

ThF₄ 保护膜镀制与防护技术的实验研究

隋振东 吴滨江 马明春 王海全 康桂兰

(黑龙江省技术物理所)

提要: 本文报导用研制四氟化钍(ThF₄)镀制金膜反射镜保护膜的结果。

Experimental study on the deposition of ThF₄ protective film and its radioactive protection

Sui Zhendong, Wu Binjiang, Ma Minchun, Wang Haiquan, Kang Guilan

(Institute of Technical Physics, Heilongjiang Province)

Abstract: This paper describes the results of ThF₄ protective coating on the gold coated reflectors.

引言

金膜反射镜是 CO₂ 激光器光腔和激光技术中重要的组成部分,但是,金膜本身存在着机械性能低,质软不耐摩擦等缺点。严重地影响了金膜的使用寿命和抗激光强度的能力。在连续 CO₂ 激光中使用的金膜反射镜,激光功率为 500 瓦时,一般使用寿命为半年,1000 瓦时,通常寿命为 2~4 个月,5000 瓦时,只能工作一周。当脉冲激光束功率密度高于 4×10^4 瓦时,金膜开始破坏。采用薄膜保护复层,它的光学厚度比欲提高反射率的波长小很多,就能改善金膜层以上缺点。有多种材料可制作硬保护膜层,例如二氧化锆、氟化钡、氧化镁和氟化铈。但是,对制作 10.6 微米金膜的保护膜层都不够理想。ThF₄ 对 10.6 微米的折射率低,光学性能好,

透明区宽(200 毫微米~15 微米),吸收系数小于 $0.001 \sim 0.002$ 厘米⁻¹,抗激光能量高于 4.8×10^6 瓦/厘米²,不溶于水。用 ThF₄ 镀制的膜层的机械强度、耐久性和摩擦性能都很好。化学性能稳定,不吸湿,能够牢固地附着在金属基底上。ThF₄ 又是制备多层膜的好材料,如在金、银、铝等基层上能够用 (ThF₄/ZnS) 或 (ThF₄/ZnSe) 组合制备增反膜,其反射率有明显增高。也可用 ThF₄ 制备 KCl、NaCl 等晶体的防潮膜,其效果不错。

镀制实验

ThF₄ 是含放射性同位素物质,因此,在镀制时需要注意防护的问题。经计算,在本实验中每次实验用量所具有的放射性强度(α)为 0.1222 微居里,产生的 ²³²Th 废物量

收稿日期:1982年3月29日。

为 0.611 克, 强度很弱, 外照射可以忽略。但是 ^{232}Th 半衰期长达 1.39×10^{10} 年, 高毒放射性物质, 内照射损伤是严重的。因而防护的重点是严防人体、设备工具、环境和空气的污染。我们采用了局部封闭的手套箱防护技术。工作容积为 1米^3 , 通风量为 $100 \text{米}^3/\text{分}$ 。工作时为负压(最小负压为 20 托)。工作时采用高空稀释排放, 烟囱高为 20 米。

在实验室中设有 FJ-335D 表面沾污仪, FJ-332 低本底 α 测量仪, FJ-352 多用剂量仪, 随时进行监测。

膜材料的纯度, 基底抛光净化和蒸镀条件的研究, 对于制备优质少缺陷的膜层来说是非常重要的。

在制备铬、金、 ThF_4 三层膜中, 三种材料的纯度为 99.99%。K₈ 光学玻璃和铜为基底, 采用一次连续制备完成。先将玻璃基底浸入苛性钠溶液里, 然后用稀硝酸清洗, 蒸馏水(去离子)漂洁后, 再用乙醇和乙醚的混合液放在超声波清洗机中洗漱一刻钟。铜基底的清洗有所不同, 需先用石油醚放在超声波清洗机中洗漱一刻钟, 然后用蒸馏水、乙丙醇等洗漱。在上机镀制前要经混合液擦拭和检查。为增强金膜对玻璃基底的附着, 在基片和蒸镀金膜间淀积铬薄膜(300 埃)。金膜镀制时的真空度为 5×10^{-6} 托, 蒸发速率为每秒 25 埃。 ThF_4 的放气量很大, 为避免爆炸性的除气, 一方面要采取间接式加热源, 另一方面要选择适宜的除气时间和温升梯度。淀积率和基底温度以及蒸发源材料都是关系膜层质量的关键。用大的钨舟蒸发源, 淀积速率为 $5 \sim 8$ 埃/秒, 基片温度为 240°C , 得到了缺陷少、低吸收的膜层。

实验结果

镀了 ThF_4 保护膜层之后, 提高了金膜的机械强度, 能经受有机溶剂和水擦拭清洗, 抗激光强度的能力有明显提高。用双脉冲



图 1 K₈ 玻璃基底 Cr/Au 膜功率密度 1.2×10^6 瓦/厘米² (放大 $\times 20$)

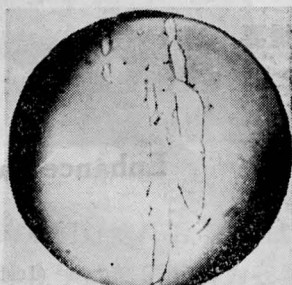


图 2 K₈ 玻璃基底 Cr/Au/ThF₄ 膜, 功率密度 1.2×10^6 瓦/厘米² (放大 $\times 20$)

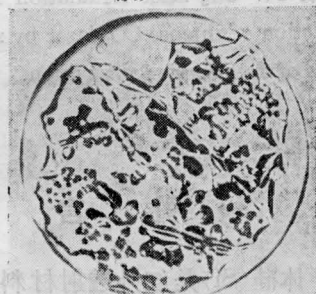


图 3 黄铜基底 Cr/Au 膜, 功率密度 3.5×10^6 瓦/厘米² (放大 $\times 20$)

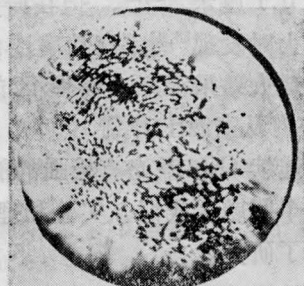


图 4 黄铜基底 Cr/Au/ThF₄ 膜, 功率密度 3.5×10^6 瓦/厘米² (放大 $\times 20$)

(下转第 25 页)

个, II组 30个, III组 9个,

抽检喷油嘴采用钻孔、电火花打孔、激光未调制打孔及激光调制打孔四个零件的圆柱度及孔壁的表面光洁度比较见表7。由于该零件孔口表面还要磨去0.10~0.15毫米,结果采用调制打孔圆柱度并不高于电火花打孔。从孔壁的表面质量来看,未调制打孔光洁度最差,而调制打孔时孔壁最为光洁(见图3)。

(上接第27页)

CO₂激光器(脉宽为0.3微秒)对膜层进行了抗激光强度实验,结果见图1~4。图1和图3是在不同基底上未镀保护膜的情形;图2和图4是在不同基底上镀了ThF₄保护膜的情形。从照片可以清楚地看出,在同一基底材料上镀保护膜和未镀保护膜的金膜,在同一功率密度的CO₂激光束作用下,遭到的破坏程度(面积大小、深度、状态)是完全不同的。

对多种高真空蒸镀的金膜和加镀ThF₄保护膜层后的金膜反射镜进行了反射率测量。镀保护膜后,反射率降低小于0.5%。在2.5~15微米波长范围内,吻合在1%,见图5。

(上接第29页)

M. R. T. Siregar 等人在控制硅片温度(78~850 K)的情况下测量了硅对CO₂激光的透射率,观察到600 K是透射率下降的突变点^[7]。本文的分析与Siregar等人的看法是一致的。G. K. Celler 等人^[4]在研究离子注入硅的连续CO₂激光退火时先将硅片预热到350°C左右,然后再受CO₂激光辐照。实验证明这样可以用较低的激光功率而收到更好的效果。从本文工作来看,样品预热除可减小辐照时的热应力外,一个重要的作用是由于热激发使自由载流子的浓度提高,从而大大增强硅对CO₂激光能量的吸收。Celler 等人选择的预热温度“350°C”与本文得到的600 K是很一致的。

从上述激光脉冲超声调制打孔的实验效果可以看出,对喷油嘴上的微孔以及相类似的不需二次加工的微孔零件,采用激光打孔在工艺上就是可行的了。

参 考 文 献

- [1] Ф. Ф. 沃道互托夫等;《激光在工艺中的应用》,机械工业出版社,1980年。

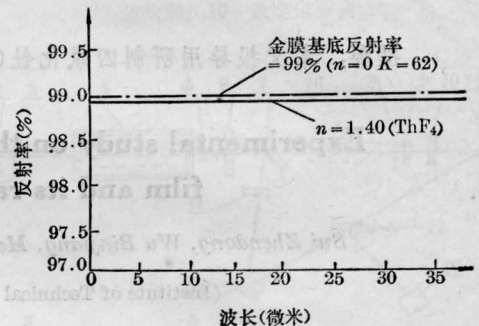


图5 反射率测量曲线

对镀制ThF₄保护膜后的镜片进行了放射性强度的测量,结果为 $1.4 \times 10^{-14} \sim 7.5 \times 10^{-14}$ 居里/厘米²,符合国家放射性卫生防护规定(GBJ-8-74),合乎安全使用标准。

本文经周光地先生审阅修改,工作期间曾与邹世昌先生进行过有益的讨论,并得到赵建荣、孙祉伟同志实验上的帮助,在此致谢。

参 考 文 献

- [1] H. F. Wolf; Silicon Semiconductor Data, 1969.
[2] L. Jastrzebski et al.; J. Electrochemical Soc., 1979, 126, No. 2, 260.
[3] M. Miyao et al.; Appl. Phys. Lett., 1979, 35, No. 3, 227.
[4] 李元恒;《北京光学》, 1981, 4, 38.
[5] Max Born et al.; Principles of Optics, 1975.
[6] 黄昆等;“半导体物理学”, 1958年。
[7] M. R. T. Siregar et al.; Appl. Phys. Lett., 1980, 36, No. 10, 787.