

中华人民共和国国家军用标准

FL 2200

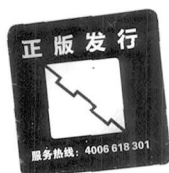
GJB 8509-2015

红外光学用 CVD 硫化锌材料规范

Specification for CVD zinc sulphide used in infrared optics

2015-09-24 发布

2015-12-01 实施



中国人民解放军总装备部 批准

前 言

本规范的附录 A、附录 B、附录 C 是规范性附录，附录 D 为资料性附录。

本规范由中国人民解放军总装备部电子信息基础部提出。

本规范起草单位：北京国晶辉红外光学科技有限公司、中国兵器工业第二零五研究所、中国航天科工集团第二研究院第二总体设计部、中国航空工业集团公司第六一三研究所、中国航天科工集团第三研究院第八三五八所、北京中材人工晶体研究院有限公司。

本规范主要起草人：苏小平、杨海、石红春、黄万才、雷德生、王雷、刘鹏、曾威、孟军合、黄存新。

红外光学用 CVD 硫化锌材料规范

1 范围

本规范规定了红外光学用 CVD 硫化锌材料的要求。

本规范适用于波长范围为 $2\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$ 的红外光学用 CVD 硫化锌材料(以下简称 CVD 硫化锌)。

2 引用文件

下列文件中的有关条款通过引用而成为本规范的条款。凡注日期或版次的引用文件,其后的任何修改单(不包含勘误的内容)或修订版本都不适用于本规范,但提倡使用本规范的各方探讨使用其最新版本的可能性。凡不注日期或版次的引用文件,其最新版本适用于本规范。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 6040 红外光谱分析方法通则

GB/T 6569 精细陶瓷弯曲强度试验方法

GB/T 16534 精细陶瓷室温硬度试验方法

GJB 179A—1996 计数抽样检验程序及表

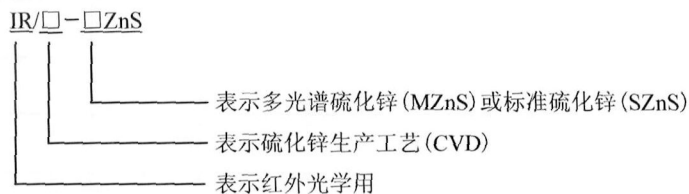
3 要求

3.1 分类

CVD 硫化锌按照透射性能分为标准 CVD 硫化锌和多光谱 CVD 硫化锌。

3.2 牌号

CVD 硫化锌的表示方法为:



CVD——表示化学气相沉积法;

M——表示多光谱;

S——表示标准。

示例:

红外光学用化学气相沉积法制备的多光谱硫化锌标记为:

IR/CVD-MZnS

3.3 光学性能

3.3.1 透射比

3.3.1.1 标准 CVD 硫化锌,在 $(20\pm 3)^\circ\text{C}$ 温度下,其透射比曲线如图 1 所示,在 $8\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 光谱范围内的透射比不低于 70%;在 $3\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 光谱范围的透射比曲线除了 $6\mu\text{m}$ 附近有吸收峰,不应存在其他吸收峰。

3.3.1.2 多光谱 CVD 硫化锌,在 $(20\pm 3)^\circ\text{C}$ 温度下,其透射比曲线如图 2 所示,在 $3\mu\text{m}\sim 5\mu\text{m}$ 光谱范围内的透射比不低于 70%,且透射比曲线平滑无吸收峰;在 $8\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 光谱范围内的透射比不低于 72%。

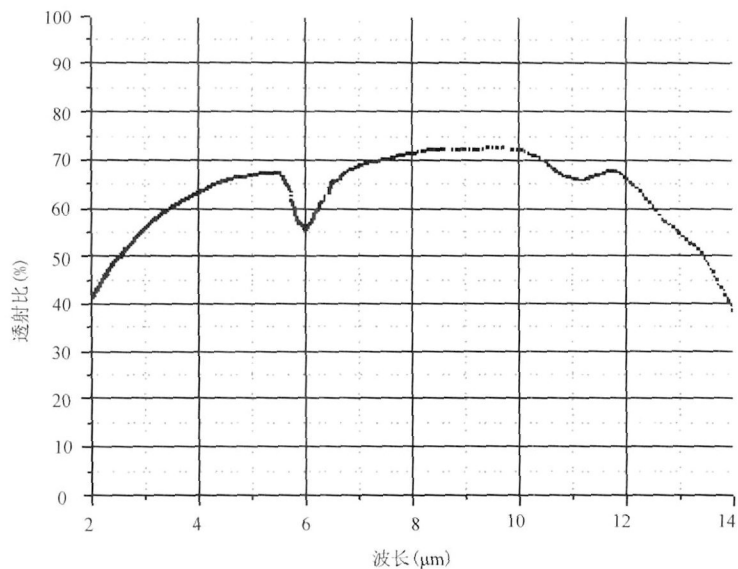


图 1 标准 CVD 硫化锌透射比曲线

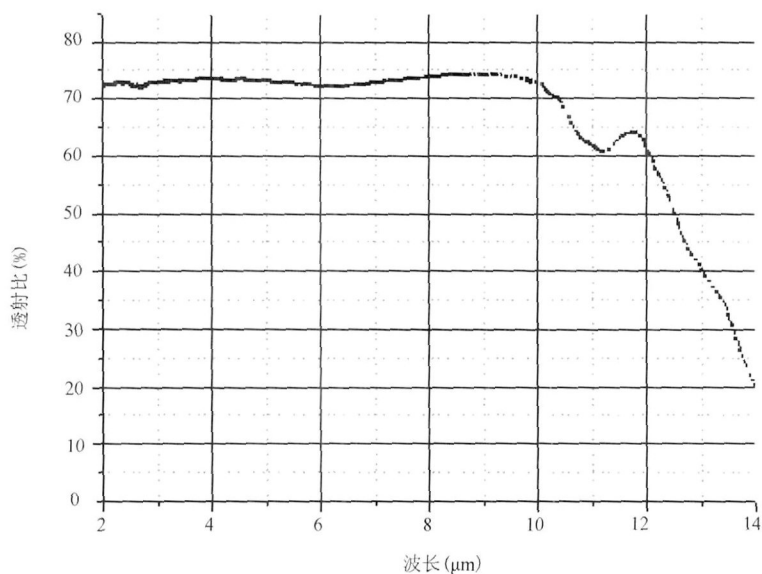


图 2 多光谱 CVD 硫化锌透射比曲线

3.3.2 折射率

CVD 硫化锌的折射率应符合表 1 的规定。

表 1 CVD 硫化锌的折射率(20°C)

波长 μm	标准 CVD 硫化锌折射率	多光谱 CVD 硫化锌折射率	允许偏差
2.0	2.265	2.266	±0.002
3.0	2.257	2.258	
4.0	2.252	2.253	
5.0	2.246	2.247	
6.0	2.240	2.241	
7.0	2.232	2.233	

表 1(续)

波长 μm	标准 CVD 硫化锌折射率	多光谱 CVD 硫化锌折射率	允许偏差
8.0	2.223	2.224	±0.002
9.0	2.212	2.213	
10.0	2.200	2.201	
11.0	2.187	2.187	
12.0	2.170	2.171	
13.0	2.152	2.152	
14.0	2.136	2.137	

3.3.3 折射率不均匀性

在波长 10.6μm 处, 标准 CVD 硫化锌的折射率不均匀性应小于 1×10^{-4} , 多光谱 CVD 硫化锌应小于 4×10^{-5} 。

3.4 维氏硬度

3.4.1 标准 CVD 硫化锌, 维氏硬度应大于 1.6GPa(载荷 300gf)。

3.4.2 多光谱 CVD 硫化锌, 维氏硬度应大于 1.0GPa(载荷 300gf)。

3.5 弯曲强度

3.5.1 标准 CVD 硫化锌, 弯曲强度应大于 80MPa。

3.5.2 多光谱 CVD 硫化锌, 弯曲强度应大于 60MPa。

3.6 尺寸及允许偏差

CVD 硫化锌的尺寸及允许偏差, 由供需双方商定或按图样规定。

3.7 外观质量

CVD 硫化锌的棱角、边缘和全部表面不应有后续加工难以除去的缺口、缺角、裂纹和孔洞。

4 质量保证规定

4.1 检验分类

本规范规定的检验为质量一致性检验。

4.2 质量一致性检验

4.2.1 检验条件

除另有规定外, 应在下列环境条件下进行检验:

- a) 环境温度: 15℃~35℃;
- b) 相对湿度: 45%~75%;
- c) 大气压力: 86kPa~106kPa。

4.2.2 组批

CVD 硫化锌应成批提交验收。每批由相同牌号、相同透射比范围、相同几何尺寸范围的 CVD 硫化锌组成。

4.2.3 检验项目和取样

CVD 硫化锌的检验项目及取样方式应符合表 2 的规定。

4.2.4 检验结果的判定

4.2.4.1 CVD 硫化锌的透射比检验结果不合格时, 判该炉 CVD 硫化锌不合格。

4.2.4.2 CVD 硫化锌的供需双方商定检验项目不合格时, 由供需双方协商判定。

4.2.4.3 CVD 硫化锌尺寸及允许偏差检验的合格质量水平(AQL)为 2.5, 如该项目检验结果不合格,

则对该检验项目进行逐件检验，合格者重新组批验收。

4.2.4.4 CVD 硫化锌外观质量检验结果不合格时，判该件 CVD 硫化锌不合格。

表 2 CVD 硫化锌的检验项目及取样

检验项目	取样	要求的章条号	检验方法的章条号
透射比	每炉次至少抽取 3 件	3.3.1	4.3.1
折射率	供需双方商定	3.3.2	4.3.2
折射率不均匀性		3.3.3	4.3.3
维氏硬度		3.4	4.3.4
弯曲强度		3.5	4.3.5
尺寸及允许偏差		按 GJB 179A-1996 的一般检验水平 II 一次正常抽样方案进行	3.6
外观质量	逐件	3.7	4.3.7

4.3 检验方法

4.3.1 CVD 硫化锌在红外的透射比检验按附录 A 的规定进行。

4.3.2 CVD 硫化锌折射率的检验按附录 B 的规定进行。

4.3.3 CVD 硫化锌折射率不均匀性的检验按附录 C 的规定进行。

4.3.4 CVD 硫化锌维氏硬度的检验按 GB/T 16534 的规定进行。

4.3.5 CVD 硫化锌弯曲强度的检验按 GB/T 6569 的规定进行。

4.3.6 CVD 硫化锌尺寸及允许偏差用精度 0.01mm 的量具测量。

4.3.7 CVD 硫化锌外观质量用目视检验。

5 交货准备

5.1 包装

CVD 硫化锌应装在洁净塑料袋中，密封后再用防震材料严密包裹，连同质量证明文件装入纸箱中，用填充材料充实，防止其相互碰撞。箱重不大于 10kg。单件 CVD 硫化锌重量大于 5kg 时，单件包装。

5.2 运输

CVD 硫化锌在运输过程中应轻拿轻放，严禁强烈震动、碰撞、挤压和受潮。

5.3 贮存

CVD 硫化锌应贮存在干燥、洁净无腐蚀的环境中。

5.4 标志

包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定，包装箱标志内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 制造单位；
- c) 出厂日期。

5.5 质量证明文件

每批 CVD 硫化锌应附有质量证明文件，其上注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品批号；
- d) 产品数量；
- e) 各项技术参数检验结果；

- f) 技术监督部门印记;
- g) 本规范编号;
- h) 出厂日期或包装日期。

6 说明事项

6.1 预定用途

本规范规定的 CVD 硫化锌预定用于红外成像、测试、遥感和其他红外仪器中做透镜、窗口、棱镜和滤光片等。

6.2 订货文件内容

合同或订单中应载明下列内容:

- a) 本规范的编号和名称;
- b) 产品的尺寸、数量;
- c) 产品的透过波段、透射比等重要参数;
- d) 其他。

6.3 其他物理性能

CVD 硫化锌的其他物理性能参考值参见附录 D。

附录 A
(规范性附录)
硫化锌透射比测试方法

A.1 目的

本方法采用傅立叶变换红外光谱仪测定红外用 CVD 硫化锌的光谱透射比。

A.2 方法提要

按照 GB/T 6040 的方法。

A.3 仪器设备

A.3.1 傅立叶变换红外光谱仪。

A.3.1.1 傅立叶变换红外光谱仪透光率精度应优于 0.1%。

A.3.1.2 波数重复性 $\pm 0.005\text{cm}^{-1}$ 。

A.3.2 量具

游标卡尺分度值 0.02mm。

A.4 试样

A.4.1 除另有规定或特殊要求外，试样厚度为 $(4\pm 0.1)\text{mm}$ 。

A.4.2 试样表面应研磨并抛光成镜面，保持清洁。

A.4.3 试样表面平行度应小于 1'，光洁度优于 IV 级，平整度为 $\lambda/2$ 。

A.5 测试程序

A.5.1 测试环境温度为 $(20\pm 1)^\circ\text{C}$ ，应在无振动、气流、烟尘和杂散辐射的条件下测量。

A.5.2 根据本规范要求，傅立叶变换红外光谱仪波段范围选择 $2.0\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$ 。

A.5.3 其他步骤按 GB/T 6040 的方法进行。

A.5.4 对同一试样进行 3 次测量。

A.6 测试数据的处理

根据测得的 3 条光谱透射比曲线，选取透射比的平均值 T。

附录 B
(规范性附录)
折射率测试方法

B.1 目的

本方法采用任意偏向角法测定红外用 CVD 硫化锌材料的红外折射率。

B.2 方法提要

任意偏向角法测定红外用 CVD 硫化锌材料的红外折射率的测量原理如图 B.1:

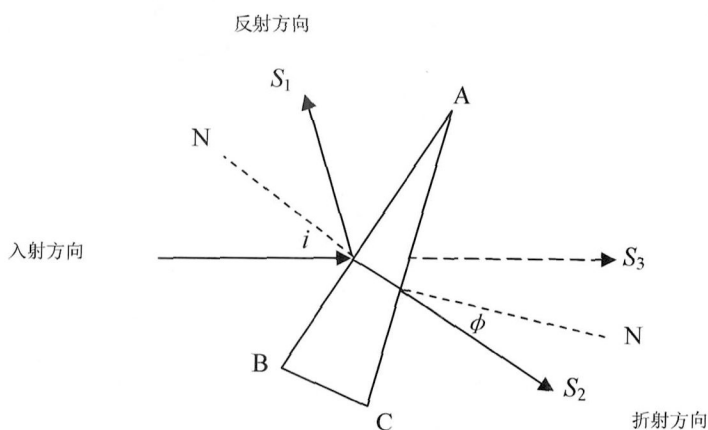


图 B.1 折射率测量原理图

S_3 、 S_1 和 S_2 分别是入射方向、反射方向和折射方向对应的角度值。折射率按式 (B.1) 计算:

$$n = \frac{1}{\sin A} (\sin^2 \phi + 2 \sin \phi \cos A \sin i + \sin^2 i)^{1/2} \dots \dots \dots (B.1)$$

式中:

- n ——折射率;
- A ——棱镜顶角, °;
- i ——入射角, °;
- ϕ ——折射角, °。

入射角 i 和折射角 ϕ 中分别由式 (B.2) 和式 (B.3) 计算:

$$i = 90^\circ - 0.5 (S_3 - S_1) \dots \dots \dots (B.2)$$

$$\phi = S_2 - 0.5 (S_3 + S_1) - (90^\circ - A) \dots \dots \dots (B.3)$$

式中:

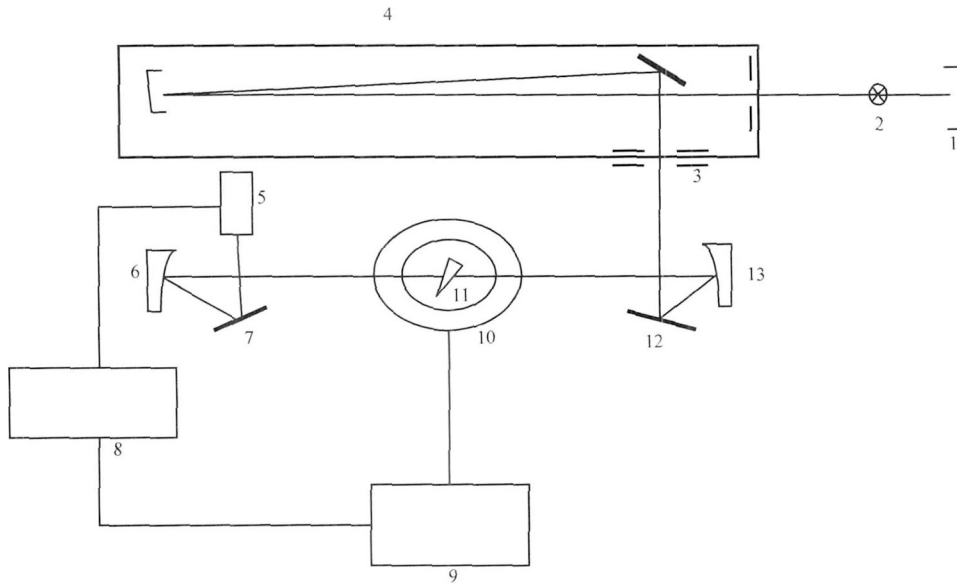
- S_1 ——反射方向对应角度;
- S_2 ——折射方向对应角度;
- S_3 ——入射方向对应角度。

B.3 仪器

测试仪器如下:

- a) 仪器由五部分组成, 分别是单色光源系统、准直光源系统、精密测角系统、光电瞄准系统和计算机处理系统, 原理如图 B.2 所示;

- b) 光源为碳化硅红外光源，采用单色仪进行分光，实现 $1\mu\text{m}\sim 12\mu\text{m}$ 的连续红外单色光输出；
- c) 准直光源系统提供平行光；
- d) 精密测角系统，由精密测角仪构成，测角精度优于 $\pm 0.5''$ ；
- e) 光电瞄准系统包括聚焦光学系统和光电探测器，光电探测器采用硫化铅和热释电探测器。



1——聚光镜；2——碳化硅红外光源；3——振荡狭缝；4——单色仪；5——探测器；
6——聚焦离轴抛物镜；7——平面反射镜；8——锁相放大器；9——计算机处理系统；
10——测角仪；11——被测样块；12——平面反射镜；13——准直离轴抛物镜

图 B.2 折射率测量仪原理

B.4 试样

试样应满足下列要求：

- a) 尺寸：工作面尺寸应不小于 $30\text{mm}\times 30\text{mm}$ ；
- b) 顶角： $20^\circ\pm 2^\circ$ ；
- c) 加工要求：图 B.1 中 AB 面及 AC 面均需研磨抛光，表面疵病 IV 级，表面平整度不低于 $\lambda/4$ ，侧垂 $90^\circ\pm 15''$ 。

B.5 测试步骤

测试按下列步骤进行：

- a) 采用自准直平行光管，在精度达到 $\pm 0.3''$ 的精密测角仪上测量得到被测样品的顶角 A；
- b) 将样品放置于折射率测量仪测角仪样品台上，并固定；
- c) 调整测角仪样品台，使样品的工作面平行于测角仪旋转轴；
- d) 根据测试要求选择单色仪工作波长；
- e) 转动测角仪，带动光电瞄准系统分别测量得到反射方向、入射方向和折射方向对应的角度值；
- f) 记录计算机自动给出的折射率值；
- g) 重复 e) ~ f)；
- h) 在相同的测试条件下，共测试三次取平均值作为折射率测量结果 n_s 。

B.6 测试结果及数据处理

记录测量时的温度 T ，用式(B.4)进行温度修正：

$$\Delta n_T = 0.00007 \times (T_0 - T_s) \dots\dots\dots (B.4)$$

式中：

Δn_T ——折射率温度修正值；

T_0 ——环境温度，℃；

T_s ——样品实际温度，℃。

记录测试时的气压 P ，用式(B.5)进行气压修正：

$$\Delta n_p = n_s \times 0.000293 \times \frac{P_1 - P_0}{P_0} \dots\dots\dots (B.5)$$

式中：

Δn_p ——折射率气压修正值；

n_s ——折射率测量值；

P_0 ——标准大气压，kPa；

P_1 ——测量时大气压，kPa。

折射率 n 按式(B.6)计算：

$$n = n_s + \Delta n_T + \Delta n_p \dots\dots\dots (B.6)$$

B.7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试验环境；
- b) 试样批号；
- c) 试验结果；
- d) 测试者和测试日期；
- e) 其他。

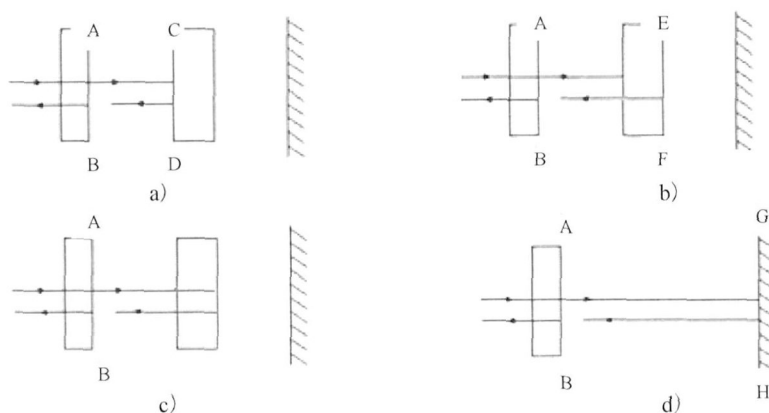
附 录 C
(规范性附录)
折射率不均匀性测试方法

C.1 目的

本方法采用干涉法测定红外用 CVD 硫化锌材料(10.6μm 处)折射率不均匀性。

C.2 方法提要

干涉法测定 CVD 硫化锌材料折射率不均匀性在红外斐索型平面干涉仪上进行, 其原理如图 C.1。



AB——标准参考平面; CD——试样前表面; EF——试样后表面; GH——测试反射镜

图 C.1 折射率不均匀性测试原理图

依次调试出图 C.1 所示的四幅干涉图, 其分别由以下波面两两相干而成:

- a) 标准参考平面 AB 内反射波面与试样前表面 CD 反射波面, 见图 C.1 a);
- b) 标准参考平面 AB 内反射波面与试样后表面 EF 内反射波面, 见图 C.1 b);
- c) 标准参考平面 AB 内反射波面与试样的透射波面, 见图 C.1 c);
- d) 移去样品, 标准参考平面 AB 内反射波面与测试反射镜 GH 反射波面, 见图 C.1 d)。

上述四幅干涉图所包含的波像差分别由公式 (C.1)~公式 (C.4) 表示:

$$W_1 = W_i - 2Z_1 \dots\dots\dots (C.1)$$

$$W_2 = W_i + 2(n_0 - 1)Z_1 + 2n_0Z_2 + 2t_0\Delta n \dots\dots\dots (C.2)$$

$$W_3 = W_i + 2(n_0 - 1)(Z_1 + Z_2) + 2t_0\Delta n - 2Z_3 \dots\dots\dots (C.3)$$

$$W_4 = W_i - 2Z_3 \dots\dots\dots (C.4)$$

式中:

$W_1 \sim W_4$ ——干涉图所包含的波像差;

W_i ——入射波面的波面分布函数;

Z_1 ——试样前表面的面型偏差分布函数;

Z_2 ——试样后表面的面型偏差分布函数;

Z_3 ——测试平面反射镜的面型偏差分布函数;

n_0 ——待测材料的折射率名义值;

t_0 ——待测试样的厚度, mm;

Δn ——试样折射率均匀性偏差。

折射率不均匀性 Δn 与上述波像差的关系如式 (C.5) 所示:

$$\Delta n = \frac{1}{2T_0} [n_0(W_3 - W_4) - (n_0 - 1)(W_2 - W_1)] \dots\dots\dots (C.5)$$

C.3 仪器设备

C.3.1 光学系统由光源、斐索型红外移相式平面干涉仪、压电陶瓷堆微位移系统、计算机控制处理系统及打印输出设备等组成, 其光路如图 C.2。

C.3.2 光源为二氧化碳激光器, 工作波长 $10.6\mu\text{m}$ 。

C.3.3 斐索型红外移相式平面干涉仪的有效直径为 250mm , 仪器不确定度为 $\lambda/50$, λ 为 $10.6\mu\text{m}$ 。

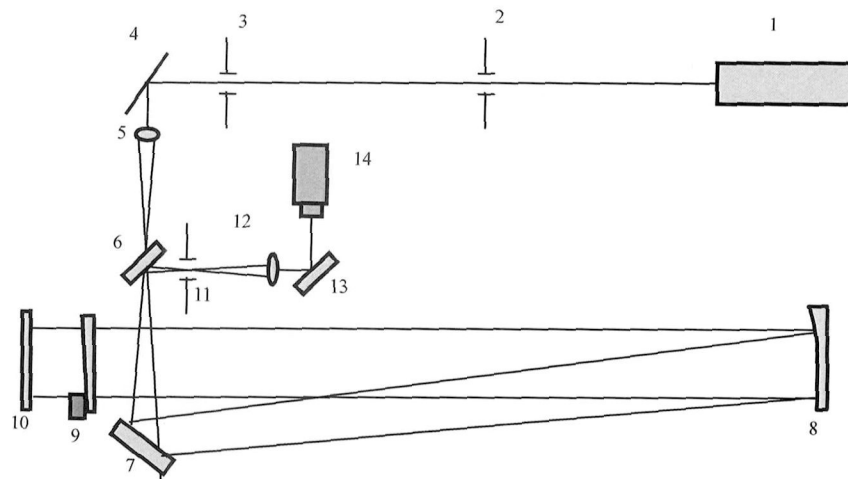
C.3.4 接受器为热释电摄像机。

C.4 试样

C.4.1 试样应加工成圆形平板, 直径不大于 250mm 。

C.4.2 图 C.1 中试样的 CD 面和 EF 面应研磨抛光, 表面疵病 IV 级, 表面平整度不低于 $\lambda/4$ 。

C.4.3 CVD 硫化锌应无气泡、无条纹。



1—CO₂ 激光器; 2, 3—光阑; 4—反射镜; 5—透镜; 6—分光镜; 7—反射镜; 8—离轴抛物面镜;
9—CVD 硫化锌平板; 10—标准平面镜; 11—光阑; 12—透镜; 13—反射镜; 14—摄像机

图 C.2 折射率不均匀性测试光路原理图

C.5 测试环境

测量在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 恒温室内进行, 试样应在恒温室内放置 4h 以上。

C.6 测试程序

C.6.1 将试样固定在精密调整台上。

C.6.2 调整斐索型红外平面干涉仪光路, 使仪器处于正常工作状态。

C.6.3 按 C.2 依次调试出四幅干涉图, 使干涉图内出现 3~5 条清晰的干涉条纹。

C.7 测试结果计算

采用移相干涉算法得到该四幅干涉图所包含的波像差值 W_1 、 W_2 、 W_3 、 W_4 。按式 (C.5) 计算得到折射率不均匀性 Δn 。

C.8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 试验环境；
- b) 试样批号；
- c) 试验结果；
- d) 测试者和测试日期；
- e) 其他。

附 录 D
(资料性附录)
其他物理性能参考值

D.1 密度

密度应不小于 $4.08\text{g}/\text{cm}^3$ 。

D.2 熔点

1830°C 。

D.3 杨氏模量

80GPa 。

D.4 泊松比

$0.25\sim 0.36$ 。

D.5 比热 (20°C)

标准 CVD 硫化锌: $0.468\text{J}/(\text{g}\cdot\text{K})$;
多光谱 CVD 硫化锌: $0.515\text{J}/(\text{g}\cdot\text{K})$ 。

D.6 导热系数

标准 CVD 硫化锌: $19\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$;
多光谱 CVD 硫化锌: $27\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。

D.7 热膨胀系数

室温至 500°C 的线膨胀系数应不大于 $9\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 。

中 华 人 民 共 和 国
国家军用标准
红外光学用 CVD 硫化锌材料规范
GJB 8509—2015

*

总装备部军标出版发行部出版
(北京东外京顺路7号)
总装备部军标出版发行部印刷车间印刷
总装备部军标出版发行部发行
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1¼ 字数 34 千字
2015 年 12 月第 1 版 2015 年 12 月第 1 次印刷

*

军标出字第 9966 号 定价 32.00 元