采用电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为 $40 \pm 2$ mA,电子束光斑大小为18mm,YbF<sub>3</sub>膜层沉积速率为0.6nm/s。

[0085] (13) 红外加硬膜膜层镀制:镀前采用自动预熔程序对红外加硬膜膜料进行预熔,分三个梯度进行,其电子束电流和时间依次为170mA-30s、180mA-30s、200mA-30s,预熔完成后,打开电子枪挡板,采用电子束蒸发的方式进行蒸镀,其中电子束流为 $205 \pm 5$ mA,电子束光斑大小为16mm,Ge膜层沉积速率为0.2nm/s。

[0086] (14) 膜系镀制:根据上述膜系结构及膜层镀制工艺参数依次镀制锗基底和镀有单面AR膜锗基底的反面HD膜各膜层。

[0087] (15) 最后一层薄膜镀制结束后使用离子源继续对膜表面进行轰击5min,以增强膜层牢固度,其中离子源阳极电压为100V,阳极电流为0.5A,发射极电流为1A。

[0088] (16) 镀膜结束后,当真空室内温度不高于70℃时,打开真空室,取出镀膜元件。

[0089] 使用傅里叶光谱仪依次检测单面HD膜和AR膜+HD膜镀膜元件的透过率,单面HD膜红外光谱图如图4所示,8-12um波段内平均透过率大于63%。AR膜+HD膜红外锗窗口片的红外光谱图如图5所示,8-12um波段内平均透过率大于97%。

[0090] 对上述所得AR膜+HD膜镀膜元件进行如下性能测试,测试参照GJB2485-95光学薄膜通用规范,具体如下:

[0091] (1) 附着力试验:用2cm宽,剥离强度不小于2.74N/cm的胶带牢牢贴在膜层表面,垂直迅速拉起后,无脱膜现象。

[0092] (2) 高低温试验:将镀膜元件放入高低温试验中,分别在-65℃的低温和70℃的高温中保温5h后,取出镀膜元件检测膜层均无起皮、起泡、裂纹、脱膜等现象。

[0093] (3) 耐磨试验:在橡皮摩擦头外包裹两层干燥脱脂纱布,保持9.8N压力下顺着同一轨迹对膜层进行摩擦,往返40次,膜层均无擦痕等损伤。

[0094] (4) AR膜耐磨试验:在橡皮摩擦头外包裹两层干燥脱脂纱布,保持4.9N压力下顺着同一轨迹对膜层进行摩擦,往返50次,膜层均无擦痕等损伤。

[0095] (5) HD膜重摩擦试验:膜层经受9.8N橡皮摩擦头摩擦40次,表面未出现擦痕等痕迹现象。

[0096] (6) 湿热试验:将镀膜元件放置在湿热试验箱中(温度50℃,湿度95%),静置24h后取出,再将其放置在常温下4h后,用3M胶带垂直方向拉扯5次,测试后膜层表面无变色、龟裂、脱膜现象。

[0097] (7) 水煮试验:将镀膜元件置于恒温水浴锅中,将蒸馏水温度加热至80℃,并保持3h后取出镀膜元件置于室内2h后,膜层表面无变色、脱落、裂纹等现象。

[0098] (8) 盐雾试验:将镀膜元件置于盐雾试验箱中,温度保持为35°C,PH为6.5-7.2范围,用5%的NaCl溶液连续24h对膜层表面进行盐水喷雾,结束后取出镀膜元件并用纯水冲洗干净,将其静置在室内2h后,表面无变色、脱膜现象。

[0099] 最后说明的是,以上优选实施例仅用于说明本发明的技术方案而非限制,尽管通过上述优选实施例已经对本发明进行了详细的描述,但本领域技术人员应当理解,可以在形式上和细节上对其作出各种各样的改变,而不偏离本发明权利要求书所限定的范围。

红外加硬膜层
YbF <sub>3</sub> 膜层
ZnS膜层
Ge膜层
ZnS膜层
Ge膜层
单晶锗基底
Ge膜层
ZnS膜层
Ge膜层
ZnS膜层
YbF <sub>3</sub> 膜层
ZnS膜层

图1

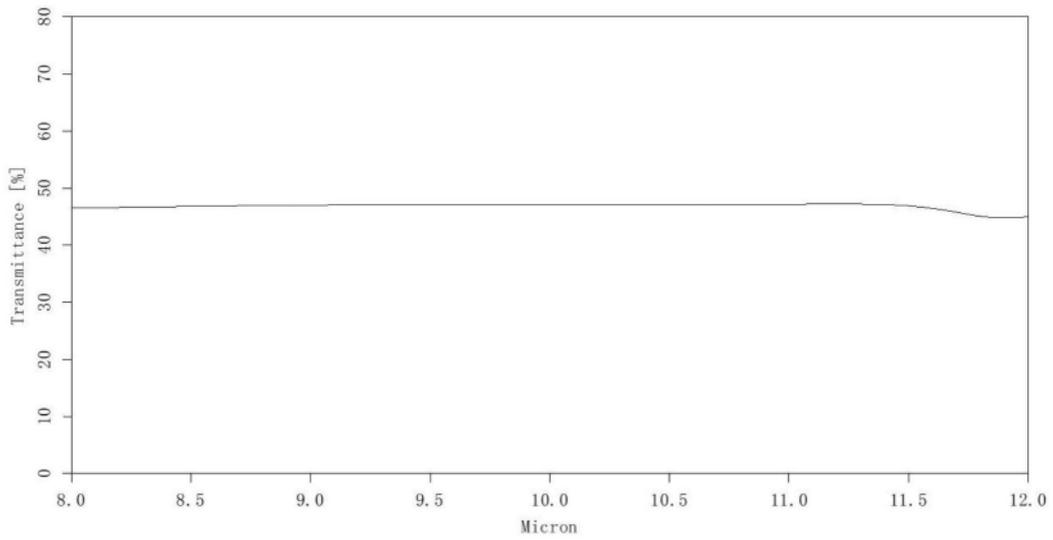


图2

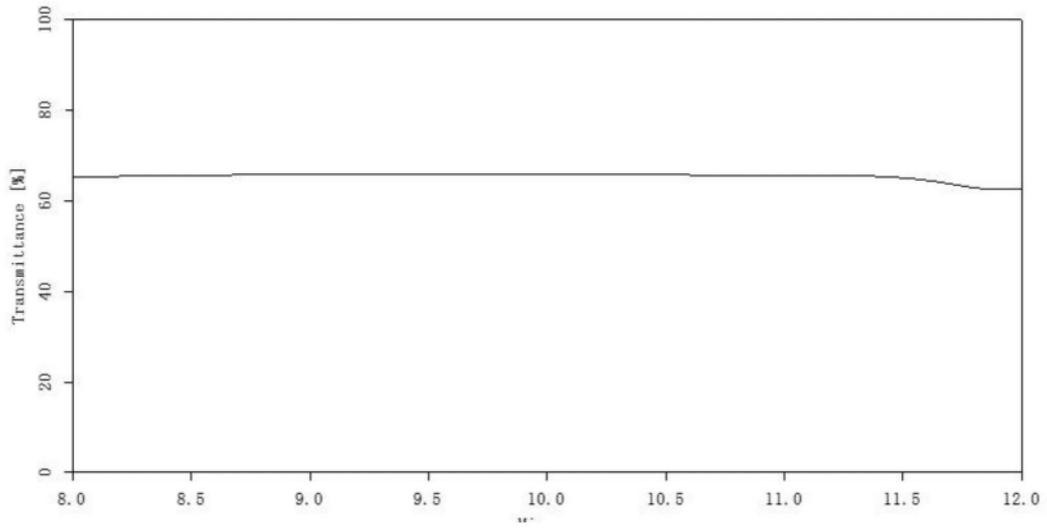


图3

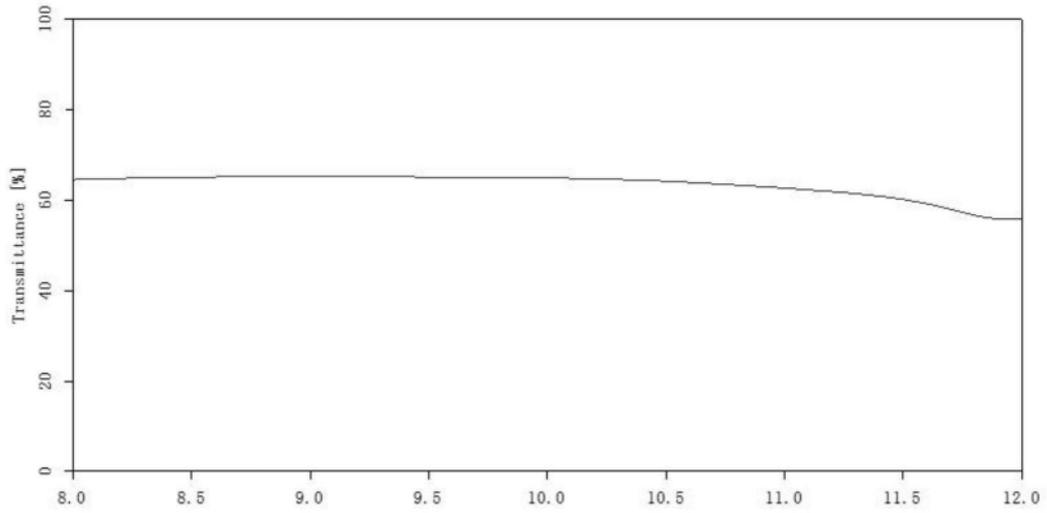


图4

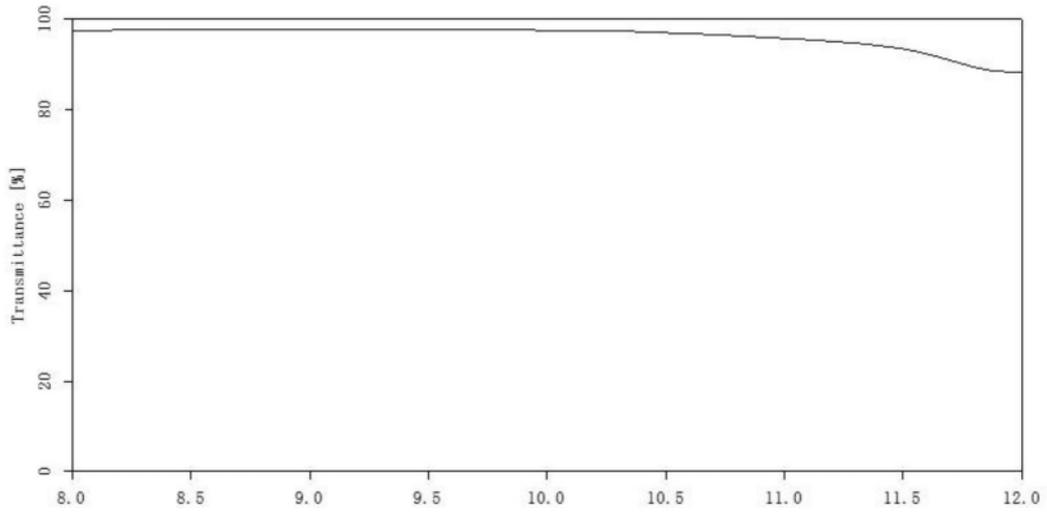


图5