文章编号:0253-2239(2008)12-2427-04

中心波长 121.6 nm 的真空紫外窄带 滤光片设计和制备

付联效¹ 吴永刚¹ 郑秀萍¹ 王振华¹ 彭东功¹ 焦宏飞¹ 曹 鸿¹ 吕 刚¹ 周洪军² 霍同林²

(1同济大学精密光学工程技术研究所,上海 200092; 2合肥国家同步辐射实验室,合肥 230029)

摘要 采用双半波法布里-珀罗(F-P)干涉滤光片结构设计了中心波长在 121.6 nm 的窄带滤光片,其峰值透射率 为 6.78%,通带半宽度为 10.7 nm。通过设计、制备和测量峰值波长在 217 nm 的滤光片验证了设计用到的光学常 数和膜厚定标都比较精确。在此基础上制备了 121.6 nm 的窄带滤光片,到合肥同步辐射实验室测量的结果是中 心波长在 120.74 nm,峰值透射率为 5.94%,通带半宽度为 12 nm。可以看出实际制备的滤光片和预先设计的基本 吻合但还是有一定的偏差,最后对实际测量的和理论设计的偏差进行了分析。

关键词 薄膜光学;窄带滤光片;峰值透射率;通带半宽度;制备

中图分类号 0434.2 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS20082812.2427

Design and Preparation of Narrowband Filter with Central Wavelength 121.6 nm in Vacuum Ultraviolet Region

Fu Lianxiao¹ Wu Yonggang¹ Zheng Xiuping¹ Wang Zhenhua¹ Peng Donggong¹ Jiao Hongfei¹ Cao Hong¹ Lü Gang¹ Zhou Hongjun² Huo Tonglin²

> (¹Institute of Precision Optical Engineering, Tongji University, Shanghai 200092 ²National Synchrotron Radiation Laboratory in Hefei, Heifei, Anhui 230029

Abstract The narrowband filter with central wavelength of 121.6 nm is designed based on the double half-wave Fabry-Pérot interference filter, with peak transmittance of 6.783% and half-peak bandwidth is 10.7 nm. A filter with the peak wavelength of 217 nm is designed, prepared and measured, and optical constants and scale of film thickness are precise. The filter with central wavelength of 121.6 nm is prepared based on the 217 nm filter, the transmittance of filter is measured with the central wavelength of 120.74 nm, the peak transmittance of 5.94%, the half-peak bandwidth of 12 nm. The prepared filter is in accordance with prediction design in advance generally. At last the difference between experimental value and theoretical value is analysed.

Key words thin film optics; narrowband filter; peak transmittance; half-peak bandwidth; preparation

1 引 言

真空紫外滤光片在空间光学、光谱学、激光、天 文物理学等各个领域有着广泛的应用,把其装入飞 行火箭和人造卫星中可拍摄太阳的极紫外光谱,这 些杂光的极紫外光谱比太阳高出几个数量级,在不 用滤光片照相时杂光则完全雾化了胶片。在实验室 中可用紫外滤光片消除可见和紫外区的杂光,以及 分离重叠光谱级次。紫外滤光片可与硅光电池等半 导体光电元件配合组成高信噪比的光电分光探测系 统,其中最有代表性的是紫外光辐色仪和自动生化

基金项目:国家自然科学基金(10576021)和中国工程物理研究院联合资助项目。

作者简介:付联效(1979-),男,博士研究生,主要从事光学镀膜和光学设计方面的研究。

E-mail: fulianxiao2006@163.com

导师简介:吴永刚(1957-),男,教授,博士生导师,主要从事真空紫外、极紫外和软X射线滤光膜等方面的研究。 E-mail: ygwu@mail.tongji.edu.cn

收稿日期: 2008-02-20; 收到修改稿日期: 2008-04-23

28 卷

分析仪。紫外滤光片还可作为有背景干扰信号的滤 波器应用在卫星的光通信方面^[1]。为了在地球太阳 轨道上对太阳离子风中 121.6 nm 氢α谱线进行探 测,需要中心波长为 121.6 nm 的窄带滤光片,美国 和欧洲一些国家在这方面都有研究,中国在这方面 研究很少。Malherbe 采用双半波 F-P 干涉滤光片 结构:LiF 基片/Al /MgF₂/ Al/MgF₂/空 气,设计了 121.6 nm 的窄带滤光片^[2]。但文献资 料只是简单的介绍设计结果,对设计的具体膜系,制 备过程和测量结果都没介绍。本文系统地介绍了设 计的结果,制备的过程和最后的测量结果。

2 中心波长 121.6 nm 的窄带滤光片 设计

为实现宽广范围的深度截止,在可见和红外波 段,由于介质材料的吸收可以忽略,一般采用高/低 折射率材料交替的多周期介质膜系。然而在紫外/ 真空紫外波段,大部分材料具有吸收作用,大的周期 数会导致膜系透射率的下降。因而常用金属和介质 多周期膜系的设计来实现紫外和真空紫外波段的滤 光特性,金属 Al 在可见光波段具有较大的消光系 数和高反射特性,可实现在特定波段深度的截止, 同时 MgF₂ 在紫外波段有较低的消光系数,可作为 紫外波段很好的光学薄膜材料^[3~4]。因此用金属 Al 和 MgF₂ 以双半波 F-P 滤光片的结构来设计中 心波长为 121.6 nm 的窄带滤光片,其膜系为 MgF₂ 基片/Al /MgF₂/Al/MgF₂/2气。

根据膜系设计理论,用计算机编程来设计或用 商业膜系设计软件来设计滤光片,用 FilmStar 来设 计121.6 nm 的窄带滤光片并采用其阻尼最小二乘 法对膜系进行优化。通过汉诺威 Laser Zentrum 实 验室 Detlev Ristau 等^[5]和 NASA/Goddard Space Flight Center 的 Juan I. Larruquer 等^[6] 文章得到 MgF₂的光学常数曲线(主要在远紫外波段范围 100~300 nm),利用软件 Origin 将其拟合成公式形 式 $n_{MgF_2} = 1.37038 + 6.2308/(\lambda - 96.509)$,吸收系 数 $k_{MgF_2} = (2.74837 - 0.01278\lambda)/(\lambda - 106.02552)$ 。 通过文献[7],得到 Al 的光学常数(主要波段范围 $100 \sim 300 \text{ nm}$),折射率 $n_{\rm Al} = -0.01055 + 0.00007\lambda +$ 2.942×10⁻⁶ λ^2 ,吸收系数 $k_{\rm Al}$ = -89.328+(7898.996 +2.414λ)^{1/2},波长λ的单位为纳米,通过多次实验 验证 100~300 nm 波段用光学常数拟合的公式设 计的结果和实验测量的结果符合得比较好。设计的 121.6 nm F-P 干涉滤光片的具体膜系如表 1 所示,透射率曲线如图 1 所示。

表 1 121.6 nm 窄带滤光片的膜厚

Table 1 Film thickness of 121.6 nm narrowband filter

| Layer number | Material | Thielences /nm |
|--------------|-----------------|----------------|
| Substrate | MgF_2 crystal | 1 mckness / mm |
| 1 | Al | 23.14 |
| 2 | MgF_2 | 13.84 |
| 3 | Al | 29.38 |
| 4 | MgF_2 | 14.12 |
| 5 | Al | 23.1 |
| 6 | MgF_2 | 11.49 |



图 1 峰值波长为 121.6 nm 的 F-P 干涉滤光片的透射率 Fig. 1 Transmittance of F-P interference filter with peak wave 121.6 nm

从图 1 可以看出峰值波长在 121.6 nm,峰值透 射率为 6.78%。通带半宽度为 10.7 nm,在 140 nm 的位置透射率为仅为 0.34%。

3 中心波长 121.6 nm 的窄带滤光片制 备

3.1 Al 膜和 MgF₂ 膜厚度定标

在制备过程中,定标至关重要,它直接影响到对 Al 膜和 MgF₂ 膜厚度精确控制。在洁净的浮法玻 璃上做台阶,做好后将台阶放到真空室,本底真空抽 到 5×10^{-4} Pa,用热蒸发的方式蒸镀 Al,估算大约 在 200 nm 以上并记录晶振的变化数值即可,然后 用 Vecco Dektak 6 台阶仪对台阶的厚度进行测量, 计算出 1nm 厚度 Al 膜所对应的晶振变化频率,由 于 Vecco Dektak 6 台阶仪自身有 2 nm 的误差,因 此 Al 膜的厚度大即可减小定标时台阶仪自身带来 的误差。用同样方法对 MgF₂ 进行定标。

3.2 光学常数准确性和定标精确性的验证

由于 121.6 nm 窄带滤光片只能到合肥国家同步辐射实验室测量,这样不能立即测量所制作的 121.6 nm 窄带滤光片的中心波长位置和峰值透射 率,因此无法立即判断所用光学常数的准确性和窄带滤光片的好坏。在 200~1000 nm 波段的滤光片可以通过实验室的 UV757CRT 型紫外可见分光光度计立即测量其透射率和峰值位置,因此先制备一个中心波长为 217 nm 的滤光片,其设计膜系如表 2 所示,其透射率曲线如图 2 所示。

表 2 217 nm 窄带滤光片的膜厚

| | Table 2 | Film | thickness | 01 | 217nm | narrowband | filter | |
|---|---------|------|-----------|----|-------|------------|--------|---|
| - | | | | | | | | _ |

| Layer number | Material | Thislanson /mm |
|--------------|----------------|-----------------|
| Substrate | Quartz crystal | Thickness / him |
| 1 | Al | 14.5 |
| 2 | MgF_2 | 130.45 |
| 3 | Al | 27.8 |
| 4 | MgF_2 | 131.75 |
| 5 | Al | 9.1 |
| 6 | MgF_2 | 33.4 |
| | | |





实际制备的 217 nm 窄带滤光片经 UV757CRT 型紫外可见分光光度计测量其曲线如图 3 所示^[8]。 可以看到实际制作的滤光片的中心波长在 215 nm, 峰值透射率为 35%,和预先设计的大约有2 nm的峰 位偏移,同时透射率降低了大约 2%。总体来说理 论设计和实际测量符合的比较好的,说明定标是相 对比较精确的,而且 MgF₂ 和 Al 的光学常数的拟合





公式不但在 200~300 nm 波段符合得比较好而且 在 300~800 nm 也跟实际符合的比较好。

3.3 121.6 nm 窄带滤光片的制备

用光学多层镀膜机制备真空紫外滤光片,采用 真空热蒸发工艺蒸镀金属 Al,电子束蒸发工艺蒸镀 MgF₂,蒸发用材料 Al 丝和 MgF₂晶体纯度都为 99.99%。制备峰值波长为 121.6 nm 的窄带滤光片 采用的基片是直径为 20 nm 的 MgF₂ 晶体。基片 的温度为室温,实验室相对湿度为 50%,当真空室 本底真空抽至 5.0×10⁻⁴ Pa 时进行蒸镀。Al 在蒸 镀速率较慢时容易被氧化,因才打开挡板前必须先 对铝进行加热预熔一段时间,打开挡板后进行快速 蒸镀,但蒸镀速率太快时铝膜厚度不容易控制,因此 要综合两方面的因素来蒸镀 Al。蒸镀完一层 Al 后,必须尽快用电子束蒸镀 MgF₂,这样可以最大限 度的减少表面 Al 被氧化。用电子束蒸镀 MgF₂ 之 前也是先用外控挡板挡住蒸发源,进行预蒸发,以 保证 MgF₂ 的沉积速度均匀。

制备的样品如图 4 所示^[9],制备完成后到合肥 国家同步辐射实验室对 121.6 nm 的窄带滤光片进 行测量,测量结果如图 5 所示。



图 4 制备的 121.6 nm 窄带滤光片的样品

Fig. 4 Prepared sample of 121.6 nm narrowband filter



图 5 测得 121.6 nm 滤光片的透射率 Fig. 5 Measured transmittance of 121.6 nm filter 从图 5 可以看出峰值波长在 120.74nm,峰值透 射率为 5.94%,通带半宽度约为 12 nm,同理论设计 基本吻合,同时也说明所用的光学常数的拟合公式 在这个波段和实际符合得也比较好。但实际测量结 果和理论设计还存在一定的偏差。

4 理论设计和实际制备的滤光片差别 原因分析

4.1 定标的精度不够

在洁净的浮法玻璃上用透明胶作台阶,虽然这 种台阶相对较好,但仍有一定的误差,并且 Vecco Dektak 6 台阶仪测量同一点时有大约 2 nm 的误 差。造成实际镀制的膜厚与理论的并不严格相等, 造成两者的曲线有一定偏差。因此在制备台阶时, 要尽量的改进工艺,使台阶定标更为精确。

4.2 部分 AI 在蒸镀过程中被氧化

光学常数是从在超高真空下制得的铝膜中得到的,制备是在普通的高真空下,因此部分 Al 会被氧化,其示意图如图 6 所示。

| MgF_2 |
|--------------------|
| oxidized Al &1 |
| Al &2 |
| oxidized Al &3 |
| MgF_{2} |

图 6 MgF₂/Al/MgF₂ 5 层模型的示意图 Fig. 6 Schematic diagram of 5-layer model of MgF₂/Al/MgF₂

当打开挡板进行蒸镀 Al 时,先到达 MgF₂ 层的 Al 分子与真空室中的氧气分子接触的机会大并且 此时 Al 蒸镀速率相对较慢,因此 & 3 层 Al 被氧化。 & 2 层因蒸发速率较快,与氧气的接触机会比较少, 因此基本是纯铝的性质。在 & 1 层上镀 MgF₂ 之前 需要一段时间去完成蒸镀 MgF₂ 的准备工作,这时 & 1 层的 Al 一直和真空室中的的氧气接触,因此也 被氧化。氧化作用可能引起 Al 膜组分和结构的变 化^[10]。在 Al 膜表面形成的 Al₂O₃ 膜对真空紫外辐 射的吸收能力较强,从而降低膜层的透射能力。铝 层因氧化而使其光学常数发生改变,这也是造成理 论设计和实际有偏差的原因之一。因此在蒸镀 Al 时要使真空室真空度尽量高,减少残余气体中氧气,

4.3 光学常数的问题

Al 的光学常数是从参考文献[7]中得到的,这 本书 1985年出版,因此测得的光学常数也不是十分 准确,这也可能是一个原因,当然相对于前两个因 素,光学常数的问题对制备结果的影响是比较小的。

5 结 论

基于双半波 F-P 滤光片结构,设计了中心波 长在 121.6 nm 的窄带滤光片,在制备 121.6 nm 的 窄带滤光片过程中先通过制备中心波长在 217 nm 的滤光片对定标的准确性进行验证,在此基础上成 功的制备了中心波长在 121.6 nm 的窄带滤光片。

参考文献

- Tan Liying, Ma Jing, Wu Dianhong *et al.*. A feasible vacuum ultraviolet filter for intersatellite optical communications[J]. *J. Harbin Institute of Technology*, 1995, **27**(3): 63~65
 谭立英,马 晶,吴殿宏等. 卫星间光通讯中一种可行的滤波元件——真空紫外滤光片[J]. 哈尔滨エ业大学学报, 1995, **27**(3): 63~65
- 2 Malherbe A. Interference filters for the far ultraviolet[J]. Appl. Opt., 1974, 13(6): 1275~1276
- 3 Zukic M, Torr D G, Spann J F *et al.*. Vacuum ultraviolet thin films. 1: Optical constants of BaF₂, CaF₂, LaF₃, MgF₂, Al₂O₃, HfO₂, and SiO₂ thin films [J]. *Appl. Opt.*, 1990, **29**(28): $4284 \sim 4292$
- 4 Taylor A J, Gibson R B, Roberts J P. Two-photon absorption at 248 nm in ultraviolet window materials [J]. *Opt. Lett.*, 1988, **13**(10): 814~816
- 5 Detlev Ristau, Stefan Gunster, Salvador Bosch et al.. Ultraviolet optical and microstructural properties of MgF₂ and LaF₃ coatings deposited by ion-beam sputtering and boat and electron-beam evaporation[J]. Appl. Opt., 2002, 41(16): 3196~3204
- 6 Juan I. Larruquer, Ritva A. M. Keski-Kuha. Far ultraviolet optical properties of MgF_2 deposited by ion-beam sputtering and their application as protective coating for Al[J]. *Opt. Commun.*, 2003, **215**: 93~99
- 7 Edward D. Palk. Handbook of Optical Constants of Solids [M]. London: Academic Press Inc. Ltd., 1985. 394~406
- 8 Chen Haixing, Gu Peifu, Lü Weige *et al.*. Superprism effect in thin film Fabry-Pérot filter [J]. Acta Optica Sinica, 2006, 25(1):157~160 陈海星,顾培夫,吕维阁等. 薄膜法布里-珀罗滤光片中的超棱 镜效应[J]. 光学学报, 2006, 25(1):157~160
- 9 Wang Shaowei, Wang Li, Wu Yonggang et al.. Arrays of narrow bandpass filters fabricated by combinatorial etching technique[J]. Acta Optica Sinica, 2006, 26(5): 746~751 王少伟,王利,吴永刚等. 组合刻蚀法制备窄带滤光片列阵 [J]. 光学学报, 2006, 26(5): 746~751
- 10 J. Kim, M. Zukic, M. M. Wilson *et al.*. Design and fabrication of a reflection far ultraviolet polarizer and retarder [C]. *Proc.* SPIE, 1993, 2010; 93~103