



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 108008476 B

(45)授权公告日 2019.09.10

(21)申请号 201711409166.9

G23C 14/16(2006.01)

(22)申请日 2017.12.22

G23C 14/58(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 108008476 A

(56)对比文件

(43)申请公布日 2018.05.08

CN 1527071 A, 2004.09.08,
CN 2641667 Y, 2004.09.15,
CN 201344978 Y, 2009.11.11,
CN 1329259 A, 2002.01.02,
CN 106796312 A, 2017.05.31,
CN 106460146 A, 2017.02.22,

(73)专利权人 武汉大学
地址 430072 湖北省武汉市武昌区珞珈山
武汉大学

审查员 徐红梅

(72)发明人 薛龙建 谭迪 黄家辉

(74)专利代理机构 武汉科皓知识产权代理事务
所(特殊普通合伙) 42222
代理人 张火春

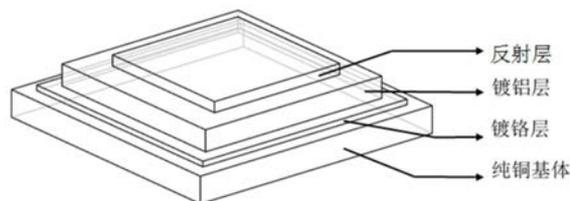
(51) Int. Cl.
G02B 5/08(2006.01)
G23C 28/00(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称
一种激光发生器反射板

(57)摘要

本发明公开了一种激光发生器反射板,激光发生器反射板由基底、纯铬层、纯铝层和作为反射层的三氧化二铝薄膜组成四层结构,基底使用铜材料,拥有高导热率,在铜基体上利用物理气相沉积在惰性气体保护气氛下沉积一层纳米厚度的纯铬薄膜,以增加反射层与铜基底的界面结合强度,再在纯铬薄膜上用物理气相沉积法沉积一层微米厚度的纯铝薄膜,最后通过反应蒸镀法、多弧离子束氧化或阳极氧化等方法在纯铝薄膜表面制备用于反射激光的三氧化二铝薄膜。本发明激光发生器反射板热稳定性强、光学性能优异,激光反射率能够达80~95%;其最薄弱界面结合力高于500MPa,使用寿命达到2~4年。



1. 一种激光发生器反射板,其特征在于:由基底、纯铬层、纯铝层和作为反射层的三氧化二铝薄膜组成四层结构,所述基底为具有高导热性的铜基体,通过沉积法依次在铜基体上表面形成纯铬层,在纯铬层上形成纯铝层,在纯铝层上沉积或生长作为反射层的 α 晶型三氧化二铝薄膜,所述铜基体为纯铜基体或铜合金基体。

2. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:所述纯铬层厚度为5~100nm,纯铝层厚度为8~10 μ m,三氧化二铝薄膜的厚度为1~5 μ m。

3. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:所述三氧化二铝薄膜表面均方根粗糙度范围为10nm~100nm。

4. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:铜基体要预先抛光,先机械抛光,之后再化学抛光,抛光后铜基体表面均方根粗糙度小于1nm。

5. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:通过沉积法在铜基体上表面镀铬得到纯铬层,纯铬层表面粗糙度小于10nm。

6. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:通过沉积法在纯铬层上表面镀铝得到纯铝层,纯铝层表面粗糙度小于30nm。

7. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:镀铬采用的物理气相沉积法为电阻真空蒸镀、磁控溅射和多弧离子束溅射方法中的任意一种;镀铝采用的物理气相沉积法为高频感应加热蒸发镀、磁控溅射和多弧离子束溅射方法中的任意一种。

8. 如权利要求1所述的激光发生器反射板,其特征在于:采用反应蒸镀法、阳极氧化法和阴极多弧离子镀氧化法中任意一种方法将纯铝层氧化,制备三氧化二铝薄膜。

9. 如权利要求8所述的激光发生器反射板,其特征在于:对纯铝层氧化后在氩气保护气氛中进行去应力退火。

一种激光发生器反射板

技术领域

[0001] 本发明属于激光发生器设备领域,涉及一种激光发生器反射镜,具体涉及一种激光发生器反射板。

背景技术

[0002] 激光拥有高能量密度以及优异的光学相干性等优点,因此在工业、信息、军事等领域都有广泛的应用。激光从发生器的谐振腔产生到输出过程中需要大量激光反射镜,其反射镜的激光反射效率、热性能、微观结构、缺陷及晶向等决定了大功率激光器的功率与服役寿命。三氧化二铝在可见~红外波段无吸收峰,同时拥有良好的机械和热学性能,使三氧化二铝薄膜成为激光器反射镜的理想材料,且使用铜表面镀三氧化二铝膜,保证激光反射率的同时具备优良稳定的热性能。

[0003] 目前,铜基体表面镀三氧化二铝薄膜的工艺局限导致铜基底与三氧化二铝薄膜之间的结合不够牢固,同时三氧化二铝膜的表面形貌与厚度不完全可控。这些缺陷促使激光全反射镜表面三氧化二铝薄膜在服役时容易出现反射率降低,而且在服役过程中由于吸收光子发热,使三氧化二铝薄膜反射层从铜基底上脱落。增强三氧化二铝反射层与基底之间的界面结合力,同时控制三氧化二铝的生成过程以达到预期的厚度与表面形貌是目前迫切需要的。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种铜基体表面沉积三氧化二铝薄膜的激光发生器反射镜,该反射镜对CO₂激光发生器10.6 μ m波长的激光反射率可以达到70~90%,使用温度能够达到450~500 $^{\circ}$ C,三氧化二铝薄膜与铜基底界面最低结合强度能够达到500MP,使用寿命达到2~4年。

[0005] 本发明通过以下技术方案实现:

[0006] 一种激光发生器反射板,其特征在于:由基底、纯铬层、纯铝层和作为反射层的三氧化二铝薄膜组成四层结构,所述基底为具有高导热性的铜基体,通过沉积法依次在铜基体上表面形成纯铬层,在纯铬层上形成纯铝层,在纯铝层上沉积或生长作为反射层的三氧化二铝薄膜。

[0007] 作为改进,所述纯铬层厚度为5~100nm,纯铝层厚度为8~10 μ m,三氧化二铝薄膜的厚度为1~5 μ m。

[0008] 作为改进,所述三氧化二铝薄膜表面均方根粗糙度范围为10nm~100nm。

[0009] 作为改进,所述铜基体为纯铜基体或铜合金基体,所述三氧化二铝薄膜为 α 晶型三氧化二铝薄膜。

[0010] 作为改进,铜基体要预先抛光,先机械抛光,之后再化学抛光,抛光后铜基体表面均方根粗糙度小于1nm。

[0011] 作为改进,通过沉积法在铜基体上表面镀铬得到纯铬层,纯铬层表面粗糙度小于

10nm。

[0012] 作为改进,通过沉积法在纯铬层上表面镀铝得到纯铝层,纯铝层表面粗糙度小于30nm。

[0013] 作为改进,镀铬采用的物理气相沉积法为电阻真空蒸镀、磁控溅射和多弧离子束溅射方法中的任意一种;镀铝采用的物理气相沉积法为高频感应加热蒸发镀、磁控溅射和多弧离子束溅射方法中的任意一种。

[0014] 作为改进,采用反应蒸镀法、阳极氧化法和阴极多弧离子镀氧化法中任意一种方法将纯铝层氧化,制备三氧化二铝薄膜。

[0015] 作为改进,对纯铝层氧化后在氩气保护气氛中进行去应力退火。

[0016] 本发明的有益效果为:

[0017] 1、本发明在铜基底与镀铝层之间加上了纳米级别的镀铬层,连接铜基底与镀铝层,增加了铜基底与三氧化二铝薄膜之间的结合力,最低结合力强度达到500MPa,使反射板使用寿命达到2~4年;同时纳米厚度的铬层不会对反射板导热产生负面影响。

[0018] 2、本发明通过镀铝参数的调整以及三氧化二铝薄膜反应条件的控制,生长三氧化二铝薄膜厚度1~5 μm ,均方根粗糙度为10~100nm。

[0019] 3、铜基底镀三氧化二铝薄膜的CO₂气体激光发生器反射镜反射率能够达70%~90%。

[0020] 4、整个加工过程中最高温度不超过300℃,不会使基体产生热应力而发生变形。

[0021] 5、所述的三氧化二铝薄膜具有特定的厚度与粗糙度,厚度在1~5 μm 之间,均方根粗糙度在10nm~100nm之间,厚度和粗糙度都可以根据激光反射条件可控调节。

附图说明

[0022] 图1激光发生器反射板结构示意图。

[0023] 图2三氧化二铝薄膜表面结构。

[0024] 其中,图2a为三氧化二铝薄膜表面电镜图,图2b为图2a中局部放大图。

具体实施方式

[0025] 下面结合附图对本发明进行举例说明,如图1所示,一种激光发生器反射板,其由基底、纯铬层、纯铝层和作为反射层的三氧化二铝薄膜组成四层结构,所述基底为具有导热性好的铜基体,最佳为纯铜基体,在本实施例中为纯铜基板,通过沉积法依次在纯铜基板上表面形成纯铬层,在纯铬层上形成纯铝层,在纯铝层上沉积生长三氧化二铝薄膜,最佳为 α 晶型三氧化二铝薄膜。

[0026] 优选的,上述激光发生器反射板的纯铬层厚度为5~100nm,纯铝层厚度为8~10 μm ,三氧化二铝薄膜的厚度为1~5 μm 。

[0027] 优选的,上述激光发生器反射板的所述三氧化二铝薄膜表面均方根粗糙度范围为10nm~100nm。

[0028] 一种制作上述激光发生器反射板的方法,具体包括以下步骤:

[0029] 步骤一、铜基底的预处理,基底使用纯铜板,使用机械打磨方法抛光纯铜基板;机械抛光后再进行化学抛光,使用双氧水、乙酸、乙醇、硫酸以及表面活性剂混合抛光液,在30

~40℃条件下进行化学抛光30~50s,将抛光的纯铜基板分别放入丙酮、乙醇和二次去离子水中超声波各清洗20分钟;使用等离子清洗机用等离子体电源100w轰击纯铜基板表面3分钟。

[0030] 作为优选,步骤一中选用纯铜基板纯度为99%;进一步优选的纯铜基板纯度为99.9%。

[0031] 作为优选,步骤一中纯铜基板机械抛光后均方根粗糙度小于20nm;进一步优选的纯铜基板均方根粗糙度小于10nm。

[0032] 作为优选,步骤一中纯铜基板化学抛光后均方根粗糙度小于1nm;进一步优选的均方根粗糙度小于0.5nm。

[0033] 步骤二、物理气相沉积镀铬,预处理过后的纯铜基板在惰性保护气体氛围中进行物理气相沉积,在其表面沉积纯铬层。纯铬层可以使用下列电阻真空蒸镀、磁控溅射和多弧离子镀三中方法中任意一种方法制备:

[0034] 1、电阻真空蒸镀,在惰性气体氩气保护氛围中,保持真空蒸镀腔一定真空度,利用电阻加热纯铬靶材,使纯铬靶材融化并蒸发,沉积在预处理后的纯铜基板上,同时保证纯铜基板温度控制在180~200℃。沉积完后再氩气保护气氛中退火处理。

[0035] 真空蒸镀腔中真空度范围0.1-5Pa,优选的,真空蒸镀腔中真空度为5Pa,进一步优选的真空度为0.5Pa,最优选的真空度为0.1Pa。

[0036] 真空蒸镀时靶材的加热温度范围为250-450℃,优选的,真空蒸镀时靶材加热温度为400℃,进一步优选的靶材加热温度为300℃,最优选的靶材加热温度为250℃。

[0037] 铬靶材蒸发速率为4~20埃/s,优选的,铬靶材蒸发速率为5埃/s,进一步优选的蒸发速率为15埃/s。

[0038] 2、磁控溅射,溅射工作室初始真空度为 $1 \times 10^{-3} \sim 5 \times 10^{-3}$ Pa,将溅射炉膛温度加热到180~250℃,在一定真空度的惰性气体氩气保护氛围中,利用氩气作为气体放电载体,利用加速电压将氩等离子体轰击到靶材上激发纯铬靶材电离,在靶阴极表面加上100~1000高斯强度的磁场约束等离子体密度提高溅射效率,沉积完后再氩气保护气氛中退火处理。

[0039] 作为优选的实施例,工作真空度低于0.5Pa,进一步优选的工作真空度低于0.05Pa。

[0040] 氩离子加速电压为300~500V,电流为5~15A,作为优选,氩离子加速电压为400V,电流为10A,进一步优选的氩离子加速电压为480V,电流为8A。

[0041] 铬沉积速率为250~500nm/min,作为优选,铬沉积速率为300nm/min,进一步优选的沉积速率为400nm/min。

[0042] 3、多弧离子镀,在一定真空度的惰性气体氩气/空气(氩气占空比80%)保护氛围中,利用弧光放电电离阴极(纯铬靶材),电压20~25V,电流80A,利用偏压电源对电离的铬等离子体进行约束并沉积在基体上。沉积完后再氩气保护气氛中退火处理。

[0043] 作为优选,多弧离子镀时真空度低于10Pa,进一步优选的真空度低于1Pa,最优选的真空度低于0.1Pa。

[0044] 多弧离子镀偏压为100-250V,作为优选,多弧离子镀偏压为150V,进一步优选的偏压为200V。

[0045] 作为优选,步骤二中铬靶材的纯度不低于99.99%;进一步优选的铬靶材纯度不低

于99.999%。

[0046] 作为优选,步骤二中物理气相沉积纯铬时,保护气体氩气纯度不低于99.99%,进一步优选的氩气体纯度不低于99.999%。

[0047] 步骤二中物理气相沉积后退火时降温速率为0.3~2℃/min,作为优选,退火时降温速率为1℃/min,进一步优选的退火降温速率为0.5℃/min。

[0048] 作为优选,步骤二纯铬层厚度小于100nm;进一步优选的镀铬层厚度小于50nm;最优选的镀铬层厚度小于5nm。

[0049] 作为优选,步骤二沉积纯铬后表面粗糙度应小于10nm;进一步优选的镀铬表面粗糙度小于5nm。

[0050] 步骤三、表面镀铝,在步骤二制备的纯铬层上沉积纯铝,使纯铝镀层作为后续三氧化二铝薄膜制备的原材料。纯铝镀层可以使用下列高频感应加热蒸发镀、磁控溅射和多弧离子镀三种方法中任意一种方法制备:

[0051] 1、高频感应加热蒸发镀,把装有纯铝材料的坩埚放到螺旋线圈的中央(非接触),在线圈中通过高频电流,电源电压400~450V,使纯铝材料自身加热升温,直至蒸发。沉积完后再氩气保护气氛中退火处理。

[0052] 作为优选,高频电源频率为9000Hz,进一步优选的高频电源频率为9500Hz,最优选的高频电源频率为9727Hz。

[0053] 作为优选,氩气保护氛围真空度为5Pa,进一步优选的氩气保护氛围真空度为0.5Pa。

[0054] 2、磁控溅射,溅射工作室初始真空度为 5×10^{-3} Pa,将溅射炉膛温度加热到150~200℃,在一定真空度的惰性气体氩气保护氛围中,利用氩气作为气体放电载体,利用加速电压将氩等离子体轰击到靶材上激发纯铬靶材电离,在靶阴极表面加上100~1000高斯强度的磁场约束等离子体密度提高溅射效率,沉积完后再氩气保护气氛中退火处理。

[0055] 作为优选,工作真空度低于0.5Pa,进一步优选的工作真空度低于0.05Pa。

[0056] 氩离子加速电压为300~480V,电流为8~15A,作为优选,氩离子加速电压为400V,电流为10A,进一步优选的氩离子加速电压为480V,电流为8A。

[0057] 作为优选,铝沉积速率为400nm/min,进一步优选的沉积速率为600nm/min。

[0058] 3、多弧离子镀,在一定真空度的惰性气体氩气/空气(氩气占空比80%)保护氛围中,利用弧光放电电离阴极(纯铝靶材),电压20~25V,电流80A,利用偏压电源对电离的铝等离子体进行约束并沉积在基体上。沉积完后再氩气保护气氛中退火处理。

[0059] 作为优选,多弧离子镀时真空度低于10Pa,进一步优选的真空度低于1Pa,最优选的真空度低于0.1Pa。

[0060] 作为优选,多弧离子镀偏压为150V,进一步优选的偏压为200V。

[0061] 作为优选,步骤二中铝靶材的纯度不低于99.99%;进一步优选的铝靶材纯度不低于99.999%。

[0062] 作为优选,步骤二中物理气相沉积纯铝时,保护气体氩气纯度不低于99.99%,进一步优选的氩气体纯度不低于99.999%。

[0063] 步骤二中物理气相沉积后退火时降温速率为0.3~2℃/min,作为优选,退火时降温速率为1℃/min,进一步优选的退火降温速率为0.5℃/min。

- [0064] 作为优选,步骤二纯铝层厚度为20 μm ,进一步优选的纯铝层厚度为15 μm
- [0065] 作为优选,步骤二沉积纯铝后表面粗糙度应小于30nm;进一步优选的镀铝表面粗糙度小于15nm。
- [0066] 步骤四、采用下列反应蒸镀法、阳极氧化法和阴极多弧离子镀氧化法中任意一种方法将纯铝层氧化,制备 α 晶型三氧化二铝薄膜。
- [0067] 1、反应蒸镀法,在活性气体(氧气)氛围中,保持真空蒸镀腔真空度 $5 \times 10^{-2}\text{Pa}$,加热基体200~300 $^{\circ}\text{C}$,反应气体(氧气)喷嘴与纯铝基体角度保持 45° ,距离3~5cm。使纯铝蒸发源蒸发,保持蒸发速率0.4~0.5nm/s。
- [0068] 作为优选,基体温度低于300 $^{\circ}\text{C}$,进一步优选的基体温度低于200 $^{\circ}\text{C}$ 。
- [0069] 2、阳极氧化法,使用两步阳极氧化氧化镀铝膜,生成具有 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 形貌的三氧化二铝薄膜。
- [0070] 第一步阳极氧化:使用稀硫酸溶液(浓度150~200g/L)或磷酸溶液(0.1~0.5mol/L)或草酸溶液(0.5~1mol/L)或铬酸溶液(0.8~1.2mol/L)作为电解液;使用铂丝作为阴极;控制电流密度为1.2~1.5A/dm²;电压18~25V;搅拌速度200~250rpm;反应温度控制在1.2~1.5 $^{\circ}\text{C}$;阳极氧化时间5~8h。
- [0071] 去除三氧化二铝薄膜:氧化层溶解液,2份的CrO₃、7份的H₃PO₄、91份的去离子水;反应温度40 $^{\circ}\text{C}$;反应时间1~1.5h。
- [0072] 二次阳极氧化:使用稀硫酸溶液(浓度150~200g/L)或磷酸溶液(0.1~0.5mol/L)或草酸溶液(0.5~1mol/L)或铬酸溶液(0.8~1.2mol/L)作为电解液;使用铂丝作为阴极;控制电流密度为1.2~1.5A/dm²;电压18~25V;搅拌速度200~250rpm;反应温度控制在1.2~1.5 $^{\circ}\text{C}$;阳极氧化时间20~30h。
- [0073] 3、阴极多弧离子镀氧化法,工艺条件和流程:真空室真空抽至 $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 后。先进行氩离子轰击清洗,通入高纯度氩气(不低于99.99%,最佳为99.999%)真空度保持在2~3Pa,轰击电压:800~1000V,轰击时间10min。再通入高纯氩气和氧气(99.99%),比例1:5,真空度保持在 $3 \times 10^{-3}\sim 8 \times 10^{-3}\text{Pa}$,脉冲偏压150V~200V,占空比50%,电弧电流60~80A,电压25~30V。沉积温度控制在200 $^{\circ}\text{C}$ 左右,沉积时间1h。
- [0074] 步骤五、去应力退火,完成氧化后,对铜基三氧化二铝激光发生器反射板在氩气保护气氛中进行去应力退火,使用高密封性管式炉,氩气体压力保持0.1MPa,以2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率加热到300 $^{\circ}\text{C}$,保温3h,然后以0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降温速率退火,当温度降到30 $^{\circ}\text{C}$ 以下后取出。

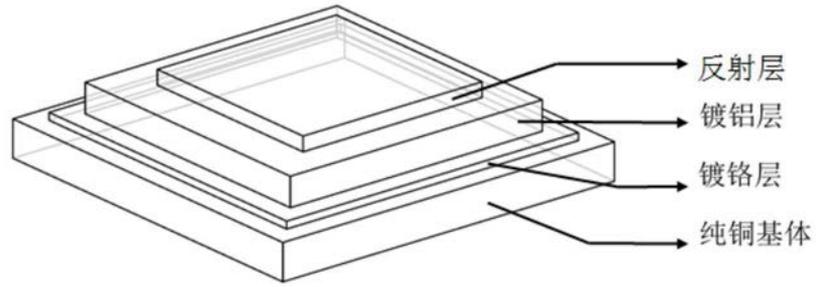


图1

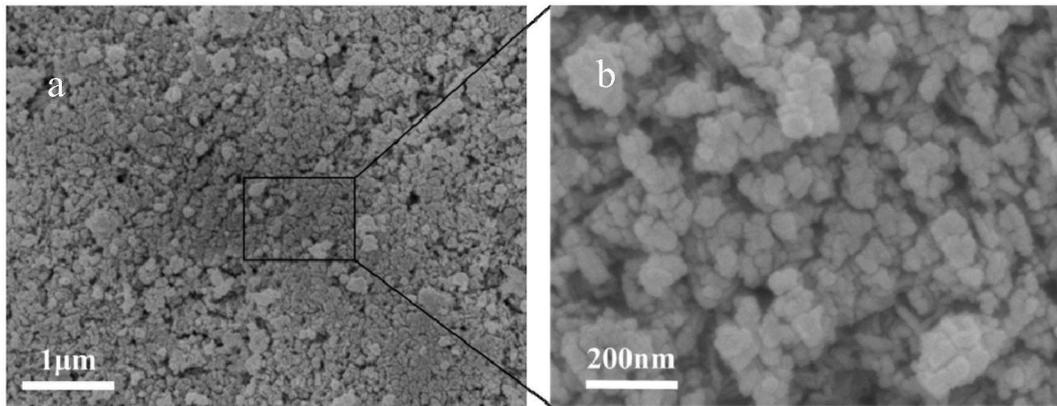


图2