

文章编号:1001-5078(2009)05-0531-03

· 光学材料器件与薄膜 ·

ZnS 上 HfON 保护膜及增透膜系的制备和性能研究

刘 伟,张树玉,闫兰琴,袁 果,刘嘉禾,黎建明,杨 海,苏小平,余怀之
(北京有色金属研究总院,北京国晶辉红外光学科技有限公司,北京 100088)

摘 要:用氮氧化钬薄膜作为 CVDZnS 衬底的保护膜、由 YbF_3 和 ZnS 组成的增透膜系分别在 CVDZnS 的两面制备了保护膜和增透膜,研究了镀膜前后 CVDZnS 在 $8 \sim 12 \mu\text{m}$ 波段的光学性能,单面镀制增透膜之后 CVDZnS 在此波段的平均透过率由未镀膜前的 74% 提高到了 82%,峰值透过率大于 83.5%。在 CVDZnS 上镀制 HfON 保护膜后,其 $8 \sim 12 \mu\text{m}$ 波段透过率没有明显的降低,同时硬度测试表明 HfON 薄膜的硬度约为 11.6 GPa,远大于衬底 CVDZnS 的硬度。胶带实验和泡水试验表明,制备的保护膜和增透膜均和衬底有很好的附着力。

关键词:硫化锌;氮氧化钬保护膜;增透膜;硬度

中图分类号:TN213;TB43 **文献标识码:**A

Preparation and properties of hafnium oxynitride protective films and anti-reflection films on ZnS substrates

LIU Wei, ZHANG Shu-yu, YAN Lan-qin, YUAN Guo, LIU Jia-he, LI Jian-ming
YANG Hai, SU Xiao-ping, YU Huai-zhi

(Beijing Guojing Infrared Optical Technology Co., Ltd, General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China)

Abstract: Hafnium oxynitride protective films and anti-reflection films were separately prepared onto double side of CVDZnS substrates. The optical properties of CVDZnS before and after coated AR in the region of $8 \sim 12 \mu\text{m}$ were studied. After coated AR on the single surface of CVDZnS substrates, the average transmittance improved from 74% to 82% and the peak transmission of the films was more than 83.5%. After coated HfON protective films, the transmittance of HfON/CVDZnS/AR system had no obvious decreased in the region of $8 \sim 12 \mu\text{m}$ and the hardness of HfON/CVDZnS system had the value of 11.6 GPa which higher than the hardness of CVDZnS substrates. The HfON protective films and anti-reflection films had good adherence with the CVDZnS substrates.

Key words: ZnS; HfON protective films; anti-reflection; hardness

1 引 言

CVDZnS 多晶材料具有优良的光学和力学性能,是一种先进的长波红外($8 \sim 12 \mu\text{m}$)窗口、头罩和透镜材料^[1-3]。但其硬度相对较低,仅为 250 kg/mm^2 ,在恶劣环境中使用时其光学表面易受到损伤而使红外透过率急剧下降,导致系统失效^[4]。因此,在实际使用过程中,CVDZnS 的窗口和头罩表面必须镀制保护膜,才能够保证其内部的光电探测系统能够正常工作^[5-6]。本课题组从已有的研究基础出发^[7-8],提出用硬度较高的氮氧化钬薄

膜作为 CVDZnS 窗口 $8 \sim 12 \mu\text{m}$ 波段的保护膜材料,并在其背面选用由低折射率材料 YbF_3 和高折射率材料 ZnS 组成的增透膜系作为 CVDZnS 在 $8 \sim 12 \mu\text{m}$ 波段的增透膜以提高其光学性能,实现综合增透保护效果。

2 增透保护膜的制备

氮氧化钬薄膜用 JGCQ-600TA 磁控溅射镀膜

作者简介:刘 伟(1981-),男,硕士,助理工程师,从事红外光学膜制备研究。E-Mail:lwai_tj@163.com

收稿日期:2008-10-23

机制备,所用靶材为高纯金属钨靶(99.99%),反应气体为氧气和氮气(99.995%),工作气体为氩气(99.995%),三种气体通过两路质量流量计进入真空室。沉积薄膜的具体工艺参数参见文献[8]。

电子束蒸发沉积增透膜在成都真空机械厂制造的ZZS700型箱式真空镀膜机上进行,采用中科院空间技术研究中心生产的考夫曼离子源进行辅助沉积,电子束由e型电子枪产生,工作电源功率为8kW。镀膜前先用350 eV左右的 Ar^+ 轰击3~5 min,然后进行薄膜沉积。衬底温度为200℃,本底真空度优于 4.0×10^{-3} Pa。充入氩气后的工作真空度在($8 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2}$) Pa之间。用石英晶控仪来控制膜层材料的沉积速率, YbF_3 和ZnS的沉积速率分别控制在1 nm/s和2 nm/s左右。

沉积薄膜所用CVDZnS衬底经双面抛光后,依次用丙酮、无水乙醇超声清洗后,紫外灯烘干备用。衬底放入真空室前,用脱脂棉球蘸取少量无水乙醇轻擦拭表面,保持衬底表面清洁。

薄膜的红外透过性能用Nivolet 6700傅里叶红外光谱仪进行测试,光谱范围为 $10000 \sim 380 \text{ cm}^{-1}$;分辨率为 $0.2 \sim 64 \text{ cm}^{-1}$,HfON薄膜的硬度用MTS Nano Indenter XP系统测试。

3 结果与讨论

3.1 红外光学性能

首先用电子束蒸发加离子源辅助在CVDZnS衬底的一面镀制增透膜之后,用磁控反应溅射法在CVDZnS衬底的另一表面沉积了HfON保护膜,测试了镀制增透膜前后CVDZnS的透过曲线(如图1所示)。从图1得知,镀制增透膜之后,CVDZnS在8~12 μm 波段的透过率有明显的提高,其平均透过率由原来的74%提高到了82%,在9.5 μm 处的最大透过率为83.5%。图2为镀制增透膜之后,在CVDZnS的另一面镀制HfON保护膜前后的红外透过率,从图2可以看出,镀制HfON保护膜后,对原来CVDZnS/AR体系的透过率影响很小。

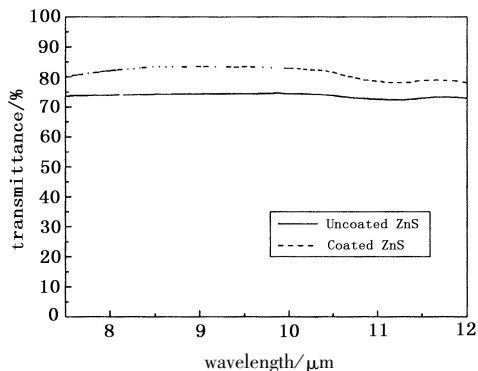


图1 镀制增透膜前后CVDZnS衬底的透过率

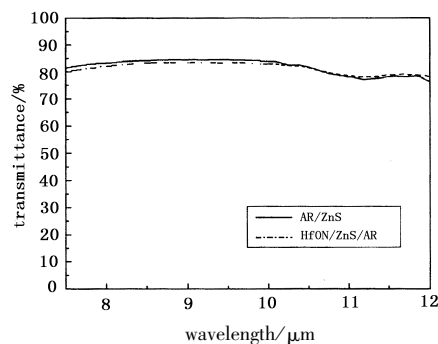


图2 AR/CVDZnS体系镀制HfON保护膜前后的透过率

3.2 力学性能

在CVDZnS衬底上制备HfON保护膜之后,对其进行了硬度测试,其压入深度随硬度变化曲线如图3所示,从图3可知,当压入深度大于50 nm之后,薄膜/衬底的硬度值出现了一段平台期^[9],表明此载荷范围内应变区仅限于硬度较高的薄膜而未影响到衬底ZnS,此时的硬度值是薄膜的真实硬度,取其平均值得到HfON薄膜的硬度约为11.6 GPa,远大于CVDZnS衬底的硬度。

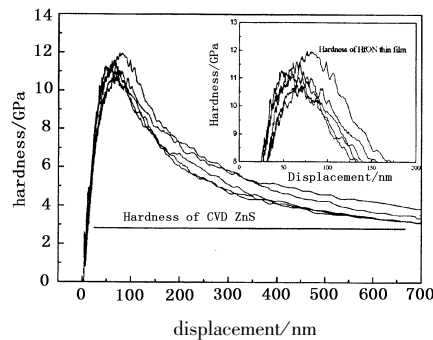


图3 HfON薄膜的硬度

3.3 其他测试

根据国军标GJB2485-1995光学膜层通用规范的要求对制备好的薄膜进行了胶带实验和泡水试验。胶带实验后,膜层未发生起皮脱膜。泡水试验后,对薄膜进行洁净处理,发现膜层无起皱、气泡、脱落、龟裂等现象,并对该样品进行红外透过测试,发现泡水前后的红外透过率没有明显变化,如图4所示。

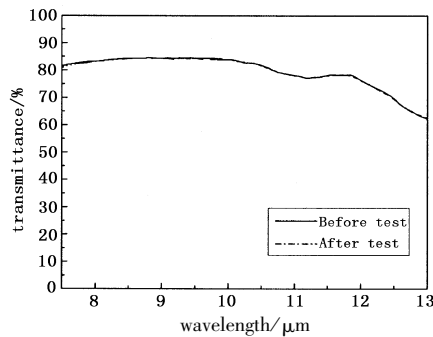


图4 泡水实验前后透过率

4 结 论

本文用氮氧化钬薄膜作为保护膜、由 YbF_3 和 ZnS 组成的增透膜系分别在 CVDZnS 的两面制备了保护膜和增透膜,研究了镀膜前后 CVDZnS 窗口在 $8 \sim 12\mu\text{m}$ 波段的光学性能和 HfON 薄膜的硬度,并进行了胶带实验和泡水试验。结果表明:单面镀制增透膜之后 CVDZnS 窗口在 $8 \sim 12\mu\text{m}$ 波段的平均透过率由未镀膜前的 74% 提高到了 82%,镀制 HfON 保护膜后,其透过率没有明显的降低且 HfON 薄膜的硬度远高于 CVDZnS 衬底的硬度。胶带实验和泡水试验表明制备的薄膜和衬底附着良好。

参考文献:

- [1] Daniel C Harris. Frontiers in infrared window and dome materials [J]. Proc. SPIE, 1995, 2552: 325.
- [2] 杨海, 霍承松, 余怀之, 等. 红外用 CVD ZnS 多晶材料的研制[J]. 应用光学, 2008, 29 (1): 57 - 61.

(上接第 527 页)

差。正负透镜同时使用能够消除的球差为边缘球差,该球差是由光束边缘光线产生的。

若使用分离的正负透镜来消除球差,则耦合系统的光学长度可能会比较长,而使用双胶合透镜则可以很好地解决这一问题。它不仅可以达到消除边缘球差的目的,而且光学系统的长度不会有大的变化。基于这些原因,耦合系统选用总焦距为 25mm 的双胶合透镜替代单透镜。

通过双胶合透镜的使用,耦合效率得到了明显的提高,达到 84% 以上;远场使用接收屏观察光斑,发现此时的光斑边缘比使用单透镜时要清晰很多,且边缘的毛刺基本消除,光束的质量得到明显的改善。

7 小 结

本文利用光线追迹法对边缘光线进行了追迹计算,得出了光束的束腰半径值,并将其与高斯光束透镜变换公式的计算结果作比较。比较结果表明,在激光束与透镜的耦合之中,正透镜的球差使得像方束腰值增大,该增大值导致激光束与光纤耦合效率下降,因此在实际耦合系统的设计中应该考虑球差这一影响因素。最后使用双胶合透镜对球差进行消除,得到比较满意的试验结果,完成了耦合系统的设计。

参考文献:

- [1] Gangopadhyay S, Snakar S N. Laser diode to single-mode

- [3] 余怀之, 郑岳华, 刘建平, 等. 红外透射材料 ZnS[J]. 激光与红外, 1997, 27(6): 366 - 370.
 - [4] 余怀之. 红外光学材料[M]. 北京: 国防工业出版社, 2007: 7.
 - [5] Clark Caspar C, Lettington Alan H, Wakeham Steven J. A new protective anti-reflecting coating for multi-spectral ZnS[J]. Proc. SPIE. 2001, 4375: 266.
 - [6] Korenstein R, Goldman L, Hallock R. Diamond coated ZnS for improved erosion resistance [C]. Proc. SPIE, 1997, 3060: 181 - 195.
 - [7] 刘伟, 苏小平, 张树玉, 等. 硫化锌衬底上氧化钬保护膜制备及性能研究[J]. 激光与红外, 2007, 37(8): 762 - 764.
 - [8] 刘伟, 苏小平, 张树玉, 等. 氧分压对 HfO_xN_y 薄膜结构和光学性能的影响[J]. 激光与红外, 2007, 37(12): 1307 - 1310.
 - [9] 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和运用[J]. 力学进展, 2002, 32(3): 349 - 364.
- fiber excitation via hemispherical lens on the fibertip: efficiency computation by ABCD matrix with consideration for allowable aperture[J]. J. Opt. Commun., 1998, 19(2): 42.
- [2] 牛岗, 樊仲维, 等. 楔形光纤排与半导体激光器耦合技术研究[J]. 半导体光电, 2007, 28(6): 797 - 799.
 - [3] Ma Yan, Xie Fuzeng. Design of a tapered lens for semiconductor laser to single-mode fiber coupling[J]. Chinese Journal of Semiconductors, 2004, 25(11): 1355 - 1357.
 - [4] 俞宽新. 激光原理与激光技术[M]. 第 2 版. 北京: 北京工业大学出版社, 2001, 1.
 - [5] 胡家升. 光学工程导论[M]. 第 2 版. 大连: 大连理工大学出版社, 2005, 8.
 - [6] A Yoshida, T Asakura. Propagation and focusing of Gaussian laser beams beyond conventional diffraction limit[J]. Optics Comm., 1996, 123: 694 - 704.
 - [7] 季小玲, 吕百达. 球差透镜对高斯光束质量的影响[J]. 中国激光, 2001, 28(4): 347 - 350.
 - [8] 蒲继雄. 利用球差透镜获得超衍射极限聚焦[J]. 中国激光, 1999, 26(6): 542 - 546.
 - [9] 江恒, 杨坤涛. 激光光学系统设计者中球差对像方束腰的影响[J]. 激光与红外, 2006(2): 128 - 130.
 - [10] Marcuse D. Loss analysis of single-mode fiber splices[J]. J Bell Syst Technical, 1977, 55(5): 704 - 707.
 - [11] 邓华秋, 龙青云, 许捷翰. 高斯光束在光纤间的透镜耦合[J]. 半导体光电, 2006(5): 602 - 605.