

KCl 透镜上的类金刚石碳膜 红外透射特性研究

姚合宝 贺庆丽 徐 蓉 于明湘

(西北大学物理系, 西安 710069)

摘 要 用射频—直流辉光放电 PECVD 法在 KCl 透镜上沉积了非晶结构的类金刚石碳膜。测量显示镀覆了类金刚石碳膜的 KCl 透镜在 $2.5\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$ 红外范围内具有高增透作用。由红外透射谱分析得到膜中 SP^3 键占主导地位。

关键词 等离子体; 类金刚石膜; 红外透射谱

0 引言

目前, 红外探测和成像广泛应用物体的 $3 \sim 5\mu\text{m}$ 和 $4 \sim 14\mu\text{m}$ 的红外辐射。为了提高探测灵敏度, 必须获得高红外透过的材料。类金刚石碳膜在红外区域从 $2\mu\text{m}$ 直到 $50\mu\text{m}$ 以上的极好透明性、硬度高、化学性能稳定、不怕酸碱及有机液侵蚀、防潮、且与衬底有良好的粘附性能, 使它成为红外光学器件的理想保护膜, 由于 a-C:H 膜的折射率在 $1.7 \sim 2.3$ 之间, 很适合于作锗红外透镜的单均匀层保护—增透膜。国内外就此做了大量工作^{1~3}。然而, 在折射率范围理论上讲对 KCl 透镜只会有减透作用, 再加之在 KCl 衬底上制备类金刚石碳膜比较困难, 所以, 以类金刚石碳膜作为 KCl 透镜的红外保护—增透膜, 在实用上一直尚未实现。

本文利用 rf-cd 等离子体化学气相沉积工艺在 KCl 透镜上按要求制备出了折射率为 $1.7 \sim 2.3$ 的类金刚石碳膜, 红外谱分析证明材料中类金刚石结构的 $\text{SP}^3\text{-CH}$ 原子团占主要地位, 性能与金刚石相近, 是红外激光元件的理想防护材料。

1 实验装置及工艺参量

制备类金刚石膜的系统为自制的全金属高真空 ($1.3 \times 10^{-5} \text{Pa}$) rf-cd 辉光放电装置, 该装置包括真空系统、电极系统、管道系统和电源系统等四部分。制备过程中选择的主要工艺参数取值范围: 电极间距为 $4.2 \sim 6.0 \text{cm}$, 功率耦合标尺为 $57.5 \sim 59.5 \text{cm}$, 真空室反气体压强为 $24.63 \sim 40.24 \text{Pa}$,

直流偏压 $50 \sim 150 \text{V}$, 阴极水冷; 衬底温度为室温 $\sim 300^\circ\text{C}$ 。在这样的工艺参数范围内, 可获得 a-C:H 膜。

2 实验结果及分析

2.1 折射率分析

部分制得的膜用国产 JT-75-1 激光椭圆偏测厚仪测量了折射率与厚度。少数样品还用 6JA 型干涉显微镜测量厚度加以验证。测量结果, 其折射率在 $1.7 \sim 2.3$ 之间, 生长速度在 $0.02 \sim 7 \text{nm/s}$ 之间。图 1 给出了真空室气压对膜折射率的影响。实验结果说明, 工艺参数对折射率的影响主要且现在对膜的结构、成份及聚集密度的影响。由于类金刚石膜中无定形碳、微晶石墨、微量金刚石以及空洞等缺陷的相对成份不同, 使膜的折射率发生变化。一般来说, 沉积的膜越致密, SP^3/SP^2 越高, 膜的折射率就越高。

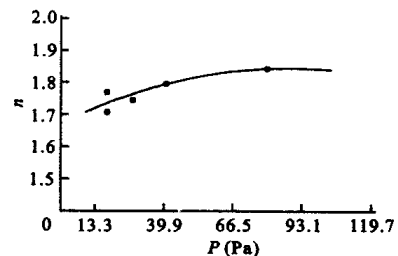


图 1 气体压强与膜折射率的关系曲线

Fig. 1 The curve of gas pressure and the film refractive index

2.2 α C:H 膜的红外吸收谱分析

图2是用日本450S型红外分光光度计测量了2.5~50 μ m之间的膜透射及反射谱. 图中线1是

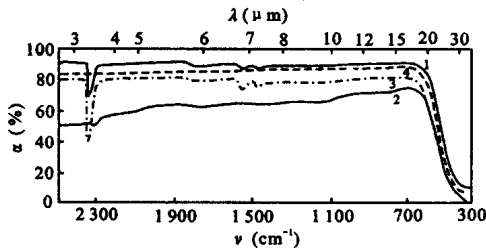


图2 KCl 衬底上 α C:H 膜的红外透射谱

Fig. 2 The infrared transmission spectrum of α C:H films on KCl substrate

在光学抛光 KCl 衬底上制备的 α C:H 膜的透射谱. 图中虚线 4 为赤裸 KCl 的透射谱. 实线 1 表示在样品两面生长 0.34×10^3 nm 和 0.44×10^3 nm 的 α C:H 膜后的透射谱. 虚线 3 为 1 的二倍放大图形, 它更清楚地显示了各个吸收峰. 实线 2 则是将样品用 $(2.6 \sim 6.0) \times 10^3$ W/cm² 的 CO₂ 激光处理 90s 后的透射谱. 在虚线 3 中, 最明显的三个吸收峰位于 2870、2930 和 2970 cm⁻¹ 处. 它们分别对应于对称 SP³CH₃、SP³CH₂ 与 C-H 组合, 和反对称 SP³CH₃ 伸展振动¹. 其次的吸收峰位于 1360~1380 cm⁻¹ 和 1440~1470 cm⁻¹ 处, 分别对应于对称 SP³CH₃ 弯曲和反对称 SP³CH₃ 弯曲, 以及 SP³CH₂ 剪切吸收. 这些都表示类金刚石结构的四方键. 此外, 在 1640

~1710 之间极弱的吸收峰表示存在极少量的 G-O、C=O 伸展吸收. 而对应 SP² 键的 3045、3020、3000 cm⁻¹ 及对应于 SP¹ 的 3305 cm⁻¹ 吸收峰都极弱或几乎不出现. 这些都说明我们制备的膜中 SP³ 键占了主导地位.

总的来说, 该膜是一种以非晶态为主的微晶和非晶的混合物, 存在 SP³ (类金刚石键) 和 SP² (类石英键) 和少量 SP¹ (类多聚物键). 由于制备条件、工艺参数的不同, SP³、SP²、SP¹ 键所占比例不同, 这正是该膜性质存在一个范围的内在原因.

α C:H 膜对红外激光材料的保护性能是明显的. 我们将两面光学抛光的 KCl 晶体, 一面制备厚度约 0.4×10^3 nm 的 α C:H 膜, 另一面赤裸, 悬挂在距水面约 0.95 cm 处, 维持水沸腾 2.5 min. 样品表面一直挂满水珠. 结果无膜一面完全溶化, 而有膜一面除在边缘尖角处可能由于膜较薄而稍有浸蚀外, 绝大部分完好无损.

3 结论

利用 rf-cd 等离子体化学气相沉积层在 KCl 透镜上, 经过大量试验成功地制备了具有高红外增透的类金刚石膜. 在 2.5 μ m ~ 50 μ m 红外范围内测得透射率在 (93 ~ 94) % 之间, 比未覆盖膜之前的透射率 (89 % ~ 94 %) 有了显著提高, 特别是膜的覆盖能有效地防止水汽对 KCl 透镜的侵蚀, 是性能极佳的新型红外增透保护膜.

参考文献

- 1 Liang Feng, Yan Xuejian. The properties, applications and preparation of diamond-like carbon films. Acta Physica Sinica, 1999, 48(6): 1095 ~ 1101
- 2 Yoshikawa M, Katagiri G, Ishida H, et al. Resonant Raman scattering of diamondlike amorphous carbon films. Appl Phys Lett, 1988, 52(19): 1639 ~ 1641
- 3 Liu Dongping, Li Fang, Yu Shiji, et al. Structures of α C:H films and their optical gaps. Material Science and Technology, 2000, 8(2): 58 ~ 61

INFRARED TRANSMISSION CHARACTERIZATION OF DIAMOND-LIKE CARBON FILMS ON KCl LENS

Yao Hebao, He Qingli, Xu Rong, Yu Mingxiang

Department of Physics, Northwest University, Xi'an 710069, P. R. China

Received date: 2002-01-11

Abstract Amorphous diamond-like carbon films on KCl lens were prepared with rf-cd PECVD method. The measurement shows that the lens with the films has a high transmission in the infrared range between $2.5\mu\text{m} \sim 50\mu\text{m}$. The infrared spectrum analysis shows that the SP^3 bond is the main bonding.

Keywords Plasma deposition technique; Diamond-like carbon films; Infrared transmission



Yao Hebao was born in Shaanxi Province in 1960. He received the B. S degree from Department of Physics, Northwest University. Now he is an associate professor of physics at Northwest University. He is also a member of Physics Society of China. His research interests concentrate on material physics.

www.cnki.net