

## 激光与光电子学进展

## 凸面锗窗口亚波长抗反射结构的设计与制备

陈佛奎<sup>1,2</sup>, 丁江<sup>1</sup>, 余明<sup>2</sup>, 马翠<sup>2</sup>, 林慧<sup>2\*</sup><sup>1</sup>广西大学机械工程学院, 广西 南宁 530004;<sup>2</sup>中国科学院深圳先进技术研究院, 广东 深圳 518055

**摘要** 红外光学成像系统的灵敏度与光学窗口透射率密切相关, 锗窗口是红外光学系统的常用窗口, 在锗窗口上制备亚波长结构可以增强抗反射性能从而提高透射率, 且常选择凸面窗口以获得更大的视场角。针对在曲面窗口上亚波长结构的制备工艺较为复杂的难题, 本文运用柔性紫外纳米压印方法 (soft UV-NIL), 在凸面锗窗口表面高效、高质量地制备了亚波长抗反射结构。首先基于时域有限差分方法优化设计了亚波长抗反射结构参数, 然后基于 soft UV-NIL 工艺制备了符合设计要求的亚波长结构。测试结果表明, 在 3.55~5.55  $\mu\text{m}$  波长范围内, 凸面锗窗口单面平均透射率由 65.81% 提升到 78.68%, 在波长为 4.4  $\mu\text{m}$  处, 透射率由 65.85% 提升至 83.13%, 实现了中红外宽波段抗反射效果。

**关键词** 光学设计; 微结构制造; 亚波长结构; 柔性紫外纳米压印; 抗反射

中图分类号 O485

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP213148

## Design and Fabrication of the Antireflection Subwavelength Structure of Convex Germanium Optical Window

Chen Fokui<sup>1,2</sup>, Ding Jiang<sup>1</sup>, Yu Ming<sup>2</sup>, Ma Cui<sup>2</sup>, Lin Hui<sup>2\*</sup><sup>1</sup>School of Mechanical Engineering, Guangxi University, Nanning 530004, Guangxi, China;<sup>2</sup>Shenzhen Institute of Advanced Technology, Chinese Academy of Sciences, Shenzhen 518055, Guangdong, China

**Abstract** The sensitivity of infrared optical imaging systems is closely related to the transmittance of optical windows, and Ge windows are commonly used windows in infrared optical systems. Fabrication of subwavelength structures on Ge windows can enhance the antireflection performance so as to improve the optical transmittance, and the Ge windows are usually convex shaped to get a larger field angle. However, based on current methods, it is difficult and complicated to fabricate subwavelength structures on curved windows. To solve this problem, this study presented an efficient and high-quality way to fabricate subwavelength antireflection structures on the convex Ge window based on soft ultraviolet nanoimprint lithography (soft UV-NIL). The parameters of the subwavelength antireflection structures were optimized based on the finite-difference time-domain method first. The subwavelength structures were fabricated on the convex Ge window by soft UV-NIL. Test result shows that the average single-side transmittance of the convex Ge window is raised from 65.81% to 78.68% in the region of 3.55–5.55  $\mu\text{m}$ , and specifically, from 65.85% to 83.13% at the wavelength of 4.4  $\mu\text{m}$ . As a result, the broadband antireflection performance in mid-infrared is realized.

**Key words** optical design; microstructure fabrication; subwavelength structures; soft ultraviolet nanoimprint lithography; antireflection

## 1 引言

红外光学系统广泛应用于军事、商用、探测、科学研究等领域<sup>[1-4]</sup>, 红外光学系统的成像灵敏度与系统窗口光通量密切相关, 因此通过抗反射技术提高红外光学窗口的透射率具有重要意义。

抗反射技术主要分为两种: 一种是蒸镀多层增透膜的传统方法, 但此类膜系的波长带通有限, 且由于中红外窗口材料折射率通常较高, 根据薄膜抗反射原理<sup>[5]</sup>, 可用于制备抗反射膜的材料稀少; 另一种是通过制作亚波长结构 (SWS)<sup>[6-7]</sup>来实现抗反射。亚波长结构是一种周期小于入射光波长的微纳结构, 这种抗反

收稿日期: 2021-12-03; 修回日期: 2022-01-09; 录用日期: 2022-01-13; 网络首发日期: 2022-01-23

基金项目: 国家自然科学基金(U1713210)、深圳基础研究计划(JCYJ20170818163928953)

通信作者: \*hui.lin@siat.ac.cn

射结构的研究起源于夜晚飞蛾眼的低反射系数<sup>[8]</sup>,通过改变微纳结构图形的高度、占空比等参数,可以等效成任意折射率材料,实现宽波段增透效果,同时解决中红外窗口增透膜材料的稀缺性问题。近年来,科研人员对亚波长结构展开了持续且深入的研究,发展出了圆锥状<sup>[9]</sup>、金字塔状<sup>[10]</sup>、圆孔状<sup>[11-12]</sup>、带孔三角状<sup>[13]</sup>以及其他形状的结构<sup>[14-16]</sup>。在实践中,红外光学窗口常选择凸面窗口以获得更大的视场角,而常用的亚波长结构制备方法不易在非平面表面实现,因此探索在曲面上制备亚波长结构的工艺十分必要。本文首先运用时域有限差分法,设计了锗基底上的中红外亚波长抗反射结构,仿真优化出圆柱形亚波长结构的合适高度与直径。运用柔性紫外纳米压印(soft UV-NIL)技术在凸面锗窗口表面高效制作出抗反射结构,测试证明所

制备的亚波长结构有效提升了锗窗口的透射率。

## 2 基本原理

本文主要针对垂直入射光进行抗反射研究。根据衍射理论,当光线垂直入射时,如果亚波长结构周期  $T$  满足下式条件,则将只有零级衍射存在<sup>[17]</sup>,

$$T < \frac{\lambda}{n}, \quad (1)$$

式中:  $\lambda$  为入射光的波长;  $n$  为亚波长结构材料的折射率。

如图 1(a) 所示,当  $T$  满足式(1)时,根据等效介质理论<sup>[18]</sup>,亚波长结构可以等效成一层带有振幅调制和均匀相位响应的抗反射膜,等效膜的折射率介于空气折射率  $n_0$  与材料折射率  $n_s$  之间。渐变的结构可以等效成无数层折射率渐变的抗反射膜,如图 1(b) 所示。

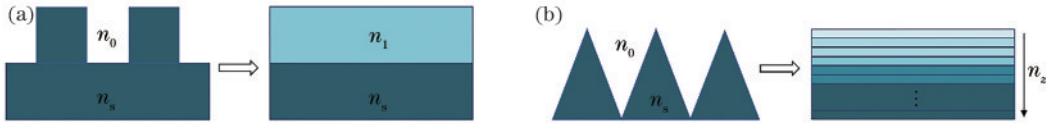


图 1 等效介质理论。(a)单层介质;(b)渐变折射率层

Fig. 1 Effective-medium theory. (a) Single layer; (b) graded refractive index layer

二维光栅等效折射率与占空比以及材料折射率  $n_s$  相关,本文研究的二维光栅等效折射率  $n_e$ <sup>[19]</sup>可表示为

$$n_e = \left| \frac{[1 - F^2 + F^2 n_s^2][F^2 + (1 - F^2)n_s^2] + n_s^2}{2[F^2 + (1 - F^2)n_s^2]} \right|^{1/2}, \quad (2)$$

式中:  $F$  代表亚波长结构的占空比。可见,改变占空比即可以改变此结构等效介质膜的折射率。在有多层抗反射亚波长结构时,结构可等效成多层抗反射膜,通过调整等效折射率和厚度即可改变邻层等效抗反射膜之间的反射率,进而减小等效多层膜系的整体反射率,实

现抗反射的功能。

本文设计的亚波长结构如图 2 所示,采用柔性紫外纳米压印工艺,亚波长结构制作于紫外固化树脂 NOA63<sup>[20]</sup>上,亚波长结构选择二维等间距排列的圆柱体,图中  $T$  为阵列周期,  $D$  为圆柱体直径,  $H$  为圆柱体高度,  $h$  为内层紫外固化树脂厚度。根据等效介质原理分析本文设计的圆柱体亚波长结构可等效成单层抗反射膜,外层等效抗反射膜折射率可以通过调整圆柱体参数来改变折射率,从而与内层膜匹配以减少反射光。

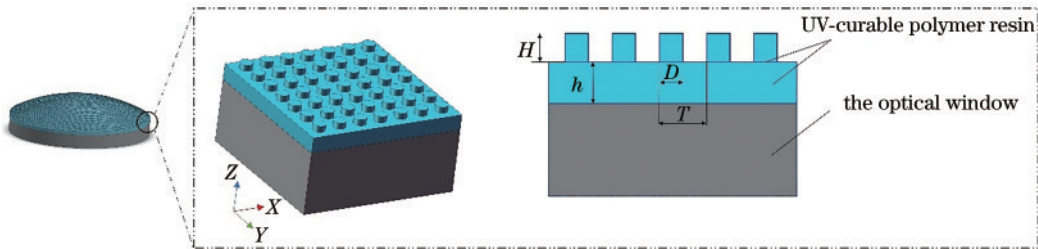


图 2 亚波长结构锗窗口示意图

Fig. 2 Schematic diagram of the Ge optical window with SWS

## 3 亚波长结构参数设计

根据数据手册及红外光谱椭圆仪(IR-VASE, J. A. Woollam Co., 美国)测试可知,紫外固化树脂 NOA63 在 3.55~5.55  $\mu\text{m}$  波段的折射率为 1.4~1.5016,消光系数小于 0.005,适合作为锗基底上的亚波长结构层材料。NOA63 在波长为 3.55  $\mu\text{m}$  处折射率最大,为

1.5016。据式(1)可知,在 3.55~5.55  $\mu\text{m}$  波长范围内要实现只有零级衍射,周期需满足小于 2.364  $\mu\text{m}$ 。本文运用 FDTD solution<sup>[19]</sup>软件进行亚波长抗反射结构参数设计,该软件基于时域有限差分法对麦克斯韦方程组进行求解,在电磁场与电磁波的研究中得到广泛应用。在仿真计算中,根据匀胶情况将内层紫外固化树脂厚度  $h$  设计为 8  $\mu\text{m}$ ,根据零级衍射条件和母模板情

况将二维圆柱光栅周期  $T$  设计为  $2.3 \mu\text{m}$ 。

首先,将圆柱直径  $D$  固定为  $1 \mu\text{m}$ ,仿真分析圆柱高度  $H$  对透射率的影响。在  $3.55 \sim 5.55 \mu\text{m}$  波长范围内,每间隔  $2.002 \text{ nm}$  取一次仿真波长点,计算 1000 个不同波长下的透射率并求其平均值作为单面平均透射率。具有亚波长结构的锗窗口,其单面平均透射率随亚波长结构高度变化曲线如图 3 所示。随着高度  $H$  由  $0.5 \mu\text{m}$  增加到  $4.5 \mu\text{m}$ ,单面平均透射率波动不超过 1%,可见,圆柱高度  $H$  的变化对单面平均透射率影响较小,且透射率随高度变化呈现出近似正弦周期性关系。由于圆柱高度  $H$  过大会给纳米压印脱模带来不便,后续研究将其值定为  $1.2 \mu\text{m}$ 。

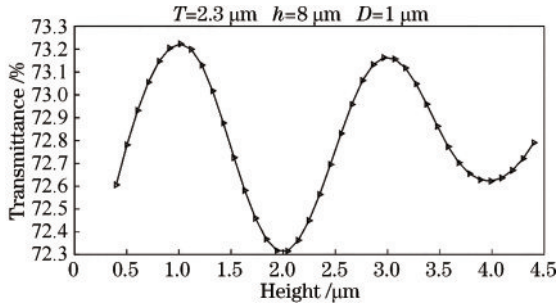


图 3 Ge 窗口单面平均透射率随圆柱高度变化曲线

Fig. 3 Curve of the average single-side transmittance of Ge Window with different cylinder heights

接着,设置圆柱高度  $H=1.2 \mu\text{m}$ ,周期  $T=2.3 \mu\text{m}$ ,内层紫外固化树脂厚度  $h=8 \mu\text{m}$ ,计算在  $3.55 \sim 5.55 \mu\text{m}$  波长范围内,不同圆柱直径  $D$  对应的亚波长结构的透射率,结果如图 4 所示。无亚波长结构的锗基底,单面透射率约为 63.81%,添加不同直径亚波长结构后,单面透射率均有明显提高,但只有当圆柱直径  $D$  为  $1.2 \mu\text{m}$  和  $1.6 \mu\text{m}$  时,实现了全波段的抗反射,综合性能较适合用来制备抗反射结构。

紫外纳米压印过程中和翻模过程中可能存在软模

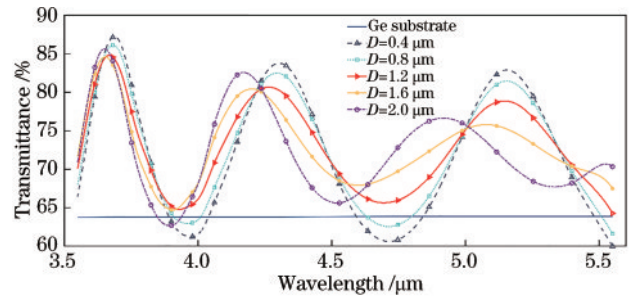


图 4 Ge 窗口在不同圆柱直径下的单面透射率

Fig. 4 Single-side transmittance of Ge Window with different cylinder diameters

板膨胀以及填充不充分等情况,这些情况会导致压印后的圆柱体周期略大于母模板的周期,高度稍低于母模板圆柱体高度。结合以上仿真分析,为了获得更好的透射率性能,将母模板和抗反射亚波长结构参数设置如表 1 所示。

表 1 母模板与抗反射结构的设计参数

Table 1 Designed parameters of the master mold and the antireflection structure

| Parameter              | $T / \mu\text{m}$ | $D / \mu\text{m}$ | $H / \mu\text{m}$ |
|------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Mastermold             | 2.2               | 1.15              | 1.3               |
| Antireflection coating | 2.3               | 1.2               | 1.2               |

## 4 实验及结果

采用直径为  $25.4 \text{ mm}$ 、焦距为  $227 \text{ mm}$ 、折射率为 4 的锗平凸透镜(沈阳亿贝特光电有限公司)作为窗口基底,在凸面上制备亚波长抗反射结构。

母模板由硅材料制成,按照表 1 所述参数进行定制(盐城德晶科技有限公司)。采用扫描电子显微镜(SEM, VEGA 3 SBH 型, Tescan Ltd., 捷克)对母模板进行测试,其参数如图 5 所示,圆柱体直径为  $1.14 \mu\text{m}$ ,周期为  $2.22 \mu\text{m}$ ,高度为  $1.3 \mu\text{m}$ ,符合设计要求。

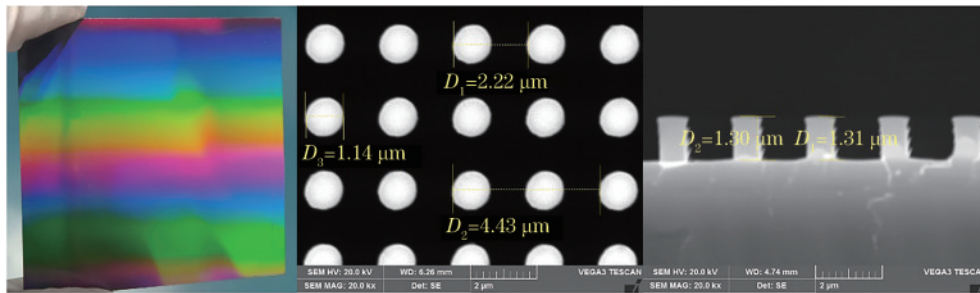


图 5 母模板实拍图及 SEM 显微图

Fig. 5 Physical image and SEM photomicrograph of the master mold

为了将平面母模板的亚波长结构转移到凸面锗窗口上,我们采用了柔性纳米压印方法进行制作<sup>[21-23]</sup>。主要步骤包括:1)将平面母模板的亚波长结构转移到聚二甲基硅氧烷(PDMS)柔性模板上;2)通过柔性纳米压印将 PDMS 柔性模板上的亚波长结构转移到凸

面锗窗口上。

### 4.1 PDMS 柔性模板制作

柔性紫外纳米压印的第一步是制备 PDMS 柔性模板,制备过程如图 6 所示。将液体 PDMS 放入型号为 BZF-30 的真空箱(上海博讯仪器有限公司),对真空

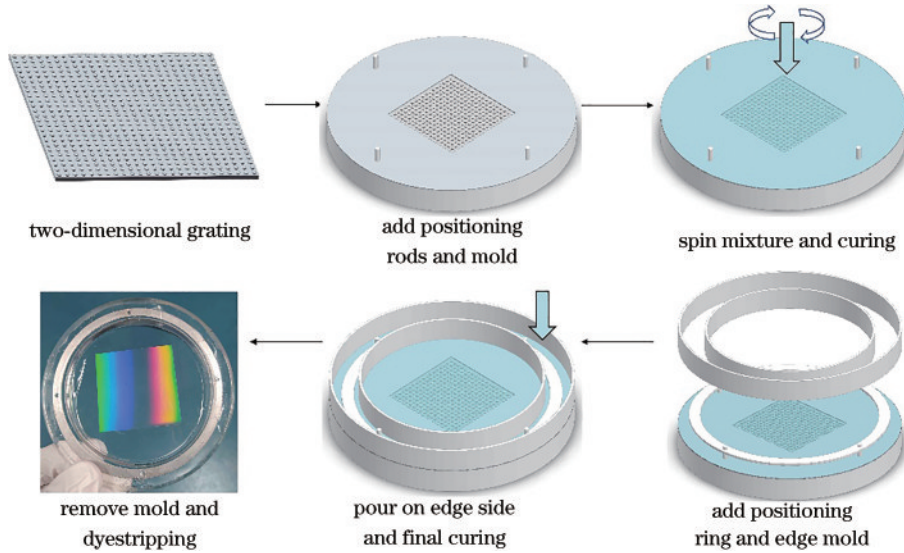


图 6 PDMS 柔性模板制作流程

Fig. 6 Process of fabricating the PDMS soft mold

箱作抽真空处理,然后通过 12A 匀涂仪(章丘市冠牌电子设备厂)将 PDMS 均匀地旋涂在母模板及其夹具表面,旋涂完将后将它们放入型号为 DZF-6030A 的真空加热箱(上海一恒科学仪器有限公司)进行预固化,多次旋涂固化后加入固定铁环以增加软膜边缘的刚度,最终固化后完成揭膜。

#### 4.2 柔性纳米压印

如图 7 所示,首先在凸面锲窗口表面旋涂紫外固

化树脂 NOA63,再采用自主研发的紫外固化设备进行预固化<sup>[21-23]</sup>。将带有预固化树脂的锲与 PDMS 柔性模板放入固定位置,通过密封处理后对上下腔进行相应的抽真空处理,PDMS 在压力差的作用下变形,并与凸面锲窗口表面预固化的 NOA63 贴合。NOA63 在压力与毛细力的作用下,被填充入 PDMS 微结构空隙中,曝光结束后下腔连接大气以减小压力差,从而使 PDMS 恢复原状完成脱模,压印完成。

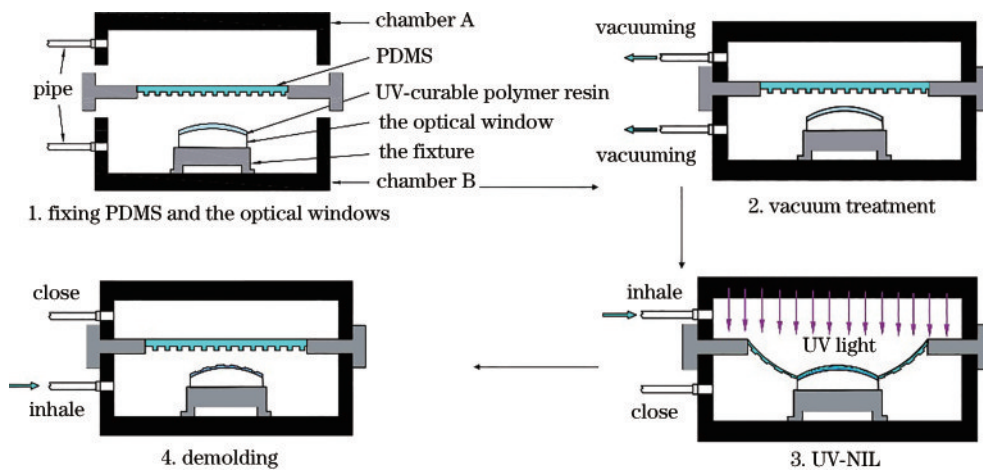


图 7 柔性紫外纳米压印流程示意图

Fig. 7 Schematic of process of soft UV-NIL

#### 4.3 实验结果与分析

对凸面锲窗口利用压印平台进行柔性纳米压印,压印前后的凸面锲窗口样品分别如图 8(b)、(c)所示。

采用扫描电子显微镜测试了压印完成后的样品微观形貌。如图 9 所示,亚波长结构制作均匀,垂直度与侧面光滑程度较高,证明了柔性紫外纳米工艺可以高质量地制备亚波长抗反射结构。经过柔性紫外纳米压印后,由于 PDMS 柔性模板的变形以及翻模过程中填

充不充分等原因,周期  $T$  较母模板略有增加,圆柱高度  $H$  略有降低。经 Dektak 薄膜表面形状分析仪(Bruker Ltd.)与扫描电子显微镜测试,测量参数与设计参数如表 2 所示,最终的成品达到了设计目标。

通过 Vertex 80V 傅里叶变换红外光谱仪(Bruker Ltd.)对压印前后的锲窗口样品进行透射率测试。注意,亚波长抗反射结构制作于锲窗口凸面,而所测透射率数据为经过了锲窗口两个表面的双面透射率。测试

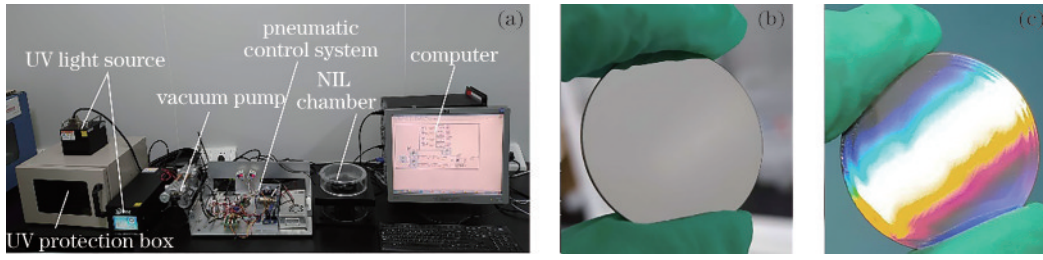


图 8 压印平台与样品压印前后实拍图。(a)柔性紫外压印平台;(b)压印前凸面锗窗口;(c)压印后凸面锗窗口  
Fig. 8 Physical image of the platform and samples before and after embossing. (a) Platform of the soft UV-NIL; (b) convex Ge window before embossing; (c) convex Ge window after embossing

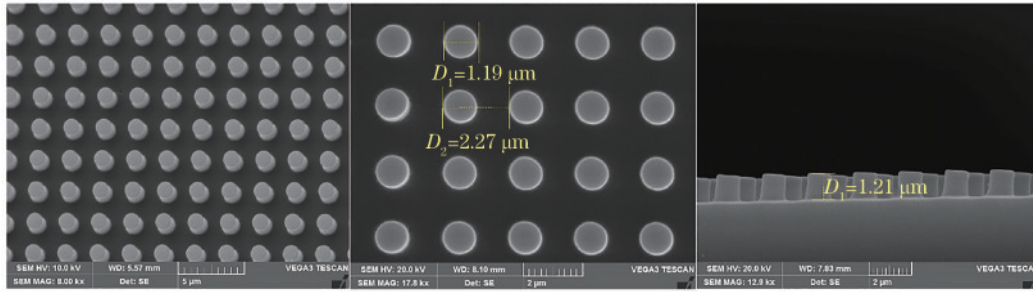


图 9 亚波长抗反射结构 SEM 显微图  
Fig. 9 SEM photomicrograph of the antireflection SWS

表 2 亚波长抗反射结构设计与实际参数

Table 2 Design and real parameters of the antireflection SWS

| Value          | $h$         | $D$            | $H$            | $T$            |
|----------------|-------------|----------------|----------------|----------------|
| Designed value | 8           | 1.2            | 1.2            | 2.3            |
| Real value     | $8 \pm 0.5$ | $1.2 \pm 0.05$ | $1.2 \pm 0.05$ | $2.3 \pm 0.05$ |

unit:  $\mu\text{m}$

结果如图 10(a)所示。本文中未处理的凸面锗窗口双面透射率在 43.31% 左右,相较于未处理凸面锗窗口,具有设计亚波长结构压印的凸面锗窗口在 3.55~5.55  $\mu\text{m}$  波长范围内双面平均透射率由 43.31% 提升至约 51.78%,在波长为 4.4  $\mu\text{m}$  附近,双面平均透射率提升最显著,由 43.37% 提升至 54.74%。

为了评价亚波长抗反射结构的增透效果,将锗窗口双面透射率换算为单面透射率,换算方式为:无结构锗窗口双面透射率开平方根得到无结构单面透射率,

亚波长结构锗窗口双面透射率除以无结构单面透射率即可得到有结构单面透射率。计算结果如图 10(b)所示。通过制备亚波长抗反射结构,在 3.55~5.55  $\mu\text{m}$  波长范围内,凸面锗窗口单面透射率得到了明显提升,对 1000 个波长点的单面透射率取平均值,单面平均透射率由 65.81% 提升到 78.68%。此波长范围内单点波长透射率的提升在 4.4  $\mu\text{m}$  处达到最大,由 65.85% 提升至 83.13%。无结构锗基底的实测单面透射率略高于仿真值,制备亚波长结构后的单面透射率相应的也略高于仿真值,这是由于实验采用的凸面锗窗口材料与仿真软件内置材料存在一定差异。此外,亚波长结构的单面透射率实测值与仿真值变化趋势相符,但具体的峰值位置并不完全一致,这是由于亚波长结构复制到凸面窗口后,亚波长结构不再是平面结构,且制备的亚波长结构高度、周期等参数与设计值存在一定偏差,这将会引起等效介质厚度和等效折射率的改变,

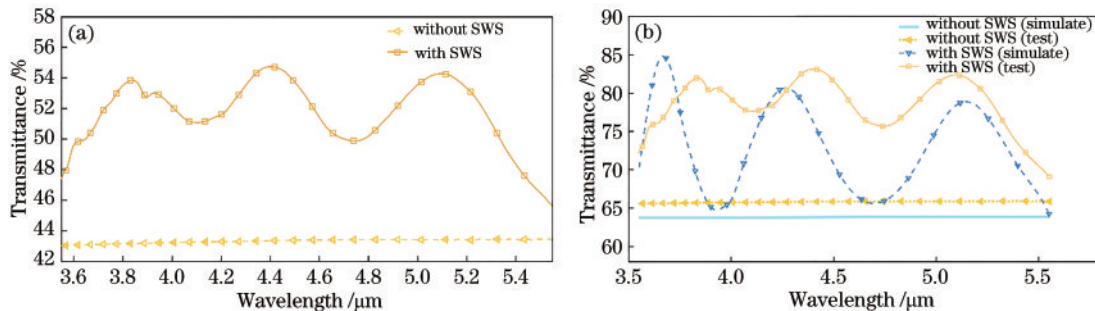


图 10 压印前后凸面锗基底透射率。(a)双面透射率;(b)单面透射率  
Fig. 10 Transmittance of the Ge convex optical window before and after patterning. (a) Double-side transmittance; (b) single-side transmittance

从而导致透射率峰值位置偏移。

## 5 结 论

本文结合时域有限差分法和工艺可行性设计了锗基底上的圆柱形亚波长抗反射结构,亚波长结构圆柱体的高度为  $1.2\ \mu\text{m}$ ,直径为  $1.2\ \mu\text{m}$ ,内层紫外固化树脂厚度为  $8\ \mu\text{m}$ 。通过紫外柔性纳米压印技术在凸面锗窗口上成功制备了亚波长结构,解决了曲面上亚波长结构制作复杂的问题。实验测试表明,凸面锗窗口透射率得到有效提升,在  $3.55\sim 5.55\ \mu\text{m}$  波长范围内,单面平均透射率由  $65.81\%$  提升到  $78.68\%$ ,在波长为  $4.4\ \mu\text{m}$  处,透射率由  $65.85\%$  提升至  $83.13\%$ ,这些结果与理论计算良好吻合。本文的设计思路可为亚波长抗反射结构设计提供参考,所采用的柔性纳米压印技术能够在曲面基底上高效高质量制作亚波长结构,有望广泛应用于中红外窗口抗反射领域。

## 参 考 文 献

- [1] Zhu Y K, Tian G Y, Lu R S, et al. A review of optical NDT technologies[J]. *Sensors*, 2011, 11(8): 7773-7798.
- [2] Rogalski A, Chrzanowski K. Infrared devices and techniques (revision) [J]. *Metrology and Measurement Systems*, 2014, 21(4): 565-618.
- [3] Cardone D, Merla A. New frontiers for applications of thermal infrared imaging devices: computational psychophysiology in the neurosciences[J]. *Sensors*, 2017, 17(5): 1042.
- [4] 贾文波, 秦天翔, 黄蕴涵, 等. 红外双波段成像光谱仪光学系统的设计与分析[J]. *中国激光*, 2021, 48(23): 2311002.  
Jia W B, Qin T X, Huang Y H, et al. Design and analysis of optical system of an infrared dual-band imaging spectrometer[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(23): 2311002.
- [5] Raut H K, Ganesh V A, Nair A S, et al. Anti-reflective coatings: a critical, in-depth review[J]. *Energy & Environmental Science*, 2011, 4(10): 3779-3804.
- [6] Halir R, Bock P J, Cheben P, et al. Waveguide sub-wavelength structures: a review of principles and applications [J]. *Laser & Photonics Reviews*, 2015, 9(1): 25-49.
- [7] Choi H J, Huh D, Jun J, et al. A review on the fabrication and applications of sub-wavelength anti-reflective surfaces based on biomimetics[J]. *Applied Spectroscopy Reviews*, 2019, 54(9): 719-735.
- [8] Clapham P B, Hutley M C. Reduction of lens reflexion by the "moth eye" principle[J]. *Nature*, 1973, 244(5414): 281-282.
- [9] Lee Y C, Chang C C, Chou Y Y. Experimental and simulation studies of anti-reflection sub-micron conical structures on a GaAs substrate[J]. *Optics Express*, 2013, 21(1): A36-A41.
- [10] Southwell W H. Pyramid-array surface-relief structures producing antireflection index matching on optical surfaces[J]. *Journal of the Optical Society of America A*, 1991, 8(3): 549-533.
- [11] Kim Y C, Do Y R. Nanohole-templated organic light-emitting diodes fabricated using laser-interfering lithography: moth-eye lighting[J]. *Optics Express*, 2005, 13(5): 1598-1603.
- [12] Lee W, Ji R, Gösele U, et al. Fast fabrication of long-range ordered porous alumina membranes by hard anodization[J]. *Nature Materials*, 2006, 5(9): 741-747.
- [13] Kim K, Song Y, Oh J. Nano/micro dual-textured antireflective subwavelength structures in anisotropically etched GaAs[J]. *Optics Letters*, 2017, 42(16): 3105-3108.
- [14] Cai J G, Qi L M. Recent advances in antireflective surfaces based on nanostructure arrays[J]. *Materials Horizons*, 2015, 2(1): 37-53.
- [15] 兰俊, 陈劲松, 肖志刚, 等. 一种宽波段减反的新型苞状蛾眼结构模拟研究[J]. *光学学报*, 2021, 41(14): 1416001.  
Lan J, Chen J S, Xiao Z G, et al. Simulation of broadband anti-reflective and bud-shaped moth-eye structure[J]. *Acta Optica Sinica*, 2021, 41(14): 1416001.
- [16] 罗晓, 刘伟建, 张红军, 等. 超快激光制备金属表面可控微纳二级结构及其功能化[J]. *中国激光*, 2021, 48(15): 1502002.  
Luo X, Liu W J, Zhang H J, et al. Ultrafast laser fabricating of controllable micro-nano dual-scale metallic surface structures and their functionalization[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(15): 1502002.
- [17] Grann E B, Moharam M G, Pommet D A. Optimal design for antireflective tapered two-dimensional subwavelength grating structures[J]. *Journal of the Optical Society of America A*, 1995, 12(2): 333-339.
- [18] Raguin D H, Morris G M. Antireflection structured surfaces for the infrared spectral region[J]. *Applied Optics*, 1993, 32(7): 1154-1167.
- [19] Motamedi M E, Southwell W H, Gunning W J. Antireflection surfaces in silicon using binary optics technology[J]. *Applied Optics*, 1992, 31(22): 4371-4376.
- [20] Norland products incorporated. Norland optical adhesive 63[EB/OL]. (2015-01-12) [2021-12-02]. [https://www.thorlabschina.cn/\\_sd.cfm?fileName=0905-MSDS1.pdf&partNumber=NOA63](https://www.thorlabschina.cn/_sd.cfm?fileName=0905-MSDS1.pdf&partNumber=NOA63).
- [21] Ansys. Lumerical Solutions. FDTD solutions[EB/OL]. [2021-12-02]. <http://www.lumerical.com/tcad-products/fdtd>.
- [22] Chen J W, Gu C L, Lin H, et al. Soft mold-based hot embossing process for precision imprinting of optical components on non-planar surfaces[J]. *Optics Express*, 2015, 23(16): 20977-20985.
- [23] Lai H H, Yuan C Y, Lin H. Camber deformation property and fracture strain of flexible film made by polydimethylsiloxane[J]. *Optical Materials*, 2020, 107: 110066.