

# 高频溅射光学保护膜的研究

王 哲

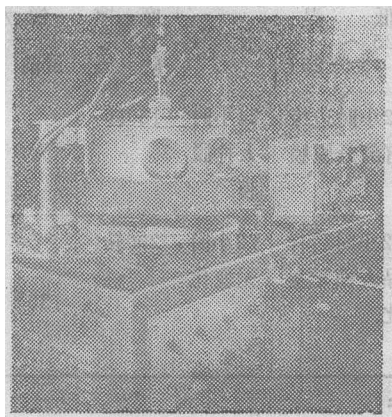
## 前 言

为使不耐潮湿的光学元件，特别是化学稳定性差的一些高折射率光学玻璃，易潮解的光学晶体，多层介质光学薄膜等能在宇宙技术或海洋作业等恶劣环境下使用，近年来国内外很重视有关光学保护膜的研究，采用高频溅射技术制备聚全氟乙丙烯保护膜<sup>[1][2]</sup>。

据有关文献介绍，在含有反应性气体、惰性气体的放电电极上能够产生聚合物。适当地选择放电条件，可以得到透明、平滑、致密、牢固度好的聚合物薄膜。膜层厚度大约可达 200 埃到几个微米。

## 一、实验装置、材料及工艺

实验采用 JS-450 型射频溅射装置，频率为 13.56 兆赫，在溅射室内充入惰性气体 (Ar)。因为使用的频率很高，备有屏蔽保护室 (自制)，可在屏蔽室外进行操作如图 1 (a) (b) 所示。



(a)



(b)

图 1 (a)屏蔽室内镀膜机 (b)在屏蔽室外操作

溅射材料选用聚全氟乙丙烯，其代号为 F<sub>s</sub>-46。先将热压成  $\phi 100 \times 2$  毫米的靶，镀上一层导电膜，然后用导电胶粘到电极上，用红外灯固化 4—5 小时直到牢固为止。溅射室内分布如图 2 所示。

将样品经过清洁处理之后放到阳极盘上 (工作台) 然后转向一旁避开靶面，靶同阳极间

的距离为40毫米。落下钟罩抽真空。待真空度为  $1 \times 10^{-5}$  托以上时打开高压电源进行灯丝预热，同时往溅射室内充入氩气，调节针阀使充入氩气浓度稳定到需要值时，加上高压产生辉光放电，匹配调节而达到全谐振，工作状态稳定。然后根据任务需要确定溅射时间，以得到所需要保护膜厚度，即完成一次实验。停止充入氩气，关闭高压电源，待真空泵冷却后开钟罩取出样品，放到烤箱内在  $140^{\circ}\text{C}$ — $150^{\circ}\text{C}$  烘烤固化。

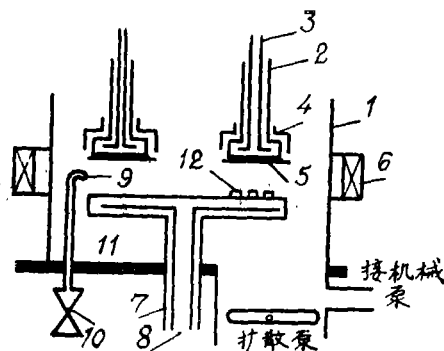


图2 溅射室内分布图

1溅射室，2电极，3、8通水管，4屏蔽罩，5靶材料，6磁场线圈，7阳极（工作台），9氩气管，10针阀，11底盘，12试片（元件）。

## 二、实验结果

### (1) 多层介质分光膜<sup>[3]</sup>的保护膜

用  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  作为高折射率材料的多层分光膜，其膜系为  $G(\text{HL})^6(\text{H}'\text{L}')^4\text{H}'\text{L}'\text{A}$ 。该分光膜的最外层为氟化镁膜，同  $\text{Fs-46}$  保护膜结合牢固，所溅射保护膜的憎水角一般都是  $130^{\circ}$  左右。因采用等离子体溅射聚合物膜层致密，附着力好，质硬耐磨，抗潮性有明显提高，又满足了光谱使用的要求。环境试验结果如表1所示。光谱性能曲线如图3，经过十六昼夜湿热试验后的样品剖面结构如图4。湿热条件见表1。

表1 环境试验结果

项目	湿热试验		低温 $+25^{\circ}\sim$ $-25^{\circ}\text{C}$	水泡	摩擦 200克 砵码	憎水角	
	试前表面	试后表面				试前	试后
$\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgF}_2$ 二十层 介质分光膜（过渡层 $\text{SiO}_2$ ）空白片	表面很好	进箱3天后开始腐蚀， 直到16昼夜，样品表面 严重腐蚀，但未脱膜。	12小时边缘 有部分脱膜	24小时 大片脱 膜	150转	无	无
$\text{Bi}_2\text{O}_3 \cdot \text{MgF}_2$ 二十层 介质分光膜（过渡层 $\text{SiO}_2$ ）溅射 $\text{Fs-46}$ 保护膜	表面很好	经过16昼夜试验后，表 面未有变化。光谱性能 见曲线。	12小时后样 品表面无变 化	72小时 无变化	200转	$130^{\circ}$	$95^{\circ}$

表2 环境试验湿热条件

控制时间	升降温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	相对湿度 ( $\pm 3\%$ )	时间周期	状态
14.00~16.00	30—40	85%	2	升温
16.00~18.00	40—45	85%	2	升温
18.00~2.00	45—45	98%	8	恒温
2.00~4.00	45—40	85%	2	降温
4.00~8.00	40—30	85%	4	降温
8.00~14.00	30—30	98%	6	恒温

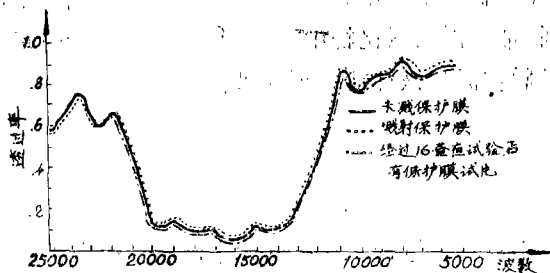


图3  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgF}_2$  多层介质分光膜(过渡层 $\text{SiO}_2$ )的光谱曲线。

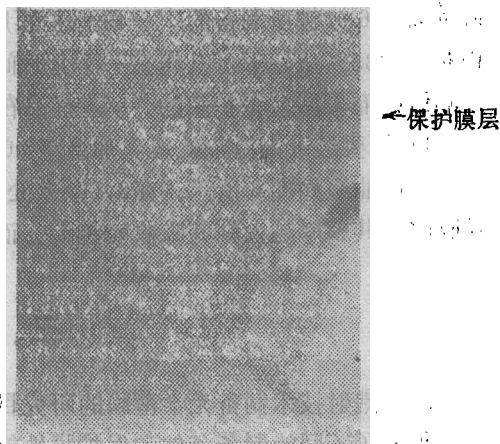
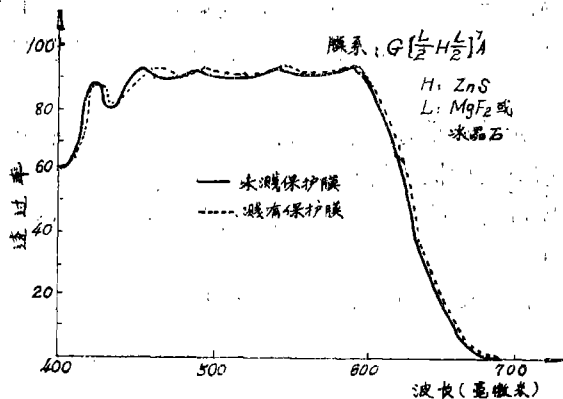
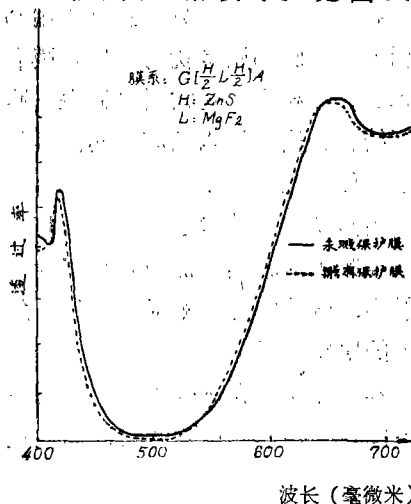


图4 Fs-46 保护膜在六万倍电子显微镜下剖面图形

(2) 用 $\text{ZnS}$ 为高折率材料的带通滤光片和 $45^\circ$ 分光膜溅射上Fs-46保护膜经空中的飞行试验和海上试验确认涂有保护膜行之有效,以防脱膜,并未影响其光谱要求。见图5(a)(b)。



(a)



(b)

图5 (a)  $\text{ZnS}$ 、 $\text{MgF}_2$  (或冰晶石) 带通滤光片曲线

(b)  $\text{ZnS}$ 、 $\text{MgF}_2$  多层介质分光膜光谱曲线

### (3) 潮解性晶体 $\text{NaCl}$ 的防潮保护膜

氯化钠晶体与其他红外材料相比,具有优越的光学性能,然而氯化钠极易潮解,妨碍了它的应用;解决防潮问题的重要途径之一是涂防潮保护膜。所用保护膜材料以有机聚合物(主要是有机氟和有机硅化合物)为多。我们用高频溅射法制备 $\text{NaCl}$ 晶体Fs-46保护膜。选择不同氩气( $\text{Ar}$ )浓度、不同的高压和溅射时间制备成不同厚度的保护膜,将不同条件下所制备的样品经过多次湿度(85%)试验,最后确定高压为1.3千伏,氩气浓度为 $1\sim 2 \times 10^{-2}$ 托,溅

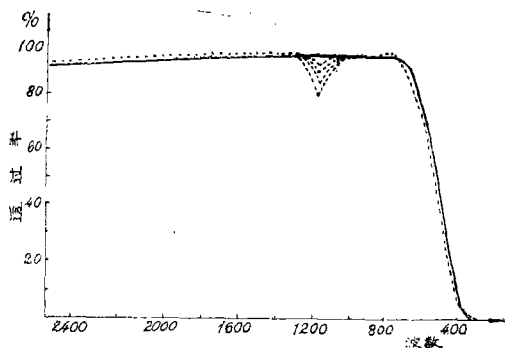


图6 氯化钠晶体的光谱曲线

射时间为6分钟所制备的Fs-46保护膜质量最佳，它的憎水角为90°左右，在室温为30℃，相对湿度85%条件下可以保护一个月时间；在实验室内暴露样品放置半年甚至更长一些时间未潮解；而未溅射保护膜的NaCl样品在几小时内即潮解发污了。当然在镀保护膜之前NaCl基片要经过高温热处理。加温至400℃并恒温4小时左右，使基片仍呈现单晶结构状态。光谱曲线如图6所示。在8.1微米处有吸收带是因为氟化物中CF<sub>2</sub>延伸型的振动引起的吸收峰，其膜厚越大则其吸收峰越大。而保护膜抗激光破坏能力正在进行实验。

### 三、小 结

高频溅射技术制备光学薄膜的研究目前我们只初步进行了在不同光学薄膜上的保护膜工作，研究了不同的制备条件和保护膜性能之间的关系，选出最佳条件进行环境试验，取得一定的实验数据并批量生产应用到工程任务上。这方面的研究工作目前国内外发展很快，不但应用溅射法制备各类型的保护膜，还可以制成多层介质材料和有机材料的光学薄膜<sup>[1]</sup>，并在集成光学方面也得到广泛的应用。

我们在实验中充分注意到了用高频溅射研制的保护膜，其效果和被保护的膜性能密切相关，底膜的质量优劣对保护膜有明显影响；底膜虽是相同材料但制备质量不同，保护膜效果也大不相同。对需要镀制保护膜的各类光学薄膜最外层最好是氟化镁膜，它同Fs-46保护膜结合紧密，憎水角高，防潮性能佳，牢固度好，确实起到了应有的保护作用，并满足其光学元件的光谱要求。

用高频溅射技术制备光学薄膜是目前制备光学薄膜方法中（热蒸发、电子枪、激光蒸发、高频溅射、离子镀膜）较好的一种。目前对溅射机理的研究我们正在逐步开展，如有关溅射率、电流密度、溅射室内气氛的成份和所制备的薄膜性质、结构之间的关系等仅获得了定性的研究结果。

本工作所有光谱的测量由李秀玉同志完成。贾淑芝同志给予了电子显微镜制备图片，屏蔽室图片的摄影是由陈永泉同志完成。

### 参 考 文 献

- [1] John.R.Hollahan et al., Appl.Opt., 1974, 13, 8, 1844.
- [2] 王哲, 光学机械, 1976, 3, 1.
- [3] 赵遂武, 王永珍, 光学机械, 1981, 3, 65.
- [4] R.H.Hopkins et al., Appl.Opt., 1975, 14, 11, 2631.