

# 两种中波红外薄膜材料的光学特性研究

段微波 刘定权 张凤山 严义坝

(中国科学院上海技术物理研究所, 上海 200083)

**摘要** 锗和二氧化硅是中波红外区域通常使用的薄膜材料, 研究这些材料的特性, 找到最佳制备工艺并拟合出材料的光学常数, 是设计制备中波红外光学薄膜的关键。最佳工艺条件下, 选用以上两种材料, 以蓝宝石为基底, 设计并制备出中心波长为  $3.5 \mu\text{m}$ , 相对带宽 4.8% 的三腔带通滤光片, 其通带透过率可达 80%。经光谱测试和环境可靠性实验结果表明, 该中波红外带通滤光片满足工程使用要求。

**关键词** 薄膜; 中波红外; 锗和二氧化硅; 材料的特性

**中图分类号** O484.4 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/AOS200929s1.0177

## Study on Optical Properties of Two Thin Film Materials in Medium-Wave Infrared Band

Duan Weibo Liu Dingquan Zhang Fengshan Yan Yixun

(Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Science, Shanghai 200083, China)

**Abstract** Germanium and silicon monoxide are two kinds of optical thin film materials used frequently in medium-wave infrared band. Study on their optical properties is the key to design and fabricate medium-band thin film. Germanium and silicon monoxide are selected as high and low refractive index materials respectively and the substrate is synthetic sapphire. Triple cavity band-pass filter of which the center wavelength is  $3.5 \mu\text{m}$ , relative bandwidth is 4.8%, and transmittance of pass-band is about 80%, was designed and fabricated. Spectrum measurement and environment reliability experiment show that the infrared band-pass filter is competent for engineering application.

**Key words** thin films; medium-wave infrared band; germanium and silicon monoxide; material properties

## 1 引 言

红外遥感技术的发展对红外光学薄膜的技术指标提出了更高的要求, 研究光学薄膜材料的特性是提高光学薄膜性能的基础。在中波红外区域, 锗(Ge)和二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)是常用的高、低折射率材料, 都有一定的色散和吸收, 且对基片温度, 蒸发速率, 真空度等工艺参数有较高的敏感性<sup>[1~4]</sup>。研究这些材料的特性, 找到最佳制备工艺并拟合出材料的光学常数, 是设计制备中波红外光学薄膜的关键。在不同的工艺条件下制备出薄膜样品, 通过光谱测试和光学常数拟合, 表面形貌观察, 牢固度试验等, 确定最佳工艺条件。在该工艺条件下, 选用以上两种材料, 以蓝宝石为基底, 设计并制备出中心波长为 3.5 微米, 相对带宽 4.8% 的三腔带通滤光片, 其通

带透过率可达 80%, 同时具有良好的环境适应性和光谱稳定性。

## 2 材料实验

### 2.1 实验装置

薄膜沉积实验都在上海曙光厂生产的 KD500 箱式镀膜机上进行。该镀膜机有两套阻蒸系统和一套电子束沉积系统。传统的镀膜机的温度控制系统中绝大多数都使用的是非接触式控制系统, 测温的热电偶与基片之间有一定的距离, 所以测量的温度与基片的实际温度有相当大的差别, 这就导致对基片温度的控制有较大的误差。该镀膜机的温度控制系统经过改造, 采用铂电阻接触测温系统, 如图 1 所示。在该装置中, 把铂电阻压在衬底的背面, 温度信

**作者简介:** 段微波(1981—), 男, 博士研究生, 主要从事光学薄膜的制备及应用等方面的研究。

E-mail: dwbuser@sina.com

**导师简介:** 严义坝(1939—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要从事光学薄膜的制备及应用等方面的研究。

号经导流环从旋转的工件架上导出,经过温控系统,实现了对衬底温度的直接测量与控制,从而提高了温度测控的准确度。工件架的最大转速为 25 r/min,但转速较大时导流环与电刷摩擦力增大,影响测温精度,所以在沉积过程中工件架转速保持在 15 r/min。

样品红外透射光谱的测量都在美国 Perkin-Elmer 公司生产的 GX-90 型傅里叶红外光谱仪上进行,光谱分辨率为  $4 \text{ cm}^{-1}$ 。



图 1 导流环装置实物照片

Fig. 1 Picture of improved system

## 2.2 实验结果与分析

Ge 材料试验以 1 mm 厚的人工合成蓝宝石 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 为基底,基片烘烤温度分别为  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  时进行三次试验,得到的光谱曲线如图 2 所示。

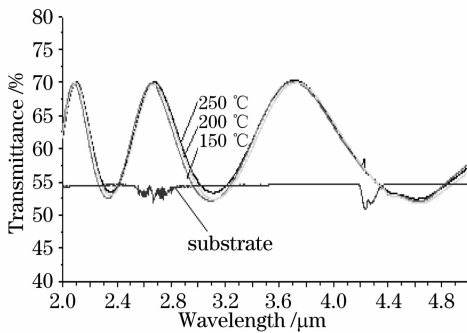


图 2 Ge 材料实验光谱曲线

Fig. 2 Spectrum curve of Ge material

$\text{SiO}$  材料试验以 1 mm 厚的单晶硅 ( $\text{Si}$ ) 为基底,基片烘烤温度分别为  $150 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  时进行三次试验,得到的光谱曲线如图 3 所示。

在中波红外区域,由于晶格振动吸收的影响,通常使用的薄膜材料都存在一定的吸收和色散。同时,镀膜材料在沉积成薄膜状态后,由于薄膜内部缺陷的影响,薄膜材料的光学常数与块体材料相比有很大差别。直接测量这些材料在中波区域的光学常数是相当困难的,通常的办法是先测量薄膜的透射光谱,然后利用光学薄膜设计软件,选择合适的色散模型对薄膜的透射光谱进行拟合,从而得到薄膜的光学常数。

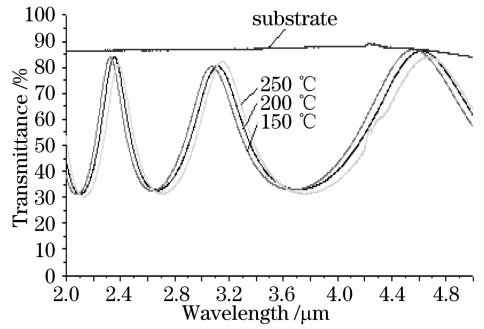


图 3  $\text{SiO}$  材料实验光谱曲线

Fig. 3 Spectrum curve of  $\text{SiO}$  material

对于中波红外材料,选择 Sellmeier 色散模型是合适的。这个模型首先由 Sellmeier 提出,适合于透明材料和红外区的一些半导体材料。Sellmeier 模型是柯西模型的一个归总形式,最原始形态的 Sellmeier 模型只适合于透明材料 ( $k=0$ ),经过改进的 Sellmeier 模型适用于弱吸收的情况,模型的表达式如下:

$$n(\lambda) = \left( A_n + \frac{B_n \lambda^2}{\lambda^2 - C_n} \right), \quad (1)$$

$k(\lambda) = 0$  或

$$k(\lambda) = \left[ n(\lambda) \left( B_1 \lambda + \frac{B_2}{\lambda} + \frac{B_3}{\lambda^3} \right) \right]^{-1}, \quad (2)$$

(1) 式, (2) 式中,  $A_n, B_n, C_n, B_1, B_2, B_3$  都是拟合的参数。

采用 Sellmeier 色散模型对三种温度下得到的锗薄膜的光学常数进行了拟合,锗薄膜的光学常数如图 4 和图 5 所示。

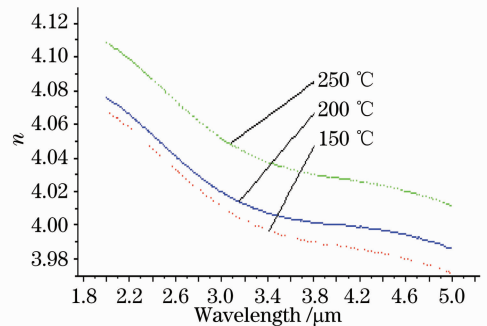


图 4 Ge 材料折射率

Fig. 4 Refractive index of Ge material

光学常数拟合结果表明,Ge 材料的折射率随基片温度的升高而升高,同时吸收也在变大。在原子力显微镜下,对  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  和  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  的基底上沉积的 Ge 薄膜进行观察发现(见图 6 和图 7):  $250 \text{ }^\circ\text{C}$  的基底上沉积的薄膜晶粒明显要比  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  的基底上沉积的薄膜晶粒要大。晶粒的增大导致膜层的致密性越好,

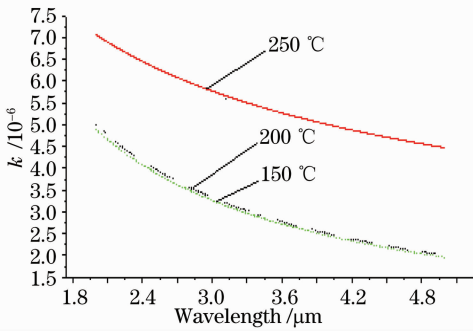


图 5 Ge 材料消光系数

Fig. 5 Extinction coefficient of Ge material

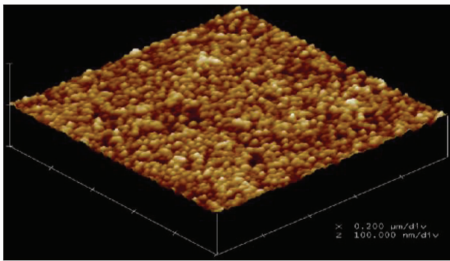


图 6 250 °C 基底上 Ge 薄膜的 AFM 照片

Fig. 6 AFM picture of Ge material on 250 °C substrate

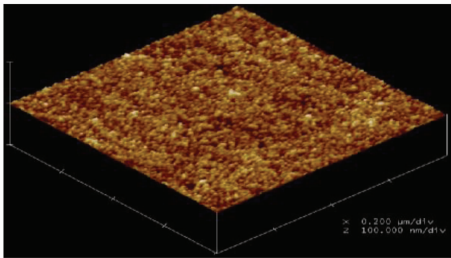


图 7 150 °C 基底上 Ge 薄膜的 AFM 照片

Fig. 7 AFM picture of Ge material on 150 °C substrate

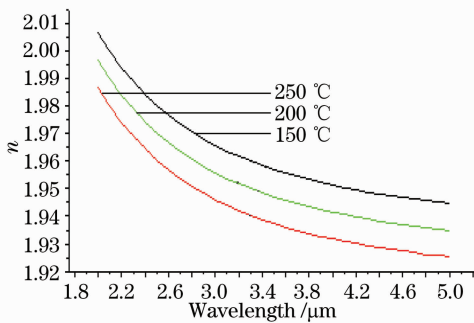


图 8 SiO 材料折射率

Fig. 8 Refractive index of SiO material

因此折射率也越大；同时由于表面粗糙度增大，导致薄膜表面散射增加，表现为薄膜的吸收增强。原子力显微镜的观察结果与光学常数拟合的结果得到了很好的吻合。

同样采用 Sellmeier 色散模型对三种温度下制

备的一氧化硅薄膜的光学常数进行了拟合，一氧化硅薄膜的光学常数如图 8 和图 9 所示。

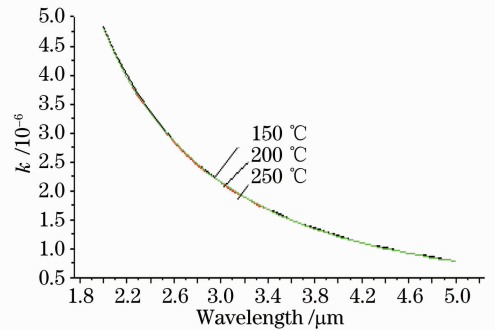


图 9 SiO 材料消光系数

Fig. 9 Extinction coefficient of SiO material

从图中可以看出，三种温度下制备的一氧化硅薄膜的消光系数基本没有变化，而折射率随温度的升高略微有所下降，可能是温度升高导致一氧化硅失氧略有增加所致。总体来讲，一氧化硅材料的光学常数随温度变化不敏感。

将三种温度下制备的两种薄膜在 45 °C 的纯水中作浸水试验，得到的试验结果如表 1 所示。

表 1 薄膜浸水试验结果

Table 1 Results of soaking test of thin films

		8 h	12 h	24 h
150 °C	Ge	Attaching	Falling	—
200 °C	Ge	Attaching	Attaching	Falling
250 °C	Ge	Attaching	Attaching	Falling
150 °C	SiO	Attaching	Attaching	Attaching
200 °C	SiO	Attaching	Attaching	Attaching
250 °C	SiO	Attaching	Attaching	Attaching

从表 1 可以看出，Ge 材料的牢固度随温度的升高而增强，而 SiO 材料的牢固度受温度影响不大，低温下的牢固度仍然非常好。

综合考虑薄膜材料的光学常数和牢固度，对 Ge 和 SiO 而言，200 °C 的基片温度是制备这两种材料的最佳温度。

### 3 中波带通滤光片的设计与制备

在对锗和一氧化硅两种材料的特性单独进行研究后，选择这两种材料的匹配，在中波区域制备带通滤光片，一方面说明这两种材料在中波区域的应用，另一方面验证光学常数拟合的准确性。

#### 3.1 带通滤光片的设计

以锗和一氧化硅分别作为高折射率材料( $n_H$ )和低折射率材料( $n_L$ )，为了达到高的截止深度和好的矩形度，采用多腔结构来设计高性能的带通滤光

片。利用台伦的对称膜系等效层概念,将多个半波滤光片划分为一个对称的主膜系和两侧的匹配膜系。只要计算主膜系的等效折射率和匹配情况,便可预知滤光片的特性<sup>[5~7]</sup>。以 HLHLHLH 为主膜系,基片侧和入射介质侧的匹配膜系分别为 LHLH 和 HLH,选择主膜系的基本周期为 2,得到的膜系为( $\lambda_0=3.5\ \mu\text{m}$ ):

$$\text{SUB}|\text{LHLH}(\text{HLHLHLH})^2\text{HLH}|\text{AIR.}$$

采用以上膜系结构得到的光谱设计曲线如图 10 所示。

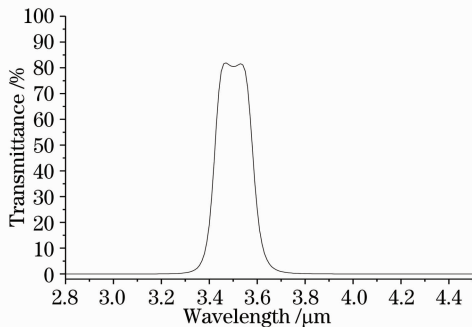


图 10 滤光片的设计曲线

Fig. 10 Designed spectrum curve of filter

从图 10 可见,该滤光片的中心波长为  $3.5\ \mu\text{m}$ ,相对带宽为 4.8%,峰值透射率达到了 82.1%,波形系数为 1.46。

### 3.2 带通滤光片的制备工艺

当真空度到  $9 \times 10^{-3}\ \text{Pa}$ ,开烘烤,温度设定为  $200\ ^\circ\text{C}$ 。保温 2 h 后,打开离子源对基片轰击 15 min。材料都采用电阻蒸发,为了降低薄膜的光学吸收,薄膜制备过程中关闭离子源。

膜厚监控采用下反射式光学监控法,监控片材料为 Si,为提高膜层的监控精度,交替使用不同的监控波长和监控片对不同膜层进行膜厚监控。

## 4 光谱及环境可靠性测试

中波带通滤光片的实测透过率曲线如图 11 所示。

从滤光片的实测透过率曲线可知,该带通滤光片的中心波长在  $3.492\ \mu\text{m}$ ,相对带宽为 4.5%,峰值透射率为 78.6%,波形系数为 1.48。由于膜层监控误差,与设计曲线相比滤光片的中心波长位置短移了  $0.008\ \mu\text{m}$ ,相对带宽变窄 0.3%,峰值透射率下降了 3.5%,波形系数仅上升了 0.01。与经空间粒子辐照(按轨道高度 3 年剂量)实验,在  $45\ ^\circ\text{C}$  纯净水浸泡 12 小时,经过  $-60\ ^\circ\text{C} \sim 200\ ^\circ\text{C}$  的温度循环,膜层表面仍然完好<sup>[8,9]</sup>。

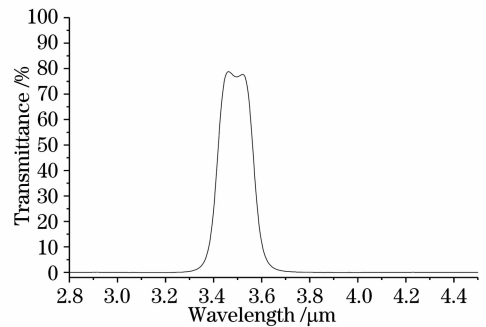


图 11 滤光片的实测透射率曲线

Fig. 11 Measured transmittance curve of filter

## 5 结 论

通过分析锗和一氧化硅材料在不同工艺条件下的光学特性,得到了制备这两种材料的最佳工艺条件。采用这两种材料设计并制备了中波带通滤光片,光谱误差分析和环境可靠性试验表明,选择适当的工艺条件,锗和一氧化硅材料在中波区域匹配性能良好,制备出的带通滤光片有高的光谱稳定性,能够满足工程使用要求。

## 参 考 文 献

- Lin Bing, Yu Tianyan, Liu Dingquan *et al.*. Design and deposition one of infrared /visible wideband color separation filter[J]. *J. Infrared Millimeter Waves*, 2004, **23**(5): 393~395  
林 炳,于天燕,刘定权等. 红外/可见光宽带分色片设计与制备[J]. 红外与毫米波学报, 2004, **23**(5): 393~395
- Zhong Disheng. Vacuum Deposition[M]. Shenyang: Liaoning University Press, 2001. 42~48  
钟迪生. 真空镀膜[M]. 沈阳: 辽宁大学出版社, 2001. 42~48
- Gu Peifu. Film Technology[M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1990. 93~119  
顾培夫. 薄膜技术[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 1990. 93~119
- Lin Yongchang, Lu Weiqiang. Theory of Optical Thin Film[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 1990. 251~253  
林永昌,卢维强. 光学薄膜原理[M]. 北京: 国防工业出版社, 1990. 251~253
- Tang Jinfa, Gu Peifu. Thin Film Optics and Technology[M]. Beijing: Machinery Industry Press, 1989. 346~350  
唐晋发,顾培夫. 薄膜光学与技术[M]. 北京: 机械工业出版社, 1989. 346~350
- Duan Weibo, Liu Dingquan, Zhang Fengshan. The manufacture of visible and near infrared window-filter for FY-2 meteorological satellite scanning radiometer[J]. *Optical Instruments*, 2006, **8**: 113~117  
段微波,刘定权,张凤山. FY-2 气象卫星扫描辐射计可见-近红外窗口滤光片的研制[J]. 光学仪器, 2006, **8**: 113~117
- Li Daqi, Liu Dingquan, Zhang Fengshan. Design and fabrication of  $6.4 \sim 15\ \mu\text{m}$  broadband antireflection coatings[J]. *J. Infrared Millimeter Waves*, 2006, **25**(2): 135~137  
李大琪,刘定权,张凤山.  $6.4 \sim 15\ \mu\text{m}$  宽带增透膜的设计与制作[J]. 红外与毫米波学报, 2006, **25**(2): 135~137
- H. A. Macleod. Thin-Film Optical Filters[M]. London: Thin Film Center Inc. Tucson, Arizona, 1999. 257~345
- Duan Weibo, Liu Dingquan, Zhang Fengshan. Design and fabrication of an infrared dichroic filter used for multi-channel image-forming system[C]. *SPIE*, 2007, **6722**: 672220