

红外高效增透膜镀类金刚石膜的特性研究

姜杰 李忠奇

(昆明物理研究所)

提 要

外层为氟化物的红外高效膜、膜层软、易吸潮和氧化。本文提出使用类金刚石膜做红外高效膜的保护膜,讨论了镀制类金刚石膜后,镀膜件光谱特性的变化情况。

关键词: 类金刚石薄膜, 红外高效增透膜。

一、引 言

随着红外技术的发展、对红外光学薄膜要求愈来愈高,如在空间技术以及恶劣环境中的应用,要求红外光学薄膜的光学性能稳定,要有较好的耐蚀性和环境稳定性。但在红外高效膜的设计和制备中,最外层一直受低折射率材料氟化物的限制。通常使用的氟化物,如: CaF_2 、 MgF_2 、 BaF_2 、 SrF_2 等均存在一些共同的缺点:机械强度低、抗湿、抗蚀及抗氧化能力差。因此,镀膜件在使用中一般只能密封在系统内部。本文提出在设计和制备红外高效膜时,采用类金刚石膜(也称 DLC 膜)做为保护膜。由于类金刚石膜具有硬度高,化学性能稳定及良好的透红外性(从可见区至 $50 \mu\text{m}$)^[1] 等优点,镀膜零件可以暴露于大气中,甚至在恶劣环境中使用。

二、实验结果与分析

实验所用 $8\sim 14 \mu\text{m}$ 和 $2.7\sim 8 \mu\text{m}$ 两波段样品,是 Ge 基片两面镀红外多层增透膜,且

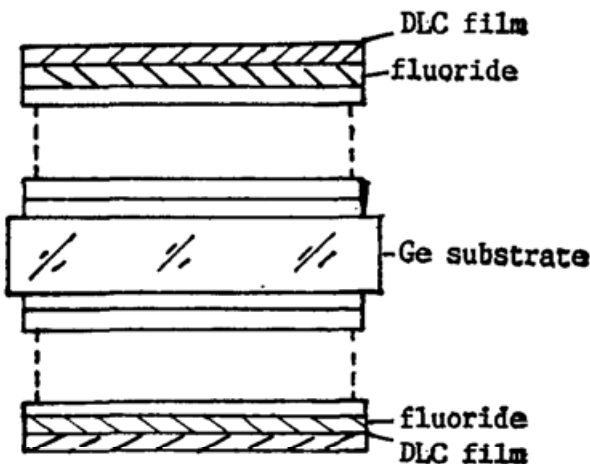


Fig. 1 Schematic of the IR multilayer sample coated on both sides with DLC film

最外层均是氟化物膜。在用 Ar^+ 轰击激活膜面的同时,采用射频等离子分裂碳氢气体的方法,调整射频功率和碳氢气体压力两个重要沉积参数,即可在红外多层膜表面上沉积类金刚石保护膜。如图 1。

1. 光谱特性

(1) $8.0\sim 14.0 \mu\text{m}$ 波段。比较理论曲线 [图 2(a)] 和实测曲线 [图 2(b)] 可知:一面镀 1000 \AA 厚的类金刚石膜后,平均透射率约降低 1.5%;而两面均镀 1000 \AA 厚类金刚石膜后,平均透射率约降低 3.0%。且波长向长波方向移

动。理论曲线和实测曲线相一致。虽然类金刚石膜在该波段有一定吸收^[2,3]，但透射率降

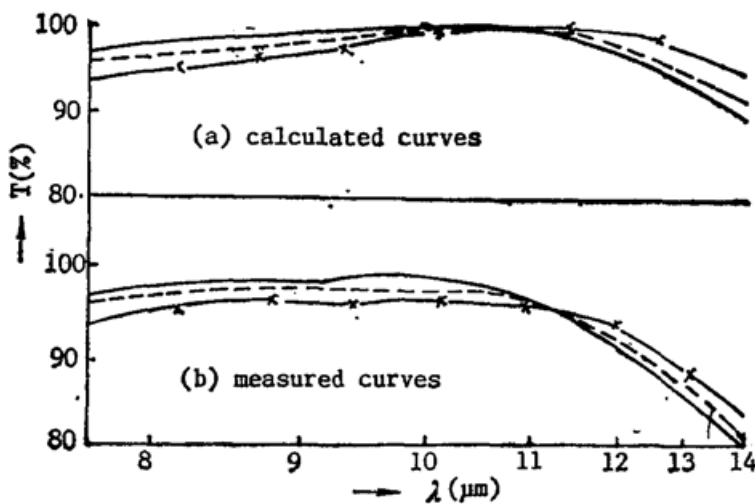


Fig. 2 8~14 μm transmission curves

— uncoated DLC film
 - - - coated on one side with 1000 \AA thick DLC film
 -x-x- coated on both sides with 1000 \AA thick DLC film

低的原因主要是所镀类金刚石膜折射率 ($n=2.00$) 和该多层膜外层氟化物膜折射率 ($n=1.23\sim 1.39$) 及入射介质折射率 ($n_0=1$) 匹配不好造成的。由实测曲线还可看出, 在 $11.0\ \mu\text{m}$ 以后透射率较理论曲线下降较大, 这是由于 Ge 基片材料在 $11.0\ \mu\text{m}$ 后的本征吸收引起的^[2]。

(2) $2.7\sim 8.0\ \mu\text{m}$ 波段。从理论透射曲线 [图 3(a)] 和实测透射曲线 [图 3(b)] 可知: 在 $4.0\ \mu\text{m}$ 以后, 样品一面镀 $1000\ \text{\AA}$ 厚类金刚石膜, 平均透射率下降约 1.5%; 两面均镀 $1000\ \text{\AA}$ 厚的膜时, 则下降约 3.0%, 波长也向长波方向移动。结果和原因与 $8.0\sim 14.0\ \mu\text{m}$ 样品一样。但在 $2.5\sim 4.0\ \mu\text{m}$ 波段内, 无论实测曲线还是理论曲线, 镀类金刚石膜后, 均发现较大吸收峰, 为此对不断增加类金刚石膜厚时进行理论计算, 如图 4, 可以看出: 吸收峰的强弱与类金刚石膜厚有关, 且随类金刚石膜厚的增加, 吸收峰增大。

2. 湿度实验

由于外层氟化物薄膜的微结构是“柱状体+孔穴”, 且聚集密度 $p<1$ 。因此, 当 $2.7\sim 8.0\ \mu\text{m}$ 镀膜样品暴露于大气或浸入水中时, 实测光谱曲线在 $6.5\ \mu\text{m}$ 处将产生水气吸收峰^[4], 如图 5 所示, 图 5 曲线 a 为样品取出钟罩后的实测曲线; 曲线 b 为放入干燥器半年后的实测曲线, 在 $6.5\ \mu\text{m}$ 附近已出现水气

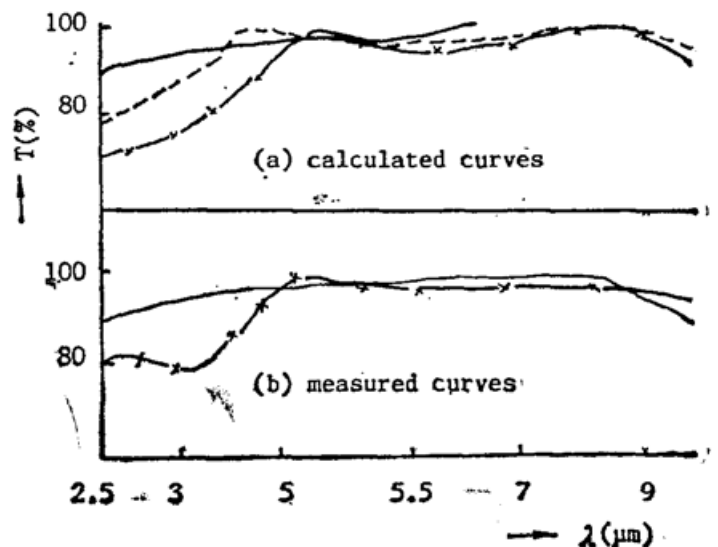


Fig. 3 2.7~8.0 μm transmission curves

— uncoated DLC film
 - - - coated on one side with 1000 \AA thick DLC film
 -x-x- coated on both sides with 1000 \AA thick DLC film

吸收峰, 然后在室温下浸入自来水中 4 小时, 取出干燥后实测曲线如曲线 c, 出现了较大的吸收峰。相同样品在两面均镀类金刚石膜后, 室温浸入自来水中 4 小时, 取出干燥后实测曲线如图 6 曲线 b, 可知, 光谱特性变化很小。因此, 由于类金刚石膜的化学性能稳定, 在一定程度上, 可做为一层防水层。

3. 温度实验

氟化物柱状体吸收的水分子, 不仅严重影响 $2.7\sim 8.0\ \mu\text{m}$ 样品的光谱特性, 而且在高温下, 这些水气分子会与部分氟化物发生化学反应, 形成氧化物。这些氧化物 (MgO , BaO ,

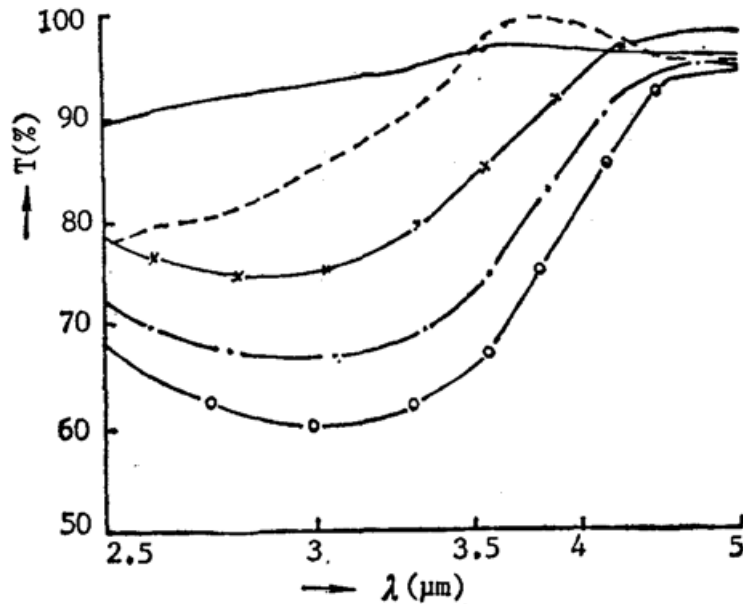


Fig. 4 The calculated curves

--- coated on both sides with 1500Å thick DLC film
 -·-·- coated on both sides with 2000Å thick DLC film

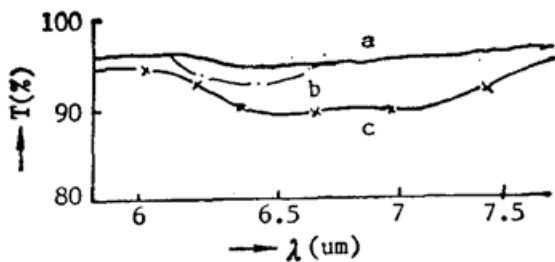


Fig. 5 Effects of moisture absorption on transmission curves of sample uncoated DLC film

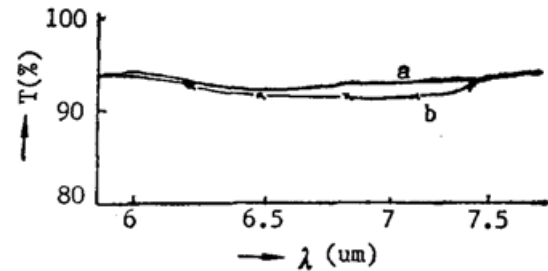


Fig. 6 Effects of moisture absorption on transmission curves of sample coated on both sides with DLC film

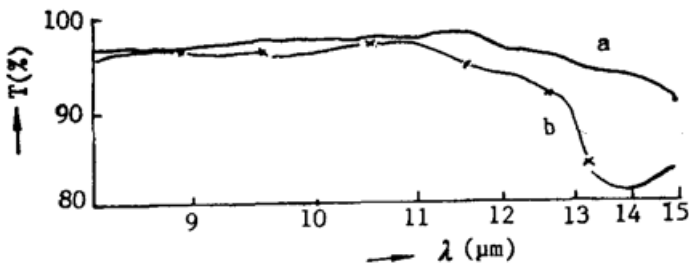


Fig. 7 Effects of heat treatment on transmission curves of sample uncoated DLC film

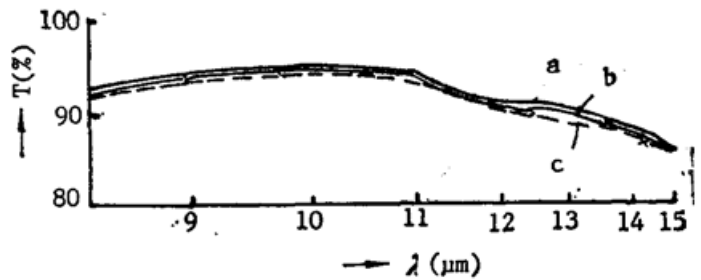


Fig. 8 Effects of heat treatment on transmission curves of sample coated on both sides with DLC film

CaO, SrO 等) 的透红外只能到 $9.0 \mu\text{m}$ 。因此, 对 $8.0 \sim 14 \mu\text{m}$ 样品在 $9 \mu\text{m}$ 后将产生较大氧化物吸收峰^[4]。实验中, 把 $8 \sim 14 \mu\text{m}$ 样品置于马福炉中升温至 200°C , 4 小时, 自然冷却后, 测得其光谱曲线如图 7 曲线 b 所示。由图可知, 已产生较大氧化物吸收峰。相同样品在两面镀类金刚石膜后, 置于马福炉中, 升温至 200°C 、 300°C 各 4 小时, 测得光谱曲线如图 8 曲线 b 和曲线 c。由图可知, 虽经两次高温冲击, 光谱特性基本不变。实验结果说明, 类金刚石膜可做为 一层防氧化保护膜, 防止氟化物膜高温氧化, 保证镀膜光学零件在低于 300°C 情况下正常使用。

4. 机械强度实验

用等离子射频分裂碳氢气体沉积而得的类金刚石膜, 有较高硬度, 其显微硬度超过蓝宝石, 在 $2000 \sim 4000 \text{ kp/mm}^2$ (维氏硬度计或努氏标度)^[2] 之间。Ge 基片镀类金刚石膜后, 采用 MG-1 型摩擦机, 膜面浸入沙水混和液中, 负载 200 g, 铜刷摩擦, 经过 6 万转摩擦, 表面无损^[3]。在红外高效膜镀类金刚石膜的实验中, 采用相同摩擦机, 在接触的橡皮头上包两层脱脂棉纱, 负载 200 g, 结果如表 1 所示。实验结果说明, 镀类金刚石膜后, 镀膜零件抗摩擦性增强, 且随类金刚石膜厚的增加, 抗摩擦性也成倍增加, 但整个光谱透射水平却有所降低。因此, 可根据不同的使用要求来考虑。

Table 1 The results of abrasing on film surface

No.	DIC film thickness (Å)	abrasing (revolutions)	strength grade (GB)
sample 1	0	<10	-
sample 2	1000	>500	3
sample 3	2000	>3000	1

5. 附着性实验

类金刚石膜对某些材料(如: 硫化物、卤化物)的附着性较差^[2], 这可能是由于材料本身的化学性质造成的, 如难于形成碳化物, 因类金刚石膜与那些能形成碳化物的材料有较好的附着性^[5]。实验中, 我们在未经任何预先处理的红外高效膜样品表面直接沉积类金刚石膜, 在两天内类金刚石膜自行脱落。为此在镀制类金刚石膜之前, 对红外高效膜样品进行预处理, 如: 真空高温处理、表面离子激活等工艺处理, 使沉积的类金刚石膜有较好的附着性。实验方法为: 用 1 cm 宽透明附着性实验胶带, 紧贴膜面, 以垂直方向用力快速拉下。如此在同一部位反复多次, 未有任何脱膜现象。样品放置一年以上, 膜层完好。实验说明: 只要对高效膜样品进行适当预处理, 镀制的类金刚石膜仍有较好的附着性。

三、结 束 语

1. 由于类金刚石膜与高效膜外层氟化物及入射介质的折射率匹配不好。镀制后, 使用波段的平均透射水平稍微有所下降。
2. 由于类金刚石膜具有一些显著特点, 可用做为红外高效膜防水, 防高湿氧化及抗摩擦保护层, 使镀膜零件直接暴露于大气、甚至在恶劣环境中使用。
3. 作为镀膜零件, 产品已提供给热像仪, 测温仪、热释电探测器、热释电摄像机等整机使用。尤其适用于军用热像系统。

本文实验用的样品由刘成赞、李正芬、陈燕等同志提供, 光谱曲线由金惠宗测定, 在此一并表示感谢。

参 考 文 献

- [1] 左名光;《红外技术》, 1985, 7, No. 3 (Mar), 35。
[2] A. Bubenzer *et al.*; *Proc. SPIE*, 1983, 401, 321。
[3] 李忠奇;《红外技术》, 1985, 7, No. 3 (Mar), 41。
[4] 李忠奇;《光学学报》, 1985, 5, No. 7 (Jul), 625。
[5] L. P. Anderson; *Thin Solid Films*, 1981, 86, No. 2/3 (Dec), 193。

Characteristics investigation of diamond-like carbon film deposited on IR high efficiency anti-reflection coating

JIANG JIE AND LI ZHONGQI

(*Kunming Institute of Physics*)

(Received 4 October 1989; revised 18 June 1990)

Abstract

The IR high efficiency AR-coating with fluoride outlayer is soft, easily moistened and oxidated. This paper proposes a method of using Diamond-Like Carbon (DLC) film as a protecting coating for high efficiency AR-coating and discusses the change of characteristics of AR-coating after being coated with a DLC film.

Key words: diamond-like thi film; IR high efficiency anti-reflection coatings.