

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102689467 A

(43) 申请公布日 2012.09.26

(21) 申请号 201210162468.1

C23C 14/35(2006.01)

(22) 申请日 2012.05.23

(71) 申请人 北京天瑞星光热技术有限公司

地址 100080 北京市海淀区中关村南三街
16号

(72) 发明人 张秀廷 陈步亮 范兵 刘雪莲
王静 杨兴 张晋

(74) 专利代理机构 北京永创新实专利事务所
111121

代理人 赵文利

(51) Int. Cl.

B32B 15/18(2006.01)

B32B 15/04(2006.01)

C23C 14/08(2006.01)

C23C 14/06(2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 7 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层及其制备方法，属于太阳能利用技术领域。所述的涂层从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；第一层红外发射层由 Cu 膜或者 Ag 膜组成，厚度在 $50 \sim 250\text{nm}$ ；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为 Si_3N_4 和 AlN 膜，第三层减反射层为 SiO_2 膜，厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ 。本发明提供的涂层具有可见-红外光谱高吸收率，红外光谱低发射率的特点，并且由于采用双陶瓷结构的干涉吸收层，具有良好的中高温热稳定性。且该涂层制备工艺简便、操作方便、易于控制、缩短生产周期。



1. 一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，其特征在于：所述的涂层从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；

第一层红外发射层由 Cu 膜或者 Ag 膜组成，位于基体表面，厚度在 $50 \sim 250\text{nm}$ ；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为 Si_3N_4 和 AlN 膜，第一亚层和第二亚层的厚度均为 $50 \sim 100\text{nm}$ ；第一亚层中 Si_3N_4 的体积百分比为 $20\text{~}40\%$ ，其余为 AlN ；第二亚层 Si_3N_4 的体积百分比为 $10\text{~}30\%$ 其余为 AlN ；第一亚层位于第一层红外发射层上，第二亚层位于第一亚层上；第三层减反射层由 SiO_2 膜，厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，其特征在于：所述的涂层在大气质量因子 AM1.5 条件下，其吸收率为 96.0%，法向发射率为 0.06。

3. 根据权利要求 1 所述的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，其特征在于：所述的涂层在 $2 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 真空度下，经 350°C 真空退火 1 小时后，其吸收率为 96.0%，法向发射率为 0.06。

4. 根据权利要求 1 所述的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，其特征在于：所述的涂层在 $2 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 真空度下，经 500°C 真空退火 1 小时后，其吸收率为 95.8%，法向发射率为 0.06。

5. 根据权利要求 1 所述的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，其特征在于：所述的第一亚层和第二亚层的厚度为相等或者不相等。

6. 一种应用于权利要求 1 所述的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法，其特征在于：包括以下几个步骤：

步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

采用纯金属靶直流或中频磁控溅射方法，纯金属靶为 Cu 靶或 Ag 靶，以 Ar 气作为溅射气体制备，基体采用高速钢，溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气氛， Ar 气流量为 $100 \sim 140\text{sccm}$ ，调整溅射距离为 $130 \sim 150\text{mm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，开启纯金属靶的溅射靶电源，调整溅射电压为 $380 \sim 450\text{V}$ ，溅射电流为 $8 \sim 10\text{A}$ ，得到厚度为 $50 \sim 250\text{nm}$ 的第一层红外发射层；

步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

采用 Si 靶和 Al 靶中频磁控溅射方法，反应气体为 N_2 ，将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，然后通入 Ar 和 N_2 的混合气， Ar 的流量为 $100 \sim 140\text{sccm}$ ， N_2 的流量为 $5 \sim 20\text{sccm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，分别开启 Si 和 Al 靶电源，溅射时，调整 Si 靶溅射电压为 $640 \sim 750\text{V}$ ，溅射电流为 $6 \sim 8\text{A}$ ， Al 靶溅射电压为 $540 \sim 600\text{V}$ ，溅射电流为 $6 \sim 8\text{A}$ ，制备厚度为 $50 \sim 100\text{nm}$ 的第一亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜；

减少 Si 靶溅射电流为 $4 \sim 6\text{A}$ ，其他各个参数不变，继续制备第二亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜，厚度为 $50 \sim 100\text{nm}$ ；

步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

采用 Si 靶溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气体，通入 O_2 作为反应气体制备， O_2 的流量为 $20 \sim 40\text{sccm}$ ，调节 Ar 与 O_2 流量比为 $1.5:1 \sim 3:1$ ，调整溅射距离为 $130 \sim 150\text{mm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，溅射时，调整溅射电压为 $750 \sim 800\text{V}$ ，溅射电流为 $8 \sim 10\text{A}$ ，制备得到厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ 的第三层减反射层。

一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于太阳能利用技术领域，具体涉及一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层及其制备方法。

背景技术

[0002] 太阳光谱选择性吸收涂层在可见 - 近红外波段具有高吸收率，在红外波段具有低发射率的功能薄膜，是用于太阳能集热器，提高光热转换效率的关键。随着太阳能热利用需求和技术的不断发展，太阳能集热管的应用范围从低温应用（≤ 100℃）向中温应用（100℃ - 350℃）和高温应用（350℃ - 500℃）发展，以不断满足海水淡化、太阳能发电等中高温应用领域的使用要求。对于集热管使用的吸收涂层也要具备高温热稳定性，适应中高温环境的服役条件。

[0003] 对于太阳能选择性吸收涂层目前已研究和广泛使用了黑铬、阳极氧化着色 $\text{Ni}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 以及具有成分渐变特征的 $\text{SS}-\text{C}/\text{SS}$ （不锈钢）和 $\text{Al}-\text{N}/\text{Al}$ 等膜系，应用于温度在 200℃ 以内的平板型集热装置的集热管表面。但在中高温条件下，由于其红外发射率随温度上升明显升高，导致集热器热损失明显上升，热效率显著下降。

[0004] 为了提高中高温服役条件下选择性吸收涂层的热稳定性， $\text{Mo}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}$ 、 $\text{SS}-\text{AlN}/\text{SS}$ 等材料体系得到了研究和发展，采用了双靶或多靶金属陶瓷共溅射技术，其中 $\text{Mo}-\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}$ 体系的特点是 $\text{Mo}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 吸收层具有成分渐变的多亚层结构， Al_2O_3 层采用射频溅射方法， $\text{SS}-\text{AlN}/\text{SS}$ 体系的特点是吸收层采用了干涉膜结构，使热稳定性提高。上述涂层在使用温度 350℃ - 500℃ 范围内的聚焦型中高温集热管表面获得了应用。但是双靶或多靶共溅射、射频溅射等工艺沉积速率低，生产周期长，工艺复杂，成本高。

[0005] 对于太阳能的中高温利用，需要一种吸收率高、发射率低、热稳定性好，而且工艺简便的选择性吸收涂层及制备技术。

发明内容

[0006] 本发明的目的是为了解决现有技术中存在的问题，提出一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层及其制备方法，适用于高温（300℃ - 500℃）工作温度集热管，涂层吸收率高、发射率低、热稳定性好，制备工艺简便，操作方便，生产周期短，溅射工况稳定。

[0007] 本发明提供一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，包括三层膜，从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；

[0008] 第一层红外发射层由 Cu 膜或者 Ag 膜组成，位于基体表面，厚度在 50 ~ 250nm；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为 Si_3N_4 和 AlN 膜，第一亚层和第二亚层的厚度均为 50 ~ 100nm；第一亚层中 Si_3N_4 的体积百分比为 20~40%，其余为 AlN ；第二亚层 Si_3N_4 的体积百分比为 10~30% 其余为 AlN ；第一亚层位于第一层红外发射层上，第二亚层位于第一

亚层上；第三层减反射层由 SiO_2 膜，厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ 。

[0009] 本发明提供一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法，包括以下几个步骤：

[0010] 步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

[0011] 采用纯金属靶直流或中频磁控溅射方法，纯金属靶为 Cu 靶或 Ag 靶，以 Ar 气作为溅射气体制备，基体采用高速钢，溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气氛， Ar 气流量为 $100 \sim 140\text{sccm}$ ，调整溅射距离为 $130 \sim 150\text{mm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，开启纯金属靶的溅射靶电源，调整溅射电压为 $380 \sim 450\text{V}$ ，溅射电流为 $8 \sim 10\text{A}$ ，得到厚度为 $50 \sim 250\text{nm}$ 的第一层红外发射层；

[0012] 步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

[0013] 采用 Si 靶和 Al 靶中频磁控溅射方法，反应气体为 N_2 ，将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，然后通入 Ar 和 N_2 的混合气， Ar 的流量为 $100 \sim 140\text{sccm}$ ， N_2 的流量为 $5 \sim 20\text{sccm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，分别开启 Si 和 Al 靶电源，溅射时，调整 Si 靶溅射电压为 $640 \sim 750\text{V}$ ，溅射电流为 $6 \sim 8\text{A}$ ， Al 靶溅射电压为 $540 \sim 600\text{V}$ ，溅射电流为 $6 \sim 8\text{A}$ ，制备厚度为 $50 \sim 100\text{nm}$ 的第一亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜；

[0014] 减少 Si 靶溅射电流为 $4 \sim 6\text{A}$ ，其他各个参数不变，继续制备第二亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜，厚度为 $50 \sim 100\text{nm}$ ；

[0015] 步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

[0016] 采用 Si 靶溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气体，通入 O_2 作为反应气体制备， O_2 的流量为 $20 \sim 40\text{sccm}$ ，调节 Ar 与 O_2 流量比为 $1.5:1 \sim 3:1$ ，调整溅射距离为 $130 \sim 150\text{mm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，溅射时，调整溅射电压为 $750 \sim 800\text{V}$ ，溅射电流为 $8 \sim 10\text{A}$ ，制备得到厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ 的第三层减反射层。

[0017] 本发明的优点在于：

[0018] 本发明所提供的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层由红外发射层、 Si_3N_4 和 AlN 膜组成的双陶瓷干涉吸收层和陶瓷减反射层组成，具有可见-红外光谱高吸收率，红外光谱低发射率的特点，并且由于采用双陶瓷结构的干涉吸收层，具有良好的中高温热稳定性。该涂层制备工艺简便、操作方便、易于控制、缩短生产周期，与选择性吸收涂层由 Nb 红外发射层、 Nb 与 Al_2O_3 的混合物组成的双干涉吸收层和 Al_2O_3 减反射层相比较，本涂层选择的原材料 SiAl 是常规材料，应用范围比较广，成型性能好，可以加工成柱状靶材，显著提高靶材利用率，同时价格也比较低廉，可以进一步降低工作成本。适用于中高温工作温度的太阳能集热管。

附图说明

[0019] 图 1：本发明提出的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层剖面示意图；

[0020] 图 2：本发明提出的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法的流程示意图。

具体实施方式

[0021] 下面将结合附图和实施例对本发明作进一步的详细说明。

[0022] 本发明是一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，结合剖面如图1所示，涂层包括三层膜，从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；

[0023] 第一层红外发射层由 Cu 膜或者 Ag 膜组成，位于基体表面，厚度在 $50 \sim 250\text{nm}$ ；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为 Si_3N_4 和 AlN 膜，第一亚层和第二亚层的厚度均为 $50 \sim 100\text{nm}$ ，第一亚层和第二亚层的厚度可以相等也可以不相等；第一亚层中 Si_3N_4 的体积百分比为 $20\sim40\%$ ，其余为 AlN ；第二亚层 Si_3N_4 的体积百分比为 $10\sim30\%$ 其余为 AlN ；第一亚层位于第一层红外发射层上，第二亚层位于第一亚层上；第三层减反射层由 SiO_2 膜组成，厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ ；位于第二层吸收层的第二亚层上。

[0024] 本发明提出的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法，如图2所示，包括以下几个步骤：

[0025] 步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

[0026] 采用纯金属靶直流或中频磁控溅射方法，纯金属靶为 Cu 靶或 Ag 靶（纯度99.99%），以 Ar 气作为溅射气体制备，基体采用高速钢。溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气氛， Ar 气流量为 $100\sim140\text{sccm}$ ，调整溅射距离为 $130\sim150\text{mm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 。开启纯金属靶的溅射靶电源，调整溅射电压为 $380\sim450\text{V}$ ，溅射电流为 $8\sim10\text{A}$ ，利用直流溅射方式制备，涂层厚度在 $50 \sim 250\text{nm}$ ，得到第一层红外发射层，该层对红外波段光谱具有高反射特性，发射率低；

[0027] 步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

[0028] 采用 Si 靶（纯度99.99%）和 Al 靶（纯度99.99%）中频磁控溅射方法，反应气体为 N_2 ，首先，将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，同时然后通入 Ar 和 N_2 的混合气， Ar 的流量为 $100\sim140\text{sccm}$ ， N_2 的流量为 $5\sim20\text{sccm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，分别开启 Si 和 Al 靶电源，溅射时，调整 Si 靶溅射电压为 $640\sim750\text{V}$ ，溅射电流为 $6\sim8\text{A}$ ， Al 靶溅射电压为 $540\sim600\text{V}$ ，溅射电流为 $6\sim8\text{A}$ ，制备厚度为 $50 \sim 100\text{nm}$ 第一亚层 Si_3N_4 和 AlN 膜；

[0029] 减少 Si 靶溅射电流为 $4\sim6\text{A}$ ，其他各个参数不变，继续制备第二亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜，厚度为 $50 \sim 100\text{nm}$ ；第一亚层和第二亚层除自身对太阳光谱具备固有吸收特性外，还形成干涉吸收效应，加强了涂层的光吸收作用；

[0030] 步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

[0031] 第三层减反射层由 SiO_2 膜构成；采用 Si 靶（纯度99.99%），溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气体，通入 O_2 作为反应气体制备， O_2 的流量为 $20\sim40\text{sccm}$ ，调节 Ar 与 O_2 流量比为 $1.5:1\sim3:1$ ，调整溅射距离为 $130\sim150\text{mm}$ ，调节溅射气压为 $3 \times 10^{-1} \sim 4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 。溅射时，调整溅射电压为 $750\sim800\text{V}$ ，溅射电流为 $8\sim10\text{A}$ ，利用中频磁控溅射方式制备厚度为 $20 \sim 60\text{nm}$ 的 SiO_2 膜即为第三层减反射层。减反射层具有增透、耐磨、抗氧化的作用。

[0032] 本发明提供的太阳能选择性吸收涂层的性能为：在大气质量因子AM 1.5条件下，涂层吸收率为96.0%，法向发射率为0.06。进行真空退火处理，在 $2 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 真空中，经350℃真空退火1小时后，涂层吸收率为96.0%，法向发射率为0.06，在 $2 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 真空中，经500℃真空退火1小时后，涂层吸收率为95.8%，法向发射率为0.06。

[0033] 实施例1：

[0034] 本实施例提供一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，包括三个涂层即第一层红外发射层、第二层吸收层、第三层减反射层，第一层为 Cu 膜，厚度为 180nm，第二层总厚度为 160nm，其中第一亚层厚度为 100nm，第二亚层厚度为 60nm，第一亚层中 Si_3N_4 的体积百分比为 25%，其余为 AlN ；第二亚层 Si_3N_4 的体积百分比为 15% 其余为 AlN ；第三层为 AlN 膜，厚度为 50nm。制备步骤如下：

[0035] 步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

[0036] 选用纯度和纯度为 99.99% 的 Cu 靶，基材使用高速钢。溅射前将真空室预抽本底真空至 $4.5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气氛，Ar 气流量为 120sccm，调整溅射距离为 140mm，调节溅射气压为 $4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 。开启 Cu 靶，调整溅射电压为 400V，溅射电流为 8A，利用直流磁控溅射方式制备 180nm 厚的 Cu 膜；

[0037] 步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

[0038] 采用 Si 靶和 Al 靶中频磁控溅射方法，将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，同时通入 Ar 和 N_2 的混合气，Ar 的流量为 120sccm， N_2 的流量为 20sccm，调节溅射气压为 $3.5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，分别开启 Si 和 Al 靶电源，调整 Si 靶溅射电压为 700V，溅射电流为 8A， Al 靶溅射电压为 600V，溅射电流为 8A，在 Cu 膜上制备 100nm 厚的第一亚层 Si_3N_4 和 AlN 膜；

[0039] Al 靶溅射溅射电流不变， Si 靶溅射溅射电流为 6A，继续制备厚度为 60nm 的第二亚层 Si_3N_4 和 AlN 薄膜；

[0040] 步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

[0041] 选用纯度 99.99% 的 Si 靶，溅射前将真空室预抽本底真空至 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，同时通入 Ar、 O_2 混合气，调节 Ar 与 O_2 流量比为 3:1， O_2 的流量为 25sccm，调整溅射距离为 145mm，调节溅射气压为 $4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，溅射时，调整溅射电流为 8.3A，溅射电压为 700V，利用中频磁控溅射方式制备 50nm 厚 SiO_2 膜。

[0042] 本实施例制备的太阳能选择性吸收涂层的性能如下：在大气质量因子 AM1.5 条件下，涂层吸收率为 96.0%，法向发射率为 0.06。进行真空退火处理，在 $2 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 真空度下，经 350℃ 真空退火 1 小时后，涂层吸收率为 96.0%，法向发射率为 0.06，在 $2 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 真空度下，经 500℃ 真空退火 1 小时后，涂层吸收率为 95.8%，法向发射率为 0.06。

[0043] 实施例 2：

[0044] 本实施例提供一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，涂层包括三层膜，从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；

[0045] 第一层红外发射层由 Cu 膜组成，厚度在 50nm；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为 Si_3N_4 和 AlN 膜，第一亚层和第二亚层的厚度均为 50nm，第一亚层中 Si_3N_4 的体积百分比为 20%，其余为 AlN ；第二亚层 Si_3N_4 的体积百分比为 10%，其余为 AlN ；第三层减反射层由 SiO_2 膜，厚度为 20nm。

[0046] 本实施例提出的一种具有 Si_3N_4 和 AlN 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法，包括以下几个步骤：

[0047] 步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

[0048] 采用纯金属靶直流或中频磁控溅射方法，纯金属靶为 Cu 靶（纯度 99.99%），以 Ar 气作为溅射气体制备，基体采用高速钢。溅射前将真空室预抽本底真空至 $4 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气氛，Ar 气流量为 100sccm，调整溅射距离为 130mm，调节溅射气压为

3×10^{-1} Pa。开启纯金属靶的溅射靶电源，调整溅射电压为380V，溅射电流为8A，利用直流溅射方式制备，涂层厚度在50nm，得到第一层红外发射层，该层对红外波段光谱具有高反射特性，发射率低；

[0049] 步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

[0050] 采用Si靶(纯度99.99%)和Al靶(纯度99.99%)中频磁控溅射方法，反应气体为N₂，首先，将真空室预抽本底真空至 4×10^{-3} Pa，同时然后通入Ar和N₂的混合气，Ar的流量为100sccm，N₂的流量为10sccm，调节溅射气压为 3×10^{-1} Pa，分别开启Si和Al靶电源，溅射时，调整Si靶溅射电压为650V，溅射电流为6A，Al靶溅射电压为540V，溅射电流为6A，制备厚度为50nm的第一亚层Si₃N₄+AlN膜；

[0051] 减少Si靶溅射电流为4A，其他各个参数不变，继续制备第二亚层Si₃N₄+AlN膜，厚度为50nm；第一亚层和第二亚层除自身对太阳光谱具备固有吸收特性外，还形成干涉吸收效应，加强了涂层的光吸收作用；

[0052] 步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

[0053] 第三层减反射层由SiO₂膜构成；采用Si靶(纯度99.99%)，溅射前将真空室预抽本底真空至 4×10^{-3} Pa，通入惰性气体Ar作为溅射气体，通入O₂作为反应气体制备，O₂的流量为20sccm，调节Ar与O₂流量比为1.5:1，调整溅射距离为130mm，调节溅射气压为 3×10^{-1} Pa。溅射时，调整溅射电压为750V，溅射电流为8A，利用中频磁控溅射方式制备厚度为20nm的SiO₂膜即为第三层减反射层。减反射层具有增透、耐磨、抗氧化的作用。

[0054] 实施例3：

[0055] 本实施例提出一种具有Si₃N₄+AlN双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，涂层包括三层膜，从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；

[0056] 第一层红外发射层由Cu膜组成，厚度在250nm；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为Si₃N₄+AlN膜，第一亚层和第二亚层的厚度均为100nm，第一亚层中Si₃N₄的体积百分比为40%，其余为AlN；第二亚层Si₃N₄的体积百分比为30%，其余为AlN；第三层减反射层由SiO₂膜，厚度为60nm。

[0057] 本实施例提出的一种具有Si₃N₄+AlN双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法，包括以下几个步骤：

[0058] 步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

[0059] 采用纯金属靶直流或中频磁控溅射方法，纯金属靶为Cu靶(纯度99.99%)，以Ar气作为溅射气体制备，基体采用高速钢。溅射前将真空室预抽本底真空至 5×10^{-3} Pa，通入惰性气体Ar作为溅射气氛，Ar气流量为140sccm，调整溅射距离为150mm，调节溅射气压为 4×10^{-1} Pa。开启纯金属靶的溅射靶电源，调整溅射电压为450V，溅射电流为10A，利用直流溅射方式制备，涂层厚度在250nm，得到第一层红外发射层，该层对红外波段光谱具有高反射特性，发射率低；

[0060] 步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

[0061] 采用Si靶(纯度99.99%)和Al靶(纯度99.99%)中频磁控溅射方法，反应气体为N₂，首先，将真空室预抽本底真空至 5×10^{-3} Pa，同时然后通入Ar和N₂的混合气，Ar的流量为140sccm，N₂的流量为15sccm，调节溅射气压为 4×10^{-1} Pa，分别开启Si和Al靶电源，溅射时，调整Si靶溅射电压为750V，溅射电流为8A，Al靶溅射电压为540V，溅射电流为6A，

制备厚度为 100nm 的第一亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜；

[0062] 减少 Si 靶溅射电流为 4A，其他各个参数不变，继续制备第二亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜，厚度为 100nm；第一亚层和第二亚层除自身对太阳光谱具备固有吸收特性外，还形成干涉吸收效应，加强了涂层的光吸收作用；

[0063] 步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

[0064] 第三层减反射层由 SiO_2 膜构成；采用 Si 靶（纯度 99. 99%），溅射前将真空室预抽本底真空至 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气体，通入 O_2 作为反应气体制备， O_2 的流量为 30sccm，调节 Ar 与 O_2 流量比为 2.5:1，调整溅射距离为 150mm，调节溅射气压为 $4 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 。溅射时，调整溅射电压为 800V，溅射电流为 10A，利用中频磁控溅射方式制备厚度为 60nm 的 SiO_2 膜即为第三层减反射层。减反射层具有增透、耐磨、抗氧化的作用。

[0065] 实施例 4：

[0066] 本实施例提供一种具有 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层，涂层包括三层膜，从底层到表面依次为红外发射层、吸收层和减反射层；

[0067] 第一层红外发射层由 Ag 膜组成，厚度在 150nm；第二层吸收层包括两个亚层结构，两个亚层均为 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜，第一亚层和第二亚层的厚度均为 75nm，第一亚层中 Si_3N_4 的体积百分比为 30%，其余为 AlN；第二亚层 Si_3N_4 的体积百分比为 20%，其余为 AlN；第三层减反射层由 SiO_2 膜，厚度为 40nm。

[0068] 本实施例提出的一种具有 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 双陶瓷结构高温太阳能选择性吸收涂层的制备方法，包括以下几个步骤：

[0069] 步骤一：在基体上制备第一层红外发射层；

[0070] 采用纯金属靶直流或中频磁控溅射方法，纯金属靶为 Ag 靶（纯度 99. 99%），以 Ar 气作为溅射气体制备，基体采用高速钢。溅射前将真空室预抽本底真空至 $4.5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气氛，Ar 气流量为 120sccm，调整溅射距离为 140mm，调节溅射气压为 $3.5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ 。开启纯金属靶的溅射靶电源，调整溅射电压为 420V，溅射电流为 9A，利用直流溅射方式制备，涂层厚度在 150nm，得到第一层红外发射层，该层对红外波段光谱具有高反射特性，发射率低；

[0071] 步骤二：在第一层红外发射层上制备第二层吸收层；

[0072] 采用 Si 靶（纯度 99. 99%）和 Al 靶（纯度 99. 99%）中频磁控溅射方法，反应气体为 N_2 ，首先，将真空室预抽本底真空至 $4.5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，同时然后通入 Ar 和 N_2 的混合气，Ar 的流量为 120sccm， N_2 的流量为 12sccm，调节溅射气压为 $3.5 \times 10^{-1}\text{Pa}$ ，分别开启 Si 和 Al 靶电源，溅射时，调整 Si 靶溅射电压为 700V，溅射电流为 7A，Al 靶溅射电压为 570V，溅射电流为 7A，制备厚度为 75nm 的第一亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜；

[0073] 减少 Si 靶溅射电流为 4A，其他各个参数不变，继续制备第二亚层 $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{AlN}$ 膜，厚度为 75nm；第一亚层和第二亚层除自身对太阳光谱具备固有吸收特性外，还形成干涉吸收效应，加强了涂层的光吸收作用；

[0074] 步骤三：在第二层吸收层上制备第三层减反射层；

[0075] 第三层减反射层由 SiO_2 膜构成；采用 Si 靶（纯度 99. 99%），溅射前将真空室预抽本底真空至 $4.5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ，通入惰性气体 Ar 作为溅射气体，通入 O_2 作为反应气体制备， O_2 的流量为 40sccm，调节 Ar 与 O_2 流量比为 2:1，调整溅射距离为 140mm，调节溅射气压为

3.5×10^{-1} Pa。溅射时,调整溅射电压为750V,溅射电流为9A,利用中频磁控溅射方式制备厚度为40nm的SiO₂膜即为第三层减反射层。减反射层具有增透、耐磨、抗氧化的作用。



图 1

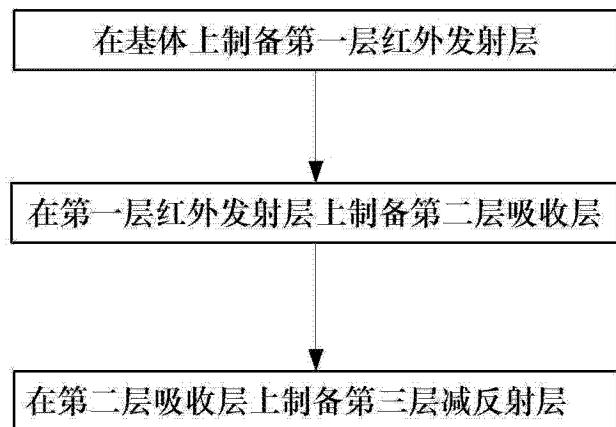


图 2