

组分掺杂对 YbF_3 薄膜材料光学和理化特性影响及其在红外光学薄膜元件制备中的应用

马秋静^{1,2}, 段微波^{1,3*}, 于天燕^{1*}, 李大琪¹, 余德明¹, 刘保剑¹, 庄秋慧³, 刘定权¹

(1. 中国科学院上海技术物理研究所 上海市光学薄膜与光谱调控重点实验室, 上海 200083;

2. 中国科学院大学, 北京 100049;

3. 重庆理工大学 机械工程学院, 重庆 400054)

摘要: 研究了沉积方式及氟化钙(CaF_2)的掺杂对氟化镱(YbF_3)薄膜材料光学和理化特性的影响。分别使用电子束蒸发工艺和电阻蒸发工艺, 制备了纯 YbF_3 薄膜及掺杂不同比例 CaF_2 的 YbF_3 薄膜, 通过光谱测量、应力测量、X射线衍射(XRD)、原子力显微镜(AFM)等测试方式对单层膜样品进行了表征, 并使用经典洛伦兹谐振子色散模型对其进行光学常数拟合。结果表明, 在采用电子束蒸发工艺、 CaF_2 掺杂比例为 1% 的条件下, 获得了光学和理化性能较好的单层膜。在该条件下, 设计和制备了长波红外减反射膜系, 并对其进行了光谱表征和可靠性测试, 结果表明其在长波红外区的透过率达到 99% 以上, 可靠性达到空间红外光学薄膜相关标准要求。

关键词: 红外; 光学薄膜; 氟化镱; 掺杂; 增透

中图分类号: O484.5 文献标识码: A

The Effect of Doping on the Optical and Physicochemical Properties of YbF_3 and Its Application in Infrared Coatings

MA Qiu-Jing^{1,2}, DUAN Wei-Bo^{1,3*}, YU Tian-Yan^{1*}, LI Da-Qi¹, YU De-Ming¹, LIU Bao-Jian¹, ZHUANG Qiu-Hui³, LIU Ding-Quan¹

(1. Shanghai Key Laboratory of Optical Coatings and Spectral Modulation, Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China;

2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

3. College of Mechanical Engineering, Chongqing University of Technology, Chongqing 400054, China)

Abstract: The effects of calcium fluoride (CaF_2) doping on the optical and physical and chemical properties of Ytterbium fluoride (YbF_3) materials were studied. Pure YbF_3 thin films and YbF_3 thin films doped with different proportions of CaF_2 were deposited by electron beam and thermal evaporation, respectively. The characteristics of single layer were measured by spectrometer, stress measurement system, X-ray Diffraction (XRD), Atomic Force Microscope (AFM) and other measuring devices. The optical constants were fitted by the classical Lorentz oscillator model. The results show that the single-layer film with better optical and physical and chemical properties is obtained by electron beam deposition, in the condition of 1% CaF_2 doping. A long-wave infrared anti-reflection multi-layer sample was designed and fabricated and its spectrum and reliability test were carried out. The results show that its transmittance in the long-wave infrared region is as high as 99%, and the reliability meets the requirements of space application.

Key words: Infrared, Thin film coatings, YbF_3 , Doping, Anti-reflection

PACS: 42. 79. Wc, 61. 72. U-

基金项目: 国家重点研发计划 (No. 2021YFB3701500)

Foundation items: Supported by National Key Research and Development Program (No. 2021YFB3701500)

作者简介 (Biography): 马秋静 (2000-), 女, 满族, 河北承德人, 硕士研究生, 主要从事光学薄膜的设计、制备及应用研究. E-mail: maqiu-jing23@mails.ucas.ac.cn

*通讯作者 (Corresponding author): E-mail: duanweibo@mail.sitp.ac.cn; tian_yu@mail.sitp.ac.cn

引言

现代光学仪器,尤其是大量使用较高折射率光学元件的红外光学仪器,需要在光学零件表面制备减反射膜来提供光学传递效率,抑制杂散光;对于工作在极端环境的光学系统,还需要考虑膜层的环境适应性。在红外波段,传统的低折射率材料,如氟化镁(MgF_2)^[1]、氟化钍(ThF_4)^[2,3]等,均存在各自的缺陷,如机械性能较差、具有放射性^[4]等。所以,寻找一种具有优异光学性能的同时又具有良好的机械性能且环境友好的长波红外低折射率材料,对于提高应用于航空、航天遥感系统的光学薄膜窗口性能具有重要的现实意义。

目前,氟化镱(YbF_3),作为良好的红外透光材料已经在红外光学薄膜领域中得到了一定的应用^[5-7]。然而,含稀土阳离子的氟化物层往往具有较高的内应力,并且具有较低的堆积密度^[6,8],苏伟涛等在镀制较厚的 YbF_3 薄膜时就出现了脱落的问题^[9]。整体来说,尽管 YbF_3 薄膜光学性能非常优越,但其力学特性并不理想,存在着应力较大,膜层结合力不足,环境适应性不强等缺点。

Pellicori等^[10]的研究发现,在 CeF_3 中掺入一定比例的 BaF_2 ,可以有效改善 CeF_3 应力较大的问题;Targove和Murphy^[11]发现,在 LaF_3 薄膜中掺入合适比例的 BaF_2 ,混合物薄膜会表现出 BaF_2 的晶体结构,这不仅有效减小了 LaF_3 薄膜材料在的长波红外区的吸收,还大大降低了其应力,最终获得了性能更好的红外低折射率材料;Evgeny等^[12]在对 BaF_2 、 CaF_2 、 PbF_2 等的混合物薄膜的研究中发现,相较于使用单一的氟化物薄膜材料,以不同比例混合的薄膜材料在可见波段的光学损耗显著减少,有着更好的光学性能和理化特性;Li等^[13]在 LaF_3 、 PrF_3 、 ErF_3 、 SmF_3 中掺杂少量的 BaClF ,改善了其应力较高导致机械性能不稳定的问题;于天燕等^[14]发现, SrF_2 - CaF_2 (1:1)混合物薄膜较 BaF_2 薄膜更为致密且具有较宽的透明区和更高的透射率。

由上述可见,对稀土氟化物进行组分掺杂的研究,可以获得光学性能和理化特性更好的红外低折射率材料,对于改善目前在红外光学薄膜研制中的

材料缺陷有着重要的理论价值和现实意义。

2 单层膜制备与表征

购入了不同 CaF_2 掺杂比例 YbF_3 膜料,分别用电阻加热蒸发沉积及电子束加热蒸发沉积两种方式,制备了纯 YbF_3 薄膜及掺杂 CaF_2 的 YbF_3 薄膜,掺杂比例分别为0.5%、1%、4%、8%。为了方便描述,对样品进行编号如表1。

相关样品的制备在Leybold LAB900镀膜机上完成,该设备有电阻加热和电子束加热两种蒸发沉积方式。基底采用的单晶锗(Ge),锗片大小为 $\Phi 25\text{mm}\times 1\text{mm}$ 。首先对基底进行超声波清洗,并用乙醇乙醚溶剂擦拭脱水,然后放入真空室,抽真空至 $1.0\times 10^{-3}\text{Pa}$,根据冯毅东等^[15]的研究,基板温度选择 200°C 。将工件架转速调至 30rad/min ,用离子源(阳极电压 500V ,阳极电流 15mA)对基底进行清洁(5min)。利用光学监控薄膜厚度,沉积速率为 1.5nm/s 。两组样品除加热蒸发方式不同外,其余工艺条件均相同;在同一加热蒸发方式下, CaF_2 掺杂比例依次为0%、0.5%、1%、4%、8%,其余工艺条件均相同。

利用VERTEX 80v傅立叶变换红外光谱仪对单层膜样品进行光谱测量,测量范围为 $2\text{--}12\mu\text{m}$ 。该光谱仪可以在真空的环境下进行光谱的测量,极大地避免了空气中的水和二氧化碳等成分对红外测试光谱的干扰,使测试结果具有更高的可靠性;利用美国KSA MOS UltraScan薄膜应力测试仪对单层膜样品进行应力测试;利用FM-Nanoview6800AFM型原子力显微镜(AFM)对薄膜样品进行表面形貌分析;利用Bruker D8 ADVANCE高分辨率粉末X射线衍射仪测量薄膜的X射线衍射图谱,扫描范围为 10° 到 80° 。

使用SCI公司的Film wizard软件对单层膜的光学常数进行拟合。为了降低薄膜光学常数拟合的误差,首先利用该软件NK table数据表拟合功能,采用Global Modified LM优化模式,计算出厚度为 1mm 的锗基底的光学常数,如图1所示。在此基础上,采用经典洛伦兹谐振子模型,基于实验测得的单层膜

表1 样品编号

Table 1 Sample number

制备方式		电子束加热蒸发法					电阻加热蒸发法				
CaF ₂ 掺杂比例(%)	0	0.5	1	4	8	0	0.5	1	4	8	
编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	

样品透射率曲线,对样品的光学常数进行拟合。拟合时采用Simplex方法和Hooke-Jeeves方法,对评价函数取最小值,计算出薄膜样品厚度及洛伦兹模型中的参数,可以得到薄膜样品光学常数的数值解。

在经典洛伦兹谐振子模型中,复介电方程 $\varepsilon(\omega) = \varepsilon_r + \varepsilon_i$ 可以写成下式形式:

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_r + \varepsilon_i = \varepsilon_\infty \left(1 + \sum_{j=1}^m \frac{A_j^2}{E_{centerj}^2 - \omega(\omega - \gamma_j)} \right) \quad (2.1)$$

其中, $\varepsilon(\omega)$ 是光子的复介电常数, ε_∞ 是高频介电常数, E_{center} 是第j个谐振子的中心频率,单位为eV; A_j 为第j个谐振子的振幅,单位为eV; γ_j 为第j个谐振子的阻尼因子,单位为eV;m是谐振子数目。折射率n和消光系数k通过下式计算:

$$n = \sqrt{\frac{\sqrt{\varepsilon_r^2 + \varepsilon_i^2} + \varepsilon_r}{2}} \quad (2.2)$$

$$k = \sqrt{\frac{\sqrt{\varepsilon_r^2 + \varepsilon_i^2} - \varepsilon_r}{2}} \quad (2.3)$$

在拟合过程中,m取5^[9], $(\varepsilon_\infty, E_{center}, A_j, \gamma_j)$ 四项都作为拟合参数,设定所有参数都变化,材料的色散模型选择Lorentz Oscillator,优化模式选择Global Simplex方法和Hooke&Jeeves方法,取评价函数最小值,计算出薄膜厚度及各个参数的值,进而得到薄膜的光学常数数值。

3 实验结果与分析

3.1 组分掺杂对YbF₃薄膜材料光学特性的影响

3.1.1 组分掺杂对YbF₃薄膜材料光谱的影响

图2(a)(b)分别为采用电子束加热蒸发方式沉积的1-5号样品和采用电阻加热蒸发方式沉积的6-10号样品的透射光谱测量结果。可以看到各个样品在3μm和6μm附近均出现了水吸收峰。Pear J. M.^[16]、Guenther K. H.^[17]用扫描电子显微镜(SEM)系统研究了氟化物薄膜的结构,发现其为典型的柱状结构。我们也对YbF₃薄膜横断面进行了扫描电子显微镜(SEM)测试,测试结果如图3所示,发现其呈现柱状形貌。这种结构会导致薄膜吸水,从而对薄膜的性能产生影响,且本文在测量光谱时采用了抽真空式光谱仪排除了空气中的水分子对光谱的影响,所以可以推测导致吸收峰的原因是YbF₃薄膜的柱状形貌发生毛细现象吸收空气中的水分子。

可以看到,对于采用同一种沉积工艺的样品来说,整体上透射光谱差别不大,只有在3μm和6μm处水吸收带附近差别较为明显。对于图2(a),1~4号样品随着CaF₂掺杂比例的增加,水吸收峰减小,直到5号样品,也就是CaF₂掺杂比例为8%时,水吸收再次增强,4号样品,也就是掺杂CaF₂比例为4%时,改善效果最好;对于图2(b),6~8号样品随着CaF₂掺杂比例的增加,水吸收峰逐渐减小,直到9号和10号样品水吸收又开始增强。可以看出8号样品,也就是CaF₂的掺杂比例为1%时,改善效果最好。从测试结果可以推断,产生这种现象的原因是

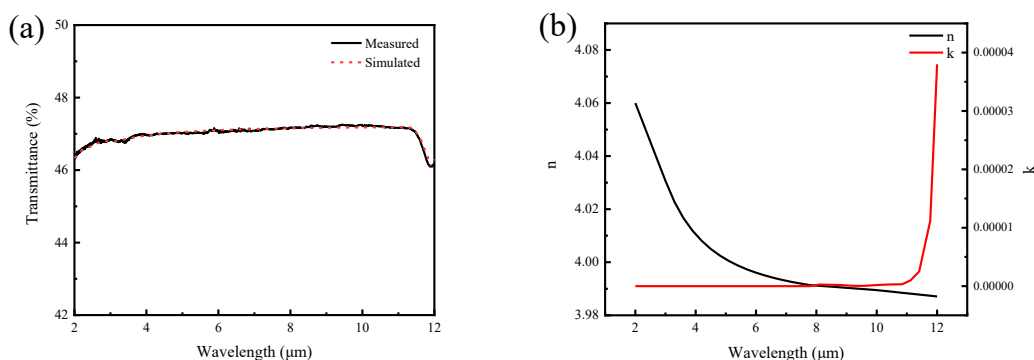


图1 锗基底光学常数拟合:(a)透射率曲线与拟合结果重合性;(b)光学常数拟合结果

Fig. 1 Images of optical constant fitting of germanium substrate: (a) The coincidence between the transmittance curve and the fitting result; (b) Fitting results of optical constants of germanium substrate

一定比例 CaF_2 的掺杂改善了 YbF_3 的结构,使其致密性增加,进而减少由于毛细作用进入间隙的水分子,改善了由于水吸收而带来的透射率降低。

图4为4号样品和8号样品的透射光谱,可以明显地看到, $3\mu\text{m}$ 和 $6\mu\text{m}$ 处水的吸收带附近,采用电阻加热蒸发方式沉积的薄膜明显比采用电子束加热蒸发方式沉积的薄膜吸收强,且光谱产生了蓝移

现象,这都是由于电阻蒸发方式制备的薄膜致密性较低,而采用电子束加热蒸发方式时,由于粒子能量较大,得到的薄膜致密性会更好,水吸收也会更小。所以,从致密性及水吸收方面考虑,电子束加热蒸发方式要优于电阻加热蒸发方式。

3.1.2 薄膜光学常数的确定

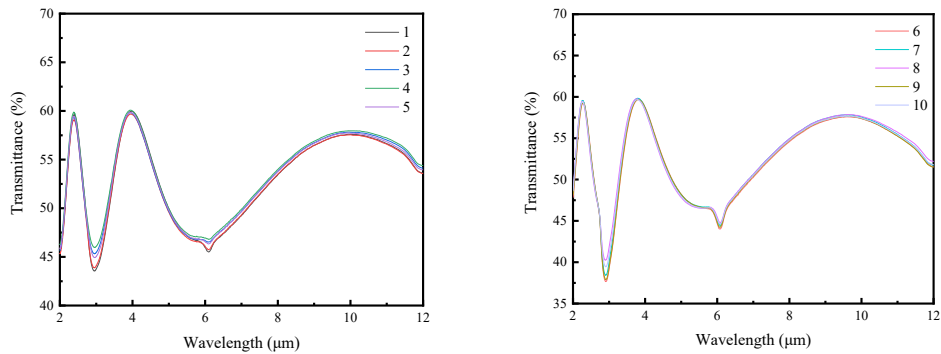


图2 薄膜透射光谱测量结果:(a)1-5号样品;(b)6-10号样品

Fig. 2 Thin film transmission spectrum measurement results: (a)No.1-5 sample; (b)No.6-10 sample

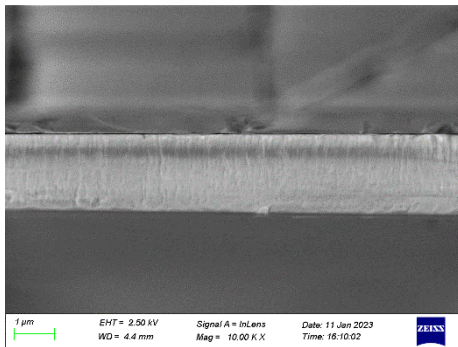


图3 YbF_3 薄膜截面SEM图

Fig. 3 SEM images of cross-section of YbF_3 film

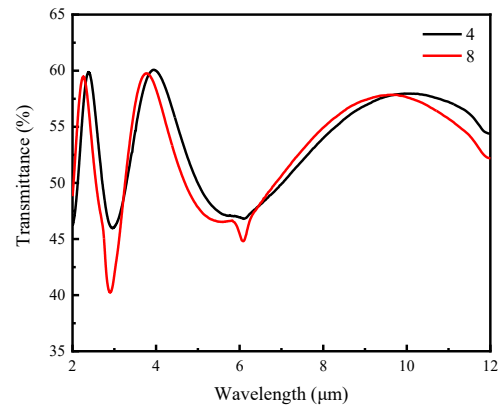


图4 4号样品和8号样品的透射光谱对比

Fig. 4 Comparison of transmission spectra of sample No. 4 and sample No. 8

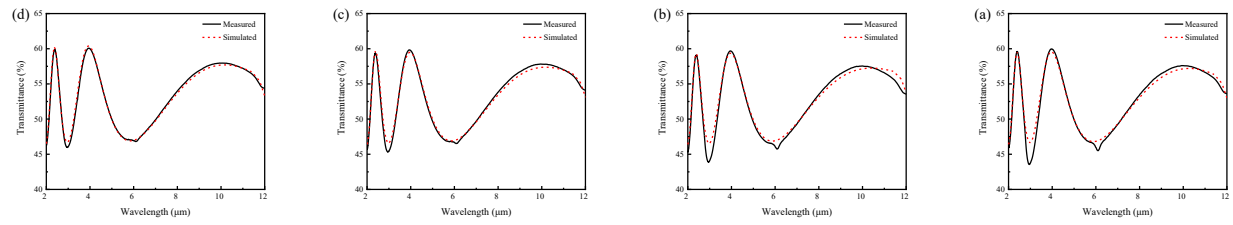


图5(a)-(j)是1-10号薄膜样品的透射率曲线测量结果与拟合结果重合性,可以看到,除了在 $3\mu\text{m}$ 和 $6\mu\text{m}$ 的水吸收峰附近,整体重合性较好。

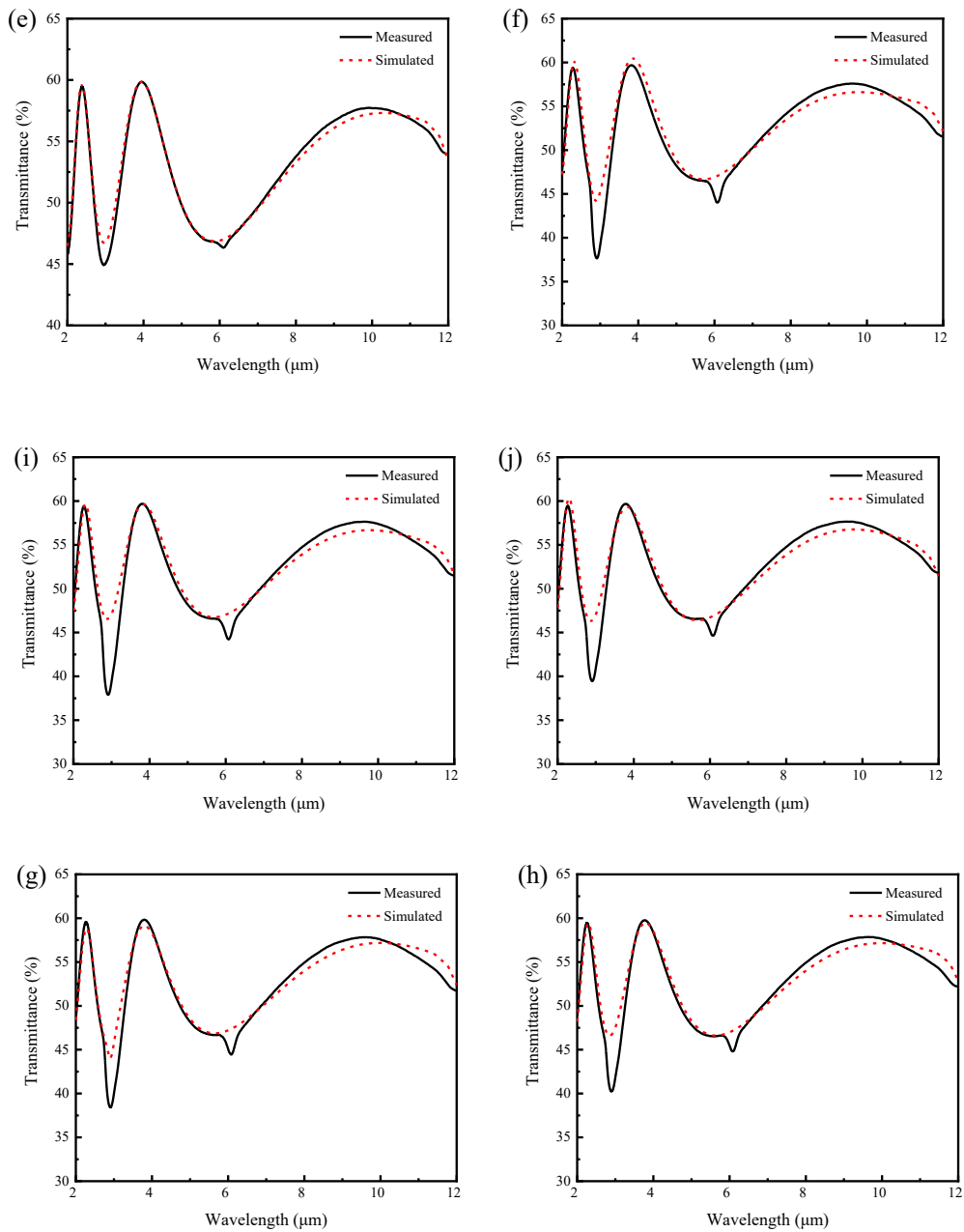


图5 1-10号薄膜样品透射率曲线测量结果与拟合结果重合性

Fig. 5 The coincidence between the measured results and the fitting results of the transmittance curve of No.1-10 thin film samples

3.1.3 组分掺杂对 YbF_3 薄膜材料光学常数的影响

图6(a)(b)分别为对采用电子束加热蒸发方式的1-5号样品和采用电阻加热蒸发方式的6-10号样品的 n 值拟合结果。可以看到,图6(a)中除了 CaF_2 掺杂比例为4%时的4号样品外,其他样品的 n 值差距不大,其中2号样品,即 CaF_2 掺杂比例为

0.5%时,折射率最小;图6(b)中,可以看到7号样品,即 CaF_2 掺杂比例为0.5%时, n 值最小,而后随着 CaF_2 掺杂比例的增大, n 值不断增大。

图7为2号和7号样品 n 值对比,可以看到7号,即采用电阻加热蒸发方式, CaF_2 掺杂比例为0.5%的条件下镀制的样品,折射率最小。

图8(a)(b)分别为对采用电子束加热蒸发方式

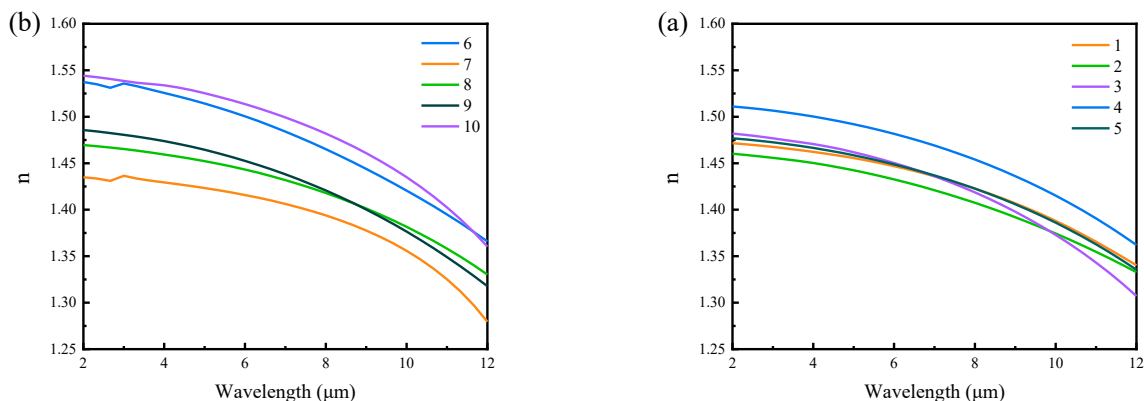


图6 1-10号样品折射率拟合结果:(a)电子束加热蒸发(b)电阻加热蒸发

Fig. 6 Fitting results of refractive index of samples No.1-10:(a) electron beam heating evaporation; (b) resistance heating evaporation

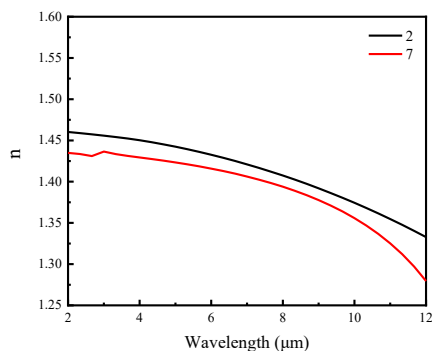


图7 2号和7号样品n值对比

Fig. 7 Comparison of n values of samples No. 2 and No. 7

的1-5号样品和采用电阻加热蒸发方式的6-10号样品的k值拟合结果。在 $3\mu\text{m}$ 附近k值突起是由于

该位置的光谱曲线有水吸收,拟合时收到了一定程度的影响。从突起程度也可以看出电子束加热蒸发方式比电阻加热蒸发方式镀制的薄膜致密性要好,水吸收小。图8(a)中,随着 CaF_2 掺杂比例的增加,k值明显下降,直到3号样品,即 CaF_2 掺杂比例为1%时,k值最小,而后k值再次升高;图8(b)中,可以看出,相较于纯的 YbF_3 薄膜(6号样品),当掺杂了0.5%的 CaF_2 时(7号样品),k值明显降低,而后随着 CaF_2 掺杂比例的增加,k值又逐渐增大。

图9为3号样品和7号样品k值对比图,可以看到两者差别不大,采用电阻加热蒸发方式(7号样品)比电子束加热蒸发方式(3号样品)镀制的薄膜吸收更大,且与其光谱一样发生蓝移,这也是由于采用电子束加热蒸发方式镀制的薄膜致密性较高。

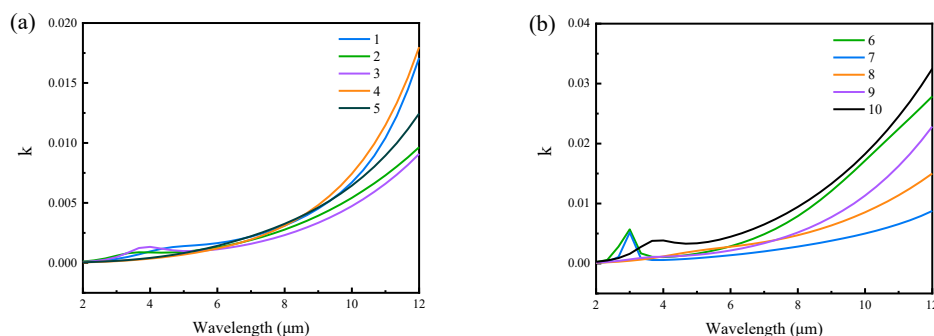


图8 1-10号样品消光系数拟合结果:(a)电子束加热蒸发(b)电阻加热蒸发

Fig. 8 Fitting results of extinction coefficient of samples No. 1-10:(a) electron beam heating evaporation; (b) resistance heating evaporation

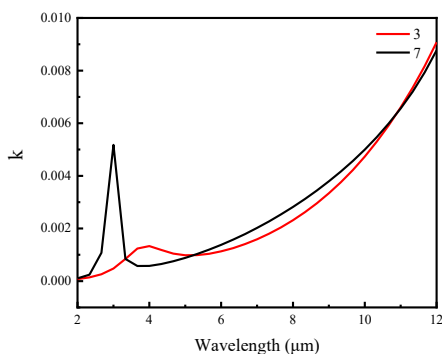


图9 3号样品和7号样品k值对比图

Fig. 9 Comparison of k values between sample No. 3 and sample No. 7

3.2 组分掺杂对YbF₃薄膜材料应力的影响

样品应力的测试结果如图10(a)(b)所示,其中,图10(a)为横向应力,图10(b)为纵向应力。可以看出,整体上电阻加热蒸发方式较电子束加热蒸发方式应力小。电子束加热蒸发方式镀制的薄膜样品中,前面随着CaF₂掺杂比例的增加,应力不断增大,直到掺杂比例为8%时才有所降低,但是还是要大于纯的YbF₃薄膜;对于采用电阻加热蒸发方式镀制的薄膜,可以看到,掺杂CaF₂后的YbF₃薄膜应力均小于纯的YbF₃薄膜,其中,掺杂比例为0.5%时应力最小。所以在采用电阻加热蒸发法镀制薄膜时,CaF₂的掺杂对于薄膜应力有一定的改善。

3.3 组分掺杂对YbF₃薄膜材料晶体结构的影响

对于采用蒸发法制备的YbF₃薄膜,很容易出现非标准化学计量比的铽的氟化物出现,例如YbF₂、

YbF_{2.33}、YbF_{2.357}、YbF_{2.37}、YbF_{2.41}等,所以有必要对YbF₃薄膜进行物相分析。图11的(a)(b)分别是1-5号样品和6-10号样品的XRD衍射谱。可以看出,所有样品均为非晶结构。此外,发现在 $2\theta=56.36^\circ$ 附近均出现了很小的衍射峰,经查询YbF₃的X射线衍射电子卡,参考苏伟涛^[9]的论文,发现这个衍射峰很可能属于YbF_{2.4}(315)($2\theta=54.491$,卡片号:36-0827)的衍射峰,其余形态的铽的氟化物均没有这个衍射峰。基于以上分析,可以推断,1-10号样品主体均为非晶结构的YbF₃掺杂了少量晶体结构的 β -YbF_{2.41},该结晶在非晶薄膜中的择优取向为(315)。

3.4 组分掺杂对YbF₃薄膜材料表面形貌的影响

图12为1-10号样品的AFM测试结果。从整体上看,采用电子束加热蒸发方式镀制的薄膜表面粗糙度要优于采用电阻加热法镀制的薄膜,其原因还是电子束加热蒸发法粒子能量更高,所沉积的薄膜致密性更好。在采用电子束加热蒸发方式镀制的1-5号薄膜样品中,从图12(a)-(e)可以看到,随着CaF₂掺杂比例的增加,薄膜表面粗糙度变好,其中CaF₂掺杂比例为4%时最佳;在采用电阻加热蒸发方式镀制的6-10号薄膜样品中,从图12(f)-(j)可以看到CaF₂掺杂对YbF₃薄膜表面形貌有明显改善,其中CaF₂掺杂比例为0.5%时最佳。

基于以上实验,首先,不论是在致密性还是光学性能上,采用电阻蒸发工艺制备的样品较采用电子束蒸发工艺制备的都有着较大的差距,所以首选电子束蒸发工艺。根据上述实验,对采用电子束蒸发工艺的1-5号样品进行打分,性能最好赋5分,最

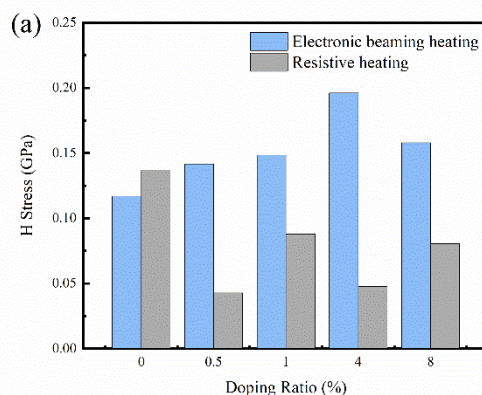
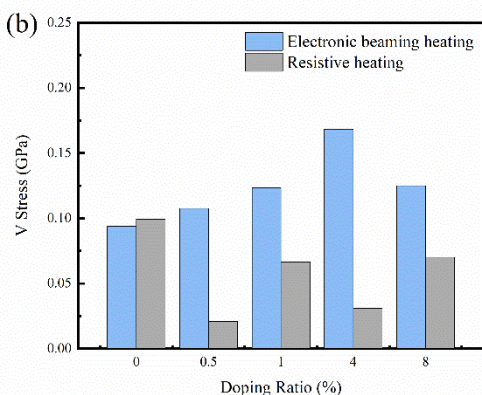


图10 应力测试结果:(a)横向应力;(b)纵向应力

Figure. 10 Stress test results: (a) Transverse stress; (b) Longitudinal stress

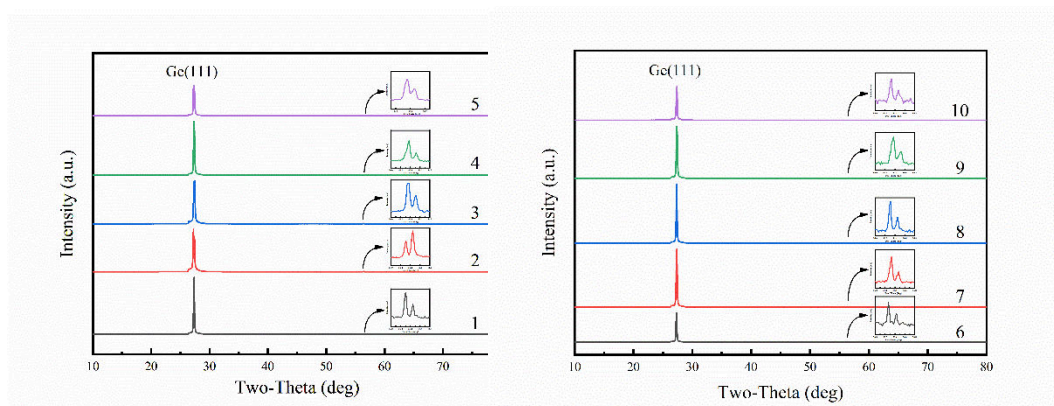


图11 XRD衍射谱:(a) 1-5号样品;(b) 6-10号样品

Fig. 11 XRD diffraction spectrum: (a) 1-5 sample; (b) 6-10 sample

差赋1分,如下表:

综合考虑,3号样品,也就是在电子束加热方式下镀制的CaF₂掺杂比例为1%的YbF₃薄膜有更好的成膜质量。

4 膜系设计、制备与可靠性测试

基于上述结果,选择在电子束加热的沉积方式下镀制的CaF₂掺杂比例为1%的YbF₃作为低折射材料(L),选择锆作为高折射率材料(H)、硒化锌(ZnSe)作为中间折射率材料(M),基底为锆,在10-11μm波段设计增透膜。初始结构选择Sub|MHMLM|Air作为初始膜系,采用计算机辅助设计,使用Film Wizard软件对膜系进行优化,直到满足所需指标。参考波长λ₀为2μm,优化结果为:

Sub|2.014M 1.012H 0.173M 0.204L 0.505M|Air

最终优化结果的理论透射率曲线如图4.1(a)

所示。

4.1 长波红外减反射增透的制备

使用Leybold LAB900镀膜机进行膜系的镀制。制备工艺条件为:锆材料(H)采用电阻加热蒸发方式,沉积速率为2.0nm/s;ZnSe材料(M)采用电阻加热蒸发方式,沉积速率3.0nm/s;YbF₃材料采用电子束加热蒸发法,沉积速率1.0nm/s;沉积温度为180℃,工件盘转速为30r/min,本底真空度为2×10⁻⁵mPa,镀制前用大小为300mA的离子源轰击5min。基底为直径25mm、厚度1mm的锆片。样品的实测透过率曲线如图4.1(b)所示。可以看到,在10-11μm波段,透过率在99%左右,测试结果与设计结果具有较好的吻合度。

4.2 薄膜性能检测

为检测上一节所镀制的增透膜样品是否符合相关标准,需要对其进行环境试验。参照KYE 01-011-2014 上海技术物理研究所空间红外光学薄膜

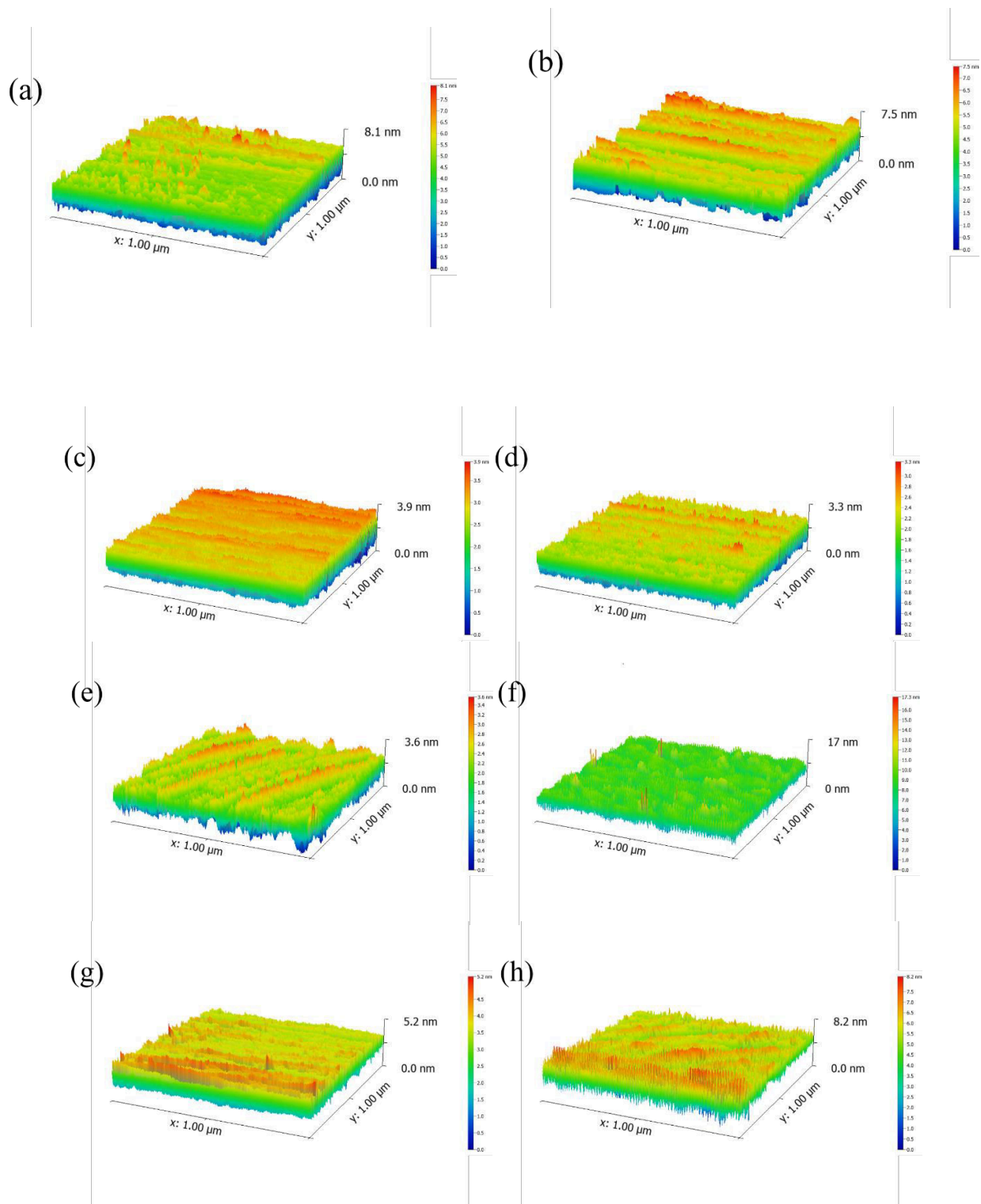


图 12 1-10 号样品 AFM 测试结果
Fig. 12 AFM test results of sample No.1-10

可靠性通用试验规范,对增透膜样品进行恒温恒湿
试验、摩擦试验、耐清洗试验等,结果如下:

5 结论

利用光谱拟合、应力测量、X 射线衍射(XRD)、

表2 1-5号样品各性能比较

样品编号	1	2	3	4	5
CaF ₂ 掺杂比例(%)	0	0.5	1	4	8
光谱	1	2	4	5	3
n	3	5	4	1	2
k	2	4	5	1	3
应力	5	4	3	1	2
表面形貌	1	2	3	5	4
整体表现	12	17	19	13	14

原子力显微镜(AFM)等方法,研究了加热蒸发方式及CaF₂的掺杂对YbF₃单层膜样品光学性质和理化特性的影响。研究表明,与电阻加热蒸发方式相比,电子束加热蒸发方式镀制的单层膜样品有着更好的致密性、更小的水吸收与更好表面粗糙度,虽应力稍大,但综合考虑应首选电子束加热蒸发工艺;通过一定比例的CaF₂的掺杂,可以改善薄膜致密性与表面粗糙度,同时使折射率和吸收更小,但可能会带来应力增大的问题,此时YbF₃仍为非晶结构。通过对样品实验结果的整体分析与综合考量,在电子束加热蒸发方式下CaF₂掺杂比例为1%的YbF₃薄膜有着较好的光学性能和理化特性。在该条件下,设计并制备了长波红外增透膜,对其进行

了光谱表征和环境试验,结果表明其在10-11μm波段平均透过率达到99%且可靠性符合KYE 01-011-2014 上海技术物理研究所空间红外光学薄膜可靠性通用试验规范。

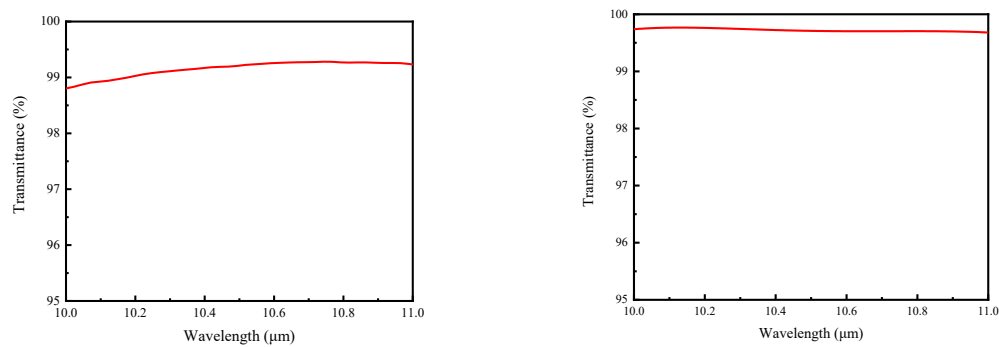


图13 薄膜透过率曲线:(a)理论值;(b)实测值
Fig. 13 Film transmittance curve:(a) Theoretical value;(b) Measured value

表2 薄膜样品性能检测结果

试验项目	实验方式	结果
表面质量	用反射光进行肉眼检验,薄膜表面不应有剥落、色斑、起皮、污点、色条、浑浊、气泡、划痕、破损点等疵病	通过
浸泡试验	在温度为(45±2℃)纯净水中浸泡8小时,观察膜层无脱落	通过
耐清洗试验	将样品表面灰尘清理干净,然后放入无水乙醇中浸泡15分钟,取出后用脱脂纱布轻轻擦拭膜层表面。擦拭过后膜层表面质量应符合表面质量实验的要求	通过
附着力试验	使用标准聚酯胶带,将其胶侧紧紧地粘贴在薄膜表面上,排出气泡且无间隙,快速将胶带一段垂直拉起,膜层应不脱落	通过

References

- [1] WANG Wu-Yu, ZHANG Xin, SUN Ping. Optical Anti-reflection Properties of Compound Films and Their Applications [J]. Chinese Journal of Rare Metals, 1997, **21**(3):4. (王育武, 孙平. 化合物薄膜的光学增透特性及其应用 [J]. 稀有金属, 1997, **21**(3):4.
- [2] Ghosh A, Bandyopadhyay P K. Broad Band Antireflection Coating on Silicon from 1.5 to 6 μm Spectral Band - ScienceDirect [J]. *Infrared Physics & Technology*, 2005, **46**(5): 408-11.
- [3] Ghosh A, Kant P, Bandyopadhyay P K, *et al.* Antireflection Coating on Germanium for Dual Channel (3 - 5 and 7.5 - 10.6 μm) Thermal Imagers [J]. *Infrared Physics & Technology*, 1999, **40**(1):49-53.
- [4] Heitmann W, Ritter E. Production and Properties of Vacuum Evaporated Films of Thorium Fluoride [J]. *Applied Optics*, 1968, **7**(2):307
- [5] Traylor, Kruschwitz, Pawlewicz. Optical and Durability Properties of Infrared Transmitting Thin Films [J]. *Applied Optics*, 1997, **36**(10):2157-2159.
- [6] ZHANG Yao-Ping, FAN Jun-Qi, LONG Guo-Yun, *et al.* Influence of Deposition Parameters on Residual Stress of YbF_3 Thin Film [C]// Photoelectronic technology committee conferences.2016.
- [7] ZHANG Yao-Ping, ZHANG Yun-dong. Defect Study on Several Fluoride Coatings [J]. *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, 2009, 7283.
- [8] Pulker H K. Characterization of Optical Thin Films [J]. *Appl Opt*, 1979, **18**(12): 1969-77.
- [9] SU Wei-Tao. Research of Long-wave Infrared Low Refractive Index Materials [D]. Shanghai: Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, 2007. (苏伟涛. 长波红外低折射率材料研究 [D]. 上海: 中国科学院上海技术物理研究所, 2007.
- [10] Pellicori S F. Stress Modification in Cerous Fluoride Films through Admixture with Other Fluoride Compounds [J]. *Thin Solid Films*, 1984, **113**(4):287-295.
- [11] Targove J D, Murphy A R. Optical and Structural Characterization of Mixed LaF_3 - BaF_2 Thin Films [J]. *Thin Solid Films*, 1990, **191**(1): 47-53.
- [12] Kotlikov E N, Khonineva E V, Prokashev V N. About the Problem of Decreasing Optical Losses in Fluoride Films [C]//Nonresonant Laser-matter Interaction. International Society for Optics and Photonics, 2004.
- [13] LI Bin, XIE Ping, SU Wei-Tao, *et al.* Combinatorial Synthesis of BaClF-ReF_3 (Re=La, Pr, Er, Sm) Layers with Graded-index as Antireflection Coatings in the Thermal Infrared [J]. *Materials & Design*, 2016, **107**: 302-310.
- [14] YU Tian-Yan, QIN Yang, LIU Ding-Quan, *et al.* Physical and Infrared Optical Properties of Mixed SrF_2 - CaF_2 Thin Films [J]. *Acta Physica Sinica -Chinese Edition-*, 2010(4): 5. (于天燕, 秦杨, 刘定权, 等. SrF_2 - CaF_2 混合物薄膜的物理及红外光学特性研究 [J]. 物理学报), 2010(4): 5.
- [15] FENG Yi-Dong, YU Tian-Yan, LIU Ding-Quan, *et al.* Influence of Deposition Process on Reliability of YbF_3 Thin Films [J]. 光学学报, 2018, **38**(7): 6. (冯毅东, 于天燕, 刘定权. 沉积工艺对 YbF_3 薄膜可靠性的影响 [J]. 光学学报), 2018, **38**(7): 6.
- [16] Pearson J M. Electron Microscopy of Multilayer Thin Films [J]. *Thin Solid Films*, 1970, **6**(5): 349-58.
- [17] Guenther K H, Pulker H K. Electron Microscopic Investigations of Cross Sections of Optical Thin Films [J]. *Applied Optics*, 1976, **15**(12): 2992.