



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103668067 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 13

(21) 申请号 201310658912. 3

(22) 申请日 2013. 12. 09

(73) 专利权人 西南技术物理研究所

地址 610041 四川省成都市武侯区人民南路
四段七号

(72) 发明人 王平秋 祝冰 张玉东 代礼密
于清 杨柳 林莉 梁志 许鸿

(74) 专利代理机构 成飞(集团)公司专利中心
51121

代理人 郭纯武

(56) 对比文件

CN 1420367 A, 2003. 05. 28,
ES 2296533 B1, 2009. 04. 01,
CN 102540313 A, 2012. 07. 04,
JP 2000034557 A, 2000. 02. 02,
CN 101424748 A, 2009. 05. 06,
JP H07331412 A, 1995. 12. 19,
CN 102879847 A, 2013. 01. 16,
CN 102534495 A, 2012. 07. 04,
CN 103018797 A, 2013. 04. 03,

审查员 彭波南

(51) Int. Cl.

G23C 14/08(2006. 01)

G23C 14/06(2006. 01)

G23C 14/30(2006. 01)

G23C 14/58(2006. 01)

G23C 14/02(2006. 01)

G02B 1/10(2015. 01)

权利要求书2页 说明书9页

(54) 发明名称

大角度多波段红外高反射膜系的制备方法

(57) 摘要

本发明公开的一种大角度多波段红外高反射膜的膜系和制备方法,利用本方法可以实现近红外和远红外光学波段宽范围大角度入射的高反射膜的膜系设计和制备工艺,提高膜层的牢固性能力,及野外恶劣环境的使用寿命。本发明通过下述技术方案予以实现:(1)以ZnS或石英玻璃材料为基底,用膜系设计公式计算每层膜的光学厚度值;(2)清洁被镀基底;(3)加温烘烤基底;(4)用离子源在镀膜前和镀膜过程中轰击基底;(5)将ZnSe、Al₂O₃和YbF₃三种膜料放入旋转电子枪蒸发源坩锅中,根据上述(1)的公式顺序和厚度值用光学真空镀膜机完成镀膜;(6)退火处理。本发明解决了在红外材料ZnS基底或石英基底上使用非金属和非半导体膜层材料镀膜不牢和较难达到高反射率的工艺难题。

1. 一种大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:用膜系设计公式:计算每层膜的光学厚度值并按顺序列表格,并用下述膜系设计公式计算每层膜的光学厚度值,并按顺序列表,

G/1.0M8.6103L11.6067H7.0954L12.203H10.2179L14.5858H7.382L14.4999H6.8875L14.7288H7.0563L14.8196H9.8268L12.606H13.4108L17.5808H12.5002L15.0709H13.5084L15.0556H12.5451L16.2573H15.0726L12.5404H6.4158L1.0M1.2L(1.3H1L)⁸1.0M/A, 其中,G 为 ZnS 或石英基底,M 为 Al₂O₃膜料,H 为 ZnSe 膜料,L 为 YbF₃膜料,A 为折射率 N_A=1 的空气介质,膜系参考波长 $\lambda_c=800\text{nm}$,入射角为 0° ~ 43° 兼顾近红外波段 1.064 μm 覆盖远红外波段 8 ~ 12 μm ;以红外材料 ZnS 或石英基底作为大角度入射近红外和远红外光学波段的高反射膜膜系基底;用光学真空镀膜机按公式列表顺序和厚度值装填膜料,将与 ZnS 或石英基底粘接的 1.0M 层膜料 Al₂O₃镀制在第一层,取上述至少三种颗粒状晶体膜料,按 M、H、L 膜料排布顺序依次放入可旋转的电子枪蒸发源坩锅中作为初始膜系,从单层膜开始对光学膜层进行应力匹配和粘接打底,各光学膜层膜料在电子枪高压、高温的电子束作用下,形成蒸气分子,依次附着生长在基底表面;超声波清洗镀膜基底,然后放入真空室抽真空,在真空环境下,加温烘烤镀膜基底,采用 30℃起始温度,缓慢升温至 230℃后保温 100 ~ 120 分钟,然后进入考夫曼离子源辅助蒸镀工艺,在镀膜前和镀膜过程用离子源轰击基底;让其产生的离子束轰击基底到镀膜完成,镀膜完成后进行高低温退火工艺,将镀完膜的球罩自然冷却到室温后,再从真空室转移到干燥箱进行退火处理,在高低温退火工艺中,将镀完膜的 ZnS 或石英基底自然冷却到室温后,再从真空室转移到干燥箱进行退火处理:从 40℃开始升温,每升温 10℃再恒温 10 分钟,一直升到 130℃,恒温 8 ~ 10 小时后降温,每降温 10℃恒温 10 分钟,降到常温 30℃,取出检测待用。

2. 如权利要求 1 所述大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:所述的镀膜基底超声波清洗是将 ZnS 或石英基底放入盛有乙醇做清洗液的超声波清洗机内,选用中档位清洗 10 分钟,再换用丙酮清洗液清洗 10 分钟,用高纯氮气吹干,放入洁净的真空室载盘架并关门抽真空待镀。

3. 如权利要求 1 所述的大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:所述的光学膜层粘接打底工艺,是将与 ZnS 或石英基底粘接的 1.0M 层膜料 Al₂O₃镀制在第一层。

4. 如权利要求 1 所述的大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:所述的光学膜层应力匹配是将上述 H、M、L 三种膜料按照其检测到的应力性质,使压应力膜料和张应力膜料交替排布。

5. 如权利要求 1 所述的大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:在加温烘烤基底时,当抽真空到 10⁻³Pa 数量级时,从 30℃开始加烘烤,缓慢升温一直升到 200℃保温 120 分钟,工件旋转 20 转 / 分钟。

6. 如权利要求 1 所述的大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:所述的离子源辅助蒸镀是在镀膜前将离子源参数调到:屏极电压 600V,束流 85mA,充纯度四个 9 的高纯氩气 Ar 或氧气 O₂,将真空度控制在 1.0×10⁻²Pa,用产生的离子束轰击球罩基底 20 分钟。

7. 如权利要求 1 所述的大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于:所述的膜系是从里到外由 1 至 45 层膜组成,按膜系设计公式计算设计各层膜的光学厚度值。

8. 如权利要求 7 所述的所述的大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在
于:所述的各层膜的光学厚度值如下表所示:

膜层序号	第 1 层 1.0M	第 2 层 8.6103L	第 3 层 11.6067H	第 4 层 7.0954L	第 5 层 12.203H	第 6 层 10.2179L
膜层光学厚度 (nm)	200	1722.06	2321.34	1419.08	2420.6	2043.58
膜层序号	第 7 层 14.5858H	第 8 层 7.382L	第 9 层 14.4999H	第 10 层 6.887L	第 11 层 14.7288H	第 12 层 7.0563L
膜层光学厚度 (nm)	2917.16	1476.4	2899.98	1377.4	2945.76	1411.26
膜层序号	第 13 层 14.8196H	第 14 层 9.8268L	第 15 层 12.606H	第 16 层 13.4108L	第 17 层 17.5808H	第 18 层 12.5002L
膜层光学厚度 (nm)	2963.92	1965.36	2521.2	2682.16	3516.16	2500.04
膜层序号	第 19 层 15.0709H	第 20 层 13.5084L	第 21 层 15.0556H	第 22 层 12.5451L	第 23 层 16.2573H	第 24 层 15.0726L
膜层光学厚度 (nm)	3014.18	2700.168	3011.12	2509	3251.46	3014.52
膜层序号	第 25 层 12.5404H	第 26 层 6.4158L	第 27 层 1M	第 28 层 1.2L	第 29 层 1.3H	第 30 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	2508.08	1283.16	200	240	260	200
膜层序号	第 31 层 1.3H	第 32 层 1L	第 33 层 1.3H	第 34 层 1L	第 35 层 1.3H	第 36 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	260	200	260	200	260	200
膜层序号	第 37 层 1.3H	第 38 层 1L	第 39 层 1.3H	第 40 层 1L	第 41 层 1.3H	第 42 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	260	200	260	200	260	200
膜层序号	第 43 层 1.3H	第 44 层 1L	第 45 层 1M			
膜层光学厚度 (nm)	260	200	200			

。

大角度多波段红外高反射膜系的制备方法

技术领域

[0001] 本发明是关于镀制光学薄膜的方法,更具体地说,本发明是关于 ZnS 或石英基底同时对近红外(激光波长 1.064 μm)和远红外(8~12 μm)超宽波段大角度入射(0~43°)的高反射膜的膜系设计和工艺制备镀制方法。

背景技术

[0002] 高反射膜作为光学薄膜的一种,广泛应用于各种光学和红外元器件、太阳能电池以及大功率激光系统中。目前已有很多不同类型的高反射膜能满足光学和红外技术领域的部分实际应用。而更广泛的实际应用对高反射膜综合性能的要求不断提高。目前公知的应用非常广泛的高反射镀膜,一般都是使用金属(如金、银、铝等)或金属与介质材料或半导体材料(如硅、锗等)来进行高反射膜的镀制。由于红外隐身条件所限,因此不能同时应用于激光和红外制导技术等特殊要求的光学设计,不能满足激光和红外制导中隐身和高反射的要求。

[0003] 由于上述光学波段的高反射膜不仅要求膜层要非常牢固地镀制覆盖在红外材料 ZnS 或石英基底上,还要求在近红外和远红外非常宽阔的范围内反射率要尽可能的高(反射率 R 达到 90% 以上),而且使用波段的入射角指标要求达到 0°~43°。然而现有技术中凡涉及红外的宽波段高反射膜可选用的红外膜料品种极少,膜系设计和工艺难度很大。现有高反射膜(反射率 $R \geq 95\%$)通常镀制于单点波长(如 532nm 或 1064nm),或几百纳米($< 1\mu\text{m}$)波段范围。现有技术高反射膜由于范围不宽,则膜系设计相对层数较少,膜层不太厚(一般 $< 1\mu\text{m}$)。镀膜工艺制备时间较短(一般 1 小时左右),因而镀制的高反射膜牢固性比较容易解决。目前常规的可见光和近红外高反膜都是镀制在硬质材料基底上,膜层的设计层数较少,可用的介质膜料品种很多,可达几十种。而本发明要求的高反射膜可选用的膜料仅有几种,膜系设计的厚度非常厚,其高反射膜牢固的要求之高、工艺难度之大,决非目前常规高反射膜系可比拟,否则其高反射膜产品就无法在野外和空中的恶劣环境中长久使用。

发明内容

[0004] 为了克服目前常规高反射膜镀制技术仅限于在单点波长或狭窄波长范围使用金属或金属+介质材料镀制红外宽波长范围的高反射膜的缺陷,本发明提供一种能够满足隐身功能的在 ZnS 或石英基底上镀制膜层坚硬牢固,隐身性能优良,并能在野外恶劣环境使用长久的大角度范围近红外和远红外超宽光学波段高反射膜的膜系设计和工艺制备方法。

[0005] 本发明的上述目的可以通过以下措施来达到:一种大角度多波段红外高反射膜系的制备方法,其特征在于包括如下步骤:用膜系设计公式:计算每层膜的光学厚度值并按顺序列表格,并用下述膜系设计公式计算每层膜的光学厚度值,并按顺序列表, G/1.0M8.6103L11.6067H7.0954L12.203H10.2179L14.5858H7.382L14.4999H6.8875L14.7288H7.0563L14.8196H9.8268L12.606H13.4108L17.5808H12.5002L15.0709H13.5084L15.0556H12.5451

L16. 2573H15. 0726L12. 5404H6. 4158L1. 0M1. 2L(1. 3H1L)⁸1. 0M/A, 其中, G 为 ZnS 或石英基底, M 为 Al₂O₃膜料, H 为 ZnSe 膜料, L 为 YbF₃膜料, A 为折射率 $N_A = 1$ 的空气介质, 膜系参考波长 $\lambda_c = 800\text{nm}$, 入射角为 $0^\circ \sim 43^\circ$, 兼顾近红外波段 1. 064 μm , 覆盖远红外波段 8 ~ 12 μm ; 以红外材料 ZnS 或石英基底作为大角度入射近红外和远红外光学波段的高反射膜膜系基底; 用光学真空镀膜机按公式列表顺序和厚度值装填膜料, 将与 ZnS 或石英基底粘接的 1. 0M 层膜料 Al₂O₃ 镀制在第一层, 取上述至少三种颗粒状晶体膜料, 按 M、H、L 膜料排布顺序依次放入可旋转的电子枪蒸发源坩锅中作为初始膜系, 从单层膜开始对光学膜层进行应力匹配和粘接打底, 各光学膜层膜料在电子枪高压、高温的电子束作用下, 形成蒸气分子, 依次附着生长在基底表面; 超声波清洗镀膜基底, 然后放入真空室抽真空, 在真空环境下, 加温烘烤镀膜基底, 采用 30℃ 起始温度, 缓慢升温至 230℃ 后保温 100 ~ 120 分钟, 然后进入考夫曼离子源辅助蒸镀工艺, 在镀膜前和镀膜过程用离子源轰击基底; 让其产生的离子束轰击基底到镀膜完成。

[0006] 本发明相比于现有技术具有如下有益效果

[0007] (1) 用本发明方法制备的高反射膜有很宽的多波段范围。

[0008] 本发明的高反射膜 (反射率 $R \geq 95\%$) 波段范围超过了四千纳米 ($> 4\mu\text{m}$) 且兼顾了近红外 (1. 064 μm) 和远红外 (8 ~ 12 μm) 波段, 解决了现有技术高反射膜波段范围窄而不能推广到远红外波长范围的不足。

[0009] (2) 本发明方法的高反射膜有很大的使用角度范围。

[0010] 现有 $R \geq 95\%$ 高反射膜通常为 0° 入射, 或使用角度较小 (一般 $0^\circ \sim 15^\circ$), 本发明方法的高反射膜使用角度为 $0^\circ \sim 43^\circ$, 实际可推广到 $45^\circ \sim 50^\circ$; 且 $0^\circ \sim 43^\circ$ 兼容, 即 $0^\circ \sim 43^\circ$ 都具有 $R \geq 95\%$ 的高反射率。

[0011] (3) 本发明解决了远红外波段超级厚度的高反射膜牢固性的工艺难题。

[0012] 本发明的高反射膜覆盖远红外波段 8 ~ 12 μm 并兼顾近红外波段 1. 064 μm , 其膜系设计厚度非常厚, 达到 4 μm 以上, 其镀膜工艺制备时间高达 10 小时以上。这样超级厚度的高反射膜要解决镀制工艺过程中的高反射率, 以及产品在恶劣环境中使用的牢固性都是目前光学薄膜技术的著名难题。

[0013] 本发明采用的 A、超声波清洗基底工艺; B、考夫曼离子源辅助蒸镀工艺; C、光学膜层张应力和压应力匹配工艺; D、特殊膜层粘接打底工艺; E、高温预热工艺和退火工艺等专门工艺技术, 解决了上述远红外兼顾近红外超级膜厚度的高反射膜膜层牢固性的工艺难题。

具体实施方式

[0014] 下面通过实施例进一步说明本发明。在以下实施例中,

[0015] 实施例 1

[0016] 根据本发明, 用光学薄膜设计软件 (TFCalc) 设计符合本发明技术指标要求的最优化膜系。以经过光学加工的 ZnS 或石英为基底在其表面镀膜, 用膜系设计公式:

[0017] G/1. 0M 8. 6103L 11. 6067H 7. 0954L 12. 203H 10. 2179L 14. 5858H 7. 382L 14. 4999H 6. 8875L 14. 7288H 7. 0563L 14. 8196H 9. 8268L 12. 606H 13. 4108L 17. 5808H 12. 5002L 15. 0709H 13. 5084L 15. 0556H 12. 5451L 16. 2573H 15. 0726L 12. 5404H

6.4158L 1.0M 1.2L(1.3H1L)⁸1.0M/A, 计算每层膜的光学厚度值并按顺序列格。式中 G 代表 ZnS 或石英基底 (折射率 $N_G = 2.3$ 或 1.45), M 是折射率 $N_M = 1.60$ 的 Al_2O_3 膜料, H 是折射率 $N_H = 2.45$ 的 ZnSe 膜料, L 是折射率 $N_L = 1.45$ 的 YbF_3 膜料, A 为折射率 $N_A = 1$ 的空气介质, 膜系参考波长 $\lambda_c = 800nm$ 。(以上 M、H、L 均为纯度 99.9% 的颗粒状膜料)

[0018] 该膜系从里到外可以是由 1-45 层逐层叠加膜组成, 按上述公式计算设计的 45 层膜各层的光学厚度值见表 1:

[0019] 表 1(实施例 1 中根据膜系公式计算的 ZnS 或石英玻璃 45 层膜光学厚度理论平均值列表)

[0020]

膜层序号	第 1 层 1.0M	第 2 层 8.6103L	第 3 层 11.6067H	第 4 层 7.0954L	第 5 层 12.203H	第 6 层 10.2179L
膜层光学厚度 (nm)	200	1722.06	2321.34	1419.08	2420.6	2043.58
膜层序号	第 7 层 14.5858 H	第 8 层 7.382L	第 9 层 14.4999H	第 10 层 6.887L	第 11 层 14.7288H	第 12 层 7.0563L
膜层光学厚度 (nm)	2917.16	1476.4	2899.98	1377.4	2945.76	1411.26

[0021]

膜层序号	第 13 层 14.8196 H	第 14 层 9.8268L	第 15 层 12.606H	第 16 层 13.4108L	第 17 层 17.5808H	第 18 层 12.5002L
膜层光学厚度 (nm)	2963.92	1965.36	2521.2	2682.16	3516.16	2500.04
膜层序号	第 19 层 15.0709 H	第 20 层 13.5084 L	第 21 层 15.0556H	第 22 层 12.5451L	第 23 层 16.2573H	第 24 层 15.0726L
膜层光学厚度 (nm)	3014.18	2700.16 8	3011.12	2509	3251.46	3014.52
膜层序号	第 25 层 12.5404 H	第 26 层 6.4158L	第 27 层 1M	第 28 层 1.2L	第 29 层 1.3H	第 30 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	2508.08	1283.16	200	240	260	200
膜层序号	第 31 层 1.3H	第 32 层 1L	第 33 层 1.3H	第 34 层 1L	第 35 层 1.3H	第 36 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	260	200	260	200	260	200
膜层序号	第 37 层 1.3H	第 38 层 1L	第 39 层 1.3H	第 40 层 1L	第 41 层 1.3H	第 42 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	260	200	260	200	260	200
膜层序号	第 43 层 1.3H	第 44 层 1L	第 45 层 1M			
膜层光学厚度 (nm)	260	200	200			

[0022] 膜系设计公式说明：

[0023] (1) 表 1 是取 ZnS 或石英玻璃基底折射率的平均值并根据膜系设计公式计算的 45 层膜光学厚度理论值列表。由于基底材料折射率对高反射膜几乎不产生影响，故本膜系对两种材料可以采用相同设计，技术指标均达到要求。

[0024] (2) 为了保证膜层牢固性，本膜系设计公式中三种膜料 M、H、和 L 的排布顺序，应符合“光学膜层粘接打底工艺”和“光学膜层应力匹配工艺”等工艺的技术要求。光学膜层粘接打底工艺是将与 ZnS 或石英基底粘接的 1.0M 层膜料 (Al_2O_3) 镀制在第一层，可以对整个膜层牢固性起到关键作用。光学膜层应力匹配工艺是：在膜系设计和膜料排布上，将上述 H、M、L 三种膜料按照其应力性质，使压应力膜料和张应力膜料交替排布（应力匹配）可以对整个膜层牢固性起到重要作用。

[0025] 完成表 1 的工艺，可用普通的国产真空镀膜设备完成（比如：成都现代南光厂生产的 ZZ800 型箱式真空镀膜机），其主要工艺条件包括：

[0026] 光学镀膜的专用设备：真空镀膜机，使用时可以用真空泵将真空室抽真空至 $10^{-2} \sim 10^{-3}$ Pa 数量级，预先放入真空室的坩锅内的各种膜料在电子枪（产生高压、高温的电子束）作用下，形成蒸气分子，按设计要求依次附着（生长）在光学零件基底表面。

[0027] 光控，即光学膜厚控制系统，作为真空镀膜机的关键配件，“光控”仪器根据光的干

涉原理,将镀膜的光信号转换成电信号,准确识别记录光学镀膜的厚度值。

[0028] 晶控,即石英晶体振荡膜厚控制系统。“晶控”仪器根据石英晶体的振荡频率与不同膜料附着厚度(重量)成正比的原理转换成光学厚度值,也用于真空室内探测光学镀膜的几何厚度值。离子源,可选用考夫曼型离子源辅助沉积装置。在真空室内镀膜过程中,该装置可产生高能离子束,辅助膜料分子快速且高能地沉积在基底表面。它是提高膜层牢固度的重要手段。电子枪,是e型电子束蒸发源。是最常用的一种圆形多孔蒸发膜料的铜质坩锅,高压灯丝发射的电子束以 270° 角度打到膜料上,使膜料蒸发。

[0029] 烘烤,可以用加热烘烤装置来实现。可选用普通的电阻丝或石英管通电加热装置,用于真空室(包括镀膜基底)的温度升温。

[0030] 镀制工艺步骤如下:

[0031] (1) 清洁真空室并装填膜料。在镀膜机真空室内完成大清洁后,将上述膜系设计公式中三种膜料:M为 Al_2O_3 ,H为 ZnSe ,L为 YbF_3 ,均为纯度99.99%的颗粒状晶体膜料,依次放入可旋转的电子枪蒸发源坩锅中,等待后面镀膜蒸发时使用。

[0032] (2) 清洁被镀基底,将 ZnS 或石英放入盛有乙醇(纯度 $\geq 99.5\%$ 的分析纯)作清洗液的超声波清洗机内,用中档位清洗10分钟;再换用丙酮(纯度 $\geq 99.5\%$ 的分析纯)清洗液清洗10分钟,用高纯氮气吹干,放入洁净的真空室载盘架并关门抽真空待镀。

[0033] (3) 加温烘烤基底,当抽真空到 10^{-3}Pa 数量级时,开启加热烘烤装置。从 30°C 开始加温烘烤,缓慢升温,可确保升温均匀和 ZnS 或石英基底不炸裂,一直升到 200°C 保温90~120分钟,整个升温过程中,装置 ZnS 或石英基底的载盘按20转/分钟速率均匀旋转。

[0034] (4) 离子源镀前轰击基底:正式镀膜前,将考夫曼型离子源辅助沉积装置的离子源参数调到:屏极电压650~700V,束流95~110mA,充纯度四个9的高纯氩气Ar或氧气 O_2 ,用充气和真空控制系统将真空度控制在 $8.5 \times 10^{-3} \sim 9.5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 之间,让离子源产生的离子束轰击 ZnS 或石英基底30分钟。

[0035] (5) 按顺序完成膜料蒸发:根据前述膜系设计公式从第1到第45层的顺序和表格计算出的各层膜的光学厚度值开始镀膜。光学厚度值的判断以“光控”显示的各层光学厚度值为准,“晶控”显示的各层膜几何厚度值为计算光学厚度值的参考,公式各层膜前的系数是“光控”走四分之一波长极值的倍数。期间,考夫曼型离子源辅助沉积装置一直处于工作状态,参数与上述步骤(4)完全一样。在整个膜料蒸发过程中,镀膜机的真空室内真空度为 $8.5 \times 10^{-3} \sim 9.5 \times 10^{-3}\text{Pa}$,“电子枪”蒸发速率为: Al_2O_3 0.15~0.3nm/s, ZnSe 1~1.5nm/s, YbF_3 0.8~1.0nm/s; ZnS 或石英基底膜片载盘工件旋转速率为100~120转/分钟。在紧接的整个镀膜过程中,保持上述离子源参数不变,一直让其产生的离子束轰击基底到镀膜完成,并且镀膜完成后再继续用离子束轰击基底7分钟,再恒温60分钟后从 200°C 开始降烘烤温度,关闭高真空阀门停止扩散泵自然冷却到室温。整个降温过程中,装置 ZnS 或石英基底的载盘按20转/分钟速率均匀旋转。

[0036] (6) 退火处理:镀完膜的 ZnS 或石英基底在真空室自然冷却到室温后,充高纯氮气进入真空室,打开门后取出转移到普通干燥箱开始退火处理。从 40°C 开始升温,每升温 10°C 再恒温10分钟,一直升到 130°C ,恒温8~10小时后开始降温,每降温 10°C 后恒温10分钟,一直降到常温 40°C 可取出检测待用。

[0037] 实施例2

[0038] 按上述表 1 中计算设计的 45 层膜各层的光学厚度值重复实验实施例 1 的方法,采用本发明的最优化膜系公式和表 1 的各层光学厚度,在镀膜工艺步骤中:

[0039] (1) 重复实施例 1 中工艺步骤 (1);

[0040] (2) 重复实施例 1 中工艺步骤 (2);只是将镀膜基底固定为放置 ZnS 基底。

[0041] (3) 重复实施例 1 中工艺步骤 (3);只是将加温烘烤基底的温度最后固定保温 90 分钟。

[0042] (4) 重复实施例 1 中工艺步骤 (4);参数方面正式镀膜前将离子源参数调到屏极电压固定为 650V, 速流固定为 95mA, 充纯度四个 9 的高纯氩 Ar, 将真空度控制固定在 8.5×10^{-3} Pa, 产生的离子束轰击 ZnS 基底 30 分钟。

[0043] (5) 重复实施例 1 中工艺步骤 (5);参数方面:蒸镀时真空度为固定 8.5×10^{-3} Pa, 蒸发速率固定为: Al_2O_3 0.15nm/s, ZnSe 1nm/s, YbF_3 0.8nm/s;工件旋转速率固定为 100 转/分钟。镀膜完成后记录的各层膜实际光学厚度见表 2:

[0044] 表 2(实施例 2 实际镀制的 ZnS 基底 45 层膜的光学厚度值表)

[0045]

膜层序号	第 1 层 1.0M	第 2 层 8.6103L	第 3 层 11.6067 H	第 4 层 7.0954L	第 5 层 12.203H	第 6 层 10.2179L
膜层光学厚度 (nm)	202	1739.06	2344.34	1433.08	2444.6	2063.58
膜层序号	第 7 层 14.5858H	第 8 层 7.382L	第 9 层 14.4999 H	第 10 层 6.887L	第 11 层 14.7288H	第 12 层 7.0563L
膜层光学厚度 (nm)	2947.16	1490.4	2919.98	1390.4	2965.76	1425.26
膜层序号	第 13 层 14.8196H	第 14 层 9.8268L	第 15 层 12.606H	第 16 层 13.4108L	第 17 层 17.5808H	第 18 层 12.5002L
膜层光学厚度 (nm)	2983.92	1980.36	2541.2	2702.16	3536.16	2515.04
膜层序号	第 19 层 15.0709H	第 20 层 13.5084L	第 21 层 15.0556 H	第 22 层 12.5451L	第 23 层 16.2573H	第 24 层 15.0726L
膜层光学厚度 (nm)	3024.18	2720.168	3024.12	2527	3271.46	3040.52
膜层序号	第 25 层 12.5404H	第 26 层 6.4158L	第 27 层 1M	第 28 层 1.2L	第 29 层 1.3H	第 30 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	2523.08	1295.16	202	242	263	202
膜层序号	第 31 层 1.3H	第 32 层 1L	第 33 层 1.3H	第 34 层 1L	第 35 层 1.3H	第 36 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	263	202	263	202	263	202
膜层序号	第 37 层 1.3H	第 38 层 1L	第 39 层 1.3H	第 40 层 1L	第 41 层 1.3H	第 42 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	263	202	263	202	263	202
膜层序号	第 43 层 1.3H	第 44 层 1L	第 45 层 1M			
膜层光学厚度 (nm)	263	202	202			

[0046] (6) 退火处理：重复实施例 1 中工艺步骤 (6)，只是退火升温到 130℃后，固定恒温 8 小时后开始降温。

[0047] 实例 3：

[0048] 按上述表 1 中计算设计的 45 层膜各层的光学厚度值重复实验实施例 1 的方法，采用本发明的最优化膜系公式和表 1 的各层光学厚度，在镀膜工艺步骤中：

[0049] (1) 重复实施例 1 中工艺步骤 (1)；

[0050] (2) 重复实施例 1 中工艺步骤 (2)；只是将镀膜基底固定为放置石英基底。

[0051] (3) 重复实施例 1 中工艺步骤 (3)；只是将加温烘烤基底的温度最后固定保温 120 分钟。

[0052] (4) 重复实施例 1 中工艺步骤 (4); 参数方面正式镀膜前将离子源参数调到屏极电压固定为 700V, 速流固定为 110mA, 充纯度四个 9 的高纯氧 O_2 , 将真空度控制固定在 $9.5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 产生的离子束轰击石英基底 30 分钟。

[0053] (5) 重复实施例 1 中工艺步骤 (5); 参数方面: 蒸镀时真空度为固定 $9.5 \times 10^{-3} \text{Pa}$, 蒸发速率固定为: Al_2O_3 0.3nm/s, ZnSe 1.5nm/s, YbF_3 1.0nm/s; 工件旋转速率固定为 120 转 / 分钟。

[0054] 镀膜完成后记录的各层膜实际光学厚度见表 3:

[0055] 表 3(实施例 3 实际镀制的石英基底 45 层膜的光学厚度值表)

[0056]

膜层序号	第 1 层 1.0M	第 2 层 8.6103L	第 3 层 11.6067H	第 4 层 7.0954L	第 5 层 12.203H	第 6 层 10.2179 L
膜层光学厚度 (nm)	198	1705.06	2300.34	1405.08	2400.6	2023.58
膜层序号	第 7 层 14.5858H	第 8 层 7.382L	第 9 层 14.4999H	第 10 层 6.887L	第 11 层 14.7288H	第 12 层 7.0563L
膜层光学厚度 (nm)	2897.16	1462.4	2873.98	1367.4	2918.76	1400.26
膜层序号	第 13 层 14.8196H	第 14 层 9.8268L	第 15 层 12.606H	第 16 层 13.4108L	第 17 层 17.5808H	第 18 层 12.5002 L
膜层光学厚度 (nm)	2945.92	1944.36	2487.2	2662.16	3487.16	2475.04
膜层序号	第 19 层 15.0709H	第 20 层 13.5084L	第 21 层 15.0556H	第 22 层 12.5451L	第 23 层 16.2573H	第 24 层 15.0726 L
膜层光学厚度 (nm)	2986.18	2675.168	2989.12	2486	3220.46	2986.52
膜层序号	第 25 层 12.5404H	第 26 层 6.4158L	第 27 层 1M	第 28 层 1.2L	第 29 层 1.3H	第 30 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	2483.08	1271.16	198	238	257	198
膜层序号	第 31 层 1.3H	第 32 层 1L	第 33 层 1.3H	第 34 层 1L	第 35 层 1.3H	第 36 层 1L
膜层光学厚度 (nm)	257	198	257	198	257	198
膜层序号	第 37 层 1.3H	第 38 层 1L	第 39 层 1.3H	第 40 层 1L	第 41 层 1.3H	第 42 层 1L

[0057]

膜层光学厚度 (nm)	257	198	257	198	257	198
膜层序号	第 43 层 1. 3H	第 44 层 1L	第 45 层 1M			
膜层光学厚度 (nm)	257	198	198			

[0058] 注：没有取个位小数点之后的值，因精度已足够达到设计方案。

[0059] (6) 退火处理：重复实施例 1 中工艺步骤 (6)，只是退火升温到 130℃ 后，固定恒温 10 小时后开始降温。

[0060] 上述实施例镀制膜层的各项特性指标测试结果如下：

[0061] (1) 在 $0^{\circ} \sim 43^{\circ}$ 的全部角度范围内 ZnS 或石英基底单面平均反射率为：

[0062] 近红外波长：1.064 μm ，单面平均反射率为 $R \geq 94.3\%$

[0063] 远红外波段 8 ~ 12 μm ，单面平均反射率为 $R \geq 95\%$

[0064] (2) 膜层牢固性和抗激光损伤测试：均满足光学薄膜国家标准规定的要求，并通过航空标准 +70 ~ -55℃ 高低温冲击实验。

[0065] (3) 膜层防潮性能：满足光学薄膜国家标准规定的要求，通过野外使用和水中的浸泡等多项实验证明，上述实施例制备的 ZnS 或石英基底近红外和远红外光学波段大角度入射的高反射膜对 ZnS 或石英基底有非常好的防潮保护功效，并能在空中飞行时及野外恶劣环境中长久使用。