

双离子束溅射制备近红外窄带通滤光片的光谱和表面形貌

陈刚^{1,3}, 刘定权^{1,2,3*}, 马冲¹, 王凯旋^{1,2}, 张莉¹, 高凌山^{1,3}

¹中国科学院上海技术物理研究所, 上海 200083;

²上海科技大学物质学院, 上海 200031;

³中国科学院大学, 北京 100049

摘要 为了观测大气层中的水汽含量以及 CH₄ 和 CO₂ 的浓度, 在蓝宝石 (Al₂O₃) 基片上制备了两种窄带通滤光片, 其中心波长分别为 1375 nm 和 1610 nm, 带宽分别为 15 nm 和 60 nm, 透过率均达到了 95%。基于法布里-珀罗腔结构设计了带通滤光膜系, 并对其进行了优化。与电子束蒸镀薄膜相比, 采用双离子束溅射沉积方法制备的 Nb₂O₅/SiO₂ 滤光片薄膜, 其表面质量明显改善, 缺陷减少, 表面粗糙度均方根降低到 1 nm 以下, 显著改善了与光电探测器光耦合时的不均匀性。

关键词 薄膜; 离子束溅射沉积; 窄带通滤光片; 表面形貌

中图分类号 O439; O484.1

文献标志码 A

doi: 10.3788/AOS202040.2131001

Optical Spectra and Surface Morphologies of Near-Infrared Narrow Band-Pass Filters Using Dual Ion Beam Sputtering

Chen Gang^{1,3}, Liu Dingquan^{1,2,3*}, Ma Chong¹, Wang Kaixuan^{1,2},
Zhang Li¹, Gao Lingshan^{1,3}

¹ Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China;

² School of Physical Science and Technology, ShanghaiTech University, Shanghai 200031, China;

³ University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

Abstract To investigate water vapor, methane (CH₄), and carbon dioxide (CO₂) concentrations in the atmosphere, two near-infrared narrow band-pass filters are fabricated on sapphire substrates. The central wavelengths are 1375 nm and 1610 nm and bandwidths are 15 nm and 60 nm, with average transmission of 95%. Nb₂O₅/SiO₂ Fabry-Perot multilayer filters are optimized and deposited using dual ion beam sputtering. Compared to electron beam evaporated films, the dual ion beam sputtered films have significantly improved surface quality and reduced defects, and their root-mean-square surface roughness is reduced to below 1 nm, which significantly improves the uniformity of electric signals when coupled with a photodetector.

Key words thin films; dual ion beam sputtering; narrow band-pass filters; surface morphologies

OCIS codes 310.6860; 310.6870; 310.3840

1 引 言

扫描辐射计是环境和气象探测卫星中一种主要的光学遥感仪器, 在可见光、近红外、短波红外、中波红外和长波红外波段分布着 10 多个光谱通道^[1], 因此光谱分辨率大大提高, 具有对云层、地表、海面 and 大气层等目标的多种参数进行综合探

测的能力。

近红外波段覆盖了可见光与短波红外之间的光谱范围, 其波长范围通常为 760 ~ 2500 nm。在这一波段内, 化学键的振动信息也极为丰富, 存在 C—H 键、C—O 键、H—O 键和 O—O 键的光谱信息。在对地遥感和空间活动中探测 CH₄、CO₂、CO、O₃、O₂ 和 H₂O 时, 也经常用到这个光谱波段。

收稿日期: 2020-06-05; **修回日期:** 2020-07-02; **录用日期:** 2020-07-15

基金项目: 上海技术物理研究所创新基金(2019cx-272)

* **E-mail:** dqliu@mail.sitp.ac.cn

扫描辐射计中的近红外波段滤光片是近红外探测通道中用于获取精确光谱的重要光学元件^[2-6],它的两个近红外光谱通道的中心波长分别为 1375 nm 和 1610 nm,带宽分别为 15 nm 和 60 nm。近红外波段滤光片用来观测大气层中的水汽含量、CH₄ 和 CO₂ 的浓度^[7-9]、冰雪、土壤湿度以及云相等环境和气象数据。通常希望滤光片在波段内有尽可能高的透过率和积分能量,在通带外 900~1800 nm 波长范围内有良好的截止。为了保持面阵探测器各个光敏元的响应一致性,在滤光片的通光区域内,缺陷尺寸不能超过 5 μm。

2 滤光片的膜系设计与制备

为了使仪器获得足够的工作光谱信号,尽量抑制通带外的背景光,通常要求滤光片在通带内的平均透过率大于 95%,在通带外 900~1800 nm 截止

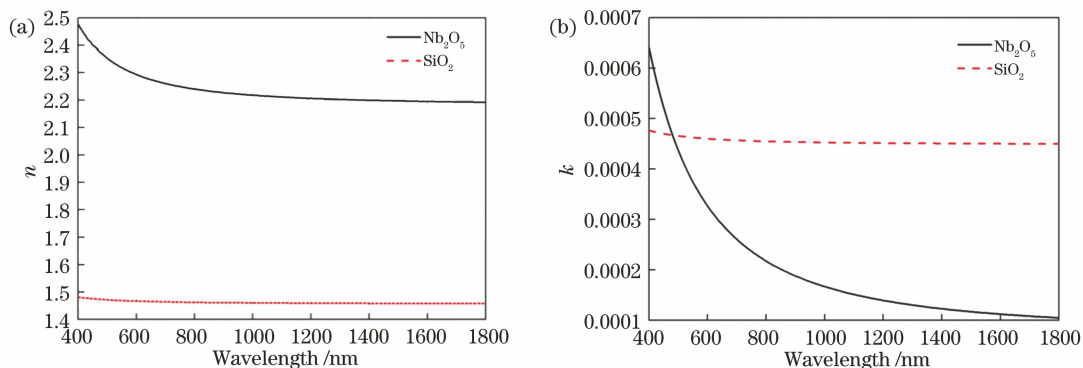


图1 Nb₂O₅ 和 SiO₂ 膜层的光谱常数曲线。(a) 折射率 n ; (b) 消光系数 k

Fig. 1 Spectral constant curves of Nb₂O₅ and SiO₂ thin films. (a) Refractive index n ; (b) extinction coefficients k

2.1 滤光片的膜系设计

滤光片的通带设计采用全介质 Fabry-Pérot(法布里-珀罗)型多腔结构膜系,截止带用多个反射堆的连接来实现。为了使通带光谱具有良好的矩形度,本文采用了三个高级次谐振腔。经过优化后的膜系平滑了通带内的波纹,具体膜系如下:1)1375 nm 通道滤光片的膜系为 0.757L 0.663H L (H L)² 4H (L H)⁷ 4L (H L)⁷ 4H (L H)³// Sub. //1.051H 0.249L 0.733H 1.358L (0.4H 0.8L 0.4H)¹¹ 0.233H 1.098L 0.281H (0.68L 1.36H 0.68L)² (0.635L 1.27H 0.635L)⁷ (0.68L 1.36H 0.68L)² 0.219H 1.341L 0.098H 0.102L,设计波长为 1375 nm; 2)1610 nm 通道滤光片的膜系为 0.896L 0.638H L H L 4H (L H)⁴ L 2H L (H L)⁴ 4H (L H)²// Sub. //0.903H 0.262L 0.57H 0.99L (0.33H 0.66L 0.33H)¹⁰ 0.621H 0.597L 0.378H (0.395H

区的平均透过率小于 0.1%。

在膜系设计中,选用蓝宝石(Al₂O₃)片作为滤光片的基底,SiO₂ 作为低折射率薄膜材料(在膜系设计中标记为 L)。高折射率薄膜在膜系设计中标记为 H,可用材料有 Ta₂O₅、Nb₂O₅ 和 Si(对于 1610 nm 光谱通道)。Ta₂O₅ 膜层的折射率偏低,整个膜系中需增加较多膜层,这样会增加滤光片膜层的应力,制作难度和成本也会增加^[10-11],而 Si 膜的吸收较大,因此,选用 Nb₂O₅ 作为高折射率膜层材料。

图 1 是实际测量得到的 Nb₂O₅ 和 SiO₂ 膜层的光学常数曲线,两种膜层均是采用双离子束溅射技术制备的。可以看出:两种薄膜在工作波段内有稳定的折射率,色散很小,有利于膜系的设计;两种薄膜的消光系数均小于 5×10^{-4} ,能够得到高透过率的滤光片。

0.79L 0.395H)¹² 0.22H 1.051L 0.267H 0.049L,设计波长为 1610 nm。

由图 2 可知,设计的滤光片的通带宽度和透过率均达到了要求,带外截止区的透过率 T 小于 0.1%。

2.2 薄膜制备

分别采用两种方法制备本文设计的光学薄膜。一种方法是伴随离子束轰击的电子束蒸发(IBAD)技术,另一种方法是双离子束溅射沉积(DIBS)技术。经过比较两种方法制备的薄膜表面可知,DIBS 方法制备的薄膜的表面质量更好。因此,本文采用 DIBS 方法制备滤光片薄膜。

如图 3 所示,在高真空腔体中,用一个较大尺寸(口径为 16 cm)的聚焦型射频离子源溅射靶材,靶材料以原子形式被溅射出来,沉积到基片表面生长成薄膜;与此同时,用另一个较小尺寸(口径为 12 cm)的匀束型离子源轰击生长中的薄膜,这样做

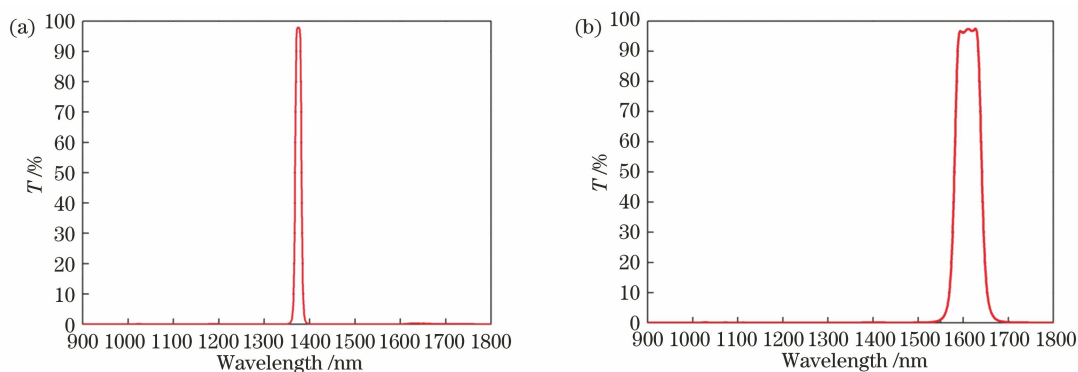


图 2 滤光片的透过率设计曲线。(a) 1375 nm 通道;(b) 1610 nm 通道

Fig. 2 Designed transmittance curves of two filters. (a) 1375 nm channel; (b) 1610 nm channel

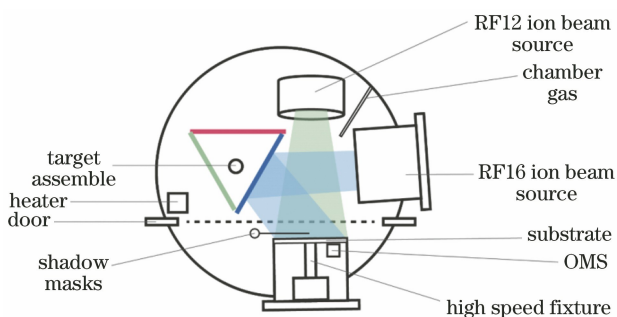


图 3 DIBS 实验装置示意图

Fig. 3 Schematic DIBS experimental setup

能够增加沉积原子的表面迁移速率,改善生长膜层

的化学配比和致密程度^[12]。溅射靶材分别选用纯度为 99.95% 的铌靶和纯度为 99.995% 的 SiO₂ 靶。溅射离子源中通入纯度为 99.999% 的氩气 (Ar) 作为工作气体,辅助离子源中导入以氧气 (O₂) 为主的混合气体,辅助离子轰击,使膜层能够充分被氧化,同时使沉积原子找到自由能更低的生长位置,形成致密的薄膜。相关的工艺参数在表 1 中给出。基片温度为 (90±2) °C,膜层的厚度采用直接透射式光学方法进行监控,监控精度可达 0.1%。用 Lambda 1050 型分光光度计测量滤光片的透射光谱,光谱曲线在图 4 和图 5 中给出。

表 1 采用 DIBS 技术制备滤光片的相关工艺参数

Table 1 Relevant parameters for preparing filters using DIBS technology

Target	RF16			RF12			Deposition rate / (nm · s ⁻¹)
	Voltage / V	Current / mA	Flow / (mL · min ⁻¹)	Voltage / V	Current / mA	Flow / (mL · min ⁻¹)	
Nb	1250	600	18(Ar)	400	150	3(Ar),12(O ₂)	0.27
SiO ₂	1250	600	18(Ar)	400	75	3(Ar),12(O ₂)	0.21

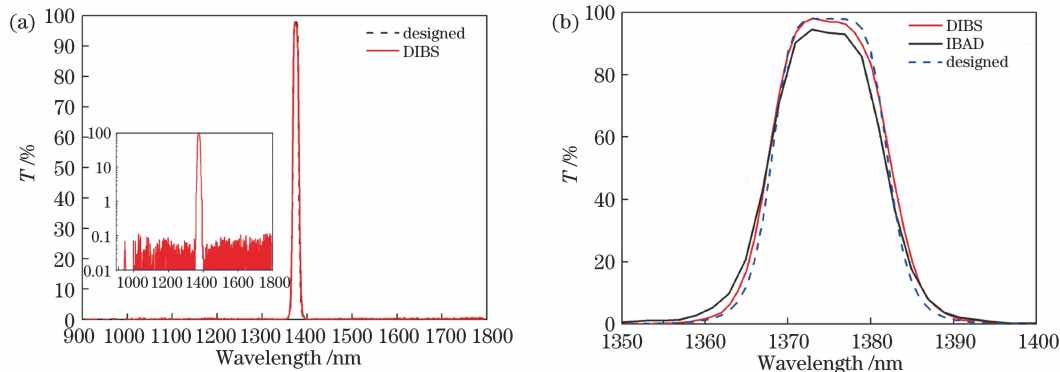


图 4 1375 nm 滤光片实测与设计的透射率光谱曲线。(a)测试范围 900~1800 nm;(b)测试范围 1350~1400 nm

Fig. 4 Designed and tested optical transmittance curves of 1375 nm filter. (a) Test range of 900–1800 nm;
(b) test range of 1350–1400 nm

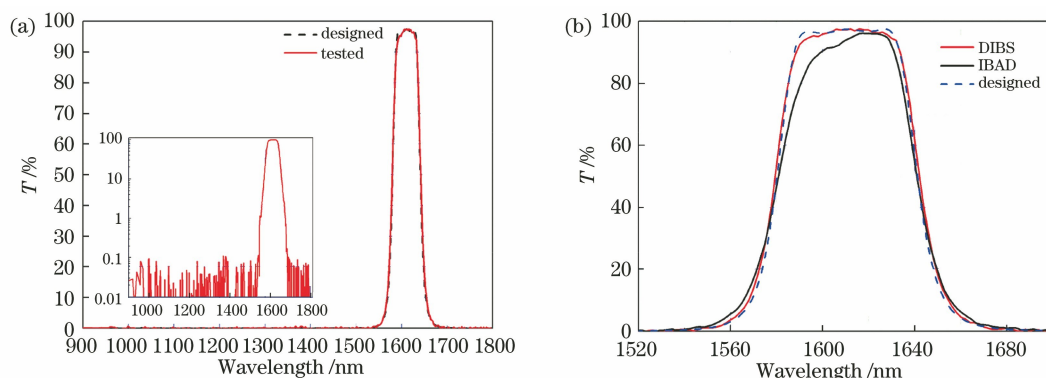


图 5 1610 nm 滤光片实测与设计的透射率光谱曲线。(a)测试范围 900~1800 nm;(b)测试范围 1520~1700 nm

Fig. 5 Designed and tested transmittance curves of 1610 nm filter. (a) Test range of 900–1800 nm;
(b) test range of 1520–1700 nm

从图 4 和图 5 中可以看出:实际测得的透射率光谱曲线与设计曲线的重合度很高;受到截止带非规整(非设计波长 $1/4$ 光学厚度)膜层控制精度的影响,1375 nm 通道的通带矩形度略有降低。

3 薄膜的表面形貌

薄膜缺陷及其表面质量控制是本研究的一个重要方面,目的是保证滤光片的可靠性和稳定性,减小焦平面探测器上每个光敏元的光学差异。

用 IBAD 技术和 DIBS 技术分别镀制了两个光

谱通道滤光片的完整膜系,它们的膜层结构和厚度基本相同。利用高倍光学显微镜和原子力显微镜 (AFM) 分别对样品的表面进行观察,结果如图 6~9 所示。

表 2 中给出了两种技术镀制的滤光片的表面粗糙度。

从光学显微镜和原子力显微镜照片可以看出:采用 IBAD 技术镀制的滤光片的表面较为粗糙,缺陷较多,缺陷尺寸较大(有的超过 $100 \mu\text{m}$);采用 DIBS 技术制备的滤光片的表面光滑细腻,缺陷较

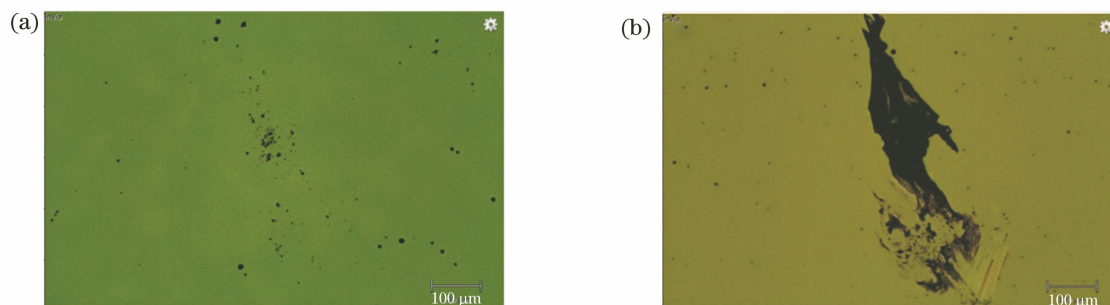


图 6 IBAD 镀制滤光片表面的光学显微镜照片。(a) 1610 nm 通道;(b) 1375 nm 通道

Fig. 6 Optical microscope images of the surface of filter prepared by IBAD. (a) 1610 nm channel; (b) 1375 nm channel

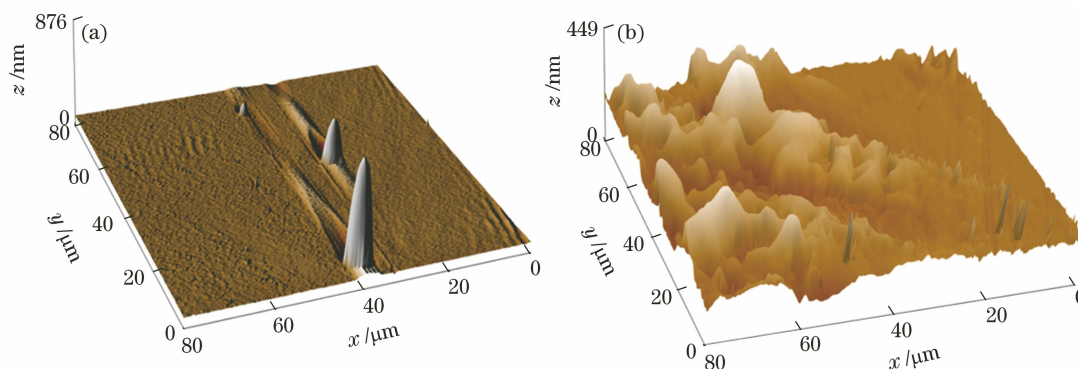


图 7 IBAD 技术镀制滤光片表面的原子力显微镜照片。(a) 1610 nm 通道;(b) 1375 nm 通道

Fig. 7 AFM images of the surface of filter prepared by IBAD. (a) 1610 nm channel; (b) 1375 nm channel

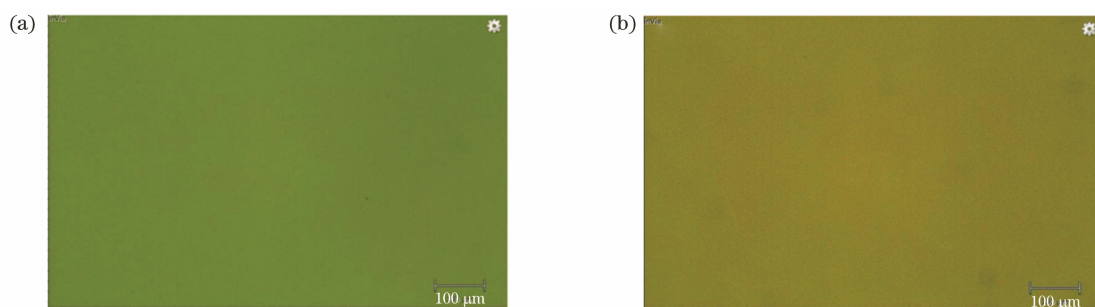


图 8 DIBS 镀制滤光片表面的光学显微镜照片。(a) 1610 nm 通道;(b) 1375 nm 通道

Fig. 8 Optical images of the surface of filter prepared by DIBS. (a) 1610 nm channel; (b) 1375 nm channel

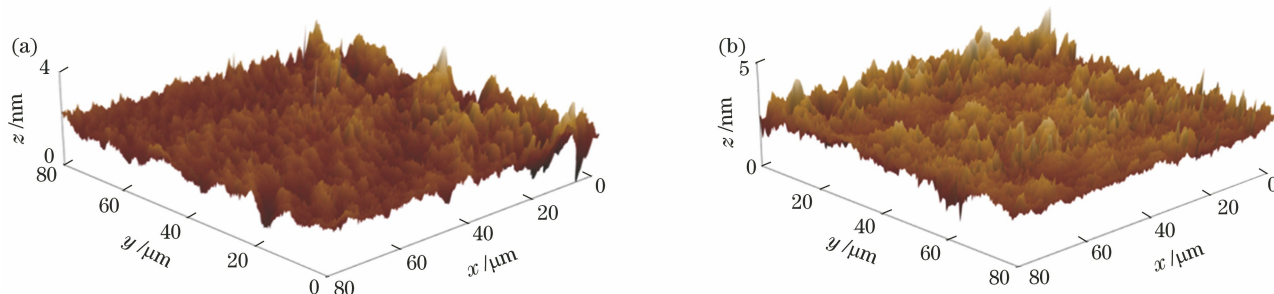


图 9 DIBS 镀制滤光片表面的原子力显微镜 (AFM) 照片。(a) 1610 nm 通道;(b) 1375 nm 通道

Fig. 9 AFM images of the surface of filter prepared by DIBS. (a) 1610 nm channel; (b) 1375 nm channel

表 2 IBAD 和 DIBS 镀制滤光片的表面粗糙度

Table 2 Surface roughness of filters prepared by IBAD and DIBS

Surface roughness	IBAD		DIBS	
	1375 nm	1610 nm	1375 nm	1610 nm
Max /nm	449.28	868.40	4.85	3.90
Min /nm	-315.38	-96.80	-5.06	-3.19
Peak-to-peak /nm	764.66	965.21	9.91	7.09
Root-mean-square /nm	78.25	38.34	0.81	0.57

少,缺陷尺寸小(一般在 $10 \mu\text{m}$ 以下)。经过筛选,能够得到缺陷尺寸不超过 $5 \mu\text{m}$ 的样品。

滤光片的膜层与表面质量主要归因于镀膜源材料的形态和薄膜的生长原理。在 IBAD 技术中,源材料一般为颗粒状或块状材料,电子束产生的局部高温和蒸汽,会将原子团簇和微型液滴喷射到样品表面;此外,膜料在蒸镀过程中,颗粒或块料逐渐变小,会产生少量灰尘。上述这些因素都会导致膜层内和薄膜表面形成一些缺陷,表征薄膜表面光滑程度的表面粗糙度均方根(RMS)为几纳米^[13]或更大。在 DIBS 技术中,源材料是致密的靶状材料,被离子束溅射后,靶材以原子形式沉积到薄膜的生长表面,这些原子的动能较大,在表面上有一定的迁移能力,很容易找到合适的位置沉积下来,生长成的膜层致

密,表面光滑,缺陷少且尺寸小。这与文献[14]的研究结论是相同的。

滤光片与探测器耦合后,膜层内和薄膜表面的缺陷能够在探测器的光电信号中反映出来^[15]。图 10 是滤光片与探测器耦合后,一系列 1024 个光敏元的电信号输出。可以看出,使用 DIBS 技术制备的滤光片与光电探测器耦合时,信号强度增加,信号波动变小,不均匀性得到显著改善。这一方面是由于采用 DIBS 技术制备的滤光片的平均透过率增加,更为重要的是该薄膜表面的缺陷显著减少,表面粗糙度 RMS 值降低,由几十纳米降低到 1 nm 以下。滤光片薄膜内部和表面缺陷的存在会改变正常微区的光通量,导致光敏元的光电响应出现差异,电信号输出出现较大波动。这也证明了用 DIBS 技术制备的滤光片具有更少的缺陷和更好的一致性。

4 结 论

将 Nb_2O_5 和 SiO_2 分别作为高低折射率膜层材料,设计了具有 3 个谐振腔的两种近红外波段带通滤光片,并采用 IBAD 技术和 DIBS 技术分别镀制了这两种滤光片。滤光片的中心波长分别为 1375 nm 和 1610 nm ,通带宽度分别为 15 nm 和 60 nm ,透过率均能达到 95% ,在 $900 \sim 1800 \text{ nm}$ 光谱范围内具有良好的截止性能。采用 DIBS 技术镀

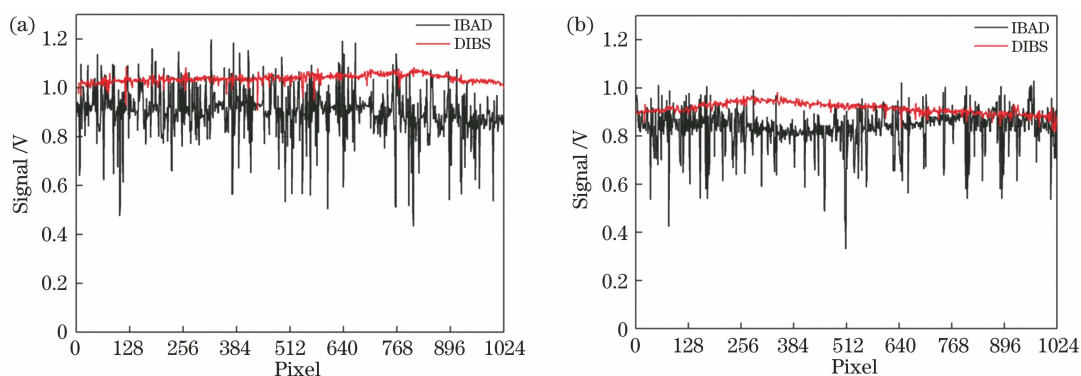


图 10 滤光片与探测器耦合后输出的电信号。(a) 1375 nm 通道;(b) 1610 nm 通道

Fig. 10 Output electric signals of detector after coupling with filters. (a) 1375 nm channel; (b) 1610 nm channel

制的薄膜缺陷少且尺寸小,膜层平整光滑,用 AFM 测得其表面粗糙度 RMS 值明显小于 1 nm。用 DIBS 技术制备的近红外波段窄带通滤光片显著改善了其与光电探测器光耦合时的不均匀性,克服了 IBAD 滤光片存在的光耦合障碍。

参 考 文 献

- [1] Duan W B, Liu D Q, Zhang F S. The manufacture of visible and near infrared window-filter for FY-2 meteorological satellite scanning radiometer [J]. *Optical Instruments*, 2006, 28(4): 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, 28(4): 113-117.
- [2] Im C S, Lee S S. Highly efficient and angle-tolerant mid-infrared filter based on a cascaded etalon resonator [J]. *Optics Express*, 2017, 25(14): 16083-16091.
- [3] Liu J C, Li H W, Yin L M, et al. Equivalent emissivity inversion method for infrared filters in cutoff band [J]. *Acta Optica Sinica*, 2018, 38(4): 0401002.
刘俊池, 李洪文, 殷丽梅, 等. 红外滤光片截止波段等效发射率反演方法 [J]. *光学学报*, 2018, 38(4): 0401002.
- [4] Wang Y, Wang X K, Chen A S, et al. Spectrum character of infrared filter working at cryogenic temperature [J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2013, 11(6): 29-32.
汪洋, 王小坤, 陈安森, 等. 红外滤光片低温光谱特性研究 [J]. *光学与光电技术*, 2013, 11(6): 29-32.
- [5] He X, Yang J B, Chen D B, et al. Sub-wavenumber linewidth mid-infrared notch filter enabled by a dual-period plasmonic structure [J]. *Optics Communications*, 2018, 428: 152-156.
- [6] Dai F, Fan W H, Wu J H, et al. Preparation of near infrared absorption filter and its property [J]. *Laser & Infrared*, 2011, 41(10): 1131-1135.
戴峰, 樊卫华, 吴金华, 等. 近红外吸收滤光片的制备与性能研究 [J]. *激光与红外*, 2011, 41(10): 1131-1135.
- [7] Ciais P, Dolman A J, Bombelli A, et al. Current systematic carbon-cycle observations and the need for implementing a policy-relevant carbon observing system [J]. *Biogeosciences*, 2013, 11(13): 3547-3602.
- [8] Maksyutov S, Takagi H, Valsala V K, et al. Regional CO₂ flux estimates for 2009—2010 based on GOSAT and ground-based CO₂ observations [J]. *Atmospheric Chemistry and Physics*, 2013, 13(18): 9351-9373.
- [9] Li W D, Liu J Q, Zhu Y D, et al. LEO-LEO infrared laser occultation technique to measure atmospheric carbon dioxide concentration [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2019, 46(8): 0810001.
李文冬, 刘继桥, 朱亚丹, 等. LEO-LEO 红外激光掩星 CO₂ 浓度测量技术研究 [J]. *中国激光*, 2019, 46(8): 0810001.
- [10] He J, Luo C T, Ma M J, et al. Optical performance analysis of tunable liquid crystal infrared filter [J]. *Optical Technique*, 2006, 32(z1): 380-382, 385.
何杰, 罗崇泰, 马勉军, 等. 可调谐液晶红外滤光片的光学特性分析 [J]. *光学技术*, 2006, 32(z1): 380-382, 385.
- [11] Singh R P, Pallamraju D. Near infrared imaging spectrograph (NIRIS) for ground-based mesospheric OH(6-2) and O₂(0-1) intensity and temperature measurements [J]. *Journal of Earth System Science*, 2017, 126(6): 1-17.
- [12] Liu H S, Ji Y Q, Jiang Y G, et al. Study on internal short-range order microstructure characteristic of SiO₂ thin film [J]. *Acta Physica Sinica*, 2013, 62(18): 426-431.
刘华松, 季一勤, 姜玉刚, 等. SiO₂ 薄膜内部短程有序微结构研究 [J]. *物理学报*, 2013, 62(18): 426-

- 431.
- [13] Zeng T, Zhu M, Chai Y, et al. Environmental stability investigation on electron-beam deposited coatings with dense capping layer [J]. *Optical Engineering*, 2018, 57(8): 086114.
- [14] Lee C C, Hsu J C, Wei D T, et al. Morphology of dual beam ion sputtered films investigated by atomic force microscopy[J]. *Thin Solid Films*, 1997, 308/309: 74-78.
- [15] Liu K B, Yang X H, He T T, et al. Indium phosphide-based near-infrared single photon avalanche photodiode detector arrays [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2019, 56(22): 220001. 刘凯宝, 杨晓红, 何婷婷, 等. InP 基近红外单光子雪崩光电探测器阵列 [J]. *激光与光电子学进展*, 2019, 56(22): 220001.