日盲紫外告警系统中成像滤光片的研制

王正凤1 付秀华1 张静1 孔 辉2 孙英杰1

(¹长春理工大学光电工程学院,吉林长春 130022 ²上海大学理学院,上海 200444

摘要 为满足紫外告警系统成像需要,实现对太阳光谱盲区光子图像接受检测的作用,研制了一种紫外成像滤光 片。采用电子束(EB)加热蒸发和离子辅助沉积(IAD)的方法,在熔融石英(JGS1)基底上镀氧化铪、氟化镁、紫外二 氧化硅等薄膜材料,并借助石英晶体振荡法和光电极值法相结合的方式监控膜层厚度,镀制了满足入射角 0°~25° 范围内 240~280 nm 波段透射、300~620 nm 波段抑制的紫外滤光片。通过对膜系优化设计和工艺参数的研究,解 决了薄膜脱膜、膜厚的精确控制、材料的吸收等问题。制备的滤光片经膜层性能测试,基本满足告警系统的要求。 关键词 薄膜;紫外干涉截止滤光片;离子辅助沉积;紫外告警 **中图分类**号 O484.5 doi: 10.3788/CJL201138.1207002 文献标识码 A

Research of Imaging Filter in Solar Blind Ultraviolet Alarm System

Wang Zhengfeng¹ Fu Xiuhua¹ Zhang Jing¹ Kong Hui² Sun Yingjie¹

¹ Department of Optics and Electric Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun, Jilin 130022, China

² Department of Physics, Shanghai University, Shanghai 200444, China

Abstract Design and manufacture of ultraviolet imaging filters which meet the needs of imaging and realize accepting and detecting imaging of sun spectrum blind area in ultraviolet alarm detection systems are focused on. Hafnium oxide (HfO₂), magnesium fluoride (MgF₂), ultraviolet silicon dioxide (UV-SiO₂) are deposited on the fused silica substrates (JGS₁) with electron beam (EB) heating method and ion assisted deposition (IAD) method to coat ultraviolet filters. Quartz crystal oscillation method and photoelectric extremum method are utilized to monitor thickness of the filter. The filters could meet the demand of high transmittance range from $240 \sim 280$ nm at an angle of incidence from $0^{\circ} \sim 25^{\circ}$. At wavelength from $300 \sim 620$ nm, the filter can act as suppression filter. Through optimization of the coating design and investigation of the process parameters, the problem of film stripping, accuracy controlling of thickness, absorption of material and other issues are solved. The filter basically meets the demand of warning system through performance test.

Key words thin films; ultraviolet interference filters; ion assisted deposition; ultraviolet alarm OCIS codes 310.6188; 310.6805; 310.6845; 310.6860

1 引 言

太阳光透过地球大气层后,在220~280 nm 波 段的光被臭氧层吸收,在近地表面光谱形成盲区,通 常称为"日盲区"[1,2],该现象为紫外波段目标探测 提供了简单的背景。而导弹羽烟中紫外辐射能量相 对于大气背景中紫外辐射能量较高[3],因而很容易 被日盲紫外告警系统准确探测到。紫外成像滤光片 是日盲紫外告警系统的关键部件,起到抑制系统通 带外可见光及日光紫外成分的作用。为了满足系统 对于视场的要求,紫外成像滤光片需满足在 0°~25° 入射角范围内,对240~280 nm 波段的光波透过。

通常,紫外成像滤光片的研制大多采用有机膜 或金属膜,导致日盲波段的透射率仅为20%~50% 不等[4~6]。因此研制具有透射率高、光谱覆盖范围

收稿日期: 2011-07-18; 收到修改稿日期: 2011-08-22

基金项目:预研项目紫外技术(51317020103)资助课题。

作者简介:王正凤(1986—),女,硕士研究生,主要从事光学薄膜技术方面的研究。E-mail: wzf0602@163.com

导师简介: 付秀华(1963—),女,博士,教授,主要从事薄膜技术方面的研究。E-mail: goptics@126.com(通信联系人)

宽、可靠性好、能够在恶劣的环境下工作的高性能紫 外波段滤光片是必要的。本文针对日盲紫外告警系 统成像的要求,研制了紫外区高透,可见抑制的干涉 截止滤光片。并对材料特性、膜系设计及制备工艺 进行了深入研究。

2 膜系设计

2.1 材料的选择

2.1.1 基底材料的选择

目前在近紫外区域使用的光学材料非常有限, 也是国内外专家学者研究的热点。紫外波段可用的 基底材料有紫外级熔融石英(JGS₁)、氟化镁单晶、 氟化钙单晶和氟化锂单晶^[7],JGS₁是合成石英玻璃 的一种,由于其透紫外光谱性好、热膨胀系数低且物 理化学性能稳定,故而成为常用的紫外光学材料。

2.1.2 薄膜材料的选择

在 200~400 nm 紫外波段透射率较高、吸收较 少的薄膜材料常选用 Al_2O_3 、 HfO_2 、 MgF_2 、 LaF_3 和 UV-SiO₂^[8]。

HfO₂ 薄膜在 0.24~10.00 μ m 波段具有良好的透光性、高折射率和较低的消光系数,是紫外常用的高 折射 率材料。UV-SiO₂ 材料的透明区为 0.16~9.00 μ m波段,并且在 0.2~4.0 μ m 波段无 吸收。薄膜呈现压应力,具有良好的化学稳定性和 牢固的机械稳定性,无吸湿性。根据材料的这些特 点选取 HfO₂、MgF₂ 和 UV-SiO₂ 作为薄膜材料。

2.2 膜系设计方案

针对紫外光学仪器对滤光片的要求,利用膜系 设计软件模拟计算光学常数、设计膜系和评估误差。 2.2.1 光学常数的计算

薄膜制备过程中,在不同的工艺参数条件下制 备的薄膜材料的光学常数会有很大的差异,采用包 络法计算薄膜的光学常数。

具体方法是在制备工艺相同的条件下,镀制一 定厚度的薄膜,用分光光度计测量膜的峰值点透射 率,并将 λ/2、λ/4 处透射率峰值点连成两条包络线 (如图 1 所示),根据公式

 $T_{\rm f} =$

$$\frac{(16n_0n_{\rm s}\alpha)(n_{\rm f}^2+k^2)}{A+B\alpha^2+2\alpha[C\cos(4\pi n_{\rm f}d/\lambda)+D\sin(4\pi n_{\rm f}d/\lambda)]}$$
(1)

可计算各极值波长对应的 n_i 、k值。式中 n_s 为基板 折射率, n_i 为薄膜折射率, n_0 为空气折射率,A、B、C、D、 α 表达式为^[9,10]

$$A = \lfloor (n_{\rm f} + n_0)^2 + k^2 \rfloor \lfloor (n_{\rm f} + n_{\rm s})^2 + k^2 \rfloor, \qquad (2)$$
$$B = \lfloor (n_{\rm f} - n_0)^2 + k^2 \rfloor \lfloor (n_{\rm f} - n_{\rm s})^2 + k^2 \rfloor, \qquad (3)$$

$$C = -(n_{\rm f}^2 - n_0^2 + k^2)(n_{\rm f}^2 - n_{\rm s}^2 + k^2) + 4k^2 n_0 n_{\rm s},$$
(4)

$$D = 2kn_{s}(n_{f}^{2} - n_{s}^{2} + k^{2}) + 2kn_{0}(n_{f}^{2} - n_{s}^{2} + k^{2}),$$
(5)



Fig. 1 Envelope diagram

2.2.2 膜系设计

高反射区在 300~620 nm 波段, HfO₂/MgF₂ 组合反射带宽约为 100 nm,由此可见需要多个膜堆 叠加才能达到反射区的宽度要求。但是层数越多, 透射区 240~280 nm 的波纹越多,通带的透射率很低,因此必须压缩通带的波纹。波纹压缩的方法通 常在基底两侧加匹配层,获得紫外高透、可见高反的 膜系。

在膜系设计中采用 HfO₂/MgF₂ 组合,经实验 验证 MgF₂ 累积厚度超过 1.4 μm 以上,会因为张应 力较大而产生皲裂。为解决这个问题在膜堆中间加 一间隔层,同时此间隔层不能影响膜系的光学性能, 而且具有压应力,通过大量的实验验证选用 UV-SiO₂ 作为间隔层,可以消除张应力。

另外,为了减少薄膜在潮湿的环境里被潮解和 腐蚀,在整个膜系的最外层加一层 UV-SiO₂ 膜层作 为保护层。

膜系为 G | 1.8H 1.9L λ_1 (HL)^{S1} 1.7H 1.6L λ_2 (HL)^{S2} λ_3 (HL)^{S3} λ_4 (HM)^{S4} λ_5 (HL)^{S5} λ_6 (HL)^{S6} 1.3H 0.6L 1.3H 0.5M | A,共 44 层,总厚度约为 3300 nm,其中 G 表示 JGS₁ 玻璃基底,A 表示入射 介质(空气),H 表示 HfO₂,L 表示 MgF₂,M 表示 UV-SiO₂, λ_i (*i*=1,2,...,6)表示不同的设计波长。 其光谱曲线如图 2 所示。





3 薄膜的制备

该滤光片的制备是在 TXX-700 真空镀膜机上 完成的,该设备配有电子枪和考夫曼离子源、双探头 及 IC/5 膜厚监控仪。

3.1 制备工艺

实验的本底真空度为 3×10⁻³ Pa,在镀膜过程 中发现 HfO₂ 很容易失氧,造成薄膜中存在化学失 配现象,在 240~280 nm 波段吸收很大。因此蒸镀 HfO₂ 过程中必须充氧,但是充氧过多又会导致折 射率偏低,要达到相同的效果需增加薄膜厚度。经 过反复优化工艺参数(例如:温度、充氧量等),当控 制充氧量在 12~15 mL/min、蒸发温度为 250 °C、同 时采用离子辅助蒸发时,可以减少紫外吸收,提高了 紫外波段的透射率。

另外 UV-SiO₂ 在蒸发过程中由于直接气化,蒸 发速率极不稳定,厚度控制误差很大,因此适当降低 蒸发速率为 0.4 nm/s 时,厚度控制较为准确。在实 验过程中发现 MgF₂ 经离子轰击易失氟,紫外透射 率降低,适当控制离子源功率可提高紫外透射率。

3.2 厚度控制

从膜系结构来看该膜系为非周期膜系,通常采 用晶振控制,但是经过实验发现 HfO₂ 和 MgF₂ 在 紫外区的控制误差很大,紫外透射率较低,因此必须 结合光控和晶控两种方法来制备。

重新修正膜系,当膜系调整为G|0.2H0.3L $\lambda_1(HL)^{S1} \lambda_2(HM)^{S2} \lambda_3(HL)^{S3} \lambda_4(HM)^{S4} \lambda_5(HL)^{S5}$ $\lambda_6(HM)^{S6}|A H, 光谱曲线如图 3 所示。其中非周$ 期采用晶振控制膜厚,其余采用光控,由于机械式单色仪在手动往复旋转时存在回程差,所以波长最好沿同一方向调节,避免监控波长不准确。经实验分析采用晶控和光控结合的方法控制,精度优于晶控单独控制。



图 3 滤光片设计曲线 2 Fig. 3 Design curve 2 of filter

4 膜层性能测试和谱线分析

4.1 膜层性能测试

薄膜的机械牢固性、均匀性影响紫外告警系统的成像效果,需对滤光片进行膜层质量测试。

高低温测试:紫外滤光片经过 300 ℃阶梯型高 温退火后,观察到膜层表面无褶皱现象,膜层应力匹 配合适。

拉力划痕测试:用粘性强度大于 3 N/cm²,宽 2 cm胶带平整无气泡且紧贴膜层表面,重复几十次 垂直迅速拉伸样品表面薄膜,无脱膜现象。并用粗 制纱布包裹砝码在滤光片表面来回摩擦几十次,观 察到薄膜表面无脱膜现象。经过两次测试表明膜层 附着力合格。

水泡测试:在室温下,在去离子水中浸泡 24 h, 再开水煮 3 h 后膜层无脱落、破裂现象,光谱有2 nm 的红移现象,表明膜层致密性较高,可以满足使用 要求。

4.2 谱线分析

对于薄膜的光谱特性采用分光光度计测量,其 测试曲线如图 4 所示。从光谱曲线看出利用全介质 材料制备的紫外成像滤光片在日盲波段的透射率达 到 60%以上,对可见波段抑制平均小于 10%。经模 拟可知该膜系对厚度精度要求特别高,每层厚度存 在 1 nm 的绝对误差就会使透射波段的透射率平均 降低 2%。再加上膜厚误差累积、基底和材料的吸 收、晶控与光控的膜厚不匹配导致紫外透射波段曲 线有波纹。

实测结果中高反射区 500 nm 处透射率为 16.5%,导致该结果的原因是制备过程中光控波长 偏大,致使 500~600 nm 处的反射膜堆整体厚度偏 厚,曲线红移。并且 500 nm 以上波段高反射区整 体反射率降低,经模拟可知如果在该波段每层存在 1 nm 的厚度误差,就会使反射率平均降低 2%。所 以光谱曲线要与理论设计曲线接近,必须精确控制 每层膜的厚度,同时要考虑系统误差和人为控制误 差的影响。



图 4 滤光片测试曲线 Fig. 4 Measurement curve of filter

5 结 论

通过大量的实验,在膜系设计中采用 UV-SiO₂ 作为间隔层和保护层,消除了薄膜的张应力,提高了 膜层的抗腐蚀性。在制备工艺过程中采用光控和晶 控相结合的方法提高了膜厚控制精度。通过优化制 备工艺参数解决了材料吸收的问题,提高了紫外波 段的透射率。由于制备的滤光片与实际设计曲线还 有一定的差距,所以进一步研究制备工艺、提高监控 的绝对精度、寻找吸收更少的紫外材料是以后努力 的方向。

参考文献

1 Zhang Jiying, Jiang Dayong, Ju Zhengang et al.. Mg_xZn_{1-x}O thin film and UV detector for solar-blind wavelength[J]. Journal of Optics and Applied Optic, 2008, 1(1): 80~84 张吉英,蒋大勇,鞠振刚等. 用于日盲波段的 MgZnO 薄膜材料和紫外探测器[J]. 中国光学与应用光学, 2008, 1(1): 80~84

2 Yao Li, Li Jiye. Ultraviolet short-range communication through atmosphere [J]. Journal of Atmospheric and Environment Optics, 2006, 1(2): 135~139

姚 丽,李霁野.大气紫外光近距离通信的研究[J]. 大气与环 境光学学报,2006,1(2):135~139

3 Zhao Xunjie, Zhang Yingyuan, Gao Zhiyun. UV warning technology[J]. Infrared and Laser Engineering, 2004, 33(1): $5\sim 8$

赵勋杰,张英远,高稚允.紫外告警技术[J]. 红外与激光工程, 2004, **33**(1):5~8

4 Xu Zhihuang, Zhuang Xinxin, Su Genbo. Study on ultraviolet spectrum property of ultraviolet filter[J]. Acta Optica Sinica, 2009, 29(7): 1918~1920 徐智煌, 庄欣欣, 苏根博. 有机紫外滤波材料的紫外光谱性质研

标省差, 庄瓜瓜, 亦很诗. 有机系介磁波材料的系介无谙任贝研 究[J]. 光学学报, 2009, **29**(7): 1918~1920

5 Jin Guiping, Pang Qichang, The key points of UV imaging and detecting system [J]. Acta Photonica Sinica, 2003, 32(3): 294~297

靳贵平, 庞其昌. 紫外成像检测技术 [J]. 光子学报, 2003, **32**(3): 294~297

6 Liu Ying, Li Futian. MgF₂-overcoated aluminium films for ultraviolet and vacuum ultraviolet [J]. Optics and Precision Engineering, 2001, 9(2): 165~168

刘 颖,李福田.紫外-真空紫外波段的 Al+MgF₂ 膜[J]. 光学 精密工程,2001,9(2):165~168

7 Xue Chunrong, Yi Kui, Wei Chaoyang *et al.*. Optical properties of vacuum ultraviolet and deep ultraviolet region substrate materials[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2009, 21(2): 287~290

薛春荣,易 葵,魏朝阳等.真空紫外到深紫外波段基底材料的 光学特性[J]. 强激光与粒子束,2009,21(2):287~290

- 8 Li Quanmin. A New Type of UV Filter Research[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2006. 3~6 李全民. 一种新型紫外滤光片的研制[D]. 武汉: 华中科技大学, 2006. 3~6
- 9 Xue Chunrong, Yi Kui, Qi Hongji et al.. Optical constants of film materials for deep ultraviolet/ultraviolet[J]. Chinese J. Lasers, 2009, 36(8): 2135~2139 薛春荣,易 葵,齐红基等. 深紫外/紫外薄膜材料的光学常数

降春宋, 汤 癸, 介红基 寺. 深紫外/紫外溥脵材科的尤字常数 研究[J]. 中国激光, 2009, **36**(8): 2135~2139

10 Tang Jinfa, Gu Peifu, Liu Xu *et al.*. Modern Optical Thin Film Technology[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006. 408~410

唐晋发,顾培夫,刘 旭等.现代光学薄膜技术[M].杭州:浙 江大学出版社,2006.408~410

栏目编辑:韩 峰