

# 双波段激光防护红外减反膜的研制

石 澎<sup>1,2</sup> 付秀华<sup>1</sup> 孙 岩<sup>1</sup> 魏孜洵<sup>1</sup> 梅禹珊<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022  
<sup>2</sup> 中山火炬职业技术学院光电工程系, 广东 中山 528436)

**摘要** 针对军用光电仪器对激光致盲武器的防护要求,选取 Si 和 YbF<sub>3</sub>, ZnS 和 YbF<sub>3</sub> 两种高低折射率组合形式研制了激光防护减反膜。在多光谱 ZnS 基底上,采用电子束及离子辅助沉积技术,制备了能够对 532 nm 和 1064 nm 激光进行有效防护,同时对 3~5 μm 的波段具有高透射率的薄膜。对 Si 膜的电子束沉积工艺进行了研究;对 YbF<sub>3</sub> 在不同的材料组合中的沉积工艺进行了优化;解决了膜层与基底之间的粘附性问题。该薄膜集探测用减反器件和防护器件于一体,可以使星载、机载等光电仪器的结构得到简化;光谱分析和环境测试的结果表明,各项指标满足使用要求。

**关键词** 薄膜;激光防护;离子辅助沉积;红外减反膜

**中图分类号** TN977 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201138.0407003

## Design and Fabrication of Double Wavelength Laser Protective Infrared Antireflection Coatings

Shi Peng<sup>1,2</sup> Fu Xiuhua<sup>1</sup> Sun Yan<sup>1</sup> Wei Zixun<sup>1</sup> Mei Yushan<sup>1</sup>

<sup>1</sup> College of Opto-Electronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun, Jilin 130022, China

<sup>2</sup> Department of Opto-Electronic Engineering, Zhongshan Torch Polytechnic, Zhongshan, Guangdong 528436, China

**Abstract** In order to protect the military opto-electronic instruments from laser blinding weapons, the high and low refractive index combinations of Si and YbF<sub>3</sub>, ZnS and YbF<sub>3</sub> are selected to design and fabricate laser protective infrared antireflection coatings. On the substrate of multi-spectral ZnS, coatings with laser protective function to 532 nm and 1064 nm laser while with high transmittance in the 3~5 μm spectral band are fabricated, and electron beam and ion assisted deposition technique is used in this process. The deposition process of Si by electron beam is studied, and the deposition process of YbF<sub>3</sub> in different materials combination is optimized. The adhesion problem between coatings and substrate is resolved. Devices of antireflection for detection and protection are both integrated into the coatings, and the structures of opto-electronic instruments for satellite and aeroplane can be simplified. Results of spectrum analysis and environmental test show that all the parameters meet the requirements.

**Key words** thin films; laser protection; ion assisted deposition; infrared antireflection coating

**OCIS codes** 310.0310; 140.3360; 310.1860; 310.1210

## 1 引 言

在军用红外光电系统中,作为红外传感器核心部件的探测器,犹如人眼一样是获取光信息的窗口。然而,随着现代激光技术的迅速发展,激光致盲武器在军事上得到了越来越多的应用。由于人眼和光电系统都具有一定的聚焦放大功能,所以致盲武器并

不需很大的功率就很容易实现<sup>[1]</sup>,比较常用的波段是 532 nm 和 1064 nm。激光致盲武器不仅能伤害人眼视网膜使人致盲,还能通过干扰、烧坏光电元件,使瞄准、观测和追踪等光电系统“致盲”。

中红外波段 3~5 μm 是红外探测器较为常用的一个窗口,在探测过程中经常受到来自激光致盲

收稿日期: 2010-08-27; 收到修改稿日期: 2010-11-08

基金项目: 吉林省科技发展计划(20086012)资助课题。

作者简介: 石 澎(1983—),男,硕士研究生,主要从事光学薄膜方面的研究。E-mail: shipeng990205@163.com

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

武器的威胁。因此,针对 532 nm 和 1064 nm 波段的激光,在红外探测器的镜头上研制具有激光防护作用的红外增透薄膜,对于保护红外光电系统具有极其重要的意义。

## 2 激光防护膜

在激光防护技术中,为了实施有效的防护,可以通过激光防护膜将来自致盲武器的激光反射或者吸收掉。常用以下 4 个参量来衡量激光防护薄膜的性能<sup>[2]</sup>:

1) 防护波长:防护对象可能是一种或者几种波长的激光,只有先确定需要防护的激光波长,才能研制出适当的激光防护薄膜。

2) 光密度(OD):光密度用于描述激光防护薄膜对某一波长激光的衰减能力,其数学表示为

$$D_o = \lg(I_i/I_o) = \lg(1/T)$$

式中  $D_o$  为光密度,  $I_i$  为入射光强,  $I_o$  为出射光强,  $T$  为透射率。

3) 有效光透射率:有效光是指人眼、光电探测器等光学系统需要探测、接收的光。激光防护薄膜不仅能够对激光进行有效防护,而且还应保证有效光的透射率尽可能地高。

4) 损伤阈值:激光防护薄膜在受到激光辐照时,有可能会因自身遭到破坏而失去对光学系统的防护能力。因此,激光防护薄膜的损伤阈值是一个非常重要的参量。

## 3 基底及膜料选择

多光谱 ZnS 从可见光到中红外都具有良好的光谱透射性能,而且对光谱能量吸收少,具有较强的抗激光损伤能力。Si 为半导体材料,在 1.1~8.0  $\mu\text{m}$  范围内具有较好的光谱透过性能,由于硅具有熔点高、热传导性能好、硬度高、化学稳定性强等特性,比较适合作为激光反射膜。

根据薄膜设计理论,在周期膜系中,如果周期数确定,两种材料的折射率比值越大,则反射带就越宽,反射率也就越高。红外常用组合 ZnS 和 YbF<sub>3</sub> 的折射率比值约为 1.5,而 Si 和 YbF<sub>3</sub> 的折射率比值约为 2.2。选用 Si 和 YbF<sub>3</sub> 对防护膜进行设计,不但膜层的层数减少,而且膜层的厚度也相应地减少。

ZnS 和 YbF<sub>3</sub> 材料从透明度、吸收、散射特性、机械牢固度和化学稳定性等方面都能满足使用要求,而且二者具有较好的应力匹配<sup>[3]</sup>,对于层数较少

的减反膜采用这两种材料进行设计。

在膜系设计之前,需要得到实验设备沉积相应材料的光学常数。通过反复沉积单层 Si, YbF<sub>3</sub> 和 ZnS 薄膜,利用分光光度法<sup>[4]</sup> 分别获得它们的折射率色散分布规律,如图 1~3 所示,并在此基础上进行膜系的设计。

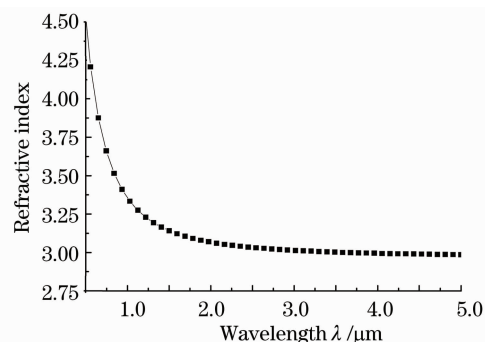


图 1 Si 的折射率色散曲线

Fig. 1 Refractive index dispersive curve of Si

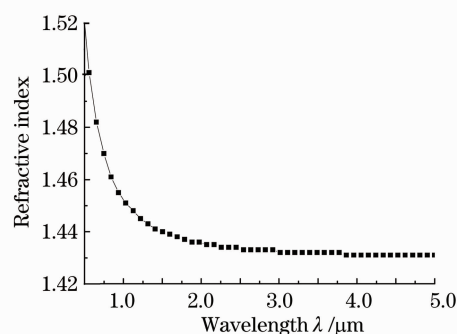


图 2 YbF<sub>3</sub> 的折射率色散曲线

Fig. 2 Refractive index dispersive curve of YbF<sub>3</sub>

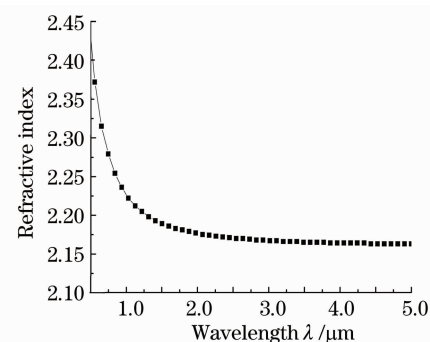


图 3 ZnS 的折射率色散曲线

Fig. 3 Refractive index dispersive curve of ZnS

## 4 膜系设计

在利用膜系设计软件进行优化设计时,初始膜系对于获得最优化的设计结果至关重要。按照防护膜的设计要求:在 532 nm 和 1064 nm 处抑制,3~5  $\mu\text{m}$  波段范围内透过,其光谱特性近似于一个长波

通,因此初始膜系选用长波通膜系  $\text{Sub}|(0.5\text{HL}0.5\text{H})^9|\text{Air}$ ,其中  $\text{Sub}$  表示基底材料, $\text{H},\text{L}$  分别代表高折射率材料  $\text{Si}$  和低折射率材料  $\text{YbF}_3$ ,数字 9 为膜系的周期数, $\text{Air}$  表示空气。根据对称膜系的等效层理论,将其等效为一个光学厚度和折射率都有微小变化的单层膜来进行分析,便于分析截止带的范围和通带的特性<sup>[5]</sup>。理论上周期数越大,抑制效果越好,但是还要兼顾薄膜对减反作用的影响以及制备难度。

另外, $\text{YbF}_3$  在  $3\ \mu\text{m}$  附近有较强的吸收,因此应尽量减少其厚度。在多光谱  $\text{ZnS}$  基底上,利用薄膜设计软件进行膜系优化,得到膜系 1 如下:

$\text{Sub}|(0.53\text{H}0.94\text{L}1.36\text{H}1.26\text{L}0.63\text{H}1.41\text{L}0.89\text{H}1.40\text{L}0.63\text{H}1.24\text{L}1.46\text{H}0.26\text{L}1.62\text{H}0.84\text{L}2.86\text{H}2.86\text{L}0.51\text{H})|\text{Air}$ ,膜系 1 在  $0.5\sim 5.0\ \mu\text{m}$  波段透射率曲线如图 4 所示。

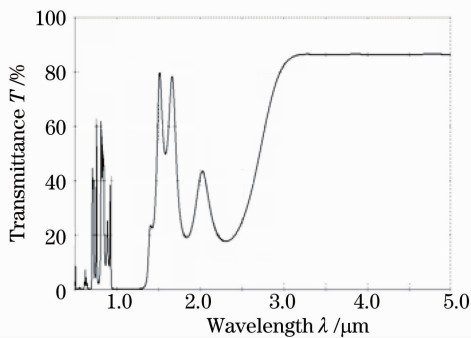


图 4 膜系 1 在  $0.5\sim 5.0\ \mu\text{m}$  波段范围内的理论透射率曲线

Fig. 4 Theoretic transmittance curve of film system one in  $0.5\sim 5.0\ \mu\text{m}$  waveband

由于基底背面的反射损失,如果只在单面镀制薄膜,其最大透射率约为 87%。为了提高  $3\sim 5\ \mu\text{m}$  波段的透射率,需要在基底背面镀制减反膜。采用有效界面法设计宽带减反膜,经膜系设计软件优化后得到膜系 2: $\text{Sub}|0.75\text{A}3.35\text{B}7.20\text{A}|\text{Air}$ ,其中

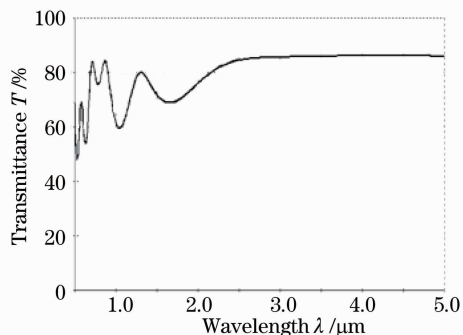


图 5 膜系 2 在  $0.5\sim 5.0\ \mu\text{m}$  波段范围内的理论透射率曲线

Fig. 5 Theoretic transmittance curve of film system two in  $0.5\sim 5.0\ \mu\text{m}$  waveband

$\text{A},\text{B}$  分别为高折射率材料  $\text{ZnS}$  和低折射率材料  $\text{YbF}_3$ 。膜系 2 在  $0.5\sim 5.0\ \mu\text{m}$  波段理论透射率曲线如图 5 所示。

## 5 薄膜制备

实验是在国产 700-II 箱式真空镀膜机上进行的,该设备配有双电子枪和考夫曼离子源,膜层厚度采用单探头的 IC/5 石英晶体膜厚控制仪进行监控。由于材料特性上的差异,因此  $\text{YbF}_3$  分别和  $\text{Si},\text{ZnS}$  组合时采用了不同的制备工艺。

### 5.1 $\text{YbF}_3$ 膜和 $\text{Si}$ 膜制备工艺

在无氧铜坩埚中蒸发  $\text{Si}$  时,发现其蒸发速率过低并且极不稳定。经过分析,可能是因为  $\text{Si}$  的折射率比较高,对电子枪的光斑反射非常严重;此外,无氧铜坩埚导热性好,散热快,使得电子枪能量难以集中。选用石墨坩埚可以有效避免上述缺陷,进而获得了较为稳定的蒸发速率。

在沉积过程中,发现  $\text{Si}$  和石墨的降温速率差异比较大,很容易导致石墨坩埚爆裂,所以在镀完每层  $\text{Si}$  膜后,要用电子枪对它们进行同步降温处理,可以大大延长石墨坩埚的使用寿命。

在最初的试验过程中,脱膜现象十分严重。根据有关文献的研究结果,基底和薄膜的热膨胀系数对薄膜牢固性起决定作用<sup>[6]</sup>,过高或过低的温度都会导致严重的脱膜。通过调整真空室内的镀制温度,解决了脱膜的问题。经过多次实验,确定了  $\text{Si}$  膜和  $\text{YbF}_3$  膜的镀制温度为  $185\ ^\circ\text{C}$ ,其中  $\text{YbF}_3$  的蒸发速率为  $0.3\ \text{nm/s}$ ,真空度保持在  $1\times 10^{-3}\ \text{Pa}$  左右。

### 5.2 $\text{YbF}_3$ 膜和 $\text{ZnS}$ 膜的制备工艺

$\text{ZnS}$  在高温下容易分解,因此需在低温条件下镀制,为了保证低温条件下膜层的致密性,镀制过程中使用离子源辅助蒸镀,有利于提高薄膜激光损伤阈值<sup>[7]</sup>,但要选择合适的参量,以防止  $\text{YbF}_3$  吸收的增加<sup>[8,9]</sup>,使用气体为氩气( $\text{Ar}_2$ );由于小块的  $\text{ZnS}$  在蒸发过程中极易产生喷溅,甚至造成电子枪打火,蒸发时选用大块膜料。 $\text{ZnS}$  膜和  $\text{YbF}_3$  膜的制备温度确定为  $90\ ^\circ\text{C}$ , $\text{ZnS}$  沉积速率确定为  $1.3\ \text{nm/s}$ , $\text{YbF}_3$  蒸发速率确定为  $0.4\ \text{nm/s}$ ,真空度保持在  $9\times 10^{-3}\ \text{Pa}$  左右。

为了有效降低基底的表面粗糙度,减少薄膜缺陷以提高激光损伤阈值,膜系 1 和膜系 2 在镀制之前,利用考夫曼离子源在较低离子束能量( $200\ \text{eV}$ )和较低离子束电流( $25\ \text{mA}$ )状态下对基底进行约

15 min 的轰击<sup>[10]</sup>,然后再预先镀制一层 150 nm 厚度的 ZnS 薄膜<sup>[10]</sup>,以增强薄膜与基底的附着力,且经测试该粘结层不会影响基底和膜系的光谱特性。

## 6 测试与分析

### 6.1 激光损伤阈值的测试

采用 1-on-1 方式<sup>[11]</sup>测量样品的激光损伤阈值,激光器选用 Nd:YAG 激光器,波长为 1064 nm,脉冲宽度为 10 ns,频率为 10 Hz,倍频后获得 532 nm 激光。测量结果为:对 1064 nm 激光的激光损伤阈值为 12.4 J/cm<sup>2</sup>;对 532 nm 激光的损伤阈值为 5.3 J/cm<sup>2</sup>。532 nm 处阈值比较低,是因膜层表面缺陷在短波长作用下会比长波长作用下吸收更多的光子能量从而转化成热破坏的能量,更易于遭受破坏<sup>[12]</sup>。

### 6.2 光谱性能测试

用岛津分光光度计 UV-3150,岛津傅里叶红外光谱仪 FTIR-8400S 分别对 0.5~2.5 μm 波段和 2.5~5.0 μm 波段范围进行测试,基底双面镀制两个膜系后的透射率曲线如图 6 所示。

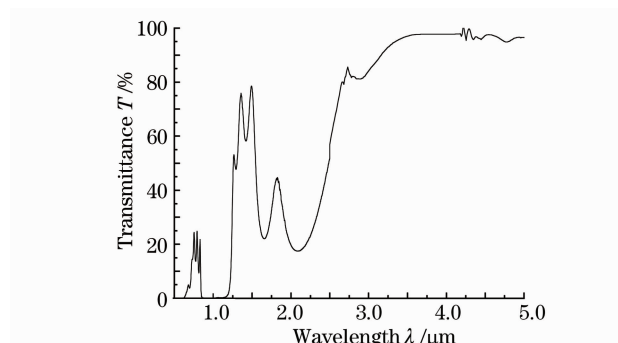


图 6 激光防护减反膜在 0.5~5.0 μm 波段范围内的实测透射率曲线

Fig. 6 Actual transmittance curve of laser protective infrared antireflection coating in 0.5~5.0 μm waveband

结果分析:1)曲线在 2.5 μm 处有突变,这是由于两种测试仪器在此点的测试差异产生的;2)在 2.85 μm 附近有一个波谷,经实验验证是因为 YbF<sub>3</sub> 的固有吸收峰所导致<sup>[13]</sup>;其中在 4.2 μm 波段附近有波纹,主要是由空气中 CO<sub>2</sub> 等物质的干扰引起的;3)532 nm 和 1064 nm 处的透射率分别为 0.001%,0.010%,则相应  $D_{0532\text{ nm}}=5, D_{01064\text{ nm}}=4$ 。

### 6.3 环境测试

1) 温度冲击测试:将镀膜样片放入高温烘烤箱中,其升温速度约为 5 °C/min,在 250 °C 高温中保持 3 h,自然降温至 150 °C 时,3 s 内置于一 20 °C 环

境中,膜层无起皱、破裂、脱落等现象,光谱特性稳定。

2) 附着力测试:用粘性强度大于 3 N/cm<sup>2</sup> 的胶带紧贴薄膜表面,以垂直于表面的拉力迅速从薄膜边缘开始将胶带从样片表面剥离,重复几十次,无脱膜现象。

3) 机械强度测试:用干燥纱布裹住 1 kg(约 10 N 压力)重物垂直放于薄膜表面上,在同一区域往复摩擦多次后,薄膜无破损。

## 7 结 论

经过大量的实验,制备的双波段激光防护红外减反膜经过测试结果如下:532 nm 处的  $D_0=5$ ,1064 nm 处的  $D_0=4$ ,对两个波段的激光具有很好的防护作用;3~5 μm 波段有效光的平均透射率为 96%,满足透射率要求;由于致盲武器的功率一般比较小,激光损伤阈值也能够满足有效对抗相应致盲武器干扰和破坏的要求。由于薄膜在短波区具有较强的吸收,致使激光损伤阈值不够高,所以研究能够最大限度地提高损伤阈值的工艺方法以对抗更大功率的激光武器,是今后研究的重点。

## 参 考 文 献

- 1 Yu Chuanxin, Zhang Yupeng. Scientific Technology and Future Weapons[M]. Beijing:National Defense University Press, 1996. 40~42  
于川信,张玉鹏. 科学技术与未来武器装备[M]. 北京:国防大学出版社, 1996. 40~42
- 2 Niu Yanxiong, Zhang Chu, Zhou Zenghui. Protective techniques against low-energy laser weapons[J]. *Optical Technology*, 1998, 1(1): 89~90  
牛燕雄,张 雏,周增惠. 低能激光器的防护技术[J]. 光学技术, 1998, 1(1): 89~90
- 3 Fu Xiuhua, Jiang Huilin, Fu Xinhua *et al.*. Study on multi-waveband infrared antireflection and protection film[J]. *Acta Armamentarii*, 2007, 28(10): 1183~1184  
付秀华,姜会林,付新华等. 多波段红外增透与保护膜技术的研究[J]. 兵工学报, 2007, 28(10): 1183~1184
- 4 Qiao Mingxia, Huang Wei, Zhang Bin. Determination of refractive index and thickness of YbF<sub>3</sub> and ZnS thin films from spectrophotometric method[J]. *Laser Journal*, 2006, 27(1): 24~25  
乔明霞,黄 伟,张 彬. YbF<sub>3</sub> 和 ZnS 薄膜的折射率和厚度的分光光度法测定[J]. 激光杂志, 2006, 27(1): 24~25
- 5 Tang Jinfa, Gu Peifu, Liu Xu *et al.*. Modern Optical Thin Film Technology [M]. Zhejiang: Zhejiang University Press, 2006. 43~48  
唐晋发,顾培夫,刘 旭等. 现代光学薄膜技术[M]. 浙江:浙江大学出版社, 2006. 43~48
- 6 Chen Weilan, Gu Peifu, Wang Ying *et al.*. Analysis of the thermal stress in infrared films [J]. *Acta Physica Sinica*, 2008, 57(7): 4319~4320  
陈为兰,顾培夫,王 颖等. 红外薄膜中热应力的研究[J]. 物理学报, 2008, 57(7): 4319~4320

- 7 Yu Tianyan, Zhu Furong, Liu Dingquan *et al.*. Design and deposition of broadband IR antireflection coatings on ZnS lenses [J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(2): 272~273  
于天燕, 朱福荣, 刘定全等. 硫化锌透镜中长波红外宽带增透膜的研制[J]. *光学学报*, 2005, **25**(2): 272~273
- 8 Zhang Dawei, He Hongbo, Shao Jianda *et al.*. Preparation of high power laser films based on ion beam assisted deposition[J]. *Laser Technology*, 2008, **32**(1): 57~60  
张大伟, 贺洪波, 邵建达等. 离子束辅助沉积制备高功率激光薄膜的研究[J]. *激光技术*, 2008, **32**(1): 57~60
- 9 He Caimei, Fu Xiuhua, Sun Yulin *et al.*. Study and fabrication of multi-band laser filter film[J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(6): 1550~1554  
贺才美, 付秀华, 孙钰林等. 多波段激光滤光膜的研制[J]. *中国激光*, 2009, **36**(6): 1550~1554
- 10 Hou Haihong, Shen Jian, Zhang Dawei *et al.*. Study on surface roughness of substrates under different cleaning techniques by total integrated scatter [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(6): 1559~1562  
侯海虹, 沈 健, 张大伟等. 利用总积分散射仪研究不同清洗技术下的基片表面粗糙度 [J]. *中国激光*, 2009, **36**(6): 1559~1562
- 11 Zhu Yaonan. Discussion of the measurement methods for laser induced damage threshold of optical coating [J]. *Laser Technology*, 2006, **30**(5): 532~535  
朱耀南. 光学薄膜激光损伤阈值测试方法的介绍和讨论[J]. *激光技术*, 2006, **30**(5): 532~535
- 12 Zhou Ming, Zhao Yuan'an, Li Dawei *et al.*. Laser damage of optical film with the combined irradiation of 1064 nm and 532 nm pulse[J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(11): 3050~3054  
周 明, 赵元安, 李大伟等. 1064 nm 和 532 nm 激光共同辐照薄膜的损伤[J]. *中国激光*, 2009, **36**(11): 3050~3054
- 13 Pan Yongqiang, Hang Lingxia, Liang Haifeng *et al.*. Ultrabroad band and hard infrared antireflection coatings on ZnSe for 2~16  $\mu\text{m}$ [J]. *Acta Optica Sinica*, 2010, **30**(4): 1201~1204  
潘永强, 杭凌侠, 梁海锋等. 硒化锌基底 2~16  $\mu\text{m}$  超宽带硬质红外增透膜的研制[J]. *光学学报*, 2010, **30**(4): 1201~1204