



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104536064 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 18

(21) 申请号 201510010517. 3

(22) 申请日 2015. 01. 08

(73) 专利权人 中国科学院国家天文台南京天文
光学技术研究所

地址 210042 江苏省南京市板仓街 188 号

(72) 发明人 王晋峰 王烨儒 田杰

(74) 专利代理机构 江苏致邦律师事务所 32230
代理人 栗仲平

(51) Int. Cl.

G02B 1/115(2015. 01)

G23C 14/24(2006. 01)

G23C 14/08(2006. 01)

G23C 14/06(2006. 01)

审查员 王志远

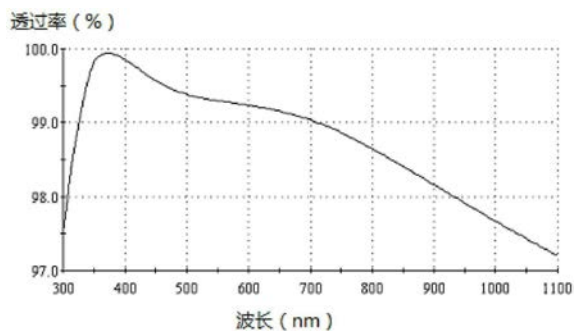
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

光学超宽带增透膜的复合作制方法

(57) 摘要

超宽带增透膜复合工艺方法,包括真空蒸镀成膜与溶胶凝胶成膜;真空蒸镀成膜工艺:准备工作,清洁真空室内所有相关器具并放入光学镜片和加入膜料;抽真空;预热膜料;将膜料气化沉积到所述光学镜片表面;烘烤 60 分钟;进行氟化镁层蒸镀;在同样烘烤温度下进行氧化铝层的蒸镀,蒸镀的膜层厚度为 4 纳米;步骤(1) - (6)为真空蒸镀成膜工艺;步骤(7) - (10)为溶胶凝胶成膜工艺。本发明减少了宽带增透膜的膜层数,拓宽了现有宽带增透膜的带宽区域。通过镀膜后处理工艺,膜层具有良好的疏水性和自清洁性能,有很好的环境适应性。采用本发明的复合成膜方法,在 300nm-1000nm 波段范围平均透过率可达 98. 5%。



1. 一种超宽带增透膜复合工艺方法,其特征在于,包括真空蒸镀成膜与溶胶凝胶成膜两种工艺过程;

其中真空蒸镀成膜工艺过程包括以下工作步骤:

- (1).准备工作,清洁真空室内所有相关器具并放入光学镜片和加入膜料;
- (2).抽真空,对所述真空室进行抽真空;
- (3).在300摄氏度的烘烤温度下恒定60分钟;
- (4).进行氟化镁层蒸镀,蒸镀的膜层厚度为83纳米;
- (5).在同样烘烤温度下进行氧化铝层的蒸镀,蒸镀的膜层厚度为4纳米;
- (6).待光学镜片自然冷却后将进一步进行溶胶凝胶成膜工艺过程;

其中,溶胶凝胶成膜工艺过程包括以下工作步骤:

- (7).制取碱催化溶胶;
- (8).真空蒸镀后的光学镜片的洁净处理;
- (9).在提拉浸渍镀膜机上成膜;
- (10).胶膜的干燥及后处理;

所述步骤(7)的制取碱催化溶胶的操作是:

将分析纯级原材料正硅酸四乙酯(TEOS)、去离子水、氨水和无水乙醇按摩尔比 $n(\text{TEOS}):n(\text{H}_2\text{O}):n(\text{NH}_3):n(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 1:2:0.6:34$ 混合;在室温磁力搅拌条件下加入容器,加液完毕后继续搅拌3小时,40摄氏度密封陈化10天得到所需碱催化溶胶;

所述步骤(9)的成膜步骤为:

将经超声波洁净处理的光学镜片固定至提拉镀膜机夹具上,提拉速率为5-10cm/min。

2. 根据权利要求1所述的超宽带增透膜复合工艺方法,其特征在于,所述步骤(10)的胶膜的干燥及后处理操作是:

湿膜在洁净间中晾干后再放入六甲基二硅胺:己烷=1:2的有机溶剂中浸泡1h,取出晾干后在450摄氏度条件下烘干。

光学超宽带增透膜的复合制作方法

技术领域

[0001] 本发明涉及光学镀膜加工技术领域,特别是涉及一种宽带增透膜的制备方法。

背景技术

[0002] 增透膜镜片是一种重要的光学器件,它的应用已深入到航空航天遥感、激光通讯、光伏电池、地基望远仪器等许多科学仪器领域。从结构设计上分析,宽带增透膜镜片是光学基片与多层介质膜组合而成,为了增大透过带宽通常使用高、中、低三种不同折射率材料搭配制成多层膜,最常用的为 Al_2O_3 — ZrO_2 — MgF_2 搭配,但这种搭配结构较复杂且仅能覆盖有限的光谱带宽。

[0003] 目前普遍采用的真空增透膜镀膜工艺方法包括以下工作步骤:清洁光学镜片后放入真空室和加入膜料的准备、对真空室进行抽真空、真空度达到要求后的真空室预热和膜料的预热、将膜料气化沉积到光学镜片表面的镀膜步骤。

[0004] 溶胶凝胶增透膜工艺方法具有工艺控制简单、薄膜增透性能较好以及适合于大面积制膜的优点。包括溶胶溶液配制,溶液陈化,镀膜和热处理的过程。用该法制备的多孔 SiO_2 薄膜具有结构可控、折射率可调、损伤阈值高、光学特性良、成本低廉等优点,可以获得宽带减反效果。但其减反性能有待提高。

发明内容

[0005] 本发明需要解决的问题是针对上述现有技术的不足,而提供一种超宽带增透膜及其制备方法。本发明的方法所制备的增透光学薄膜透过带宽,透过率高;并且具有膜系结构简单、容易实施的特点。

[0006] 为了解决上述问题,本发明采用的技术方案是:一种超宽带增透膜复合工艺方法,包括真空蒸镀成膜与溶胶凝胶成膜两种工艺过程,其特征在于,步骤如下,

[0007] 其中真空蒸镀成膜工艺过程包括以下工作步骤:

[0008] (1).准备工作,清洁真空室内所有相关器具并放入光学镜片和加入膜料;

[0009] (2).抽真空,对所述真空室进行抽真空;

[0010] (3).在300摄氏度的烘烤温度下恒定60分钟;

[0011] (4).进行氟化镁层蒸镀,蒸镀的膜层厚度为83纳米;

[0012] (5).在同样烘烤温度下进行氧化铝层的蒸镀,蒸镀的膜层厚度为4纳米;

[0013] (6).待光学镜片自然冷却后将进一步进行溶胶凝胶成膜工艺过程;

[0014] 其中,溶胶凝胶成膜工艺过程包括以下工作步骤:

[0015] (7).制取碱催化溶胶;

[0016] (8).真空蒸镀后的光学镜片的洁净处理;

[0017] (9).在提拉浸渍镀膜机上成膜;

[0018] (10).胶膜的干燥及后处理。

[0019] 其中,所述步骤(7)的制取碱催化溶胶的操作是:将分析纯级原材料正硅酸四乙酯

(TEOS)、去离子水、氨水和无水乙醇按摩尔比 $n(\text{TEOS}):n(\text{H}_2\text{O}):n(\text{NH}_3):n(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 1:2:0.6:34$ 混合;在室温磁力搅拌条件下加入容器,加液完毕后继续搅拌3小时,40摄氏度密封陈化10天得到所需碱催化溶胶。

[0020] 所述步骤(9)的成膜步骤是:将经超声波洁净处理的光学镜片固定至提拉镀膜机夹具上,提拉速率为5-10cm/min。

[0021] 所述步骤(10)的胶膜的干燥及后处理的操作是:湿膜在洁净间中晾干后再放入六甲基二硅胺:己烷=1:2的有机溶剂中浸泡1h,取出晾干后在450摄氏度条件下烘干。

[0022] 由于采用了上述方案,本发明与现有技术相比具有如下有益效果:1、本发明制备的增透光学薄膜透过带宽,透过率高;2、本发明具有膜系结构简单、容易实施的特点。即,通过采用真空蒸镀与溶胶凝胶的复合方法,减少了宽带增透膜的膜层数,拓宽了现有宽带增透膜的带宽区域。通过镀膜后处理工艺,膜层具有良好的疏水性和自清洁性能,有很好的环境适应性。采用传统的溶胶凝胶方法,在300nm-1000nm波段范围平均透过率为97%;采用本发明的复合成膜方法,在300nm-1000nm波段范围平均透过率可达98.5%。

附图说明

[0023] 图1 是复合超宽带增透膜在300nm-1100nm波段范围的透过率曲线;

[0024] 图2 真空蒸镀方法镀制的宽带增透膜的增透曲线。

具体实施方式

[0025] 实施例1,宽带增透膜的制备方法。本增透膜制备工艺方法具体如下:

[0026] 1、准备工作:清洁真空室、镀膜夹具等,在电子枪坩埚中分别放入氟化镁与氧化铝膜料,光学镜片清洗干净后放入真空室中关紧真空室门。

[0027] 2、抽真空与光学镜片升温步骤:启动真空泵抽真空并逐渐升温至300摄氏度,升温步骤与恒温时间根据光学镜片的尺寸及形状决定。

[0028] 3、真空镀膜步骤:在300摄氏度的烘烤温度下首先进行氟化镁层蒸镀,蒸镀的膜层厚度为83纳米,在同样温度下紧接着进行氧化铝层的蒸镀,蒸镀的膜层厚度为4纳米。

[0029] 4、采用碱催化溶胶的成膜步骤:将事先准备好的碱催化溶胶放入浸渍提拉镀膜机的溶胶池中,将经超声波洁净处理的已经真空蒸镀的光学镜片固定至提拉镀膜机夹具上,进行溶胶凝胶法成膜,提拉速率为5-10cm/min。

[0030] 5、胶膜的干燥及后处理步骤:湿膜在洁净间中晾干后再放入六甲基二硅胺:己烷=1:2的有机溶剂中浸泡1h,目的是为了用疏水基团取代膜层表面的亲水基团羟基,取出晾干后在450摄氏度条件下烘干。

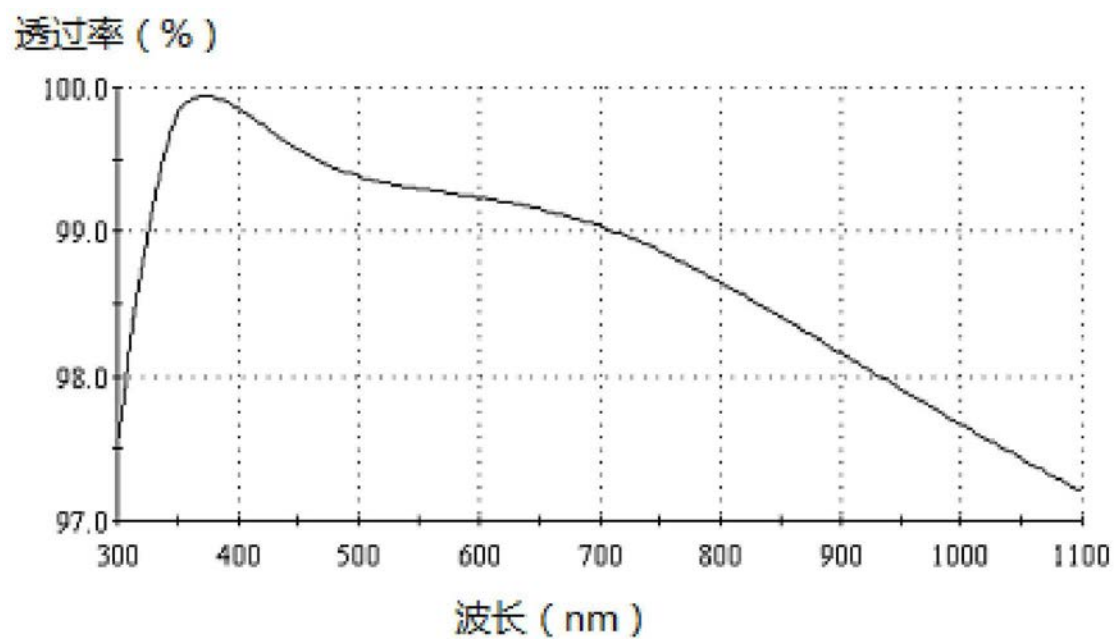


图1

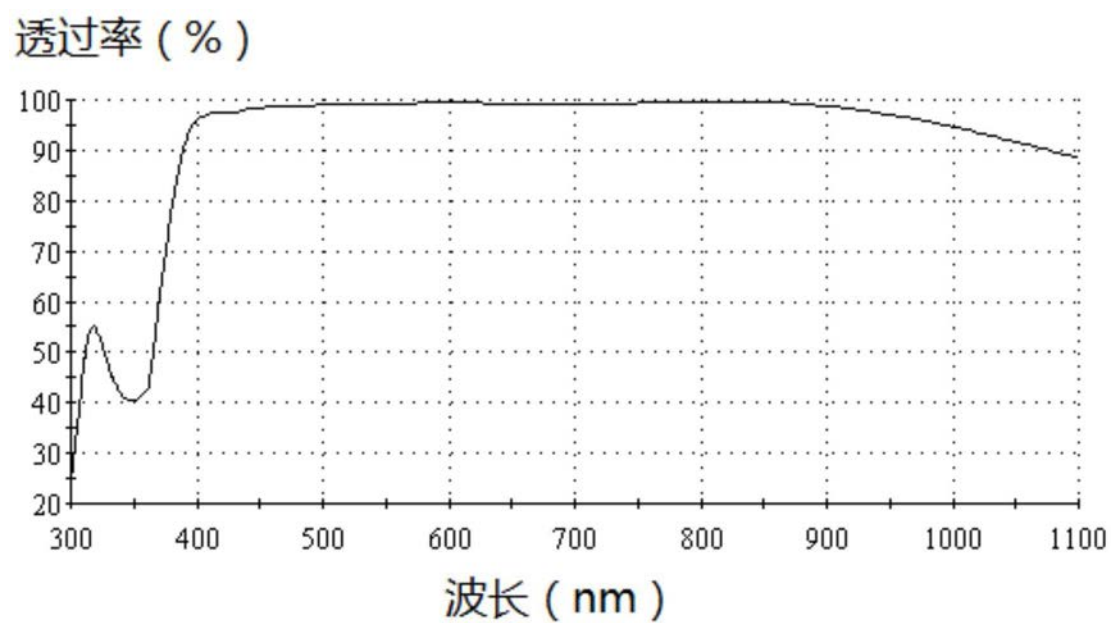


图2