

# 石墨烯喷涂与化学镀镍黑化冷屏性能对比

范崔<sup>1,2,3</sup>, 莫德锋<sup>2</sup>, 王小坤<sup>2</sup>, 贺香荣<sup>1,2</sup>, 杨力怡<sup>1,2</sup>, 曾智江<sup>1,2,3</sup>, 李雪<sup>1,2</sup>

(1.中国科学院上海技术物理研究所 传感技术国家重点实验室, 上海 200083;  
2.中国科学院上海技术物理研究所 红外成像材料与器件重点实验室, 上海 200083;  
3.中国科学院大学, 北京 100039)

**摘要:** **目的** 探索高效的冷屏黑化技术, 获得石墨烯环氧胶混合喷涂与化学镀镍黑化后的红外探测器冷屏的光学特性、真空放气特性。**方法** 采用傅里叶光谱仪对比测试不同粗糙度的基底, 以及基底经过化学镀镍、石墨烯喷涂黑化后的样品在 2.5~15  $\mu\text{m}$  波段内的镜面反射率, 利用扫描电子显微镜观察分析黑化表面形貌。采用小孔流导法测试对比不同粗糙度基底 250  $^{\circ}\text{C}$  除气前后的放气规律, 以及除气后基底、化学镀镍、石墨烯喷涂黑化样品的出气率。**结果** 化学镀镍黑化反射率受基底粗糙度的影响大, 若在喷砂面黑化, 镜面反射率低于 2%。石墨烯喷涂的黑化涂层厚, 吸收率不受基底表面粗糙度影响, 镜面反射率低于 0.4%, 但镀层的表面结合力受到基底粗糙度的影响。对放气特性进行分析发现, 高温除气可以去除化学吸附气体分子, 再次暴露大气吸附的气体多为物理吸附。黑化层对出气率的影响远大于基底粗糙度, 石墨烯黑化层的微孔洞结构使初始出气率大于镀黑镍约 1 个数量级。**结论** 石墨烯与环氧胶混合喷涂黑化的消杂散光能力显著优于化学镀镍黑化, 但总放气量高, 采用适当的低出气率处理, 改进其真空性能是在红外组件应用中的关键。

**关键词:** 黑化; 石墨烯; 反射率; 出气率; 粗糙度

中图分类号: TN215 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2022)09-0319-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2022.09.033

## Performance Comparison of Graphene Spraying and Electroless Nickel Blackening Cold Shield

FAN Cui<sup>1,2,3</sup>, MO De-feng<sup>2</sup>, WANG Xiao-kun<sup>2</sup>, HE Xiang-rong<sup>1,2</sup>,  
YANG Li-yi<sup>1,2</sup>, ZENG Zhi-jiang<sup>1,2,3</sup>, LI Xue<sup>1,2</sup>

(1. State Key Laboratories of Transducer Technology, Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China; 2. Key Laboratory of Infrared Imaging Materials and Detectors, Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China;  
3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**ABSTRACT:** In the infrared, radiation from package components near ambient temperature is a source of unwanted photons. Cold shields are used to restrict the field of view of detector. The surfaces of cold shield must be blackened so that photons

收稿日期: 2021-09-02; 修订日期: 2022-06-21

Received: 2021-09-02; Revised: 2022-06-21

作者简介: 范崔 (1989—), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为真空封装红外探测器表面处理技术。

**Biography:** FAN Cui (1989-), Female, Postgraduate, Research focus: surface treatment of vacuum packaging infrared detector.

通讯作者: 李雪 (1976—), 女, 博士, 研究员, 主要研究方向为红外探测器组件集成技术。

**Corresponding author:** LI Xue (1976-), Female, Doctor, Researcher, Research focus: infrared detector integration technology.

引文格式: 范崔, 莫德锋, 王小坤, 等. 石墨烯喷涂与化学镀镍黑化冷屏性能对比[J]. 表面技术, 2022, 51(9): 319-325.

FAN Cui, MO De-feng, WANG Xiao-kun, et al. Performance Comparison of Graphene Spraying and Electroless Nickel Blackening Cold Shield[J]. Surface Technology, 2022, 51(9): 319-325.

originating from warm objects are not reflected or scattered into the detector. Absorptive black coatings are used in infrared detectors to trap scattered and stray photons. The vacuum performance of coating is an important characteristic of vacuum packaging infrared detector. The optical and vacuum performance of epoxy resin admixed graphene spraying and electroless nickel blackening coatings are researched. Also, the influence of surface roughness of base material is analyzed.

The specular reflectance of substrates with different roughness and the samples after electroless nickel plating and graphene spraying blackening in the 2.5~15  $\mu\text{m}$  wavelength range are compared and tested by Fourier spectrometer. The blackened surface morphology is observed and analyzed by using scanning electron microscope. The outgassing law of substrates with different roughness before and after degassing, the outgassing rate of substrates, electroless nickel plating, and graphene spraying blackened samples after degassing at 250  $^{\circ}\text{C}$  is tested and compared by the pinhole conductometric method. The reflectance of thin electroless nickel blackening effected by the roughness of base material. The spectrum reflectance of electroless nickel blackening on sand blasting base material surface are below 2%. In contrary, the spectrum reflectance of thick epoxy resin admixed graphene spraying on different roughness surface are the same and below 0.4%. But the cohesion of thick black graphene coating is affected by the roughness of base material. Scratching tracks and frictional force curves vs applied load are analyzed. The result shows thick black graphene coating have better cohesion on sand blasting base material surface. Two black coatings show band selective property differ from base material. Their morphologies are observed by scanning electron microscope (SEM). The light absorb components are observed in black coatings, while base material mainly shows specular reflectance.

The outgassing rates of samples are measured by orifice-conductance method. Outgassing rates and mass spectrums of base material with different roughness surface are measured before and after 250  $^{\circ}\text{C}$  gas removing procedure. The outgassing rate rise up along with higher  $R_a$ . The compare of outgassing rates and mass spectrums of samples shows high temperature gassing removing procedure which can remove chemisorbed gases. The re-absorbed gases are mostly physically absorbed which can be pumped off in a short time. Also outgassing rates of base material, electroless nickel blackening, and black epoxy resin admixed graphene spraying samples after gas removing procedure are compared. The outgassing rate of samples with black coating is higher than base material. The contribution of black coating on outgassing is more than the rough surface. Because of the micro cavity structure on graphene spraying coating, the initial outgassing rate of epoxy resin admixed graphene spraying sample is higher than electroless nickel blackening sample by one order of magnitude, but degrades faster than black electroless nickel blackening sample. The optical performance of epoxy resin admixed graphene spraying coating is remarkably better than electroless nickel blackening coating when used to trap photons. But the cumulative released gas is more than electroless nickel blackening sample which could decrease the vacuum life of infrared detector. Improving the vacuum performance is the most important thing for the application of black graphene coating on cold shield.

**KEY WORDS:** black coating; graphene; reflection rate; outgassing rate; roughness

杂散光是光学系统中非正常传输光线的总称。杂散光会影响探测器的成像质量,降低探测器的信噪比,甚至形成鬼影<sup>[1]</sup>。对于中长波红外探测器来说,未冷却的物体,如组件的外壳、引线环等常温部件,都可以成为杂散光的来源。在组件内部设置冷屏进行遮挡,同时在冷屏表面进行黑化处理<sup>[2]</sup>,是抑制红外探测器组件内部杂散光的方法。由于许多高灵敏红外探测器需采用真空封装,焊缝泄漏、外壁渗透、内部材料出气都会影响探测器的真空寿命<sup>[3-4]</sup>。一般焊接合格的真空封装器件,泄漏和渗透量都很小,器件内真空度主要影响来源于内部材料的放气<sup>[5]</sup>。材料的出气率不仅与材料本身的特性有关,还与表面状态有关<sup>[6-8]</sup>。因此,选用冷屏表面黑化方法时,要考虑到出气率的影响<sup>[9]</sup>,低出气率的黑化方法可以增加器

件的真空寿命。红外探测器组件内冷屏黑化涂层的光学特性、真空放气特性是研究的热点<sup>[10]</sup>。

镀黑镍是一种常用的金属黑化方法,该黑化方法膜层薄、结合力强、黑化效果好,在红外探测器冷屏上的应用广泛<sup>[10]</sup>。石墨烯由于其独特的电子学特性,比如零带宽,电子的狄拉克费米特性以及低能态密度,使得石墨烯具有许多独特的物理现象,比如能够有效吸收在 UV、可见、红外、直至太赫兹的宽谱段范围内的光波<sup>[11]</sup>。因此,石墨烯作为黑化材料具有独特的优势,石墨烯黑化涂层在红外探测器上的应用也是目前的一个研究热门<sup>[12]</sup>。目前针对红外探测器冷屏的应用场景,研究带有化学镀镍和石墨烯环氧胶混合喷涂黑化层冷屏的光学及真空特性研究尚不多见,本文讨论了 2 种黑化涂层的光学吸收及放气性能及机

理,明确了 2 种涂层在真空封装的红外探测器中的应用边界。

## 1 试验

### 1.1 样品

不同黑化方法、黑化涂料、基材表面状态的黑化效果均不一样<sup>[13-14]</sup>。杜瓦中常用的电铸冷屏材料为镍,本试验中采用纯镍作为基底材料。由于材料表面的粗糙度对反射率、膜层结合力<sup>[15]</sup>、出气率都会有影响,因此加工 3 个不同粗糙度的基底样品,分别在不同粗糙度表面进行化学镀镍和石墨烯喷涂黑化,并测试对比不同表面状态的黑化效果和出气率。本次试验基底材料表面粗糙度  $Ra$  为 0.1、1、6  $\mu\text{m}$ ,为 1 个机加工磨削面和 2 个喷砂面。3 种基底样品粗糙度从小到大,分别用编号 1-Base、2-Base、3-Base 表示。为了降低表面反射率,在基底表面进行化学镀镍和石墨烯环氧胶混合喷涂的方法进行表面黑化处理。3 种不同粗糙度基底进行镀镍黑化的样品,分别用编号 1-Nickel、2-Nickel、3-Nickel 表示;进行石墨烯环氧胶混合喷涂的样品分别用编号 1-Graphene、2-Graphene、3-Graphene 表示。

### 1.2 黑化涂层的光学特性测试

样品黑化效果由其表面发射率来评价,由于冷屏的金属基底厚度大,基本可以忽略透射光线,因此可以通过测试其表面反射率来评价样品的黑化效果<sup>[16]</sup>。反射率测量有直接和间接 2 种方法。在直接测量时,涉及到测试非常微小的反射光,设备中光学元件的吸收率和透过率都必须十分清楚,镀层、边角引入的杂散光如都必须进行测量及校正,且受光源的影响严重。间接测量是将测试结果与标准反射片进行对比获得样品的反射率<sup>[17]</sup>。本试验采用间接测量法,将金片作为标准片,对比获得样品红外波段的镜面反射率。为了获得样品的光谱反射率,采用分光速度快、测试灵敏度高、光谱分辨率高的傅里叶光谱仪分光<sup>[18]</sup>,测试光谱范围为 2.5~15  $\mu\text{m}$ 。

### 1.3 黑化层涂层的出气性能测试

材料出气率测试常用方法为静态升压法和动态流量法<sup>[19]</sup>。静态升压法受到容器壁的吸放气以及本底真空的影响,导致测量精度不高。动态流量法通过测量已知流导的小孔动态平衡后上下游真空室的压力来计算材料的放气率<sup>[20]</sup>,该法能够维持本底真空,并通过公用真空计等方法减小误差。

使用的出气率测试装置原理如图 1 所示。测量时,样品放在真空室 7 中,开启泵组及阀门 2、4、8、9,通过真空计 10 观察到真空室稳定后,关闭阀门 8,测试样品室内的真空度  $P$ 。再打开阀门 8,并关闭阀

门 9,测量真空室 5 的真空度  $P_0$ 。已知小孔 6 流导为  $C$ ,被测样品的表面积为  $S$ ,可通过式(1)计算出样品的出气率。同时,在测试腔体上增加质谱仪 12 可以得到出气成分,分析材料放出气体的来源<sup>[21]</sup>。该装置测量精度可以达到  $1 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 。在测试黑化前后及除气前后材料的出气率时,当测试室中压强下降至  $5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$  时,记为 0 时刻,开始测试,并结合质谱仪测试结果对比分析镍基底在不同表面状态下的出气率以及放气规律。

$$q = C(P - P_0) / S \quad (1)$$

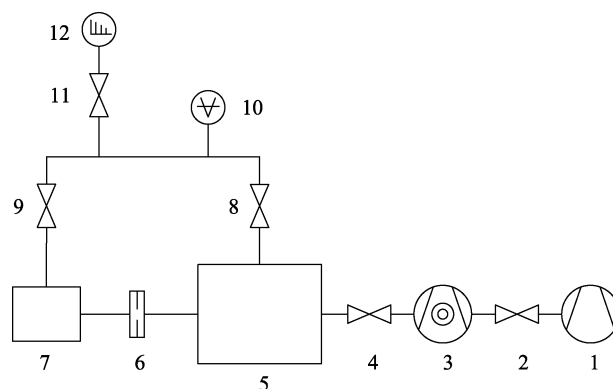


图 1 出气率测试装置原理

Fig.1 Configuration block diagram of outgassing measurement

## 2 结果及分析

### 2.1 基底粗糙度对反射率的影响

为了排除基底的影响,得到黑化层的黑化效果,首先对表面未做黑化处理的基片样品进行了镜面反射率测量,测试结果如图 2a 所示。样品 1-Base 为机加工磨削获得的粗糙度为 0.1  $\mu\text{m}$  表面,反射率接近 50%;样品 2-Base 为表面粗糙度为 1  $\mu\text{m}$  的喷砂面,表面反射率接近 50%;样品 3-Base 为表面粗糙度为 6  $\mu\text{m}$  的喷砂面,表面反射率降到了约 20%。由此可知,样品的表面形貌会影响材料的反射率,在 2.5~15  $\mu\text{m}$  的红外波段范围内,随着粗糙度的增加,样品的反射率逐渐减小。理想情况下,间接对比测量法可以去除大气中水汽及二氧化碳的影响,但由于测量背景与样品不是同一时刻,且金镜与样品的反射率差别较大,对比获得的反射率曲线仍旧会因大气的影响产生波动,比如图 2a 中箭头所指的波动处对应为  $\text{CO}_2$  的 4.3  $\mu\text{m}$  吸收峰。

3 种不同粗糙度基底上镀镍黑化后的镜面反射率如图 2b 所示。未喷砂表面基底的反射率由约 50%降到了 7%以下,喷砂后黑化的效果好于未喷砂样品。6  $\mu\text{m}$  喷砂表面的黑化效果整体略优于 1  $\mu\text{m}$  喷砂表面,在 2.5~15  $\mu\text{m}$  的红外波段范围内,反射率均低于

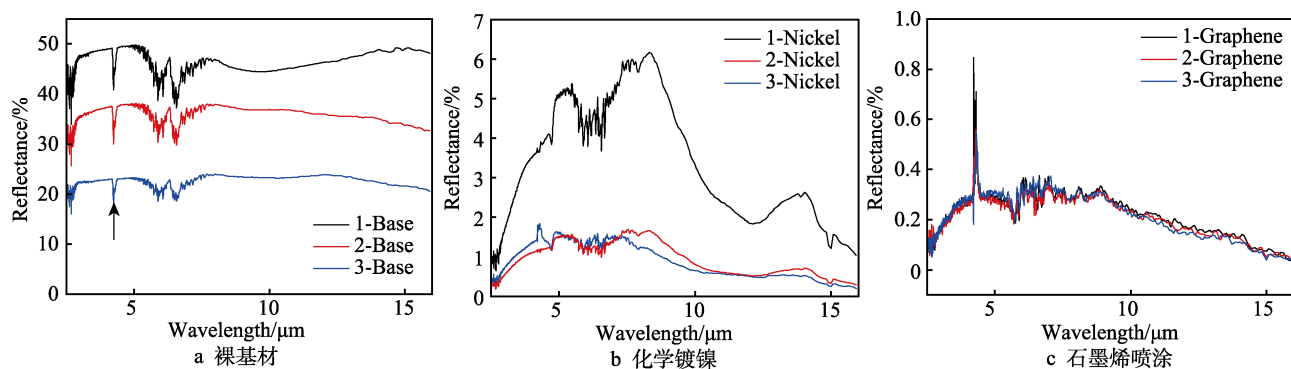


图2 不同粗糙度基底及基底黑化后样品的镜面光谱反射率

Fig.2 Spectrum specular reflectance of substrates with different roughness and substrates with black coatings:

a) bare base material; b) electroless nickel blackening; c) graphene spraying

2%。对比基片和镀镍黑化后的镜面反射率曲线,可以看出,同一表面粗糙度样品,其反射率除部分波段由于大气背景吸收扣除带来了波动外,整个测试波段范围内的反射率基本一致。这主要是因为表面粗糙度的增加是降低了光在样品表面的镜面反射比例,增加了漫反射的比例,这种变化是没有波段选择性的,而镀镍后黑化层的镜面反射率在测试波段内差别却很大。从图2b中可以看出,镀黑镍的反射率在5~8 μm有一个高峰,因此可推断样品存在选择性吸收的物质。实测电镀镍层厚度约为5 μm,粗糙表面的起伏致使黑化层表面出现起伏,因此黑化后喷砂表面的黑化效果好于未喷砂表面。

不同粗糙度基底样品石墨烯环氧胶混合喷涂黑化之后在2.5~15 μm内的镜面反射率如图2c所示。忽略背景扣除带来的波动,3个样品的光谱镜面反射率均低于0.4%,在红外中波段较镀镍黑化效果有很大的提升,且3条曲线接近重合,不受粗糙度的影响。这是因为石墨烯黑化层厚度较黑镍镀层厚,样品实测厚度约100 μm,因此基底粗糙度对于反射率几乎没有影响,但是基底的粗糙度会影响石墨烯黑化层与基体的粘合强度。采用瑞士CSM仪器的Revetest

划痕测试系统分别对基底 $R_a$ 为0.1、6 μm的样品1-Graphene和3-Graphene进行膜层结合力测试,结果如图3所示。可以看出,曲线为压头的摩擦力随加载力变化,顶端图像为划痕形貌,结合摩擦力的突变点及划痕形貌判断1-Graphene和3-Graphene的结合力分别为26.5、33 N,即增加基底的粗糙度可以提高膜层的结合力。

## 2.2 样品黑化效果对比分析

为了对样品黑化效果进行分析,首先采用SEM观察黑化样品的微观结构,镀镍和石墨烯喷涂的微观照片如图4所示。可以看出,黑镍层由密实的球状颗粒组成,而石墨烯涂层表面颗粒细腻,膜层存在大量微孔洞结构,照射在表面的光不会直接被反射,而是被结构中的沟壑多次反射,增加了吸收概率。采用SEM-EDAX能谱分析黑化层成分,黑镍及石墨烯镀层的原子分数见表1。从表1可以发现,黑镍镀层由金属化合物硫化镍、硫化锌、氧化镍、氧化锌共同沉积而成,即反射率的波动是由黑色化合物对光波的选择性吸收引起的,虽然镀层厚度小,但是在短波的黑化效果很好。

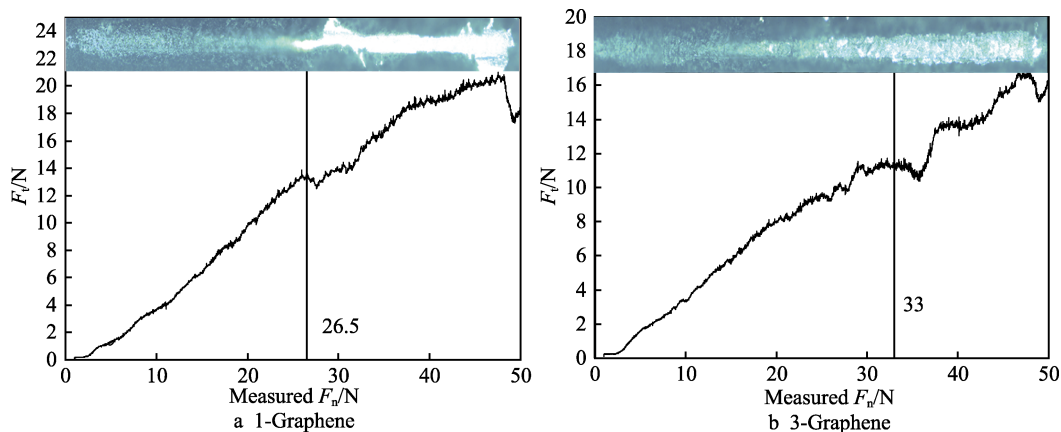


图3 样品1-Graphene、3-Graphene划痕形貌及摩擦力随压头加载力变化曲线

Fig.3 Images of scratch morphology and frictional force curves with indenter loading force for sample 1-Graphene, 3-Graphene

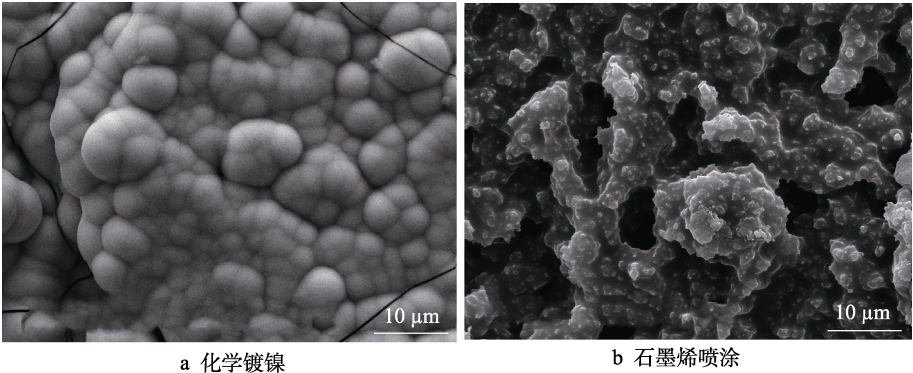


图 4 镀镍及石墨烯喷涂黑化层 SEM 图像  
Fig.4 SEM images of electroless nickel blackening and graphene spraying surface:  
a) electroless nickel blackening; b) graphene spraying

表 1 镀镍及石墨烯喷涂黑化层的原子分数  
Tab.1 Atomic percentage of electroless nickel  
blackening and graphene spraying surface

Sample	Element	Atomic percentage/%
Electroless nickel blackening	O	31.38
	S	18.26
	Ni	23.10
	Zn	27.26
Graphene spraying	C	76.61
	O	23.39

理想的石墨烯具有零带宽结构,然而杂质是难以避免的,在不同波段,光与石墨烯的作用机理各不相同<sup>[22]</sup>。但石墨烯为一种二维材料,与光互相作用的厚度很小,只有原子级别的厚度,单层石墨烯的吸收率并不高,比如在可见及近红外光区域,光吸收系数仅为 2.3%<sup>[11]</sup>,几乎可以看作是透明的。表 1 列出了石墨烯与环氧胶混合喷涂黑化层的成分,由于环氧胶中 N 和 H 的成分无法测出,涂层仅测出 C 和 O 元素。O 元素的原子分数高达 23.39%,C 元素的原子分数为 76.61%,为环氧胶及石墨烯的总含 C 量,与环氧胶中本身的 C 含量相对比,可以推断黑化层中石墨烯的含量非常低。在采用拉曼光谱对涂层进行分析时,图谱中未发现石墨烯的特征峰,同样可证明黑化层中石墨烯的含量非常低。即石墨烯环氧胶黑化层为石墨烯碎片悬浮在环氧胶中,光在涂层中经过悬浮石墨烯的多次吸收,达到黑化效果。因此,喷涂石墨烯黑化层厚度较黑镍镀层厚,基底粗糙度对于反射率几乎没有影响,该结论也被图 2c 中实测的反射率值证实。总体来看,黑化涂层的效果不仅依赖黑化材料本身的吸收特性,还与涂层的表面状态(如表面腔体、凹坑、裂纹的多次方反射及膜层之间干涉等)有关,在黑化涂层薄的情况下,可以对基底的表面形貌进行处理,提升黑化效果。

2.3 高温真空除气对材料出气率影响

高温真空烘烤是常用的除气方法<sup>[23-24]</sup>,为了得到高温除气对出气率的影响,对比测量样品 250 ℃除气前后的室温出气率以及对应的气体成分,对不同粗糙度且未黑化的镍基底材料进行出气率测量。样品 1-Base、2-Base、3-Base 在 250 ℃烘烤除气 24 h 前后室温出气率以及对应的气体成分质谱如图 5 所示。从 5a—c 可以看出,除气前样品出气率要比除气后的要高,且未除气时室温出气率的离散性较高,除气后出气率趋于一致。这是因为气体分子吸附在材料表面可以分为物理吸附和化学吸附<sup>[25]</sup>,物理吸附是由分子间的范德瓦力引起的吸附,吸附能一般小于 42 kJ/mol,化学吸附能一般大于 42 kJ/mol。物理吸附的气体,比如 N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>、稀有气体可以在抽真空时被快速抽走,化学吸附气体,比如多数有机物、水、CO<sub>2</sub>,可以通过加热的方式去除。从图 5d 及 5e 可以看出,样品 1-Base、2-Base 除气后水的出气量明显减少,N<sub>2</sub>的变化量不明显。样品 3-Base 除气前出气率明显高于另外 2 个。从质谱图上看,除气前比除气后高的离子流对应的质量数主要是 14、28、32,刚好对应有机物化合物中常见的碎片 CH<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、CH<sub>3</sub>OH,而机械加工过程中使用的切削油中含有矿物油及醛类防腐剂等物质,包含的烷烃及甲醛的质谱会出现上述离子峰。由于基底材料是金属镍,能够耐高温,因此采用马弗炉 400 ℃灰化测试同批次样品有机物含量,基底原始质量为 7.747 8 g,测出有机物含量为 0.1 mg。由此可以推断,250 ℃的高温除气将样品表面的一些有机油脂污染去除了。

2.4 黑化层出气对比分析

为了区分黑化层和基底状态对出气率的影响,分别对不同表面状态的样品进行出气率测量。为了去除表面污染对出气率的影响,样品均进行了表面除气处理。其中 3 个不同粗糙度基底样品 1-Base、2-Base、



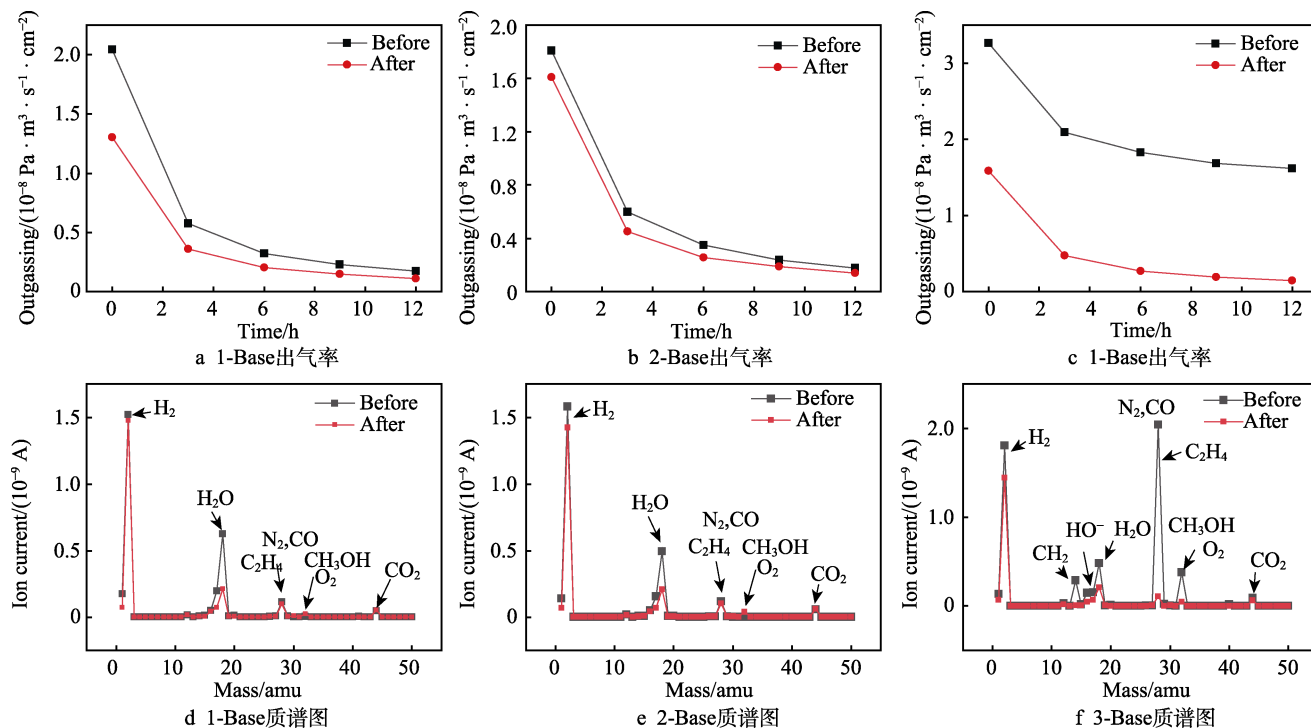


图5 250 °C除气前后的室温出气率及真空释放气体质谱图

Fig.5 Outgassing rates of (a) sample 1-Base, (b) sample 2-Base, and (c) sample 3-Base at room temperature before and after 250 °C, and mass spectrum of (d) sample 1-Base, (e) sample 2-Base, (f) sample 3-Base before and after gass remove procedure

3-Base 及不同粗糙度化学镀镍后样品 1-Nickel、2-Nickel、3-Nickel 均进行了 250 °C 高温除气处理。由于石墨烯黑化层相对 0~6  $\mu\text{m}$  的粗糙度来说很厚,粗糙度的变化对黑化效果没有影响,因此仅对未喷砂基底样品,即粗糙度 0.1  $\mu\text{m}$  基底石墨烯黑化后的出气率进行了测量。石墨烯黑化层中使用了环氧胶来提高与基底的结合力,由于环氧胶的使用,石墨烯黑化层进行了 100 °C 真空烘烤 1 h 的快速除气过程。1-Graphene 与 3 个基底样品及 3 个镀黑镍样品除气后室温出气率的对比如图 6 所示。除气后不同粗糙度样

品的出气率虽差别不大,但是 1-Base 的出气率还是明显小于 2 个喷砂后的样品 2-Base、3-Base。这主要是因为样品表面粗糙度提高之后,表面积也提高了,因此出气率也提高了。镀镍后的样品出气率均比基底要高,但出气率仍旧是随粗糙度的增加而增加。石墨烯样品的初始出气率约比镀镍样品大 1 个数量级,测试到 12 h 时,出气率高于基底但低于镀镍黑化样品,从  $1.21 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$  降到了  $2.25 \times 10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$ ,降低了约 2 个数量级。

这是因为材料的出气特性与表面积和厚度的大小有关<sup>[26-27]</sup>,表面积大,初始出气率大,厚度厚,出气时间长。从 SEM 照片中可以看出,石墨烯黑化涂层疏松多孔,总体表面大,涂层中石墨烯与胶的混合物孔之间的厚度薄,因此石墨烯样品的初始出气率远高于基底材料及镀镍黑化样品,但是随着抽时间增加,石墨烯样品出气率快速降低。

### 3 结论

1) 光学特性对比研究发现,化学镀镍的红外吸收能力受到基底表面粗糙度的影响,且由于镀层的选择性吸收特性使得反射率在 5~8  $\mu\text{m}$  有一个高峰,对于中长波探测器冷屏上的应用来说十分不利。石墨烯环氧胶混合涂层较镀镍黑化效果有大幅度提升,由于涂层较厚,反射率不受基底粗糙度的影响,但粗糙度会影响膜层的结合力。

2) 高温除气前后真空特性对比研究发现,高温

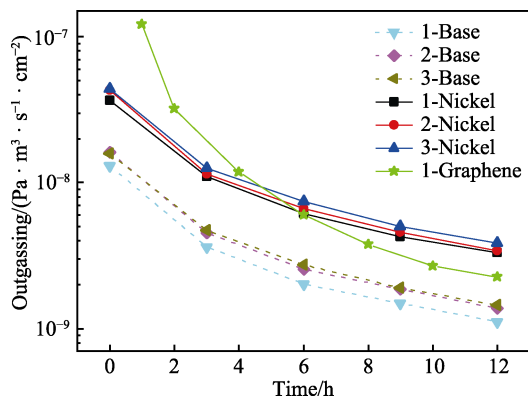


图6 石墨烯黑化样品 1-Graphene 与 250 °C 除气后 3 个基底样品及 3 个镀黑镍样品室温出气率对比

Fig.6 Outgassing rates of 1-Graphene compare with 3 base material samples and 3 samples with electroless nickel blackening after 250 °C gass remove procedure at room temperature

除气可以去除化学吸附气体分子,除气后暴露大气以物理再吸附为主。黑化层会增加气体的再吸附,因此在器件最终封焊前,要有足够长的时间来排除再吸附的气体。

3) 整体来看,石墨烯环氧胶混合涂总出气量最高,其次是镀黑镍样品,最小的是基底样品,且基底粗糙度越大,相对应的出气率越高,但粗糙度的影响不如黑化层明显。石墨烯喷涂黑化进行低出气真空性能改进,是在红外组件中应用的关键。

#### 参考文献:

- [1] 尹爽,徐世春,高玲,等.冷屏结构与冷屏效率[J].红外与激光工程,2021,50(3):107-112.  
YIN Shuang, XU Shi-chun, GAO Ling, et al. Structure and Efficiency of Cold Shield[J]. Infrared and Laser Engineering, 2021, 50(3): 107-112.
- [2] MUKHERJEE S, SURI A, VANI V K, et al. Aluminium Coated Carbon Nanotube Film for Wavelength-Selective Surface[J]. Applied Physics Letters, 2013, 103(13): 131909.
- [3] HUANG Jian-guo, LIU Guo-qing, WANG Zhi-hao, et al. High Voltage Breakdown Induced by Outgassing of Space Materials[J]. AIP Advances, 2015, 5(3): 037119.
- [4] PASTORE R, DELFINI A, ALBANO M, et al. Outgassing Effect in Polymeric Composites Exposed to Space Environment Thermal-Vacuum Conditions[J]. Acta Astronautica, 2020, 170: 466-471.
- [5] MANISSADJIAN A, MAGLI S, MALLET E, et al. Compact Dewar and Electronics for Large-Format Infrared Detectors[C]//SPIE Defense, Security, and Sensing. Proc SPIE 8012, Infrared Technology and Applications XXXVII, Orlando, Florida, USA. 2011, 8012: 1117-1128.
- [6] LUO Y, WU X, WANG K, et al. Comparative Study on Surface Influence to Outgassing Performance of Aluminum Alloy[J]. Applied Surface Science, 2020, 502: 144166.
- [7] MIYAUCHI N, IWASAWA T, YAKABE T, et al. Visualization and Characterization of Localized Outgassing Position on Surface-Treated Specimens: Chromium Oxide Layer on Stainless Steel[J]. Applied Surface Science, 2019, 492: 280-284.
- [8] HEIKKINEN I T S, MARIN G, BIHARI N, et al. Atomic Layer Deposited Aluminum Oxide Mitigates Outgassing from Fused Filament Fabrication-Based 3-D Printed Components[J]. Surface and Coatings Technology, 2020, 386: 125459.
- [9] KUZMENKO P, BEHNE D, CASSERLY T, et al. Hard Infrared Black Coating with very Low Outgassing[J]. Proc of SPIE, 2008, 7018: 1-12.
- [10] KUZMENKO P J, ZEIBEL J G, HUYNH Q. Hemispherical Total Reflectance from 2 to 25 Micron Wavelength for Vacuum Compatible IR Black Coatings[C]//Proc SPIE Advances in Optical and Mechanical Technologies for Telescopes and Instrumentation III. Austin: [s.n.], 2018.
- [11] LI Xin-ming, TAO Li, CHEN Ze-feng, et al. Graphene and Related Two-Dimensional Materials: Structure-Property Relationships for Electronics and Optoelectronics[J]. Applied Physics Reviews, 2017, 4(2): 021306.
- [12] 张伟钢,吴佳佳.石墨烯改性聚氨酯/Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>复合涂层的近红外吸收与耐温性能[J].表面技术,2018,47(1):39-44.  
ZHANG Wei-gang, WU Jia-jia. Near-Infrared Absorption and Heat Resistance of Graphene Modified Polyurethane/Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Coating[J]. Surface Technology, 2018, 47(1): 39-44.
- [13] DURY M R, THEOCHAROUS T, HARRISON N, et al. Common Black Coatings-Reflectance and Ageing Characteristics in the 0.32-14.3 Mm Wavelength Range[J]. Optics Communications, 2007, 270(2): 262-272.
- [14] 李坤,曹生珠,张晓宇,等.利用飞秒激光对钛金属表面黑化处理的研究[J].表面技术,2018,47(5):39-42.  
LI Kun, CAO Sheng-zhu, ZHANG Xiao-yu, et al. Blackening on Titanium Surface by Femtosecond Laser[J]. Surface Technology, 2018, 47(5): 39-42.
- [15] 熊超,李烈军,苏东艺,等.预处理对金刚石薄膜质量及结合力的影响[J].表面技术,2018,47(1):203-210.  
XIONG Chao, LI Lie-jun, SU Dong-yi, et al. Effects of Pretreatment on Quality and Adhesion of Diamond Films on Cemented Carbides[J]. Surface Technology, 2018, 47(1): 203-210.
- [16] SERVÍN H, PEÑA M, SOBRAL H, et al. Thermal and Optical Analysis of Selective Absorber Coatings Based on Soot for Applications in Solar Cookers[J]. Journal of Physics: Conference Series, 2017, 792: 012095.
- [17] LEHMAN J, YUNG C, TOMLIN N, et al. Carbon Nanotube-Based Black Coatings[J]. Applied Physics Reviews, 2018, 5(1): 011103.
- [18] CHUNNILALL C, THEOCHAROUS E. Infrared Hemispherical Reflectance Measurements in the 2.5 μm to 50 μm Wavelength Region Using a Fourier Transform Spectrometer[J]. Metrologia, 2012, 49: S73-S80.
- [19] BATTES K, DAY C, HAUER V. Outgassing Rate Measurements of Stainless Steel and Polymers Using the Difference Method[J]. Journal of Vacuum Science and Technology, 2015, 33: 021603.
- [20] PANCHAL P, MUKHERJEE S, GANGRADEY R. Outgassing Measurement of Various Activated Carbon Sorbents for Application in Prototype Cryopump[J]. Materials Today: Proceedings, 2018, 5(2): 3953-3958.
- [21] PIEKARCZYK A, HEITMANN U, WEIB K A, et al. Development of a Simple Setup for Temperature Dependent Mass Spectrometric Measurements for the Investigation of Outgassing Effects in Polymeric Materials for Solar Application[J]. Polymer Testing, 2020, 81: 106164.
- [22] LI Xin-ming, ZHU Hong-wei. The Graphene-Semiconductor Schottky Junction[J]. Physics Today, 2016, 69(9): 46-51.

(下转第334页)