



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102115868 A

(43) 申请公布日 2011. 07. 06

(21) 申请号 200910247645. 4

(22) 申请日 2009. 12. 30

(71) 申请人 上海欧菲尔光电技术有限公司

地址 200434 上海市虹口区汶水东路 888 号

(72) 发明人 周东平 赵培

(74) 专利代理机构 上海科盛知识产权代理有限

公司 31225

代理人 杨元焱

(51) Int. Cl.

*G23C 14/24* (2006. 01)

*G23C 14/08* (2006. 01)

*G02B 1/10* (2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

红外窗口的氧化铝保护膜制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种红外窗口的氧化铝保护膜制备方法,是利用电子束直接蒸发金属铝形成铝原子蒸气,与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $Al_2O_3$  沉积在基片表面制备而成。本发明利用  $Al_2O_3$  材料的透明性与硬度,既能实现使用波段高透明、低吸收的光学要求,又能实现高硬度、高质密性的保护要求。通过化学反应沉积的  $Al_2O_3$  薄膜与基片的附着力好,致密性与硬度高,能对基片起到良好的保护作用。

1. 一种红外窗口的氧化铝保护膜制备方法,是在红外窗口基片的两面分别制备一层  $\text{Al}_2\text{O}_3$  保护膜,其特征在于:所述的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  保护膜是利用电子束直接蒸发金属铝形成铝原子蒸气,与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $\text{Al}_2\text{O}_3$  沉积在基片表面制备而成。

2. 如权利要求 1 所述的红外窗口的氧化铝保护膜制备方法,其特征在于:所述的铝原子蒸气与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $\text{Al}_2\text{O}_3$  沉积在基片表面的工艺参数为:

本底真空度 : $0.5 \sim 6.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$  ;

工作真空度 : $8.0 \times 10^{-3} \sim 3.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$  ;

温度 : $150 \sim 350^\circ\text{C}$  ;

离子源功率 : $500 \sim 2000\text{W}$  ;

工作气体 : $\text{O}_2, \text{Ar}$  ;

充气流量 : $10 \sim 200\text{sccm}$  ;

沉积速率 : $3 \sim 20\text{nm}/\text{min}$ 。

## 红外窗口的氧化铝保护膜制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种光学器件的制作方法,尤其涉及一种红外窗口的氧化铝保护膜制备方法。

### 背景技术

[0002] 红外窗口是红外光学系统中的必备部件,能够保证光学系统在使用环境中稳定工作。用来制作红外窗口的材料一般质地较软,并且耐环境腐蚀性差,如氟锆酸盐玻璃、氟镓酸盐玻璃、ZnS 等。如果在苛刻的条件下使用,如在高马赫飞行的战斗机或盐雾环境下的舰艇中使用,则需要在红外窗口表面沉积一层保护薄膜,以增加窗口的硬度、机械强度和耐腐蚀性。

[0003]  $Al_2O_3$  薄膜具有很高的硬度,膜层致密,并且耐酸耐碱,抗腐蚀性良好,可以为基片提供良好的保护效果。并且, $Al_2O_3$  在紫外到中波红外的波段内均有良好的透明性与低吸收。因此, $Al_2O_3$  薄膜可以同时满足保护性与透明性的要求。

[0004] 目前, $Al_2O_3$  薄膜的制备方法采用电子枪蒸发方法。该方法利用高速电子加热  $Al_2O_3$  材料,使其加热熔化蒸发,然后沉积到基片上成膜。该方法存在以下几个缺点:

[0005] 1、 $Al_2O_3$  材料的熔点高,易喷溅,容易形成点子,造成薄膜表面质量下降。

[0006] 2、直接蒸发  $Al_2O_3$  材料形成的薄膜与窗口基片的附着力差,易脱膜。

### 发明内容

[0007] 本发明的目的,就是为了解决上述问题,提供一种红外窗口的氧化铝保护膜制备方法。

[0008] 为了达到上述目的,本发明采用了以下技术方案:一种红外窗口的氧化铝保护膜制备方法,是在红外窗口基片的两面分别制备一层  $Al_2O_3$  保护膜,其特征在于:所述的  $Al_2O_3$  保护膜是利用电子束直接蒸发金属铝形成铝原子蒸气,与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $Al_2O_3$  沉积在基片表面制备而成。

[0009] 2、如权利要求 1 所述的红外窗口的氧化铝保护膜制备方法,其特征在于:所述的铝原子蒸气与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $Al_2O_3$  沉积在基片表面的工艺参数为:

[0010] 本底真空度: $0.5 \sim 6.0 \times 10^{-3} Pa$ ;

[0011] 工作真空度: $8.0 \times 10^{-3} \sim 3.0 \times 10^{-2} Pa$ ;

[0012] 温度: $150 \sim 350^\circ C$ ;

[0013] 离子源功率: $500 \sim 2000 W$ ;

[0014] 工作气体: $O_2, Ar$ ;

[0015] 充气流量: $10 \sim 200 sccm$ ;

[0016] 沉积速率: $3 \sim 20 nm/min$ 。

[0017] 本发明红外窗口的氧化铝保护膜制备方法由于采用了以上技术方案,使其与现有

技术相比,具有以下优点和和特点:

[0018] 1、本发明利用  $Al_2O_3$  材料的透明性与硬度,既能实现使用波段高透明、低吸收的光学要求,又能实现高硬度、高质密性的保护要求。

[0019] 2、通过化学反应沉积的  $Al_2O_3$  薄膜与基片的附着力好,致密性与硬度高,能对基片起到良好的保护作用。

[0020] 3、离子辅助沉积增大沉积粒子的能量与活性,能明显改善薄膜的性能。

[0021] 4、金属铝的熔点低,蒸发时处于完全熔融状态,不易产生溅点,能够提高膜层的表面质量。

### 具体实施方式

[0022] 本发明红外窗口的氧化铝保护膜制备方法,是在红外窗口基片的两面分别制备一层  $Al_2O_3$  保护膜,该  $Al_2O_3$  保护膜是利用电子束直接蒸发金属铝形成铝原子蒸气,与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $Al_2O_3$  沉积在基片表面制备而成。

[0023] 上述铝原子蒸气与离子源产生的氧离子在基片表面通过化学反应生成  $Al_2O_3$  沉积在基片表面的工艺参数为:

[0024] 本底真空度:  $0.5 \sim 6.0 \times 10^{-3} Pa$ ;

[0025] 工作真空度:  $8.0 \times 10^{-3} \sim 3.0 \times 10^{-2} Pa$ ;

[0026] 温度:  $150 \sim 350^\circ C$ ;

[0027] 离子源功率:  $500 \sim 2000 W$ ;

[0028] 工作气体:  $O_2, Ar$ ;

[0029] 充气流量:  $10 \sim 200 sccm$ ;

[0030] 沉积速率:  $3 \sim 20 nm/min$ 。

[0031] 具体的操作步骤如下:

[0032] A、清洁基片 A 面,去除表面的灰尘与油渍;

[0033] B、装入镀膜设备,抽真空;

[0034] C、按照工艺参数在 A 面沉积  $Al_2O_3$  保护薄膜;

[0035] D、沉积后冷却、取件;

[0036] E、清洁基片 B 面,去除表面灰尘与油渍;

[0037] F、装入镀膜,抽真空;

[0038] G、按照工艺参数在 B 面沉积  $Al_2O_3$  保护薄膜;

[0039] H、沉积后冷却,取件。

[0040] 实施例 1:氟锆酸盐红外窗口保护膜的制备

[0041] 采用上述的工艺步骤,在 50mm 口径的氟锆酸盐窗口上镀制了双面保护膜,镀制工艺条件为:

[0042] 温度:  $300^\circ C$ ,恒温时间: 3 小时;

[0043] Al 蒸发速率:  $9 \sim 18 nm/min$ ;

[0044] 厚度:  $2 \mu m$ ;

[0045] 离子源功率:  $2000 W$ 。

[0046] 镀制完成后,用 3M 公司的聚酰亚胺高温胶带测试基片的附着力,经 50 次反复撕拉

后,膜层未脱落。

[0047] 将基片置于 2%浓度的盐酸中浸泡 10 分钟,镀膜表面未见变化,测试光谱未变化,但未镀膜的侧面已出现明显腐蚀。

[0048] 将基片置于 2%浓度的 NaOH 中浸泡 10 分钟,镀膜表面未见变化,测试光谱未变化,但未镀膜的侧面已出现明显腐蚀。

[0049] 实施例 2 :氟镓酸盐球罩窗口保护膜的准备

[0050] 采用上述的工艺步骤,在直径 154mm 的氟镓酸盐球罩窗口上镀制了增透膜,使用波段为 3.7 ~ 4.8um。增透膜的结构为 G/H/L,其中,G 代表基片,H 代表  $Al_2O_3$ ,L 代表  $SiO_2$ , $Al_2O_3$  的厚度为 2 ~ 2.5um, $SiO_2$  的厚度为 680nm。增透膜的工艺条件为 :

[0051] 温度 :250 度,恒温时间 :2 小时 ;

[0052] Al 蒸发速率 :10 ~ 19nm/s, $SiO_2$  蒸发速率 :1 ~ 1.2nm/s ;

[0053] 离子源功率 :2000W。

[0054] 镀制完成后,测试了被镀片的光谱曲线。测量结果表明镀膜后被镀片透射率提高 13%左右,起到明显的增透效果。