

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810222213.3

[51] Int. Cl.

G02B 1/10 (2006.01)

C23C 14/34 (2006.01)

C23C 14/35 (2006.01)

[43] 公开日 2009年1月21日

[11] 公开号 CN 101349769A

[22] 申请日 2008.9.11

[21] 申请号 200810222213.3

[71] 申请人 北京有色金属研究总院

地址 100088 北京市海淀区新街口外大街2号

共同申请人 北京国晶辉红外光学科技有限公司

[72] 发明人 张树玉 苏小平 杨海 黎建明

刘伟 闫兰琴 刘嘉禾

[74] 专利代理机构 北京众合诚成知识产权代理有限公司

代理人 张文宝

权利要求书2页 说明书5页 附图1页

[54] 发明名称

光学元件用 AION 保护膜的制备方法

[57] 摘要

本发明属于薄膜制备技术领域，特别涉及一种光学元件用 AION 保护膜的制备方法。以高纯金属 Al 为靶，Ar 气为工作气体，N₂ 气和 O₂ 气为反应气体，采用反应磁控溅射工艺制备 AION 膜。制备的 AION 薄膜，在 0.2 ~ 12 μm 宽波段范围内具有高的透过率和低的吸收系数，且机械强度高、硬度高、耐磨损、化学稳定性好、耐腐蚀，适于做军用光学窗口的硬质保护膜，也适于做一般光学元件如棱镜、透镜等的防潮保护膜及抗磨损膜。

1. 一种光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 以高纯金属 Al 为靶, Ar 气为工作气体, N₂ 气和 O₂ 气为反应气体, 采用反应磁控溅射工艺制备 AION 膜, 其特征在于, 制备过程包括以下步骤:

(1) 将光学元件基体放置到基片台上, 首先将真空室真空抽至高于 3×10^{-3} Pa, 然后将基体加热到室温 $\sim 800^\circ\text{C}$;

(2) 向真空室充入 Ar 气, 保持真空在 0.1~0.5 Pa, 溅射功率 100~1000 W, 对靶表面轰击清洗 8-12 分钟;

(3) 按 $\text{N}_2 / (\text{N}_2 + \text{O}_2) = 0.05 \sim 0.95$ 、 $(\text{N}_2 + \text{O}_2) / \text{Ar} = 0.1 \sim 0.5$ 的比例范围通入 Ar、N₂ 气和 O₂ 气的混合气体, 保持溅射功率 50~300 W, 工作真空 0.1~0.3 Pa, 沉积 AION 膜;

(4) 沉积结束后在上述混合气体中将工件温度缓慢降至室温, 降温速率 30~100°C/小时。

2. 根据权利要求 1 所述的光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 其特征在于, 所述的磁控溅射工艺为射频磁控溅射工艺或直流磁控溅射工艺。

3. 根据权利要求 1 所述的光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 其特征在于, 所述磁控溅射工艺沉积过程中膜厚是由沉积速率和沉积时间控制。

4. 根据权利要求 1 所述的光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 其特征在于, 所述磁控溅射工艺沉积过程气体的流量通过气体质量流量计控制, 流量范围为 5~200 sccm。

5. 根据权利要求 1 所述的光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 其特征在于, 所述光学元件指光学系统用棱镜、透镜和窗口, 其材料包括 ZnS、ZnSe、Ge、Si、石英玻璃、As₂S₃、KCl 和 CaF₂, 其形状为平板形或球冠形。

6. 根据权利要求 1 所述的光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 其特征在于, 所述 AION 保护膜, N/(N+O)原子比的范围为 5~95%。

7. 根据权利要求 1 所述的光学元件用 AION 保护膜的制备方法, 其特征在于, 所述 AION 保护膜为单面保护膜或双面保护膜。

光学元件用 AION 保护膜的制备方法

技术领域

本发明属于薄膜制备技术领域，特别涉及一种光学元件用 AION 保护膜的制备方法。

背景技术

ZnSe、ZnS、Ge 等材料硬度低，因此由这些材料制成的光学元件在工作环境中表面易受损而影响正常工作，而 KCl 等离子晶体制成的棱镜、窗口等由于在大气中极易潮解，因此都需要在表面涂覆保护膜以保证正常使用。

理想的光学保护膜除应具有可见、近红外、中红外、远红外多波段透明、吸收系数小等光学性能外，还应具有机械强度高、硬度高、耐磨损、化学稳定性好、耐腐蚀等特点。DLC、 $\text{Ge}_{1-x}\text{C}_x$ 膜是常用的光学元件保护膜，但由于其本身存在诸如应力大、吸收大及可见光波段不透明等缺点限制了其应用范围。

Al_2O_3 是一种常用的光学薄膜材料，同时其机械强度高，硬度高、化学性能稳定，如在机械行业常将 Al_2O_3 薄膜用作工具用硬质涂层，但 Al_2O_3 在长波波段（ $8\sim 12\mu\text{m}$ ）的吸收系数很大，因此 Al_2O_3 薄膜一般只用于 $0.2\sim 8\mu\text{m}$ 。

如果 N 原子能够替代 Al_2O_3 结构中的部分 O 原子，形成本发明所述的 AION 结构，那么随着 N 原子含量的增加，长波吸收将显著降低，使 AION 薄膜可以应用到 $0.2\sim 12\mu\text{m}$ 宽波段，但由于随着 N 原子含量的增加，薄膜机械性能也会逐渐下降，因此要根据使用要求调整 O/N 比例，达到光学性能和机械性能的匹配。

发明内容

本发明提供了一种光学元件用 AION 保护膜的制备方法，以高纯金属 Al 为靶，Ar 气为工作气体， N_2 气和 O_2 气为反应气体，采用反应磁控溅射工艺制备

AION 膜，其特征在于，制备过程包括以下步骤：

(1)将光学元件基片放置到基片台上，首先将真空室真空抽至高于 $3 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ，然后将基体加热到室温 $\sim 800^\circ\text{C}$ ；

(2)向真空室充入 Ar 气，保持真空在 $0.1 \sim 0.5 \text{Pa}$ ，溅射功率 $100 \sim 1000 \text{W}$ ，对靶表面轰击清洗 8-12 分钟；

(3)按 $\text{N}_2 / (\text{N}_2 + \text{O}_2) = 0.05 \sim 0.95$ 、 $(\text{N}_2 + \text{O}_2) / \text{Ar} = 0.1 \sim 0.5$ 的比例范围通入 Ar、 N_2 气和 O_2 气的混合气体，保持溅射功率 $50 \sim 300 \text{W}$ ，工作真空 $0.1 \sim 0.3 \text{Pa}$ ，沉积 AION 膜直至达到所需的厚度；

(4)沉积结束后在上述混合气体中将工件温度缓慢降至室温，降温速率 $30 \sim 100^\circ\text{C}/\text{小时}$ 。

所述的磁控溅射工艺为射频磁控溅射工艺或直流磁控溅射工艺。

所述磁控溅射工艺沉积过程中膜厚是由沉积速率和沉积时间控制。

所述磁控溅射工艺沉积过程气体的流量通过气体质量流量计控制，流量范围为 $5 \sim 200 \text{sccm}$ 。

所述光学元件指光学系统用棱镜、透镜和窗口，其材料包括 ZnS、ZnSe、Ge、Si、石英玻璃、 As_2S_3 、KCl 和 CaF_2 ，其形状为平板形或球冠形。

所述 AION 保护膜， $\text{N}/(\text{N}+\text{O})$ 原子比的范围为 $5 \sim 95\%$ ，其中 N 原子含量高时长波波段吸收率小，但机械性能较差，O 原子含量高时机械性能较好，但长波波段吸收率大，透过性能较差。。

所述 AION 保护膜为单面保护膜或双面保护膜。

本发明的有益效果为：制备的 AION 薄膜，在 $0.2 \sim 12 \mu\text{m}$ 宽波段范围内具有高的透过率和低的吸收系数，且机械强度高、硬度高、耐磨损、化学稳定性好、耐腐蚀，适于做军用光学窗口的硬质保护膜，也适于做一般光学元件如棱镜、透

镜等的防潮保护膜及抗磨损膜。

附图说明

图 1 为制备 AION 薄膜的反应磁控溅射沉积设备简图。

图中标号：

1-AION 保护膜；2-磁铁装置；3-Al 靶；4-真空室；5-进气口；6-出气口；
7-溅射电源；8-基片台；9-加热器；10-光学元件基片。

具体实施方式

本发明提供了一种光学元件用 AION 保护膜的制备方法，下面结合附图说明和具体实施方式对本发明做进一步的说明。

图 1 为制备 AION 薄膜的反应磁控溅射沉积设备简图。在真空室 4 下部设置有进气口 5 和出气口 6，真空室设置有溅射电源 7，在真空室 4 内部设置有基片台 8，基片台 8 内部设置有加热器 9，基片台 8 用来放置光学元件基片 10，在基片台 8 上面设置有磁铁装置 2，磁铁装置上固定有 Al 靶 3。

实施例 1：

(1) 按上述步骤安装设备，将光学元件基片 10 放置到基片台 8 上，光学元件基片 10 的材料为 KCl，首先将真空室 4 真空抽至高于 3×10^{-3} Pa，然后采用电阻式加热方式，将光学元件基片 10 加热到 200°C；

(2) 向真空室 4 充入 Ar 气，保持真空在 0.2Pa，采用射频磁控溅射工艺，溅射功率 300W，对 Al 靶 3 表面轰击清洗 10 分钟；

(3) 按 $N_2/(N_2+O_2)=0.5$ 、 $(N_2+O_2)/Ar=0.2$ 的比例通入 Ar、 N_2 气和 O_2 气的混合气体，工作真空 0.2Pa，采用射频磁控溅射工艺，保持溅射功率 100W，控制沉积速率和沉积时间，在光学基片 10 的双面镀 100nm 厚平板型 AION 保护膜 1；

(4) 沉积结束后在上述混合气体中将工件温度缓慢降至室温，降温速率

30°C/小时。

磁控溅射工艺沉积过程气体的流量通过气体质量流量计控制，流量范围为5~200sccm。

对制得的镀有 AlON 保护膜的 KCl 光学元件进行抗大气潮解试验，试验结果表明在潮湿环境放置三个月，晶体仍保持透明，无潮解现象。

实施例 2:

(1) 按上述步骤安装设备，将光学元件基片 10 放置到基片台 8 上，光学元件基片 10 的材料为 ZnSe，首先将真空室 4 真空抽至高于 3×10^{-3} Pa，然后采用电阻式加热方式，将光学元件基片 10 加热到 500°C；

(2) 向真空室 4 充入 Ar 气，保持真空在 0.3Pa，采用射频磁控溅射工艺，溅射功率 100W，对 Al 靶 3 表面轰击清洗 10 分钟；

(3) 按 $N_2/(N_2+O_2)=0.6$ 、 $(N_2+O_2)/Ar=0.2$ 的比例通入 Ar、 N_2 气和 O_2 气的混合气体，工作真空 0.2Pa，采用射频磁控溅射工艺，保持溅射功率 200W，控制沉积速率和沉积时间，在光学基片 10 的双面镀 800nm 厚球冠型 AlON 保护膜 1；

(4) 沉积结束后在上述混合气体中将工件温度缓慢降至室温，降温速率 50°C/小时。

磁控溅射工艺沉积过程气体的流量通过气体质量流量计控制，流量范围为5~200sccm。

对制得的镀有 AlON 保护膜的 ZnSe 光学元件进行测试，在 0.5~12 μ m 波段其光学吸收小于 3%；采用纳米探针压痕法测试其显微硬度大于 20Gpa，ZnSe 基体的硬度约为 2~3GPa。

实施例 3:

(1) 按上述步骤安装设备，将光学元件基片 10 放置到基片台 8 上，光学元

件基片 10 的材料为 Ge，首先将真空室 4 真空抽至高于 $3 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ，然后采用电阻式加热方式，将光学元件基片 10 加热到 400°C ；

(2) 向真空室 4 充入 Ar 气，保持真空在 0.1Pa ，采用直流磁控溅射工艺，溅射功率 500W ，对 Al 靶 3 表面轰击清洗 8 分钟；

(3) 按 $\text{N}_2/(\text{N}_2+\text{O}_2)=0.2$ 、 $(\text{N}_2+\text{O}_2)/\text{Ar}=0.3$ 的比例通入 Ar、 N_2 气和 O_2 气的混合气体，工作真空 0.2Pa ，采用直流磁控溅射工艺，保持溅射功率 50W ，控制沉积速率和沉积时间，在光学基片 10 的双面镀 80nm 厚平板型 AlON 保护膜 1；

(4) 沉积结束后在上述混合气体中将工件温度缓慢降至室温，降温速率 $70^\circ\text{C}/\text{小时}$ 。

磁控溅射工艺沉积过程气体的流量通过气体质量流量计控制，流量范围为 $5 \sim 200 \text{sccm}$ 。

对制得的镀有 AlON 保护膜的 Ge 光学元件进行测试，在 $3 \sim 12 \mu\text{m}$ 波段其光学吸收小于 3%；采用纳米探针压痕法测试其显微硬度大于 20GPa ，Ge 基体的硬度约为 $10 \sim 12 \text{GPa}$ 。

以上所述的实施例，只是本发明的较佳的具体实施方式，本领域的技术人员可以在所附权利要求的范围内做出各种修改。

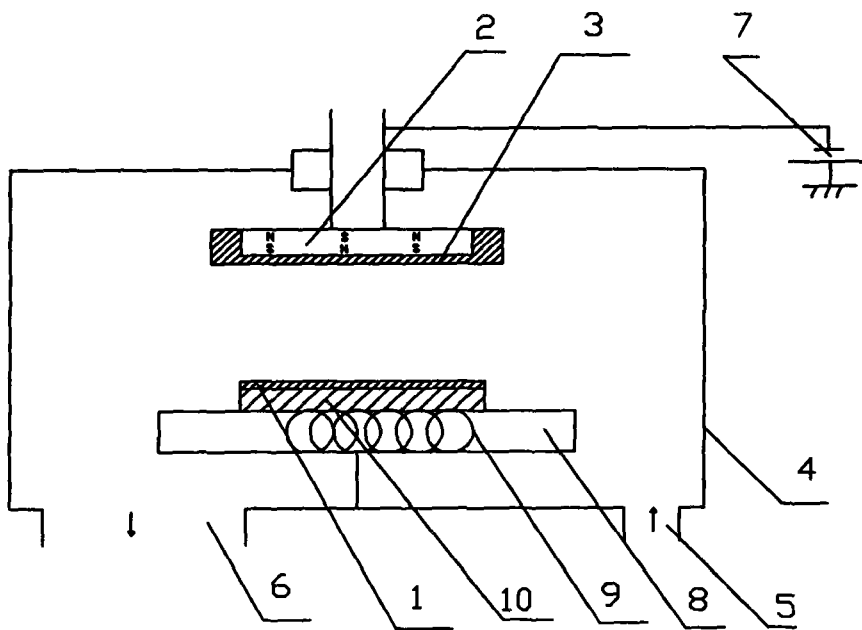


图 1