

## 激光与光电子学进展

基于  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃的长波红外增透膜研制刘卓<sup>1,2</sup>, 张友良<sup>1</sup>, 李刚<sup>1</sup>, 杨伟声<sup>1\*</sup>, 王雪颖<sup>2</sup>, 谢启明<sup>1\*\*</sup>, 杨晓京<sup>2\*\*\*</sup><sup>1</sup>云南北方光学科技有限公司, 云南 昆明 650217;<sup>2</sup>昆明理工大学机电工程学院, 云南 昆明 650500

**摘要**  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃基底沉积红外光学薄膜存在牢固性不足的缺点, 以膜层牢固性为研究对象来解决膜层附着力问题。首先选择了合适的膜层材料, 完成了膜系的设计及优化; 然后以沉积温度为影响因素进行单因素实验, 研究了 ZnS 连接层的镀制工艺和残余应力, 采用无离子源辅助的办法降低了连接层的残余应力, 提高了膜层附着力; 最终解决了较高温度下的薄膜脱膜问题, 研制了一种透过波段为 8~12  $\mu\text{m}$  的红外增透膜, 并确定了镀制工艺运用于实际生产。所制备的薄膜平均透过率为 98%、平均反射率为 0.6%, 附着力、高低温、湿热实验满足 GJB2845—1995 标准中的要求。

**关键词** 薄膜; 增透膜; 硫系玻璃; 连接层; 红外光学; 残余应力

中图分类号 O484

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP220737

Development of Longwave Infrared Antireflective Coating Based on  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  Chalcogenide GlassLiu Zhuo<sup>1,2</sup>, Zhang Youliang<sup>1</sup>, Li Gang<sup>1</sup>, Yang Weisheng<sup>1\*</sup>, Wang Xueying<sup>2</sup>,  
Xie Qiming<sup>1\*\*</sup>, Yang Xiaojing<sup>2\*\*\*</sup><sup>1</sup>Yunnan KIRO Photonics Co. Ltd, Kunming 650217, Yunnan, China;<sup>2</sup>Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650500, Yunnan, China

**Abstract** Infrared optical coatings deposited on the  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  chalcogenide glass have the disadvantage of poor adhesion. The firmness of the coating has been a major research object to solve the problem of coating adhesion. First, the appropriate film source materials were chosen, and the design and optimization of the film system were completed. The single factor experiment was carried out with the deposition temperature as the influencing factor, and the deposition process and residual stress of the ZnS connection layer were examined. The method without an ion source was used to reduce the residual stress of the connection layer and improve film adhesion. Finally, the problem of coating adhesion at higher temperatures was solved. An infrared antireflective coating with an 8–12  $\mu\text{m}$  wavelength was developed, and the deposition process was applied to practical production. The average transmittance and reflectance of the prepared film were 98% and 0.6%, respectively. The adhesion, high and low temperature, and humidity experiment met the requirements of the GJB2845—1995 standard.

**Key words** thin films; antireflective coating; chalcogenide glass; connection layer; infrared optical; residual stress

## 1 引言

随着红外技术的发展, 红外光学系统在军事领域得到广泛应用, 民用市场逐步拓宽, 需求与日俱增, 对成像质量、使用的稳定性以及成本等方面提出了更高的要求, 所使用光学元件的材料、红外光学薄膜性能都是重要的影响因素。本研究采用  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃作

为基底进行长波红外增透膜的研制。 $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃具备优异的消色差、消热差性能, 在较复杂的环境中可获得稳定的成像质量, 常被用在非制冷红外光学系统中, 是一种非晶体红外光学材料。大批量需求的小口径镜片现可以采用精密模压成型法制造, 可重复性好、原材料储备充足, 有助于降低生产成本<sup>[1]</sup>。并且, 其透过范围宽、透过率高, 例如湖北新华光信息材料股

收稿日期: 2022-01-14; 修回日期: 2022-02-15; 录用日期: 2022-02-28; 网络首发日期: 2022-03-10

通信作者: \*ywsh2007@126.com; \*\*646010668@qq.com; \*\*\*xjyang@vip.sina.com

份有限公司<sup>[2]</sup>生产的  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  在 1~13  $\mu\text{m}$  波段透过率均大于 60%。随着其光学表面加工的问题逐步解决,  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃在红外领域的运用范围进一步拓展, 人们对其镀膜也展开了广泛的研究。

2003 年, Zhang 等<sup>[3]</sup> 在  $\text{Ge}_{22}\text{As}_{20}\text{Se}_{58}$  基底上镀制了减反膜, 在 8~11  $\mu\text{m}$  波段将平均透过率从 70% 提高到 97%。2017 年, 费海明<sup>[4]</sup> 在  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  基底上制备的增透膜与保护膜, 平均透过率大于 90%。付秀华等<sup>[5]</sup> 基于  $\text{Ge}_{28}\text{Sb}_{12}\text{Se}_{60}$  研制了一种连接层 M-11, 用于解决所研制短中波红外增透膜附着力问题, 所研制的短中波减反膜在 1.4~2.5  $\mu\text{m}$  和 3.5~4.5  $\mu\text{m}$  波段平均透过率分别为 96.3% 和 97.4%。金扬利等<sup>[6]</sup> 以  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  为基底在 75  $^{\circ}\text{C}$  条件下制备了一种膜层稳定的 8~12  $\mu\text{m}$  波段的减反膜, 平均剩余反射率为 1%。2020 年, 付秀华等<sup>[7]</sup> 基于  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  研制了一种减反保护膜, 在 8~12  $\mu\text{m}$  波段平均反射率为 3.0%, 环境适应性实验满足 GJB2485—1995 标准, 沉积温度为 80  $^{\circ}\text{C}$ 。2021 年, 付秀华等<sup>[8]</sup> 基于模压非球面  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  研制了一种 3.7~4.8  $\mu\text{m}$  波段的红外增透膜, 以 ZnSe 作为连接层解决膜层脱膜问题, 平均透过率达到 99.12%, 环境适应性满足 MIL-C-48497A 标准。近年来, Umicore 公司进行  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  基底的镀膜服务, 在 8~12  $\mu\text{m}$  波段制备的增透膜平均透过率大于 97%, 环境适应性满足 MIL-C-

48497A 标准<sup>[9]</sup>。Lightpath Technologies 公司以  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  为基底镀制增透膜, 在 8~12  $\mu\text{m}$  波段平均透过率达到 95% 以上, 平均反射率低于 0.75%<sup>[10]</sup>。

迄今为止, 现有以  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  为基底的膜系及镀制工艺相比 Ge 基底不够成熟, 有必要加深研究, 提高光学性能, 基于所用设备的性能进行工艺研究。  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  具有热膨胀系数大、软化点温度低、存在膜-基结合性能差、膜层残余应力大、易引起基底变形的缺点, 受温度影响较大。在温度较低的情况下可获得稳定性稍好的膜层, 但温度较低时膜层的生长质量相对较差<sup>[11]</sup>。本研究以  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  为基底研制增透膜, 解决较高镀膜温度下膜层牢固性和膜层残余应力较大的问题, 在 8~12  $\mu\text{m}$  波段平均透过率达到 97.5%, 平均剩余反射率小于 0.75%。

## 2 膜系设计

### 2.1 材料选择

本文基于  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  基底研制 8~12  $\mu\text{m}$  工作波段的增透膜, 波段宽度达 4  $\mu\text{m}$ 。在膜系设计中, 所选膜层材料要在工作波段内透明, 在 8~12  $\mu\text{m}$  波段常用的膜层材料有 Ge、ZnS、ZnSe、YbF<sub>3</sub> 等。其性能以及在  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  基底上的膜层残余应力类型如表 1 所示, 膜层应力表现为张应力和压应力<sup>[12]</sup>, YbF<sub>3</sub> 为张应力, 其余均为压应力, 其示意图如图 1(a) 所示。

表 1 各材料的物理性能参数

Table 1 Physical performance parameters of each material

Material	Transparency range / $\mu\text{m}$	Refractive index (at 8 $\mu\text{m}$ )	Coefficient of thermal expansion / ( $10^{-6} \text{K}^{-1}$ )	Young's modulus / GPa	Poisson ratio	Type of stress
$\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$ <sup>[2]</sup>	1-14	2.78	20.7	18.5	0.30	—
Ge <sup>[13]</sup>	0.7-23	4.01	6.1	103.0	0.28	Compressive stress
ZnS <sup>[14]</sup>	0.4-15	2.21	7.0	77.0	0.29	Compressive stress
ZnSe <sup>[14]</sup>	0.6-15	2.41	7.8	67.0	0.28	Compressive stress
YbF <sub>3</sub> <sup>[8]</sup>	0.22-14 <sup>[15]</sup>	1.36 <sup>[15]</sup>	16.3 <sup>[16]</sup>	76.0 <sup>[8]</sup>	0.28 <sup>[8]</sup>	Tensile stress

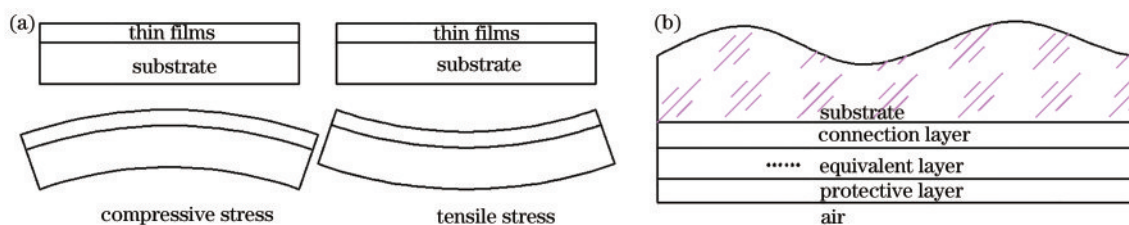


图 1 膜层结构示意图。(a)膜层残余应力;(b)膜层结构

Fig. 1 Schematic of films layer structure. (a) Film residual stress; (b) film layer structure

在理想情况下, 只需要在基底表面镀制一层具备理论折射率的膜材料就可以达到理想的透过率, 该理想膜层的折射率计算公式<sup>[12]</sup>为

$$n_f = \sqrt{n_s n_0}, \quad (1)$$

式中:  $n_f$ 、 $n_s$ 、 $n_0$  分别表示膜层、基底和空气的折射率。  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  的  $n_s = 2.78$ ,  $n_0 = 1$ , 由式(1)可得  $n_f = 1.667$ 。表 1 所示的几种材料均不符合条件, 而且基底的折射

率因透过波段的不同存在一定的变化, 可以通过膜层的叠加来获得接近理想折射率的膜系。

在增透膜的膜系设计中可将膜层分为如图 1(b) 所示的连接层、等效层和保护层。

#### 1) 连接层材料的选择

连接层用来连接基底与外部膜层, 是膜系的第一层膜。连接层在基底上具备良好的附着力, 是整个膜

系不脱膜的基础,文献[4]、[6]和[7]中选择Ge作为连接层,文献[8]中选择ZnSe作为连接层。YbF<sub>3</sub>膜层因为不够致密,与As<sub>40</sub>Se<sub>60</sub>基底间附着力小,不适宜作为连接材料,而ZnS膜层较为致密,机械性能较好,与基底间具有一定的连接性能,故本文选择ZnS作为连接层进行膜系设计与膜层镀制工艺研究。

### 2) 等效层材料的选择

等效层的作用主要是进一步提高透过率,拓宽透过波段宽度。在表1中,Ge的折射率最高,ZnS、ZnSe的折射率居中,YbF<sub>3</sub>的折射率最低,只有选择有一定折射率差距的材料配合,才能达到更好的增透效果。由于折射率 $n_{ZnS} < n_{ZnSe}$ ,ZnS和Ge搭配后更易得到所需折射率,且ZnSe具有一定的毒性,所以选择Ge、ZnS、YbF<sub>3</sub>三种材料作为待选材料进行膜系设计。

### 3) 保护层材料的选择

膜系设计时最外层选择机械性能较好的膜料进行镀膜可以起到一定的保护作用,阻挡环境中的水汽对内层材料的侵蚀,可降低光学元件在搬运、安装过程中

表面被损伤的概率。相比之下,ZnS膜层具有较为致密、有一定的耐摩擦性能、硬度较高的特点,当膜层厚度大于120 nm时可以有效阻挡水汽<sup>[17]</sup>,因此选择ZnS作为保护层进行膜系设计。

### 2.2 膜系设计

膜系设计选用Macleod软件,在所选择的三种材料中,YbF<sub>3</sub>膜层虽然表现为张应力,但在11 μm波长后会产生吸收。如图2(a)所示,实线为一带有YbF<sub>3</sub>膜层的膜系实际单面镀制到YbF<sub>3</sub>膜层后测量所得的曲线,虚线为其对应的设计曲线,可以看出,11 μm后实际透过率曲线下降更明显,这是由其吸收引起的。首先选择Ge、ZnS两种材料进行膜系设计,将ZnS、Ge分别用M、H表示,设计初始膜系为Sub|M H M H M H M H M H M|Air,设计透过率曲线如图2(b)中的coating1所示其设计透过率平均值只达到98.94%,最大值仅有99.55%,不够理想且M、H均为压应力,可加入张应力材料降低膜系残余应力,并通过镀膜工艺控制残余应力提升膜-基结合性能。

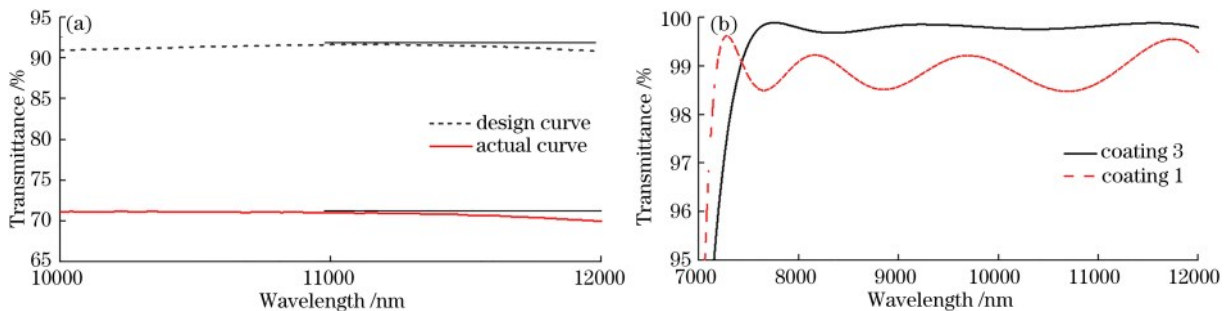


图2 透过率曲线。(a)镀制YbF<sub>3</sub>膜层后的透过率曲线;(b) coating 1和coating 3的透过率设计曲线

Fig. 2 Transmittance curves. (a) Transmittance curves after plating YbF<sub>3</sub> coating; (b) transmittance design curves of coating 1 and coating 3

为继续提高透过率,加入折射率更低且为张应力的材料YbF<sub>3</sub>,虽会产生吸收但可以使膜系透过率更容易达到要求,在控制吸收尽量少的条件下加入一层YbF<sub>3</sub>进行膜系设计,YbF<sub>3</sub>用L表示,新设计的膜系为Sub|M H M H M H M L M|Air,成功减少了膜系的膜层数量和剩余反射率,然后通过改变膜层的厚度优化膜系结构,达到最优的透过率和反射率。优化后的膜系转换为物理厚度得到的膜系为Sub|1.766M 3.024H 4.180M 7.652H 5.663M 2.686H 3.339M 8.799L 4.190M|Air,膜层总厚度为4.1299 μm,其设计透过率曲线如图2(b)coating3所示,在8~12 μm波段平均透过率为99.80%,最大值可达99.89%,最小值

为99.68%,设计曲线更接近理想透过率100%。

## 3 增透膜制备与分析

薄膜沉积采用离子源辅助热蒸发真空镀膜技术,镀膜设备采用西沃克ZZS-1300真空镀膜机,该设备带有石英晶体膜厚监控仪和热电偶温度探测器,可监控膜层沉积速率、膜层厚度和真空室的温度。基于公司生产Ge、Si基底红外增透膜的沉积工艺,设置As<sub>40</sub>Se<sub>60</sub>硫系玻璃基底红外增透膜的工艺参数,薄膜沉积工艺参数如表2所示,其中Ge采用电子束加热蒸发,ZnS、YbF<sub>3</sub>采用电阻加热蒸发,实验所用基底直径为25.4 mm,厚度为3 mm,双面抛光。

表2 薄膜沉积工艺参数

Table 2 Film deposition process parameters

Substrate	Deposition temperature /°C	Degree of vacuum /Pa	Deposition rate / (nm·s <sup>-1</sup> )			Ion assist
			Ge	ZnS	YbF <sub>3</sub>	
As <sub>40</sub> Se <sub>60</sub>	130	1×10 <sup>-4</sup>	0.6	1.2	1.0	Yes

膜层沉积结束后对其进行牢固度检测实验,使用 3M 胶带完整贴合在膜层表面,垂直于基底表面快速拉起,出现膜层脱落现象,实验结果如图 3 所示,重复实验后所得结果相似。经过对实验结果以及  $As_{40}Se_{60}$

的物理特性的分析可知,连接层与基底之间的牢固性不足和膜层残余应力大这两个方面对膜层牢固性造成了较大影响。

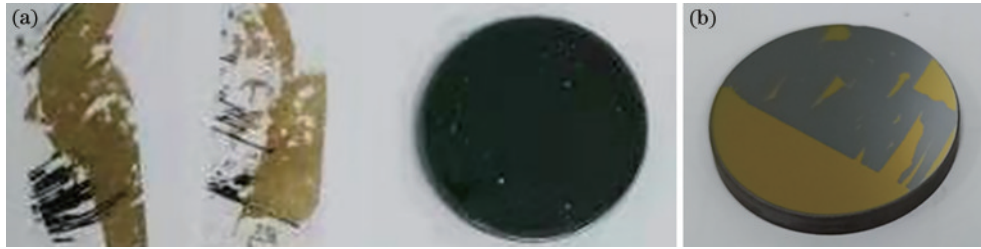


图 3 膜层脱落照片

Fig. 3 Picture of film peeling off

### 3.1 连接层镀制工艺的研究

$As_{40}Se_{60}$  硫系玻璃增透膜的镀制最大的难点在于解决膜层脱落的问题,其中连接层的稳定性对整个膜系的稳定性起决定性的作用,按照设计的膜系结构连接层为 176.6 nm 厚的 ZnS。  $As_{40}Se_{60}$  的热膨胀系数大、软化点温度低,膜层质量受沉积温度的影响最为严重,在文献 [6]、[7] 中,分别在 75 °C、80 °C 获得较稳定的膜层。但温度偏低时,蒸发的膜料生长缺乏能量,膜层致密性不足,由文献 [11] 可知,硫系玻璃在镀膜温度高于 100 °C 时可获得更坚固、更有光泽的膜层。在公司常用经验工艺参数的基础上对镀膜温度展开连接层镀制工艺的研究,以解决镀膜温度的问题,获得牢固性高的膜层。

实验时采用单因素实验法,以温度作为自变量、10 °C 作为因素变化梯度、90 °C 作为最低温度、130 °C 作为最高温度进行实验研究,使用考夫曼离子源辅助沉积,设置阴极电流为 12 A、加速电压为 250 V,其他参数如表 2 所示。膜层镀制完成后将得到的实验陪片进行膜层牢固性实验,观察膜层的脱落情况,各实验温度及实验结果如表 3 所示,★表示膜层易撕离,★★表示有少部分膜层被撕离,★★☆表示膜层不易被撕离,但重复实验后存在小概率被撕离的情况。

表 3 ZnS 膜层稳定性实验  
Table 3 Stability experiments of ZnS coating

Serial number × times	Deposition temperature / °C	Adhesion strength
1 × 3	90	★
2 × 3	100	★★
3 × 3	110	★★☆
4 × 3	120	★★
5 × 3	130	★★

通过实验发现,当温度值为 110 °C 时,在给定的真空度、蒸发速率条件下能够得到比较稳定的薄膜,但在重复镀制多次后,进行牢固度实验时发现,边缘膜层偶有脱落,分析认为可能是由于膜层残余应力偏大引起

膜层脱落。

### 3.2 连接层残余应力分析

膜层残余应力是影响膜层牢固性的重要因素,采用 stoney 公式进行计算。实验所用基底为平面,镀膜后表面的曲率会发生变化,测量镀膜前、后表面的峰谷 Power 值,采用下式计算得到膜层残余应力<sup>[5]</sup>。基底面形的 PV 值采用 zygo 激光干涉仪检测。

$$\sigma_1 = \frac{4}{3} \frac{E_s}{1 - r_s} \frac{d_s^2}{d_f D_s^2} (h_2 - h_1), \quad (2)$$

式中:  $E_s$ 、 $r_s$ 、 $D_s$  分别表示基底的杨氏模量、泊松比、基底直径;  $d_f$  和  $d_s$  分别表示膜层和基底的厚度;  $h_1$ 、 $h_2$  分别表示镀膜前、后的基底表面的 Power 值。

对膜层应力产生的原因进行分析可知,离子源提升了膜层的机械性能,但是也增大了膜层的应力。本文分别在有、无离子源辅助沉积的条件下进行实验,所获得的面形如图 4 所示。图 4(a)、(b) 分别表示无离子源辅助情况下基底镀膜前、后的面形,Power 值变化量为 343.436 nm,膜层残余应力为 -929.87 MPa。图 4(c)、(d) 分别表示使用离子源的情况下基底镀膜前后的面形,Power 值变化量为 1373.612 nm,膜层残余应力为 -3823.50 MPa,明显更大。镀膜后进行膜层牢固性实验,在不使用离子源辅助的情况下获得了稳定不脱膜的 ZnS 膜层,重复实验后结果一致。

### 3.3 增透膜膜系制备

获得稳定牢固的连接层后,对其他膜层的镀制也进行了实验,在现有研究成果、长期生产实践以及多次实验后,得到 Ge、ZnS、YbF<sub>3</sub> 之间具备较好的连接性能。然后基于上述实验所用薄膜沉积工艺开展增透膜膜系镀制。在镀制过程中,为降低膜系的残余应力以及对基底面形的影响,连接层、等效层中的前六层均不使用离子源进行辅助沉积,对于等效层的第七层 YbF<sub>3</sub>,为了提高该膜层的致密性以保证膜层质量,要使用离子源进行辅助沉积。对于保护层 ZnS,为了更好地提升其硬度、耐摩擦性能,隔绝空气中的水汽,对内部膜层起到更好的保护作用,也需使用离子源进行

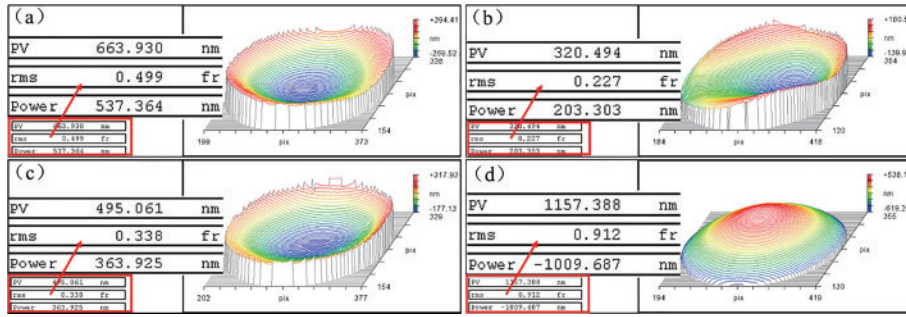


图 4 镀制连接层前后的基底面形。(a) (b)不使用离子源辅助沉积;(c) (d)使用离子源辅助沉积  
Fig. 4 Substrate surface shape change before and after deposition connection layer. (a) (b) Assist deposition without ion; (c) (d) assist deposition with ion

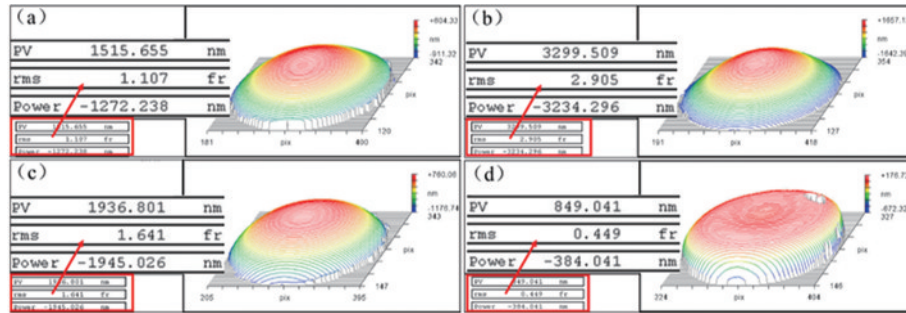


图 5 镀膜后的基底面形。(a)不使用离子源辅助沉积;(b)使用离子源辅助沉积;(c)(d)不使用离子源双面镀膜  
Fig. 5 Substrate surface shape before deposition coating. (a) Assist deposition without ion; (b) assist deposition with ion; (c) (d) deposited coating without ion on both surface

辅助沉积。使用离子源辅助沉积后,一定程度上增大了 $\text{YbF}_3$ 层和保护层的膜层残余应力,但膜层质量更高。根据图4(a)和(c)完成单面镀膜后得到图5(a)和(b)所示的面形。图5(a)表示只有 $\text{YbF}_3$ 层和保护层使用离子源辅助沉积的条件下产生的面形变化,双面镀膜后可以顺利通过附着力实验。图5(b)表示全部膜层使用离子源辅助沉积后产生的面形变化,面形变化量为图5(a)的1.9倍,该条件下双面镀膜后膜层在重复进行附着力实验时会产生轻微脱膜现象。图5(c)、(d)表示一实验片的同一面在单面镀膜和双面镀膜的情况下的面形,第二面镀膜后可以使第一面镀膜的面形产生良性回复,减小面形变化。因此,最终选择只对 $\text{YbF}_3$ 层和保护层使用离子源辅助沉积,在该条件下镀制完成的实验片如图6所示。

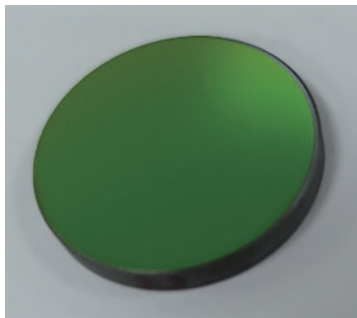


图 6 薄膜沉积实验样品  
Fig. 6 Thin film deposition samples

## 4 结果与讨论

本文研发的红外光学薄膜在实验基片上镀制完成后必须对其进行光学性能和环境适应性的检测,只有检测合格后才能运用到实际光学元件上进行产品生产。光学性能包括透过率和剩余反射率,增透膜的环境适应性实验主要包括膜层牢固性、湿度、高低温和中度摩擦实验,实验标准参考GJB2845—1995中的测试标准。

### 4.1 光学性能

如图7(a)所示,经过双面抛光的 $\varnothing 25.4 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ 的 $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$ 基底在 $8 \sim 12 \mu\text{m}$ 波段平均透过率为63.4%,双面镀制增透膜后平均透过率可达98%,在 $8.08 \mu\text{m}$ 处达到最大透过率98.58%,平均反射率小于0.6%。与设计曲线存在一定差异的原因是膜层实际厚度与设计厚度因为晶控监控误差、公转结构对膜厚所产生的影响<sup>[18]</sup>而有一定误差,且材料本身存在少量吸收。将已镀膜的实验片在常规环境下放置6个月后再次测量,平均透过率下降了0.09%,光学性能稳定性正常,透过率变化如图7(b)所示。

### 4.2 环境适应性

参照GJB2485—1995标准中的相关检测对镀制完成的实验基片进行膜层附着力、高低温、湿度、耐磨擦等环境适应性实验。

1)膜层附着力实验。使用宽度为2 cm、剥离强度大于 $2.74 \text{ N/cm}^2$ 的胶带严密地粘在膜层表面,然后垂

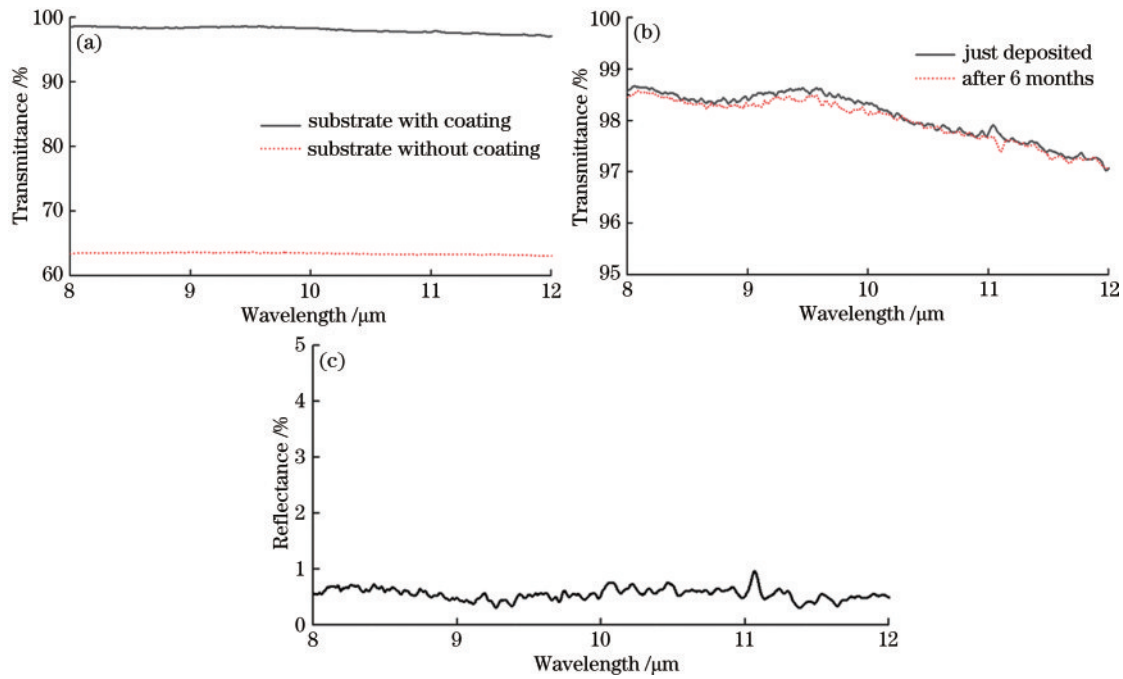


图 7 实际测试透过率、反射率曲线图。(a)镀膜前后的透过率;(b)耐久性实验前后的透过率;(c)反射率

Fig. 7 Transmittance and reflectance curves of actual test. (a) Transmittance before and after coating deposition; (b) transmittance before and after durability test; (c) reflectance

直于膜层表面方向迅速拉起,重复多次后无膜层脱落现象。

2) 湿热实验。将已镀膜的实验试样在温度为  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为  $95\%$  的条件下恒温恒湿  $24\text{ h}$ ,膜层没有出现脱膜、起泡、裂纹、蚀点等现象。

3) 高低温实验。将实验试样放置在高低温试验箱中,在  $-62\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下保持  $2\text{ h}$ ,待升至室温后取出,在  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下保持  $2\text{ h}$ ,待降至室温后取出。调温过程中温度变化率小于  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,均没有出现脱膜、起泡、裂纹等现象。

4) 中度摩擦实验。用包裹脱脂布的橡皮摩擦头在  $4.9\text{ N}$  的压力下摩擦,经过  $25$  个来回摩擦后无脱膜现象,表面未出现明显擦痕。

## 5 结 论

本文对  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃基底的长波宽带增透膜进行了研制,成功研发了  $8\sim 12\text{ }\mu\text{m}$  波段的红外增透膜,光谱间隔为  $4\text{ }\mu\text{m}$ ,对比已有文献可知,该膜系在  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  基底上使用  $\text{ZnS}$  作为连接层获得了稳定膜系。然后,对连接层和整个膜系的沉积工艺进行了研究,解决了膜系在较高温度下脱膜的问题。该增透膜将  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  基底在  $8\sim 12\text{ }\mu\text{m}$  的平均透过率由镀膜前的  $63.4\%$  提高到  $98\%$ ,最大透过率为  $98.58\%$ ,剩余反射率为  $0.6\%$ ,通过附着力、高低温、湿热等环境适应性检测可知,耐摩擦性能得到大幅提升,并且可用于批量光学元件生产。该研究为  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃在红外光学系统中的运用提供了更多的选择,可以为硫系玻璃

的镀膜研究提供参考。

## 参 考 文 献

- [1] 刘卓, 杨晓京, 谢启明, 等. 硫系玻璃基底红外光学薄膜研究进展[J]. 激光与光电子学进展, 2022, 59(21): 2100003.  
Liu Z, Yang X J, Xie Q M, et al. Research progress of infrared optical thin films on chalcogenide glass substrates [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2022, 59(21): 2100003.
- [2] IR optical glass[EB/OL]. [2021-11-05]. <http://www.hbnhg.com/down/data/9494829706.pdf>.
- [3] Zhang X H, Guimond Y, Bellec Y. Production of complex chalcogenide glass optics by molding for thermal imaging[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2003, 326/327: 519-523.
- [4] 费海明. 硫系玻璃基底高强减反膜制备工艺技术研究[D]. 西安: 西安工业大学, 2017.  
Fei H M. Deposition of infrared antireflection hard film on chalcogenide glass[D]. Xi'an: Xi'an Technological University, 2017.
- [5] 付秀华, 姜洪妍, 张静, 等. 基于硫系玻璃的短中波红外减反膜研制[J]. 中国激光, 2017, 44(9): 0903002.  
Fu X H, Jiang H Y, Zhang J, et al. Preparation of short and medium wave infrared anti-reflective coating based on chalcogenide glass[J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(9): 0903002.
- [6] 金扬利, 伏开虎, 赵华, 等.  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  硫系玻璃基底减反膜的研制[J]. 硅酸盐通报, 2017, 36(S1): 94-97, 121.  
Jin Y L, Fu K H, Zhao H, et al. Design and manufacture of infrared antireflection coatings on  $\text{As}_{40}\text{Se}_{60}$  chalcogenide glass[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic

- Society, 2017, 36(S1): 94-97, 121.
- [7] 付秀华, 黄宏宇, 张静, 等. 硫系玻璃基底减反保护膜及其耐环境适应性的研究[J]. 光学学报, 2020, 40(21): 2131002.  
Fu X H, Huang H Y, Zhang J, et al. Anti-reflection protective film of chalcogenide glass substrate and its environmental adaptability[J]. Acta Optica Sinica, 2020, 40(21): 2131002.
- [8] 付秀华, 王海峰, 张静, 等. 模压硫系玻璃元件红外增透膜的研制[J]. 光学学报, 2021, 41(20): 2031003.  
Fu X H, Wang H F, Zhang J, et al. Development of infrared antireflection coating for molded chalcogenide glass elements[J]. Acta Optica Sinica, 2021, 41(20): 2031003.
- [9] High efficiency anti-reflective (HEAR) coatings[EB/OL]. [2021-11-05]. <https://eom. umicore. com/en/infrared-solutions/infrared-coatings/high-efficiency-anti-reflective-hear-coatings>.
- [10] Advantages of LightPath's BD6 chalcogenide glass[EB/OL]. [2021-11-05]. <https://www. lightpath. com/wp-content/uploads/2021/01/BD6.pdf>.
- [11] Hilton A R. Chalcogenide glasses for infrared optics[M]. New York: McGraw-Hill, 2010.
- [12] 唐晋发, 顾培夫, 刘旭. 现代光学薄膜技术[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006.
- Tang J F, Gu P F, Liu X. Modern optical thin film technology[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006.
- [13] Optical grade Ge crystal[EB/OL]. [2021-11-05]. <http://www.grieom.com/hwgxcl/gx/>.
- [14] Infrared optical materials[EB/OL]. [2021-11-05]. <http://www.guojing-tech.com/product.asp>.
- [15] Umicore. Consumables for PVD applications (Evaporation materials and accessories) [EB/OL]. [2021-11-05]. <https://eom. umicore. com/storage/eom/ftp/show-pvd-katalog.pdf>.
- [16] Sun Z, Jia M C, Fu Z L, et al. High-performance disease diagnosis fluorescent probe based on new type structure  $\text{YbF}_3:\text{Er}^{3+}@\text{SiO}_2@\text{GQDs}$ [J]. Chemical Engineering Journal, 2021, 406: 126755.
- [17] 张殷华. 低吸收红外薄膜制备及其环境稳定性可靠性研究[D]. 成都: 中国科学院光电技术研究所, 2019.  
Zhang Y H. Research on preparation of low absorption infrared coatings and its environmental stability and reliability[D]. Chengdu: Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences, 2019.
- [18] 鲍刚华, 王奔, 谢雨江, 等. 公转结构电子束蒸发成膜的膜厚误差研究[J]. 激光与光电子学进展, 2021, 58(11): 1131001.  
Bao H G, Wang B, Xie Y J, et al. Film thickness error in electron beam evaporation with revolving structure[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2021, 58(11): 1131001.