

可见与红外制导系统高通滤光片的研制

付秀华 王 刚 刘冬梅 张 静

(长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022)

摘要 可见与红外的制导系统作为一种制导手段,在军事领域得到了越来越广泛的重视。为了满足红外光学仪器的使用要求,根据薄膜光学理论对可见-红外 3 个波段进行了膜系设计;对几种常用的可见与红外材料进行对比,分别用硫化锌和氟化镱作为镀膜材料。通过电子束加热蒸发的方式,配合离子辅助沉积技术,在锗基底上制备了多层介质膜,在 450~950 nm 波段平均反射率约为 91%,3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 红外波段平均透射率约 86%。该薄膜将多个波段的要求集为一体,可使光学仪器的结构得到简化。测试结果表明,此薄膜各项指标满足使用要求。

关键词 薄膜;红外滤光膜;电子束蒸发;离子辅助沉积

中图分类号 O436 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201340.0107001

Research and Preparation of the Visible and Infrared Control and Guide System Filters

Fu Xiuhua Wang Gang Liu Dongmei Zhang Jing

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

Abstract Visible and infrared control and guide system as one of controlling means receives extensive attention increasingly in terms of military. In order to meet the requirements of infrared optical instruments, a visible and infrared triple waveband filter film system is designed according to the theory of thin film. Through the comparative study on several kinds of the common materials used in visible and infrared area, ZnS and YbF₃ are selected as the materials. On the substrate of Ge, coating with average reflectance 91% at 450~950 nm while average transmittance 86% at 3.7~4.8 μm and 7.5~9.0 μm , electron beam and ion assisted deposition technique is used in this process. More requirements are integrated into the coatings, and the structures of optical instruments can be simplified. Results of test show that all the parameters meet the requirements.

Key words thin films; infrared filters; electron beam evaporation; ion assisted deposition

OCIS codes 310.6845; 310.6860; 310.6870

1 引 言

随着红外光学技术的不断发展,红外光学材料的应用越来越广泛^[1]。锗是常用的红外光学材料,通常应用于 8~12 μm 波段,其折射率高、透射率较低,需要将其镀膜后再投入使用^[2]。另外,为了使系统结构简单,便于安装调试,现在越来越多的光学仪器希望多个波段共用一个系统,这就需要通过镀膜的手段使不同波段均能满足使用要求,这就对薄膜的设计与制造提出了新的要求。

本文研究了 3 个波段薄膜的光学性能要求,涉

及的范围从可见波段一直到中波红外波段,具体要求如下:450~950 nm 波段平均反射率约为 90%,3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 红外波段平均透射率约为 85%。重点解决两个问题:1) 多波段、宽反射带的膜系设计与优化;2) 研究离子源的工艺参数对薄膜表面粗糙度的影响。

2 材料选取与膜系设计

2.1 材料选取

在选取镀膜材料时,需要考虑膜料的吸收损耗、

收稿日期: 2012-07-19; 收到修改稿日期: 2012-09-15

作者简介: 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

机械牢固度和抗腐蚀能力^[3]。根据光学元件光谱性能的要求,即 450~950 nm 波段高反射,3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 波段高透射,通过前期多次实验,选取高折射率膜料为硫化锌,低折射率材料为氟化铯。

2.2 膜系设计

从具体参数的要求分析,450~950 nm 的高反射带和中红外波段的增透区看作是一个长波通滤光片^[4],其初始膜系采用 Sub|(0.5HL0.5H)^s|Air。其中 Sub 为基底,Air 为空气,H 和 L 分别代表 λ/4 光学厚度的 ZnS 和 YbF₃,s 为整数。一个高反射膜堆的反射带宽 Δλ 可计算为^[5]

$$\Delta\lambda = \lambda_0/(1 - \Delta g) - \lambda_0/(1 + \Delta g) \approx 2\Delta g\lambda_0, \quad (1)$$

式中

$$\Delta g = \frac{2}{\pi} \arcsin \frac{n_H - n_L}{n_H + n_L}, \quad (2)$$

λ₀ 为中心波长,n_H 和 n_L 分别为 λ/4 光学厚度的 ZnS 和 YbF₃ 的折射率。

经计算,当中心波长 λ₀ = 750 nm 时,反射带宽 Δλ ≈ 300 nm,显然反射带的宽度不够,因此采用了叠加高反射膜堆的办法来扩展带宽。高反射膜堆的

位置要选择恰当,既不能过于密集而无法有效地展宽反射带,又不能间隔太远而在反射带中间产生透射峰。经过多次尝试,确定膜系为 Sub|1.2H(2.4L 2.4H)⁷ 2.4L(2.2H2.2L)⁴(2H2L)⁴(1.7H1.7L)⁵(1.4H1.4L)⁵(1.2H1.2L)⁴(HL)⁴|Air。膜系的反射率采用矩阵法来计算:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{j=1}^K \begin{bmatrix} \cos \delta_j & \frac{i}{\eta_j} \sin \delta_j \\ i\eta_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_{K+1} \end{bmatrix}, \quad (3)$$

其中,

$$\delta_j = \frac{2\pi N_j d_j \cos \theta_j}{\lambda},$$

$$\eta_j = \begin{cases} N_j / \cos \theta_j, & \text{P polarized wave} \\ N_j \cos \theta_j, & \text{S polarized wave} \end{cases} \quad (4)$$

式中 δ_j 是第 j 层膜的相位厚度,η_j 是第 j 层膜的有效导纳,N_j 是光学导纳,θ_j 是第 j 层膜的入射角,d_j 是第 j 层膜的物理厚度。多层膜和基底的组合导纳为 Y = C/B。反射率为

$$R = \frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right)^* \quad (5)$$

膜系的反射率曲线如图 1 所示。

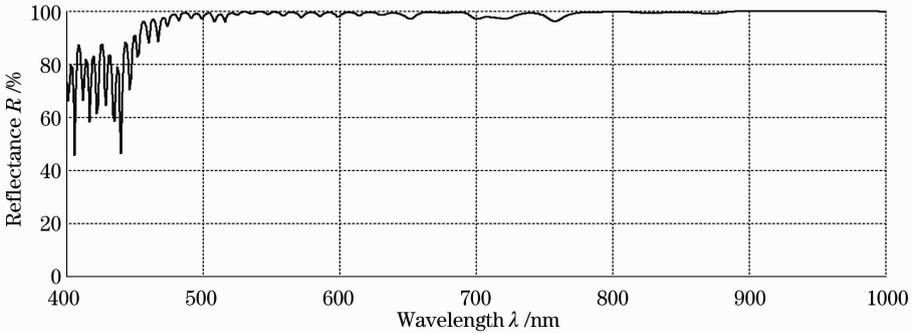


图 1 450~950 nm 波段的理论反射率曲线

Fig. 1 Theoretical reflectance curve of 450~950 nm wave band

但是,在 3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 的中波红外透射带的曲线如图 2 所示,可以看到透射带有很深的波纹,使得这两个区域的透射率无法满足要求。造成这种现象的原因是在交替镀制膜厚为 λ/4 整数倍的高低折射率膜层时,膜层的反射率将在两个极值之间振荡。两个极值的表达式为

$$R_1 = (\eta_0 - \eta_g)^2 / (\eta_0 + \eta_g)^2, \quad (6)$$

$$R_2 = (\eta_0 - E^2 / \eta_g)^2 / (\eta_0 + E^2 / \eta_g)^2. \quad (7)$$

式中 R₁ 和 R₂ 是反射率,η₀ 是入射介质折射率,η_g 是基底折射率,E 是等效折射率。

解决这一问题的方法是在膜系的两边改变周期膜系的膜层厚度,使多层膜的等效折射率与入射介质和基底相匹配^[6]。用 TFCalc 膜系设计软件对原

膜系的前 16 层和最后 6 层进行优化,最终膜系确定为 Sub|2.08H 0.31L 10.08H 0.72L 5.17H 1.53L 0.99H 0.72L 6.90H 0.72L 1.01H 9.67L 2.49H 3.29L 13.14H 0.72L... 1.10H 5.28L 2.81H 0.72L 1.10H 12.06L|(省略号中的是规整膜系)。共计 74 层,总的物理厚度为 9204 nm。优化后的中波红外双波段透射率曲线如图 3 所示。可以看到理论的平均透射率为 60%(未考虑背面反射)。

锗未镀膜时表面反射率约为 35%,故另一面需要镀制增透膜以提高中红外双波段的透射率。所用的材料是硅和氟化铯,利用膜系设计软件经优化后得到的膜系为 Sub|9.88H 2.47L 3.05H 9.57L|Air。添加后表面膜系后的理论设计曲线如图 4 所

示。可以看出另一面镀增透膜后,理论平均透射率可达到 93%。

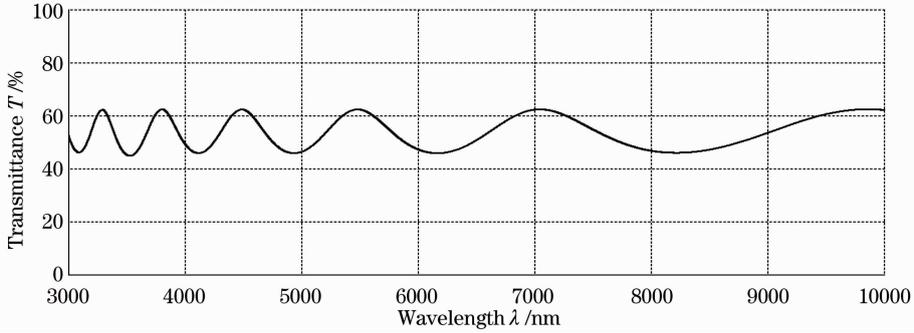


图 2 3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 波段的理论透射率曲线

Fig. 2 Theoretical transmittance curve of 3.7~4.8 μm and 7.5~9.0 μm wave bands

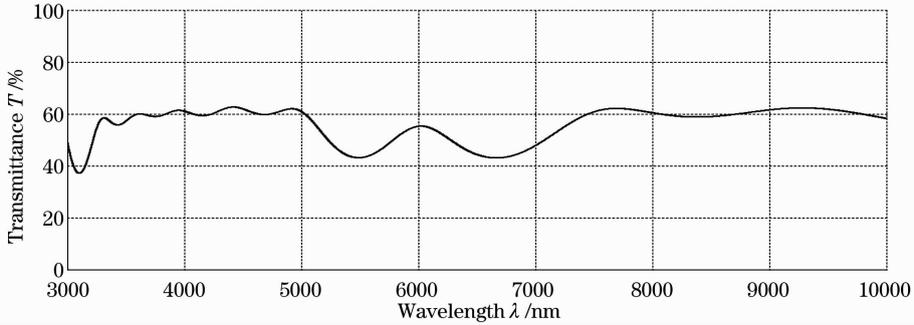


图 3 优化后的 3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 波段的理论透射率曲线

Fig. 3 Theoretical transmittance curve of 3.7~4.8 μm and 7.5~9.0 μm wave bands after optimization

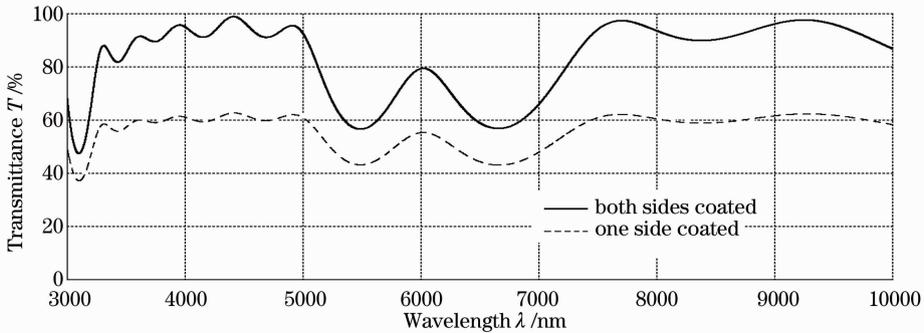


图 4 双面镀膜后的 3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 波段的理论透射率曲线

Fig. 4 Theoretical curves of 3.7~4.8 μm and 7.5~9.0 μm wave bands that both sides of the substrate coated

3 薄膜制备

3.1 淀积工艺

薄膜的制备是在 900 型真空镀膜机上实现的。采用电子束加热蒸发,同时用考夫曼离子源进行离子辅助淀积,用光学极值控制法来控制薄膜的物理厚度,石英晶控仪控制膜料的蒸发速率。

在薄膜镀制过程中,当基底温度超过 300 $^{\circ}\text{C}$ 时, ZnS 停止凝结,所以在制作过程中基底温度较低,为 120 $^{\circ}\text{C}$,同时考虑到 ZnS 容易分解,因此提高了它的蒸发速率,将其设置为 1 nm/s。而与此相反, YbF₃ 的蒸发速率则不宜太快,经实验验证,应控制在

0.3 nm/s, 否则容易脱膜^[7]。

3.2 离子源参数的确定

为了保证在低温镀制时膜层的致密性,在镀制过程中用到了离子源辅助淀积。其原理是利用离子的轰击,让膜料粒子得到足够多的动能,改变薄膜的生长结构,填充膜内的空隙,使膜层表面更加光滑^[8]。离子源工作时的各项参数如表 1 所示。

在镀制时将离子源束流设定为 50 mA,镀完后用 UV-3150 分光光度计测试 450~950 nm 波段范围内的反射率,结果如图 5 所示。从图 5 可以看出, 450~950 nm 波段的反射率很低,平均反射率只有

58%。将膜层表面放到显微镜下放大 400 倍观察,如图 6 所示。从图中可以看出膜层已被严重破坏,表面有密集的凹陷点,产生了散射的效果,导致反射率降低。进一步研究发现,离子束在轰击时,先是膜层表面的凸起部分受到作用,使膜层表面变得比较光滑,随着时间的增加,离子轰击开始作用于膜层表面的凹陷部分,进一步的改善膜层表面质量。但如果能量过大,离子源产生的高能粒子会在光滑的膜层表面产生刻蚀作用,反而会使薄膜产生新的缺陷,降低膜层质量^[9]。因此需要重新调整离子源参数。

表 1 考夫曼离子源参数

Table 1 Parameters of Kaufmann ion source

Parameter	Value
Argon flow /CCM	12
Plate voltage /V	420
Acceleration voltage /V	275
Anode voltage /V	55
Neutralizing current /A	13.5
Cathodic current /A	14
Ion beam current /mA	50

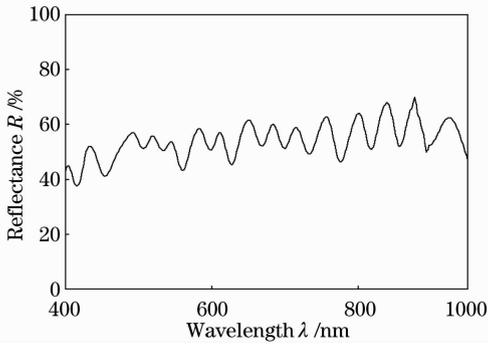


图 5 450~950 nm 波段实测反射率曲线

Fig. 5 Measured reflectance curve of 450~950 nm wave band

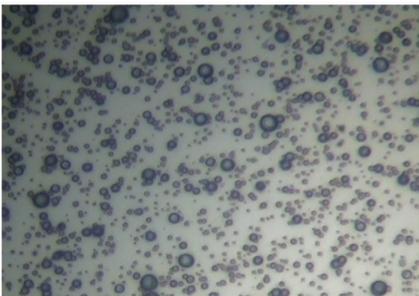


图 6 放大 400 倍的膜层表面

Fig. 6 Film surface magnified 400 times

为了能更有效率地调整离子源参数,选择镀制 $\text{Sub}|(2.2\text{H}_2.2\text{L})^4(2\text{H}_2\text{L})^4|\text{A}$ 膜系,这样做即能节约时间,同时能看出调整后的效果。调整的

主要对象是离子束流,束流逐步降低,膜料粒子数量减少,能有效地减少刻蚀作用。实验过程与结果如表 2 所示,表面粗糙度如图 7~9 所示,膜系的反射率曲线如图 10~12 所示。

表 2 离子束流大小与膜系反射率关系

Table 2 Relationship between the size of ion beam and the film reflectance

Experiment times	Ion beam current /mA	Film reflectance /%
First	10	93
Second	27	98
Third	35	90

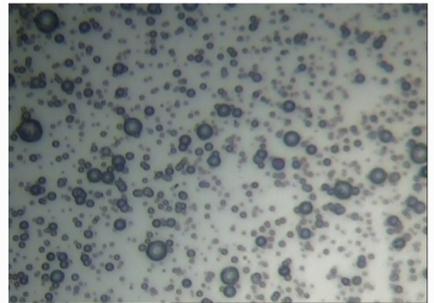


图 7 离子束流为 35 mA 时膜层表面质量

Fig. 7 Film surface with the ion beam current of 35 mA



图 8 离子束流为 27 mA 时膜层表面质量

Fig. 8 Film surface with the ion beam current of 27 mA

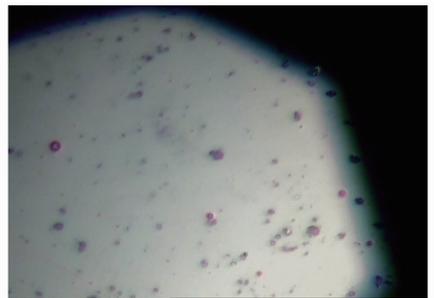


图 9 离子束流为 10 mA 时膜层表面质量

Fig. 9 Film surface with the ion beam current of 10 mA

从以上测试结果可以看出,当离子束流为 27 mA 时,反射率达到最大值;当离子束流为 10 mA 和 35 mA 时,反射率均有所下降,但造成反射率下降的原因并不相同。当离子束流为 10 mA 时,表面

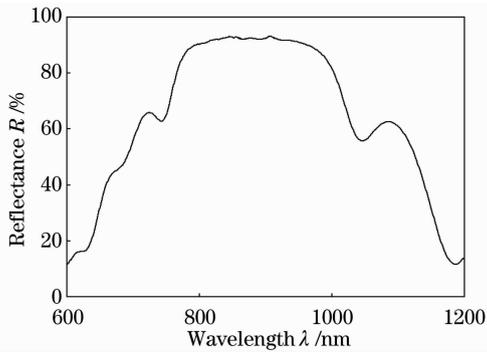


图 10 离子束流为 35 mA 时膜层反射率曲线
Fig. 10 Measured reflectance curve with the ion beam current of 35 mA

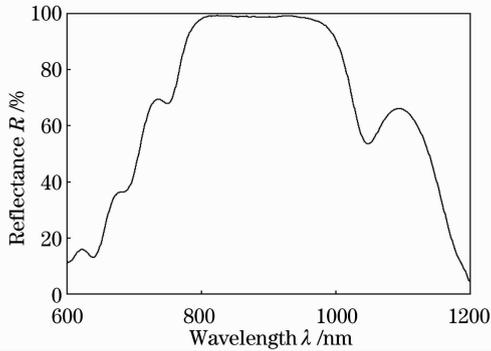


图 11 离子束流为 27 mA 时膜层反射率曲线
Fig. 11 Measured reflectance curve with the ion beam current of 27 mA

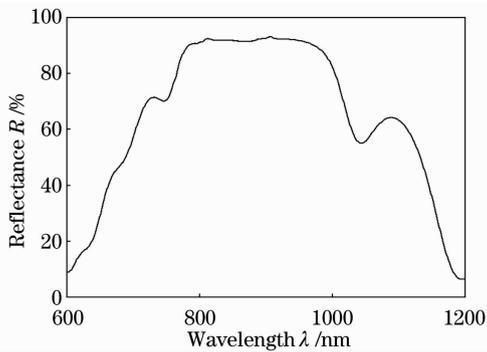


图 12 离子束流为 10 mA 时膜层反射率曲线
Fig. 12 Measured reflectance curve with the ion beam current of 10 mA

表 3 修改后的考夫曼离子源参数

Table 3 Parameters of Kaufmann ion source

Parameter	Value
Argon flow /CCM	12
Plate voltage /V	420
Acceleration voltage /V	275
Anode voltage /V	55
Neutralizing current /A	13.5
Cathodic current /A	14
Ion beam current /mA	27

有凸起,不光滑,膜层致密性也较差,容易脱膜,反射率降低;但当离子束流为 35 mA 时,能量过大,使膜层表面被破坏,造成反射率降低。根据以上结果分析,最终确定离子束流为 27 mA。调整后离子源的工作参数如表 3 所示。

4 测试与分析

4.1 薄膜光学性能测试与分析

用 UV-3150 分光光度计测试 450~950 nm 波段范围内的反射率,用显微镜检测了膜系的表面质量,又用 VARIAN 傅里叶红外分光仪测试中红外双波段的透射率。结果分别如图 13~15 所示。

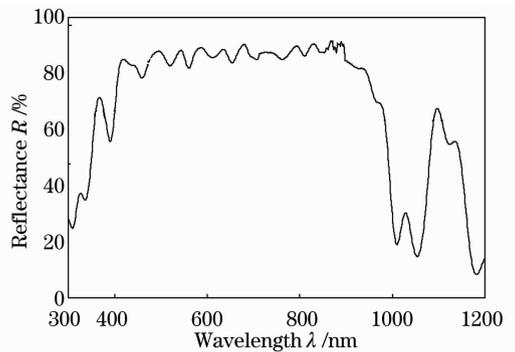


图 13 450~950 nm 波段实测反射率曲线
Fig. 13 Measured reflectance curve of 450~950 nm wave band

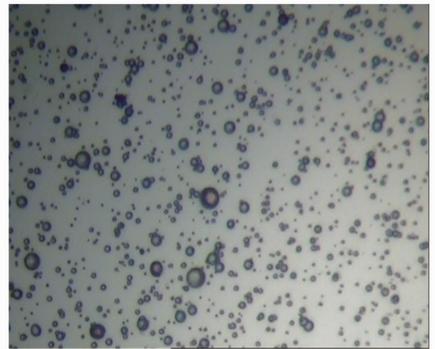


图 14 放大 400 倍的膜层表面

Fig. 14 Film surface magnified 400 times

发现膜层的表面质量比之前测试时的结果较差,这主要是因为全程的时间较长(约 9 h),膜层经过长时间离子轰击,表面质量有所下降。

经测试,所镀制的膜层在 450~950 nm 波段范围内,反射率与第一次实验相比有了很大的提高,中红外双波段的透射率也基本没有受到影响。这说明通过调整离子源的工艺参数,保护膜层不受破坏进而提高反射率的方法是正确可行的。

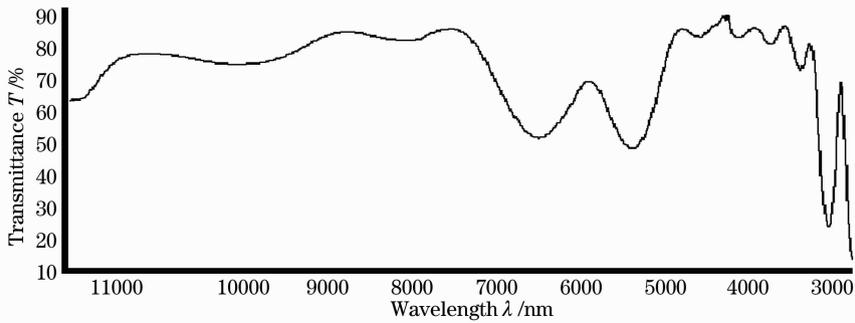


图 15 3.7~4.8 μm 和 7.5~9.0 μm 波段实测透射率曲线

Fig. 15 Measured transmittance curve of 3.7~4.8 μm and 7.5~9.0 μm wave bands

4.2 环境测试

附着力测试:将粘性强度大于 3 N/cm² 胶带紧紧粘在薄膜表面上,用垂直于薄膜表面的拉力快速地将胶带从薄膜边缘剥离样片,重复 10 次后,无脱膜现象。

湿度测试:将实验的样品放入水中,煮沸 1 h,取出后没有发现脱膜现象。

5 结 论

通过理论设计和大量的实验,研制了在锗基底上的可见-红外多波段的反射和增透膜系。在膜系镀制过程中,用电子束加热蒸发,利用光学极值控制法和石英晶体控制法来监控膜厚,采用离子源辅助淀积并反复调整其工艺参数,使其既能提高膜层的牢固度,又不至于将膜层破坏。所制备的薄膜,在 3 个波段上基本满足光学性能使用要求,均通过了环境测试。

参 考 文 献

1 Li Gang, Du Juan, Tian Qiu *et al.*. The design and fabrication of 8~11.5 μm filter film on Ge substrate [J]. *Infrared Technology*, 2008, **30**(3): 139~142
李 刚, 杜 鹃, 田 湫等. Ge 基底 8~11.5 μm 长波通滤光膜的研制[J]. *红外技术*, 2008, **30**(3): 139~142
2 Pan Yongqiang, Zhu Chang, Hang Lingxia *et al.*. Double waveband (3~5 μm and 8~12 μm) high performance infrared anti-reflection coatings on germanium substrate [J]. *Laser & Infrared*, 2004, **34**(5): 372~374

潘永强, 朱 昌, 杭凌侠等. 锗基底 3~5 μm 和 8~12 μm 双波段红外增透膜研究[J]. *激光与红外*, 2004, **34**(5): 372~374
3 Gong Dawei, Fu Xiuhua, Geng Siyu *et al.*. Design and manufacture of infrared double waveband laser filter films [J]. *Chinese Optics*, 2011, **4**(3): 293~298
宫大为, 付秀华, 耿似玉等. 红外双波段激光滤光膜的研制[J]. *中国光学*, 2011, **4**(3): 293~298
4 Fu Xiuhua, Sun Yulin, He Caimei *et al.*. Multi-band visible and IR optical film on ZnS substrate [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2009, **38**(5): 803~806
付秀华, 孙玉林, 贺才美等. 硫化锌基底可见-红外多波段的光学薄膜[J]. *红外与激光工程*, 2009, **38**(5): 803~806
5 Tang Jinfa, Gu Peifu, Liu Xu *et al.*. Modern Optical Thin Film Technology [M]. Zhejiang: Zhejiang University Press, 2006. 118~123
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. 118~123
6 Yang Yongliang, Liu Guojun, Fu Xiuhua *et al.*. Study and fabrication of filter film in laser identification between friend or foe system [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, **32**(1): 0131002
杨永亮, 刘国军, 付秀华等. 激光敌我识别系统中滤光膜的研制 [J]. *光学学报*, 2012, **32**(1): 0131002
7 Shi Peng, Fu Xiuhua, Sun Yan *et al.*. Design and fabrication of double wavelength laser protective infrared antireflection coatings [J]. *Chinese J. Lasers*, 2011, **38**(4): 0407003
石 澎, 付秀华, 孙 岩等. 双波段激光防护红外减反射膜的研制 [J]. *中国激光*, 2011, **38**(4): 0407003
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. 离子束辅助淀积制备高功率激光薄膜的研究 [J]. *激光技术*, 2008, **32**(1): 57~60
9 Pan Yongqiang, Hang Lingxia, Wu Zhensen *et al.*. Influence of ion beam post-treatment on surface roughness of TiO₂ thin films [J]. *Chinese J. Lasers*, 2010, **37**(4): 1108~1112
潘永强, 杭凌侠, 吴振森等. 离子束后处理对 TiO₂ 薄膜表面粗糙度的影响 [J]. *中国激光*, 2010, **37**(4): 1108~1112

栏目编辑: 韩 峰