

文章编号: 0258-7025(2009)06-1550-05

多波段激光滤光膜的研制

贺才美 付秀华 孙钰林 李美萱

(长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022)

摘要 针对光学仪器对多光谱光轴测试的特殊要求,采用电子束真空镀膜的方法并加以离子辅助沉积系统,通过对材料的光学特性、膜系设计和监控厚度误差的分析,优化工艺参数,在多光谱 ZnS 基底上,成功镀制多波段激光滤光膜,实现了多波段光谱的分束。所镀膜层在 30°角入射条件下,可见 400~700 nm 波长范围内平均透射率高于 90%,1064 nm 和 1540 nm 波长处的透射率都低于 5%,在红外波长 10.6 μm 透射率高于 92%,并且解决了膜层牢固性问题,能够承受激光光源的照射和恶劣的环境测试,完全满足光学仪器的使用要求。

关键词 薄膜; 激光滤光膜; 真空镀膜; 离子辅助沉积; 光学特性

中图分类号 O484.1 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL20093606.1550

Study and Fabrication of Multi-Band Laser Filter Film

He Caimei Fu Xiuhua Sun Yulin Li Meixuan

(College of Opto-Electronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun, Jilin 130022, China)

Abstract In order to meet the optical instruments' special demands for multi-spectral optical axis testing, we adopt electronic beaming vacuum depositing method with the aid of ion assistant deposition systems. Through analyzing the optical characters of coating material, film designing, monitoring thickness error, and optimizing technical parameters, we deposit multi-band laser filter film on the substrate of ZnS to achieve beam split of multi-band spectrum. In condition of 30° incident angle on both coating surface, the average transmittance exceeds 90% through 400~700 nm wavelength. Moreover, it makes the transmittance over 92% in 10.6 μm, below 5% in wavelength 1064 nm and 1540 nm. In addition, our experiment improves the adhesion of the film. It can resist laser beams and conform to environmental stability standards, completely meet the demands of optical instruments.

Key words thin films; laser filter film; vacuum coating; ion assistant deposition; optical characters

1 引言

近年来,随着激光技术的飞速发展,其在光学仪器的应用也越来越广泛,因此对光学系统的光学元件提出了更高的要求。ZnS 是常见的红外光学材料,经过热等静压处理的多光谱 ZnS 晶体的透明区为 0.38~14 μm,具有良好的机械性能和光学性能,透射率可在 72% 以上且吸收小,优良的性能使其在红外与激光系统中得到广泛的应用。国内外对于单波段激光滤光膜^[1~4]、双波段激光滤光膜^[5~8]、可见与近中红外三波段激光滤光膜^[9]、可见与中远红外三波段激光滤光膜^[10]等都分别进行了多方面的研

究,但是对于同时覆盖可见与近红外和远红外多波段激光滤光膜的研究比较少见。

本文针对光学仪器对薄膜材料的特殊要求,选择 ZnS 和 YbF₃ 作为高低折射率材料,研究了膜系设计、材料的光学特性、监控方法和工艺参数,重点解决了如何消除可见波段透射区的半波孔,并给出了综合测试结果和实测光谱曲线。

2 材料选取

对于大多数介质材料而言,仅在可见光和近红外区透明,能够覆盖到远红外的材料非常有限,而其

收稿日期: 2008-10-10; 收到修改稿日期: 2008-12-15

作者简介: 贺才美(1983-),男,硕士研究生,主要从事光学薄膜技术方面的研究。E-mail: hecaimei2003@yahoo.com.cn

导师简介: 付秀华(1963-),女,教授,主要从事半导体激光器制造工艺与薄膜技术等方面的研究。

E-mail: goptics@126.com

中部分材料易吸潮或有放射性,如 BaF₂ 和 ThF₄ 等。目前常用的高折射率材料为 ZnS 和 ZnSe,在性能上都有各自的优缺点,考虑机械性能、化学性能的稳定性以及与基底的结合性,最终选取 ZnS 作为高折射率材料。

低折射率材料主要是氟化物,其多数为多孔柱状、低密度的软膜,容易吸收水气,导致光学元件的耐久性变差,并不适合空间光学应用^[11],所以选择一个合适的低折射率材料并不容易。常用的有 CaF₂, YbF₃ 和 YF₃。CaF₂ 的激光损伤阈值较低,在 10 μm 处有较高的吸收,不适合激光膜。而 YbF₃ 和 YF₃ 有稳定的化学性质和相似的光学性质,都有较好的抗激光损伤阈值,但在实验过程中发现单层 YF₃ 的厚度超过 1 μm 时,有较大的应力,比 YbF₃ 更容易脱膜,并且在采用离子辅助沉积时, YF₃ 在 10.6 μm 处吸收要大于 YbF₃,这主要是 YF₃ 脱氟分解出少量的金属 Y 造成的^[12]。并且考虑与高折射率材料 ZnS 有较好的匹配,决定选择 YbF₃ 作为低折射率材料。

3 膜系设计

绝大部分材料的折射率都存在对波长的色散,对于可见到远红外的超宽带区间,这种色散更加严重。另外,由于膜层的光学常数受工艺参数如基底温度、沉积速率、真空度等的影响,同时蒸发方式如热蒸发、电子束蒸发、离子辅助蒸发等也对其影响很大,所以必须寻求最佳的工艺参数并确定在此条件下膜料的光学常数。图 1 给出了实验前(实线)和实

验模拟后(虚线)可见与近红外波段 ZnS 的折射率色散分布曲线。

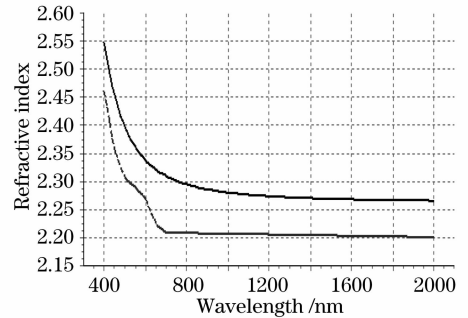


图 1 ZnS 材料的折射率色散特性

Fig. 1 Index dispersion of ZnS

该滤光膜是在多光谱 ZnS 基底上,30°角入射条件下,要求可见 400~700 nm 波段平均透射率大于 90%,1064 nm 和 1540 nm 波长处透射率低于 5%,红外波长 10.6 μm 处透射率大于 90%。根据使用要求进行膜系设计,同时必须综合考虑设备条件、镀制工艺的实现等方面,所以此膜系设计是解决的难点之一。

膜系设计主要考虑 3 个方面:1)为了减少累积误差,总的层数不宜过多;2)单层膜不宜偏厚,以免造成应力过大产生膜层龟裂、脱膜等;3)厚度易于监控,减少监控误差。设计主膜系,暂不考虑背面的影响,采用 Sub|(0.5LH0.5L)^s|A 短波通作为基本膜系,其中 H 代表高折射率材料 ZnS,L 代表低折射率材料 YbF₃,Sub 表示基底 ZnS,A 表示空气,S 为膜层周期数。用 Macleod 和 OptiLayer 膜系设计软件对其进行优化,确定膜系为

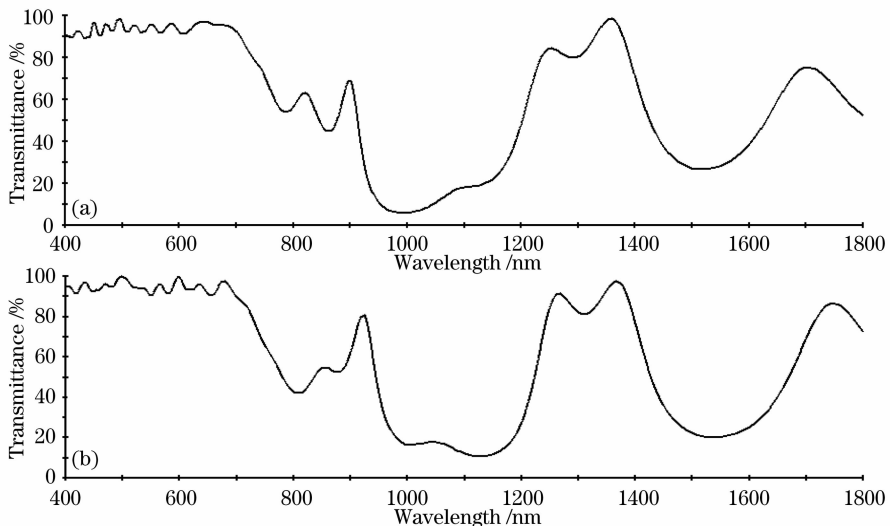


图 2 理论设计的光谱透射率曲线

Fig. 2 Theory design curve for the transmittance

Sub|0.17L0.22H1.32L2.98H1.25L2.35H0.23L
0.18H2.38L0.13H0.28L1.33H1.36L1.28H1.39L
1.30H0.61L0.07H0.56L1.30H1.38L1.26H0.67L|A。

30°角入射时,其可见与近红外 400~1800 nm 光谱理论设计曲线如图 2(a)所示,其红外波长 10.6 μm 理论透射率为 94.2%。

由于该膜系结构全是非周期的,厚度不易于监控,再经过多次优化得到理想膜系。30°入射时,其 400~1800 nm 光谱曲线如图 2(b)所示,红外波长 10.6 μm 透射率为 96.3%。

对于背面增透膜系的设计,应用双有效界面法并结合 Macleod 和 OptiLayer 膜系设计软件,同时也综合考虑工艺的实现条件,优化得到理想膜系。30°入射时,其 400~1000 nm 光谱曲线如图 3 所示,红外波长 10.6 μm 透射率为 98.5%。

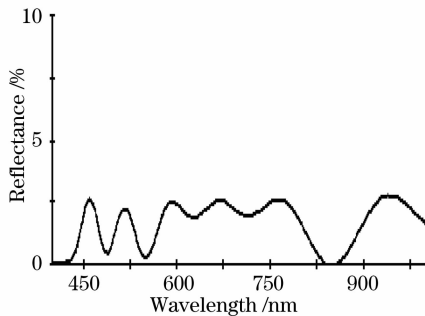


图 3 理论设计的光谱反射率曲线

Fig. 3 Theory design curve for the reflectance

4 镀膜实验

薄膜制备工作是在国产 700 型真空镀膜机上完成的。用非常细的抛光粉擦拭镀件表面,再用乙醇乙醚混合溶液擦拭干净,用离子喷枪吹掉表面的灰尘,装入夹具,放在基片架上,抽真空。当真空度达到 2×10^{-2} Pa 时,对镀件加烘烤,烘烤温度定于 150 $^{\circ}\text{C}$;当真空度为 1×10^{-3} Pa 时,打开考夫曼离子源轰击基底 10 min,开始蒸镀。

根据材料的特性,并综合考虑膜厚控制的精确性、工艺的重复性,经过多次实验,最终确定 ZnS 的蒸发速率大约为 0.8 nm/s, YbF₃ 的蒸发速率调整为 0.2 nm/s。由于膜系结构第一层为 YbF₃,为了提高膜与基底的黏附性,采用了预镀层技术,先在基底 ZnS 上沉积 40~50 nm 厚的 ZnS,再依次按照设计的膜系进行镀制。由于 ZnS 蒸发速率很快,所以镀制过程中需注意控制 ZnS 蒸发速率的平稳,以减少相关膜厚控制误差。对于 YbF₃,镀制过程中要充

分预熔,注意控制电子枪束流,以免束流过大或者材料局部温度过高造成材料喷溅。镀制过程中采用考夫曼离子源辅助沉积,合理控制 ZnS 和 YbF₃ 的离子能量,提高沉积薄膜的致密度,改善光学和机械性能。

5 测试结果与分析

采用日本岛津 UV-3150 分光光度计和傅里叶红外光谱仪对样品可见区和红外区分别进行测试。实验光谱曲线如图 4(a)和图 5(a)所示。

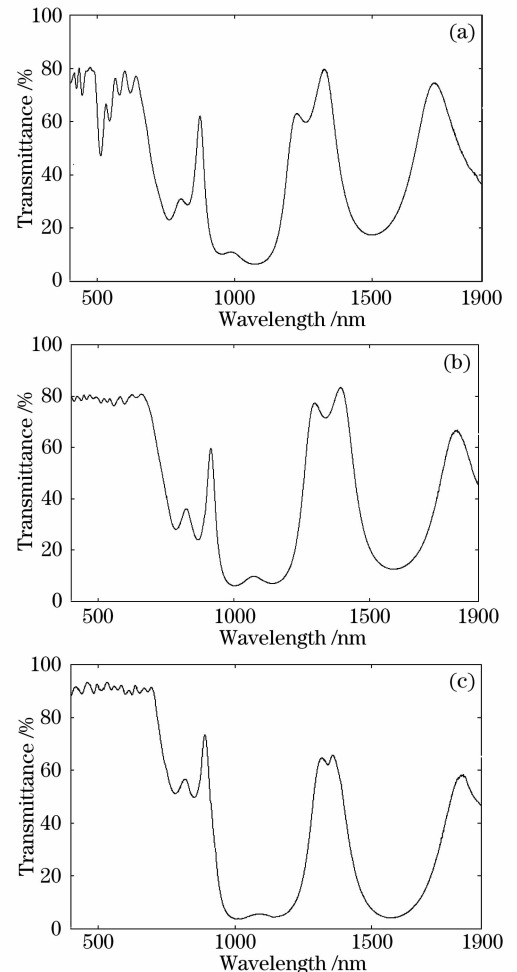


图 4 30°角入射时 ZnS 基底上单面镀膜 400~1900 nm 波段内实测透射率曲线

Fig. 4 Measured transmittance curve of single surface coated on ZnS substrate in 400~1900 nm waveband with incident angle of 30°

由图 4(a)可以看出,可见区 550 nm 附近出现一个很大的次峰,称为半波孔。对于产生半波孔的原因,利用 Macleod 和 OptiRE 软件模拟分析得知是实验过程中 YbF₃ 膜层的整体厚度偏少,镀膜材料的折射率非均匀性和色散,以及镀膜过程中膜厚控制误差积累造成的。修改 YbF₃ 的晶控 Tooling Factor 值来

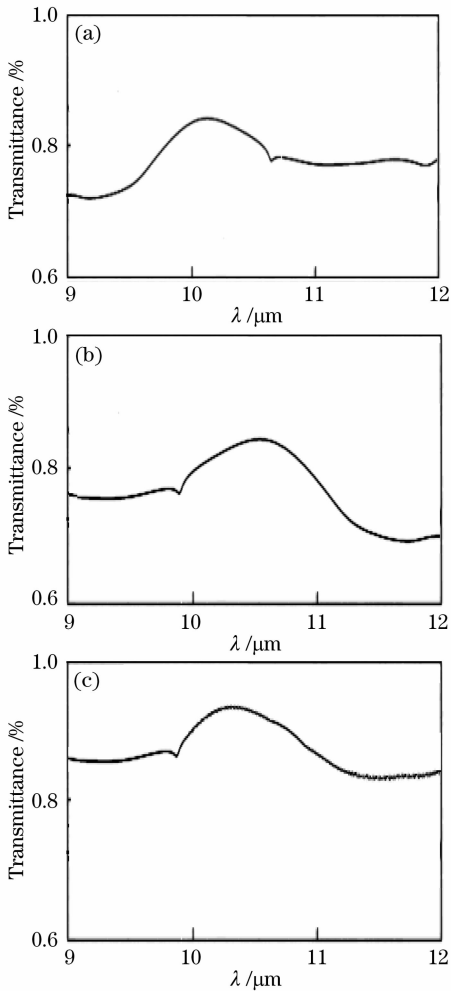


图5 30°角入射时 ZnS 基底上单面镀膜红外波段 9~12 μm 处实测透射率曲线

Fig. 5 Measured transmittance curve of single surface coated on ZnS substrate in 9~12 μm waveband with incident angle of 30°

调整 YbF₃ 厚度,利用 OptiRE 软件模拟的折射率非均匀性和色散结果细微修改膜系,采用晶控和光控同时监控的方法减少监控误差。继续进行实验,实测光谱曲线如图 4(b)和图 5(b)所示。由图 5(b)可以看出,调整后实验样品光谱曲线可见区已经不存在半波孔。最后在其背面镀制相应波段增透膜,其双面镀膜光谱曲线如图 4(c),图 5(c)所示。由图 4(c)可以看出,在 30°入射条件下,可见波段 400~700 nm 波段内的平均透射率为 90.3%,1064 nm 和 1540 nm 波长处的透射率分别为 4.9%和 4.5%,远红外波长 10.6 μm 处透射率为 92.1%,且镀制样品可以承受光学系统激光光源的照射。

为了保证光学元件的可靠性,对样品进行环境实验,按国标的要求测试内容如下:

1) 附着力测试:参照美国军标,用宽 2 cm 胶带

紧贴镀膜表面,然后沿膜面垂直方向迅速拉起,重复 5 次,未有脱膜现象。

2) 高低温测试:将样品放入低温箱,由室温降到 -50 ℃,保持 2 h;将样品放入高温箱,由室温升到 70 ℃,保持 2 h,膜层未有明显变化。

3) 湿热测试:在湿度为 95%,温度为 50 ℃条件下,放置 12 h,膜层未有明显变化。

4) 耐雨淋性能测试:雨水直径 0.5~4.5 mm,试验时间 40 min,膜层表面无明显变化。

5) 耐盐雾性能测试:无包装的情况下,在质量分数为 4.9%~5.1%,pH 值为 6.5~7.2(35 ℃)的盐雾中承受连续喷雾 48 h,膜层表面无明显变化。

上述测试完成后再次测试样品的透射率光谱,曲线基本没有变化。

6 结 论

通过选择 ZnS 和 YbF₃ 的高低折射率材料的匹配,调整镀膜工艺参数如烘烤温度、蒸发速率、离子源、真空度等,改进监控方法,减少膜厚控制误差,消除了可见透射区的半波孔,并解决了多光谱 ZnS 基底上膜层牢固性问题,所镀制的薄膜基本满足了光学仪器的使用要求。虽然制备的滤光膜满足使用要求,但仍达不到理论设计的要求,所以提高可见波段平均透射率和远红外波长 10.6 μm 处的透射率,同时降低 1064 nm 和 1540 nm 波长处的透射率成为今后研究和改进的方向。

参 考 文 献

- Huang Changgang, He Zhibing, Wang Chaoyang *et al.*. Progress in laser reflective film with high damage threshold [J]. *Materials Review*, 2006, **20**(VII): 309~311
- 黄常刚,何智兵,王朝阳等.反应磁控溅射制备高阈值激光反射膜的研究进展[J].材料导报,2006,**20**(VII):309~311
- Deng Hongxiang, Zu Xiaotao, Zheng Wanguo *et al.*. Gradient optical film taking the place of classical high reflectivity film[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007, **19**(1): 58~62
- 邓洪祥,祖小涛,郑万国等.梯度膜作为高功率激光反射膜的初步研究[J].强激光与粒子束,2007,**19**(1):58~62
- Keyao Jian, Qiangzeng Wei, Xiufan Zheng *et al.*. Laser-induced damage of high reflectors for Ti: sapphire laser system [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2007, **5**(12): 724~726
- Lei Yuan, Yuan'an Zhao, Hongbo He *et al.*. Femtosecond laser induced damage of optical coatings [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2007, **5**(s1): 257~259
- Xing Zheng, Fu Xiuhua, Fu Jingjing *et al.*. Interference filter of reflectance in 650 nm and transmittance in 10.6 μm [J]. *Laser & Infrared*, 2008, **38**(5): 482~484
- 邢政,付秀华,傅晶晶等.650 nm 反射 10.6 μm 透射的薄膜干涉滤光片[J].激光与红外,2008,**38**(5):482~484
- Zygmunt Mierczyk, Mirosław Kwasny, Jerzy Ciosek. New constructions of anti-laser filters [C]. *SPIE*, 1995, **2202**: 201~204

- 7 Zygmunt Mierczyk, Mirosław Kwasny, Jerzy Ciosek. Anti-laser protective absorption-interference filters [C]. *SPIE*, 1995, **2461**: 513~515
- 8 Huang Qiang, Wang Lixi, Zhang Qitu. Design of double wavelength reflective multi-layer[J]. *Optical Technique*, 2007, **33**(suppl.): 147~149
黄强,王丽熙,张其土. 双波段激光防护多层反射膜的设计[J]. *光学技术*, 2007, **33**(增刊): 147~149
- 9 Yosuke Minowa, Hideki Takami, Makoto Watanabe *et al.*. Development of a dichroic beam splitter for Subaru AO188[C]. *SPIE*, 2008, **7015**: 195~207
- 10 Feng Jungang, Wang Xiaoyi, Xu Ying *et al.*. Preparation of split-color coatings of reflectance in visible and middle-infrared with high transmittance in 10.6 μm high-power CO₂-laser[J]. *Optical and Precision Engineering*, 2004, **12**(4): 254~256
冯君刚,王笑夷,徐颖等. 反可见、中红外透 10.6 μm 高能激光分色镜的研制[J]. *光学精密工程*, 2004, **12**(4): 254~256
- 11 Wang Yizhe, Zhu Furong, Zhang Fengshan. Design and fabrication of wide three-band infrared antireflection coatings for Ge window from 3.5~12.5 μm [J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2005, **3**(1): 32~34
王懿喆,朱福荣,张凤山. 3.5~12.5 μm 三波段宽带红外 Ge 窗口多层增透膜的研制[J]. *光学与光电技术*, 2005, **3**(1): 32~34
- 12 R. Anton, H. Hagedorn, A. Schnellbuegel *et al.*. Ion-assisted deposition of high-quality thorium-free antireflection coatings for high-power CO₂ lasers[C]. *SPIE*, 1993, **2114**: 288~296