

一种锗基底红外双波段保护膜

何光宗 熊长新 李钱陶 吴小丽

(华中光电技术研究所武汉光电国家实验室, 湖北 武汉 430073)

摘要 根据 GeC 薄膜折射率可调的特点,采用磁控溅射技术,在 Ge 基底上沉积了不同折射率的 GeC 薄膜以及类金刚石(DLC)膜和红外双波段保护膜。利用红外光谱仪测试了样品的红外透射光谱,利用偏光显微镜和显微硬度计测量了样品的维氏硬度。结果表明,GeC、DLC 以及红外双波段保护膜均能显著提高样品的显微硬度;红外双波段保护膜在 3.7~4.8 μm 和 7.5~10.5 μm 波段范围内的平均透射率均高于 94%,样品硬度高于单层 GeC 薄膜和 DLC 薄膜。红外双波段薄膜样品通过了 GJB2485-95 规定的环境实验。

关键词 薄膜;红外保护膜;双波段;GeC;磁控溅射

中图分类号 TN213 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS201131.s100105

Dual Band Infra-Red Protective Coatings on Germanium Substrate

He Guangzong Xiong Changxin Li Qiantao Wu Xiaoli

(Wuhan National Laboratory for optoelectronics, Huazhong Institute of Electro-Optics,
Wuhan, Hubei 430074, China)

Abstract GeC coatings with different refractive index, DLC coatings and dual band IR protective coatings are deposited onto Ge substrates by means of magnetron sputtering. The IR transmittance and micro hardness are investigated by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and micro hardness meter, respectively. The hardness of the samples is enhanced obviously by GeC, DLC and the dual band IR protective coatings. Furthermore, the dual band IR protective coatings have high transmittance of larger than 94% in both 3.7~4.8 μm and 7.5~10.5 μm range, and also have greater hardness than both GeC and DLC samples. The dual band IR protective coatings pass the environmental testing according to GJB2485-95.

Key words films; infrared protective coatings; dual band; GeC; magnetron sputtering

OCIS codes 010.1080; 010.1290; 310.1210; 310.1860

1 引 言

由于双波段成像系统具有一系列单波段系统无法比拟的优点,如对近距离小目标和远距离大目标鉴别能力更强,抗盲功能更好以及抗干扰性能更强等,国外已经开展了多种双波段红外探测系统研究计划^[1,2]。随着军事装备发展的集成化、轻型化和小型化,红外双波段系统一般采用共窗口的光学系统设计以减小整个光学系统的体积和重量。这就要求光学系统的红外窗口必须在两个波段都有较高的透射率。此外,为了满足高速飞行器全天候作战需求,红外窗口必须具有足够强的抗恶劣环境能力,如

雨滴冲击、风沙侵袭以及热冲击等。然而,目前可以应用的红外多波段窗口材料,如 Ge, ZnS 和 ZnSe 等,质地较软,抗物理冲击能力较差,不能适应恶劣的战场环境。在红外窗口上沉积一层或多层高硬度、高杨氏模量的红外增透保护膜,即既能起到物理、化学保护作用又具有一定的减反射能力的薄膜,是解决恶劣条件下高速红外系统对窗口材料苛刻要求的有效途径之一。

目前应用较多的红外窗口的增透保护材料有类金刚石(DLC)^[3~5],GeC^[6~8]以及 BP^[9]等。BP 材料的硬度以及抗风沙侵蚀能力要高于 GeC,然而其合

收稿日期: 2010-08-31; 收到修改稿日期: 2010-12-20

作者简介: 何光宗(1981—),男,硕士,工程师,主要从事光学窗口薄膜的薄膜的设计与制备等方面的研究。

E-mail: hegz118100@126.com

成工艺需采用剧毒气体,处理不当会对环境和人身健康构成威胁。GeC 材料是一种性能优良的红外增透保护薄膜材料,内应力小,光学吸收系数低,硬度高。采用反应溅射技术制备的 GeC 薄膜不仅具有折射率可调^[10,11]的优点,而且工艺过程不采用有毒气体,对环境破坏小。DLC 膜一般采用等离子体增强化学气相沉积(PECVD)工艺,成膜应力较大,吸收系数较高,膜厚一般不超过 2 μm,保护能力有限。采用溅射工艺制备 DLC 膜^[12,13],不仅内应力低,吸收小,而且还具有膜厚和零件面型不受限制等优点。

根据 GeC 薄膜折射率可变的特点,设计了 Ge 基底上的 DLC/GeC 增透保护膜系。采用磁控溅射工艺,在不同规格的 Ge 基底上制备了 DLC/GeC 多层红外双波段增透保护膜系。测试了样品的红外透射率、显微硬度以及抗恶劣环境能力。

2 实 验

2.1 膜系设计

图 1 所示为 Ge 基底红外双波段膜系设计透射率曲线,未计入 GeC 以及 DLC 膜层的吸收。基本膜系结构为 Ge(Sub.)|GeC1|GeC2|GeC3|GeC4|DLC|Air,其中 GeC1,GeC2,GeC3,GeC4 的折射率分别为 4.1,3.5,2.9,2.4。

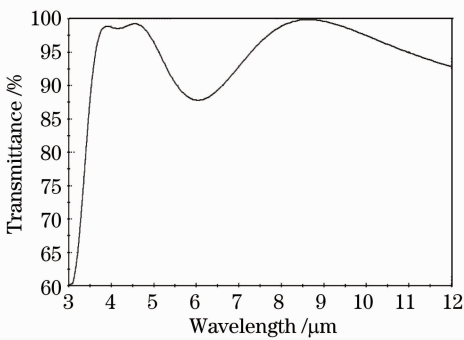


图 1 Ge 基底红外双波段膜系设计透射率
Fig. 1 Designed transmissivity of dual band IR protective coatings on Ge

2.2 膜系制备

GeC 薄膜和 DLC 薄膜制备都在一台磁控溅射镀膜机上进行,基底均为双面抛光的 Ge 片。基本工艺流程为:基底清洁→抽真空→烘烤→离子束清洗→镀膜。

采用 Perkin Elmer FTIR 红外光谱仪测试样品在 800~5000 cm⁻¹波段的透射率,采用 ORTHOPLAN 偏光显微镜以及显微硬度计测量样品的显微硬度。

根据 GJB2485-95 标准对样品进行了高低温、湿热和盐雾实验。

3 讨 论

3.1 样品的光学性能

图 2 所示为不同折射率 GeC 薄膜的透射率曲线。根据 a,b,c 三条曲线的峰值可以大致计算出它们的折射率,分别为 3.5,2.9,2.4。从图 2 可以看出,除了 C-H 键吸收峰外,低折射率的 GeC 薄膜在 800~5000 cm⁻¹范围内的吸收较小。

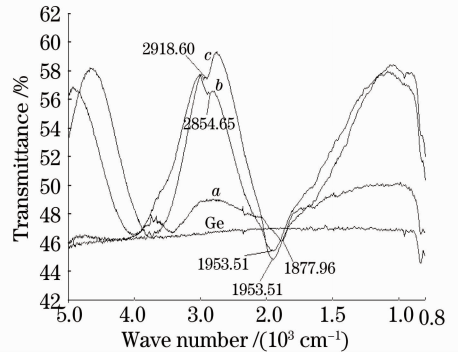


图 2 不同折射率 GeC 薄膜的透射率
Fig. 2 Transmissivity of GeC coatings with different refractive index

图 3 为溅射 DLC 膜的红外光谱,基底为单晶锗。从图 3 可以看出,除 C-H 键吸收外,膜层的光学吸收很小。用软件拟合后,得到 DLC 膜层的折射率和消光系数分别为 $n=2.0, k=0.01(\lambda_0=10 \mu\text{m})$ 。

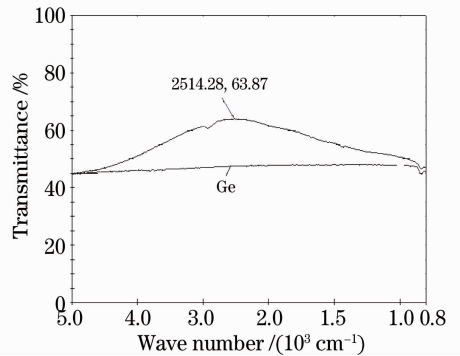


图 3 DLC 膜的红外透射光谱
Fig. 3 Transmissivity of DLC coating

图 4 为锗基底上红外双波段保护膜的实测光谱曲线(另外一面镀红外双波段增透膜)。从图 4 可以看出,样品在 3.7~4.8 μm 和 7.5~10.5 μm 波段内的平均透射率均大于 94%。由于膜层总厚度较大,样品在 8~12 μm 波段范围内的吸收比较大,因而透射率测试结果低于设计值。

图 5 为锗基底红外双波段保护膜样品的实物照

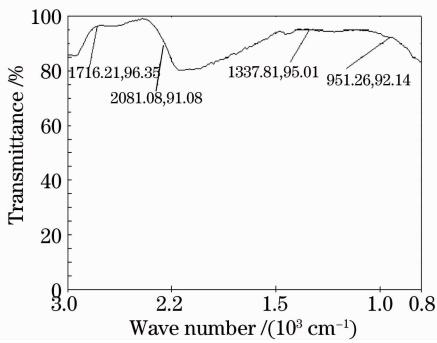


图4 红外双波段保护膜实测光谱曲线

Fig. 4 Transmissivity of dual band IR coatings

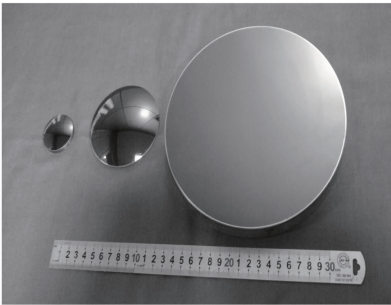


图5 红外双波段保护膜样品实物

Fig. 5 Picture of dual band IR coating samples

片,样品口径分别为 $\Phi 40$ mm, $\Phi 88$ mm 和 $\Phi 200$ mm。

3.2 样品的显微硬度

表1为GeC, DLC以及红外双波段保护膜的显微硬度测试数据,基底均为单晶锗。从表1可以看出:

1) GeC, DLC以及保护膜样品的硬度值都明显高于锗基底,说明这三种薄膜都能显著增强样品的硬度;

2) 红外双波段保护膜样品硬度值高于GeC和

DLC薄膜样品,这表明红外双波段保护膜的机械性能比单层GeC膜和DLC膜更好,能给基底提供更好的保护作用。

表1 样品的显微硬度测量值

Table 1 Micro hardness of the samples

No.	Sample	Index	Thickness/ μm	Hardness/ GPa
1	Ge(substrate)	4.0	—	7.1
2	GeC coating	3.5	2.1	10.0
3	GeC coating	2.9	2.2	10.9
4	GeC coating	2.4	1.9	11.2
5	DLC coating	2.0	2.5	12.1
6	Dual band protective coatings	—	2.7	15.5

3.3 环境实验

表2为红外双波段保护膜环境实验内容及检测结果,实验依据为GJB2485-95。图6为样品在环境实验前后实测光谱曲线对比。从图6可以看出,样品在环境实验前后的光谱曲线基本上没有变化,说明该红外双波段保护膜具有较强的抗恶劣环境能力。

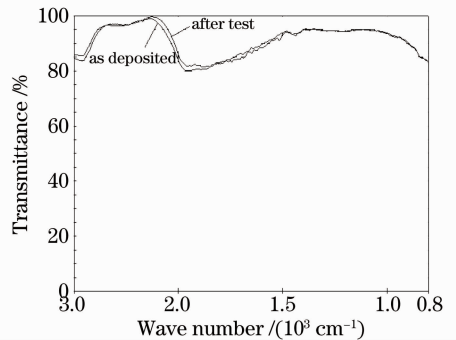


图6 样品环境实验前后实测光谱曲线

Fig. 6 Transmissivity of the dual band IR coatings

before and after test

表2 红外双波段保护膜环境实验及检测结果

Table 2 Environmental test of the dual band IR protective coatings

No.	Item	Testing methods	Results
1	Adhesion	Tape with 2 cm width, draw with force of more than 2.74 N/cm, vertically and fast	Pass
2	Low temperature	$(-62 \pm 2)^\circ\text{C}$, 2 h soak	Pass
3	High temperature	$(70 \pm 2)^\circ\text{C}$, 2 h soak	Pass
4	Humidity	$(50 \pm 2)^\circ\text{C}$, 95%~100% R. H., 24 h soak	Pass
5	Salt moisture	$(35 \pm 2)^\circ\text{C}$, $(5 \pm 0.1)\%$ concentration, 6.5~7.2 PH value, spray 24 h	Pass
6	Salt resolution	16~32 $^\circ\text{C}$, 4.5% concentration, 24 h	Pass
7	Friction	9.8N, 40 times	Pass
8	Temperature shock	55 $^\circ\text{C}$, 1 h soak, then cool down to -20°C with speed of 5 $^\circ\text{C}/\text{min}$, 1 h soak, 5 times	Pass

4 结 论

磁控溅射工艺制备的 GeC 薄膜和 DLC 薄膜具有吸收小,应力低的特点。改变溅射工艺参数,可以使 GeC 薄膜的折射率在 2.4~4.1 之间变化。

采用磁控溅射工艺可以在各种面型的大口径锗基底上制备具有高透射率、高硬度、抗恶劣环境的红外双波段保护膜。

参 考 文 献

- 1 John M. Hall. Army applications for multi-spectral windows[C]. *SPIE*, 1997, **3060**: 330~334
- 2 Caspar C. Clark, David Haddow. A two color mach 3 IR coating for TAMM systems[C]. *SPIE*, 2001, **4375**: 307~314
- 3 Martin D. Hudson, Carofton J. Brierley, Andrew J. Miller *et al.*. Fabrication and testing of diamond coatings on infrared windows for the Harrier GR7 and AV8-B systems[C]. *SPIE*, 1997, **3060**: 196~202
- 4 Ewan M. Waddell, D. R. Gibson, J. Meredith. Sand impact testing of durable coatings on FLIR ZnS relevant to the lantern E-O system window[C]. *SPIE*, 1994, **2286**: 364~375
- 5 Wasimul Hasan, Stephen H. Propst. Durability testing of hard carbon coatings for Ge and ZnS substrates[C]. *SPIE*, 1994, **2286**: 354~363
- 6 P. M. Martin, J. W. Johnston, W. D. Bennett. Properties of reactively-deposited SiC and GeC alloys[C]. *SPIE*, 1990, **1323**: 291~298
- 7 A. H. Lettington, C. J. H. Wort, B. C. Monahan. Developments and IR applications of GeC thin films[C]. *SPIE*, 1989, **1112**: 156~161
- 8 C. Y. Zhan, L. W. Wang, N. K. Huang. Analysis of the $Ge_{1-x}C_x$ films deposited by MFMST [J]. *Applied Surface Science*, 2007, **253**(8): 7478~7482
- 9 H. Blackwell, E. M. Waddell, D. R. Gibson *et al.*. Broadband IR transparent rain and erosion protective coating for the AV8-B and GR-7 harrier forward looking infra-red germanium window [C]. *SPIE*, 1996, **2776**: 144~158
- 10 Song Jianquan, Liu Zhengtang, Geng Dongsheng *et al.*. Design and preparation of Ge_xC_{1-x} inhomogeneous antireflective and protective films[J]. *Laser & Infrared*, 2001, **31**(4): 253~255
宋建全, 刘正堂, 耿东升 等. GeC 非均匀增透保护膜系的设计和制备[J]. *激光与红外*, 2001, **31**(4): 253~255
- 11 He Guangzong, Xiong Changxin, Li Qiantao *et al.*. Effects of target voltage on the refractive index of magnetron sputtered GeC thin films[J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2009, **7**(4): 27~29
何光宗, 熊长新, 李钱陶 等. 靶压对磁控溅射 GeC 薄膜折射率的影响[J]. *光学与光电技术*, 2009, **7**(4): 27~29
- 12 Wu Xiaoli, Xiong Changxin, Li Qiantao *et al.*. Study on DLC films prepared by sputtering technology at room temperature[J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2009, **7**(4): 30~32
吴小丽, 熊长新, 李钱陶 等. 常温溅射 DLC 膜的工艺研究[J]. *光学与光电技术*, 2009, **7**(4): 30~32
- 13 Xu Junqi, Hang Lingxia, Hui Yingxue. Study on antireflection character of non-hydrogen DLC films prepared by unbalanced magnetron sputtering (UBMS) technology [J]. *Conference of National Vacuum Metallurgy and Surface Engineering*, 2005, **25**(2): 134~139
徐均琪, 杭凌侠, 惠迎雪. 非平衡磁控溅射无氢 DLC 增透膜的研制[J]. *全国真空冶金与表面工程学术研讨会*, 2005, **25**(2): 134~139