

## 中红外仿生复合微纳结构减反射表面研究

马子烨, 欧阳名钊\*, 付跃刚, 吴锦双, 周见红, 任航, 张自强

长春理工大学光电测控与光信息传输技术教育部重点实验室, 吉林 长春 130022

**摘要** 利用原子层沉积技术共生长的特点,同时利用自组装掩模刻蚀技术,在单晶硅基底上制备了具有低深宽比和满占空比特点的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合微纳结构表面。光谱反射率测试结果表明,在底端满占空比、微结构深宽比接近 1:1 的情况下,入射角在  $8^\circ$  时复合微纳结构表面在  $3\sim 5\ \mu\text{m}$  谱段的平均反射率小于 3.5%。纳米压痕测试结果表明, $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合微纳结构表面的弹性恢复率较单一硅基底结构增加 10.14%,证明沉积氧化铝薄膜具有提升抗反射微纳结构力学性能的作用。

**关键词** 薄膜; 复合微纳结构表面; 氧化铝原子层沉积; 中红外抗反射; 弹性恢复率

中图分类号 O485

文献标志码 A

DOI: 10.3788/AOS202242.1031001

## Anti-Reflection Surface of Mid-Infrared Bionic Composite Micro-Nano Structure

Ma Ziye, Ouyang Mingzhao\*, Fu Yuegang, Wu Jinshuang, Zhou Jianhong, Ren Hang, Zhang Ziqiang

Key Laboratory of Optical Control and Optical Information Transmission Technology, Ministry of Education, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, Jilin, China

**Abstract** In this paper, the composite micro-nano structure surface of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si with a low ratio of depth to width and full duty ratio was prepared on the monocrystalline silicon substrate by using the self-assembly mask etch technology as well as the conformal growth feature of atomic layer deposition technology. The results of spectral reflectance tests show that when the bottom attains the full duty ratio and the ratio of depth to width is close to 1:1, the average reflectance of the composite micro-nano structure surface in the frequency band of  $3\sim 5\ \mu\text{m}$  is less than 3.5% at an incident angle of  $8^\circ$ . The results of nano-indentation tests demonstrate that the elastic recovery rate of the composite micro-nano structure surface of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si is 10.14% higher than that of single silicon substrates, which proves that the deposited alumina film can improve the mechanical properties of the anti-reflection micro-nano structure.

**Key words** thin films; composite micro-nano structure surface; atomic layer deposition of aluminum oxide; mid-infrared antireflection; elastic recovery rate

## 1 引言

光滑介质分界面处菲涅耳损失严重制约了光学元件及系统的性能发挥。传统多层减反射薄膜技术由于相消干涉原理的局限性,在宽入射角度<sup>[1]</sup>、宽光

谱减反射<sup>[2-5]</sup>,以及多材料热胀匹配等方面面临挑战<sup>[6-7]</sup>。受蛾眼表面微纳结构的启发,人们发展出了仿生蛾眼抗反射微纳结构表面技术<sup>[8-14]</sup>,通过构建亚波长微纳结构<sup>[15-18]</sup>,实现介质分界面处的渐变梯度折射率分布<sup>[19-21]</sup>,亚波长微纳结构表现出宽带和

收稿日期: 2021-09-28; 修回日期: 2021-11-01; 录用日期: 2021-12-06

基金项目: 国家自然科学基金(61705018)、中国中央政府地方科技发展基金会(202002037JC)、中国 111 工程(D21009, D17017)、吉林省科技发展计划项目(20190302098G)、吉林省教育厅科学技术研究项目(JJKH20210814KJ)

通信作者: \*oymz68@163.com

全向的抗反射性能<sup>[18,22-24]</sup>,具有广阔的应用前景。

近年来,人们在仿生蛾眼微纳结构表面技术上取得了进展,但仍然面临着一些无法回避的问题,主要表现在:仿生蛾眼微纳结构表面可以等效为一种亚波长的二维光栅,为了实现宽光谱减反射特性<sup>[25]</sup>,其单元结构需要具有很大的深宽比<sup>[26]</sup>,这造成了微纳结构在材料表面的松散,严重弱化了表面的机械强度,尤其是该结构应用在硅<sup>[27-28]</sup>、锗<sup>[29-30]</sup>等高折射率的红外基底材料时,问题表现得尤为突出,这也使得仿生蛾眼微纳结构表面抗外界损伤的能力大大降低<sup>[31-34]</sup>,严重制约了该项技术的推广与应用。

为了解决仿生蛾眼微纳结构大深宽比和掩模刻蚀加工导致的小占空比问题,本文利用原子层沉积(ALD)Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>薄膜技术,开展了三维共形复合仿生微纳结构表面的光学与力学性能研究。以硅为实验基底在红外波段制备了氧化铝复合微纳结构减反射表面。其中,复合结构的制备过程为:采用纳米球自组装技术制作掩模版,通过电感耦合等离子体刻蚀(ICP)工艺<sup>[18,35-36]</sup>刻蚀出基底微纳结构,在微结构表面沉积原子层氧化铝薄膜,得到复合微纳结构表面。对所制备的样品进行光谱反射率测试与纳米压痕仪力学测试,得到复合微纳结构表面的减反射特性与力学性能。研究结果表明仿生复合微纳结构表面可以实现减小微结构单元深宽比、提升力学性能的同时,达到减反射光学特性。

## 2 实验方法

### 2.1 硅基底蛾眼结构的制备

首先采用丙酮、乙醇和去离子水对单晶硅基底

表 1 基于 ALD 技术制备 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的工艺参数

Table 1 Process parameters for preparation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> based on ALD technology

Condition	Material	Substrate temperature / °C	First reactant (pulse time)	Purge gas (purge time)	Second reactant (pulse time)	Purge gas (purge time)
Detail	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	200	TMA (0, 02 s)	Ar (8 s)	H <sub>2</sub> O (0, 02 s)	Ar (8 s)

为了后续进行纳米压痕仪力学测试的对比实验,在沉积 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜之前对刻蚀后的样品进行热氧化及去除氧化层处理,以消除刻蚀过程中产生的晶格损伤以及平滑微结构表面。实验采用箱式气氛炉,氧化温度为 1050 °C,氧化时间为 10 min。随后将氧化完成的样片快速放入氢氟酸(HF)缓冲液中以腐蚀表面多余的氧化膜,缓冲液采用氟化铵(NHF<sub>4</sub>)、HF 和 H<sub>2</sub>O,按质量比进行配比,质量比为  $m(\text{NHF}_4):m(\text{HF}):m(\text{H}_2\text{O})=3:6:10$ ,腐蚀时

进行清洗,并用高纯 N<sub>2</sub> 吹干。硅表面亲水处理采用浓硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)与过氧化氢(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)按 7:3 的比例配制成的食人鱼溶液,将清洗过的单晶硅片浸泡约 12 h。随后将直径为 1 μm 的聚苯乙烯纳米微球(PS 微球)均匀漂浮在水面形成自组装微球阵列,使自组装微球阵列自然沉降到单晶硅基底上,形成自组装掩模。在得到具有掩模的硅基片后,使用六氟化硫(SF<sub>6</sub>)和三氟甲烷(CHF<sub>3</sub>)刻蚀气体进行等离子体刻蚀(ICP),形成蛾眼结构阵列,ICP 功率为 300 W,射频(RF)功率为 20 W,压强为 0.5 Pa,刻蚀温度为 10 °C。纳米硅柱的直径和高度分别与 PS 微球的大小、刻蚀时间有关,而 PS 微球的大小由 O<sub>2</sub> 等离子体的轰击时间控制。在刻蚀完成后,通过 O<sub>2</sub> 等离子体轰击消除剩余 PS 微球掩模,完成单晶硅基底蛾眼结构的制备。

### 2.2 氧化铝薄膜的制备

本实验采用 ALD 技术制备 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜,采用英作纳米科技(北京)有限公司生产的 PEALD-150 设备。氧化铝材料在 200 °C 基板温度下制得,腔内吹扫气体为高纯氩气(Ar)。利用三甲基铝[Al(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>,TMA]和去离子水(H<sub>2</sub>O)这两种前驱体制备 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,每个循环的 ALD 过程包括 4 个步骤:1)TMA 蒸气脉冲进入反应室,在硅基底上发生化学吸附反应;2)利用 Ar 进行吹扫,将未被吸附的多余 TMA 蒸气带出反应腔室;3)水蒸气脉冲进入反应腔室,与吸附在 Si 基底表面的 TMA 发生化学反应,生成 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 与副产物 CH<sub>4</sub>;4)利用 Ar 进行吹扫,将未完全反应的水蒸气与副产物 CH<sub>4</sub> 带出反应腔室。具体工艺参数见表 1。

间为 5 s。实验流程如图 1 所示。

## 3 结果与讨论

### 3.1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Si 复合结构表面的表征

使用德国 Zeiss 公司的 Merlin Compact 型扫描电子显微镜(SEM)来表征制备样品表面结构形态。图 2(a)显示在 Si 基底上自组装得到的 PS 微球掩模阵列结构,PS 微球呈现出紧密的六边形排布。图 2(b)显示了经过 ICP 刻蚀后的蛾眼阵列结构

(结构周期  $1.068 \mu\text{m}$ , 刻蚀深度  $1.027 \mu\text{m}$ , 底端直径  $681.1 \text{ nm}$ ), 结构的占空比为  $0.68$ , 深宽比为  $1.51$ 。图 2(c)、(d) 显示在沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜后复合结构的 SEM 图像(结构周期  $1.083 \mu\text{m}$ , 结构高度  $996.45 \text{ nm}$ , 底端直径  $1.061 \mu\text{m}$ ), 由此可知占空比为  $0.98$ , 深宽比为  $0.94$ 。在沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜

后, 占空比接近  $1$ , 相比沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜前增加  $0.3$ , 深宽比减小  $0.57$ 。因此,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜与原基底微结构具有明显的三维共形性, 沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜后, 该结构在实现微结构单元底端满占空比效果的同时也减小了深宽比, 有助于提高微结构表面的力学稳定性。

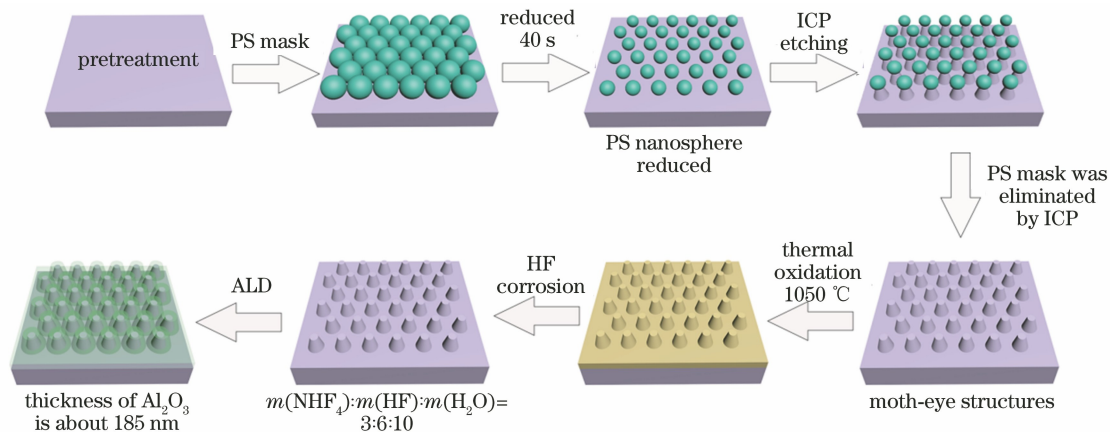


图 1 实验流程图

Fig. 1 Experimental process

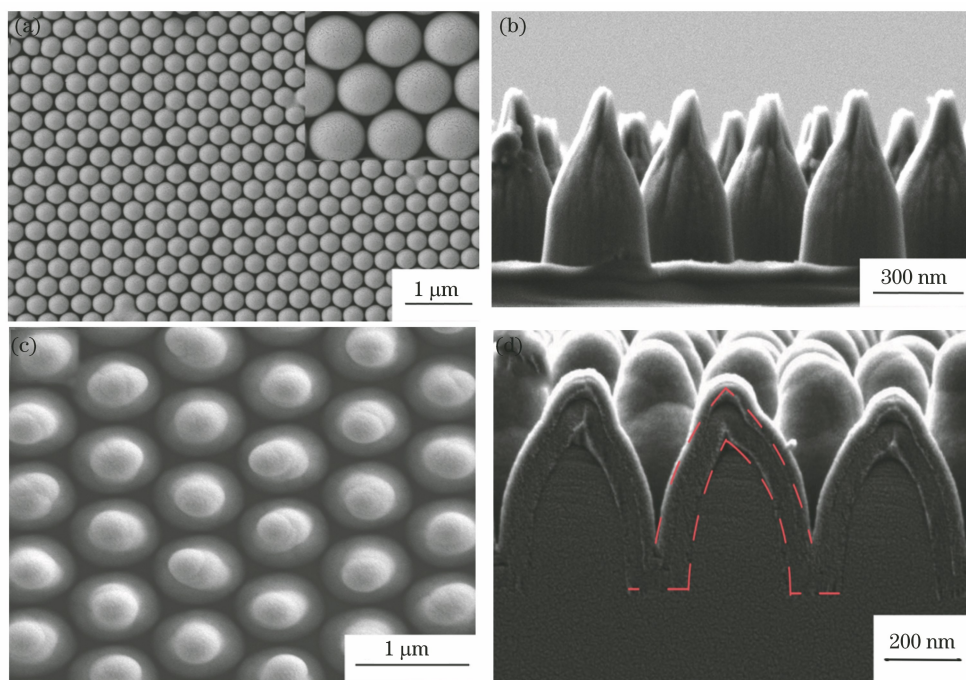


图 2 SEM 图像。(a) PS 微球掩模的 SEM 图像; (b) ICP 刻蚀后在硅片上的蛾眼结构的侧视图; (c)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合结构的俯视图; (d)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合结构的侧视图

Fig. 2 SEM images. (a) SEM image of PS microsphere mask; (b) side view of moth eye structure on silicon wafer after ICP etching; (c) top view of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si structure; (d) side view of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si structure

### 3.2 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合结构表面的光谱反射率测试分析

抗反射微纳结构实质上是一种无衍射的亚波长介质光栅, 即光场在通过亚波长光栅结构时只有零级的透射和反射波存在, 高级衍射波均以倏逝波

形式束缚在介质表面。根据严格耦合波理论分析方法, 正入射条件下, 实现第  $i$  级衍射波为倏逝波需要满足的条件为

$$p < \frac{i\lambda}{n_1}, \quad (1)$$

式中:  $p$  为结构周期;  $n_1$  为空气折射率;  $i$  为衍射级次。斜入射条件下, 实现第  $i$  级反射衍射波为倏逝波需要满足的条件为

$$p < \frac{i\lambda}{n_1 + n_1 \sin \theta}, \quad (2)$$

式中:  $\theta$  为入射角度;  $\lambda$  为入射波长。微纳结构表面的设计周期为  $1 \mu\text{m}$ , 反射率测试角度为  $8^\circ$  (由测试仪器决定), 波长测试范围为  $3 \sim 5 \mu\text{m}$ , 满足式(1)、(2)的倏逝波条件。反射率测试选用 ESSENTOPTICS 公司的 PHOTON RT 紫外-可见分光光度计作为测量设备。为了对比不同厚度的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜对结构光学性能的影响, 分别沉积了厚度为 100, 150, 170, 185 nm 的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜。图 3(a)、(b) 表示刻蚀时间为 600 s 的样品以及沉积不同厚度  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的复合微纳结构表面的反射率测试结果。从图 3(a) 可以看出, 沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜后,  $3 \sim 5 \mu\text{m}$  谱段整体的反射率大幅度降低。随着镀膜厚度的逐渐增加,  $3 \sim 4 \mu\text{m}$  谱

段出现了反射率轻微增加的趋势, 而  $4 \sim 5 \mu\text{m}$  谱段减反射光学性能的提升非常明显, 整体波段呈现出干涉光场的波动现象。由此在宏观尺度上推论, 当只有 Si 基微纳结构存在时, 结构近似为锥形, 构成了从空气到硅基底的等效渐变折射率过渡层, 但微结构底部占空比不足造成折射率梯度跃变, 产生较强的菲涅耳反射。同时微结构高度的限制导致随着波长的增加反射率曲线呈现出线性增加的趋势。当  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的厚度不断增加, 微结构单元底部的占空比显著增大, 从而降低了由于折射率跃变导致的底部反射强度。同时, 在微结构上半部分, 尤其是尖端部分的等效折射率增加, 造成微结构上部分反射增加。微结构底部与上半部产生的反射回波相干相消, 这一点可以从镀膜厚度增加时, 其产生的随波长变化的波动反射率曲线得到印证, 因此从整体上看,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的作用是通过控制微结构的局部相消干涉来提升减反射作用。图 3(b) 显示随着沉积  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度的增加, 平均反射率从 8.5% 降低至 3% 以下, 减反射性能得到很大增强。

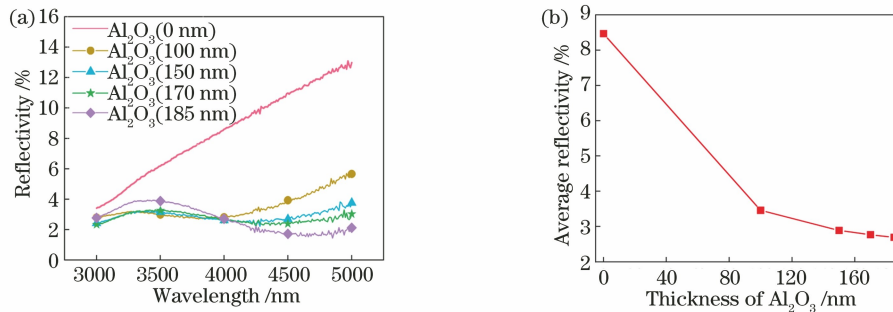


图 3 光谱反射率测试图。(a) 不同  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度结构表面的实际测量反射率; (b) 不同  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度的平均反射率

Fig. 3 Results of spectral reflectance tests. (a) Actually measured reflectance of structure surface with different  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film thickness; (b) average reflectance for different  $\text{Al}_2\text{O}_3$  film thickness

根据图 2 的 SEM 图像测试结果与图 3 中的反射率测试结果, 采用 Lumerical FDTD 软件进行仿真, 得到蛾眼结构的反射光谱的模拟值和实验测量值如图 4 所示。仿真参数为: 入射角为  $8^\circ$ , 光谱范围为  $3 \sim 5 \mu\text{m}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度为 185 nm。图 4 中 S 代表未镀  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的 Si 蛾眼结构, C 代表  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合微纳结构。根据图 4 中模拟和测量结果, 可以看出两者符合得非常好。复合结构的反射率与单一结构相比有一定程度的降低, 并且随着波长的增加反射率不断减小,  $4 \sim 5 \mu\text{m}$  波段的反射率减小尤为明显, 最大减小 11.3%, 平均减小 6%。单一结构的实验结果和模拟结果的反射率差异非常小, 在  $3 \sim 5 \mu\text{m}$  范围内, 反射率平均误差小于 0.03%; 而对于增加了  $\text{Al}_2\text{O}_3$  保护层的复合微纳结构, 实验和

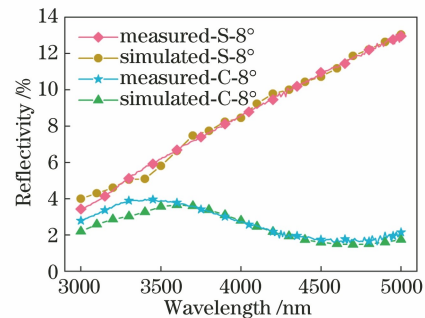


图 4 单一结构与复合结构在  $8^\circ$  入射下的测试和仿真反射率对比图

Fig. 4 Comparison of test and simulation reflectance of single structure and composite structure at  $8^\circ$  incidence angle. 模拟得到的反射率在  $3.8 \mu\text{m}$  之前有一点偏离, 但在  $3 \sim 5 \mu\text{m}$  范围内, 反射率的平均误差小于

0.23%，出现这一现象的原因可能是：刻蚀气体的不均匀性以及腔室温度的变化不规律等环境因素造成的微结构表面不光滑。

图 5 表示了在 8° 入射角时单一微纳结构表面与复合微纳结构表面在 P 偏振和 S 偏振时的反射

率。从图中可以看出，由于入射角度很小，偏振差异性不大，其中单一结构在 P 偏振、S 偏振状态下的平均反射率相差 0.1%，复合微纳结构在 P 偏振、S 偏振状态下的平均反射率仅相差 0.004%，两者差异甚微。

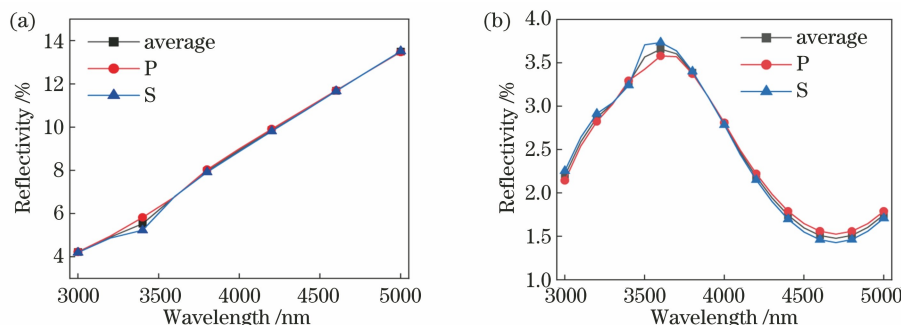


图 5 8° 入射时单一微纳结构表面与复合微纳结构表面 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  厚度为 185 nm) 在 P 偏振和 S 偏振时的反射率。(a) 单一结构；(b) 复合微纳结构

Fig. 5 Reflectance of single micro-nano structure surface and composite micro-nano structure surface ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  thickness of 185 nm) for P-polarization and S-polarization at incidence angle for 8°. (a) Single micro-nano structure; (b) composite micro-nano structure

进一步使用电磁场仿真软件 FDTD Solution 对  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合结构在不同  $\text{Al}_2\text{O}_3$  厚度下的电场 ( $E$ ) 分布进行了仿真分析，在微观上观察电场与微结构耦合时的情况。图 6 给出了波长在 4.5  $\mu\text{m}$  处的电场分布，其中图 6(a) 表示单一硅基底结构的电

场分布，图 6(b)~(d) 表示  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度为 100, 150, 185 nm 时的电场分布，实线所围区域表示硅基底结构，虚线和实线所围区域表示  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜。从图 6(a) 可以看出，入射光从基底结构顶部向下传播到硅基底，单元结构上半部外侧周围的电场强度较

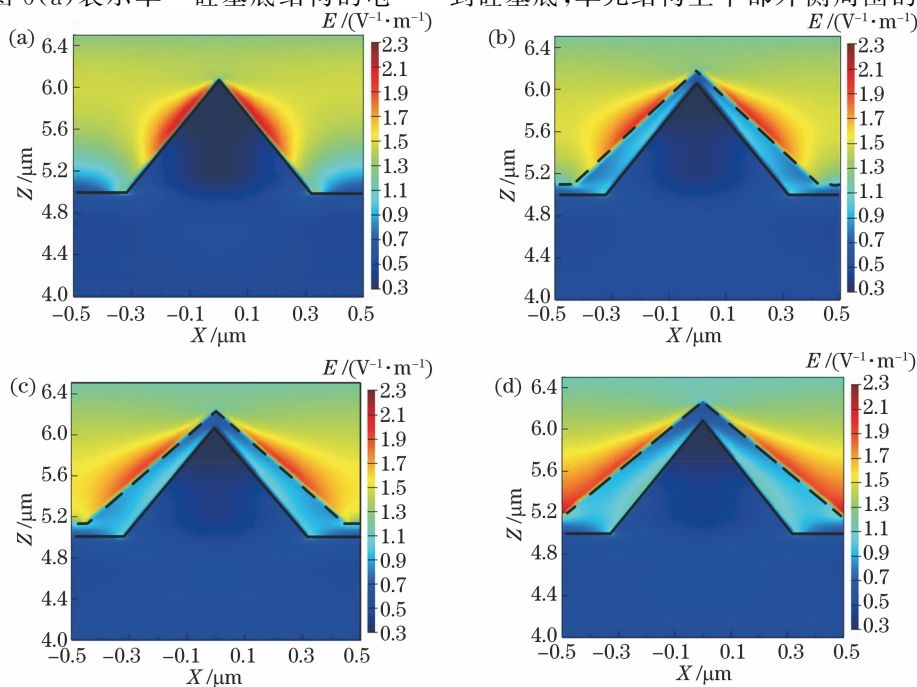


图 6  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 结构在不同  $\text{Al}_2\text{O}_3$  厚度下的电场分布。(a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (0 nm); (b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (100 nm); (c)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (150 nm); (d)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (185 nm)

Fig. 6 Electric field distributions of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si structure under different  $\text{Al}_2\text{O}_3$  thicknesses. (a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (0 nm); (b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (100 nm); (c)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (150 nm); (d)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (185 nm)

强,单元结构内侧的电场强度较弱。这是由于硅基底折射率较高时,空气与硅之间发生较高的折射率突变,造成单元结构的外侧电场趋于集中。从图 6 (b)~(d)可以看出,随着低折射率的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜逐渐增厚,薄膜外侧的电场强度逐渐平缓,并逐渐沿着阵列结构的侧壁分散开,这是由于  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜充当了空气-硅介质分界面处电场的过渡层,减弱了折射率跃变带来的电场集中。并且,随着膜层厚度的增加,电场强度纵向上的集中变得更加分散。电场的集中意味着阻抗的失匹配,因此微观上空气层与基底之间的阻抗可以通过共形氧化铝的中间过渡修饰来进行改善,从而使得反射光场得到有效的抑制。这一仿真结果与文献[7]中的仿真结果相似,通过 350 nm 厚  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的中间改性,可以消除入射光对空气与 ZnSe 基底抗反射微结构 (ARMS) 的干扰。受剖面梯度折射率的影响, $\text{Al}_2\text{O}_3$ -ARMS 复合微结构表面的平均透过率在 2~5  $\mu\text{m}$  波长下提高了 12%。在 ZnSe 基底上制作的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -ARMS 结构使宽带透过率和全方位抗反射性能有了显著的提高。

### 3.3 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合结构表面的力学测试分析

采用纳米压痕仪进行微结构表面的弹性恢复实验以表征其力学性能。具体实验步骤为:对微纳结构表面施加逐渐增大的力,直到产生最大的压入深度,然后将压力逐渐卸载直到恢复为 0。在压力卸载的过程中,受压的样片产生一定的弹性恢复,表现为材料的恢复深度。材料的恢复深度与最大压入深度的比值为材料的弹性恢复率  $\varphi$ <sup>[37-40]</sup>。弹性恢复率  $\varphi$  与完全卸载后的压痕残留深度  $h_r$  和最大压入深度  $h_{\max}$  的关系满足

$$\varphi = \frac{h_{\max} - h_r}{h_{\max}} \times 100\% \quad (3)$$

通常  $\varphi$  值越大,说明材料产生弹性变形的能力越强。若采用相同大小的压力、压向不同的材料,由于材料的变形能力(硬度)不同,其所呈现出的最大压入深度是不同的。一般来说,材料的硬度越大,最大压入深度越小,恢复率越大。

采用纳米压痕仪对共形生长的氧化铝薄膜微纳结构表面进行了弹性恢复率的力学性能表征,测试中采用 KLA-Tencor 科磊半导体技术设备(上海)有限公司生产的 G200 型纳米压痕仪进行测试,测量压头采用直径为 20  $\mu\text{m}$  的金刚石圆柱形压头,载荷为 20 mN,加载时间为 20 s,保载时间为 10 s,卸载时间为 20 s。每个样片取 5 个点,根据 5 个点的平均值得到对应的载荷-位移 ( $P$ - $h$ ) 曲线,如图 7 所

示,其中:1 号样品为去除刻蚀过程中产生的微结构缺陷,采用热氧化后用氢氟酸腐蚀去除氧化层的处理方法,然后用 ALD 生长 100 nm 厚氧化铝薄膜的样品;2 号样品为刻蚀后直接生长的 100 nm 厚氧化铝薄膜的样品;3 号样品为刻蚀直接得到的微结构表面样品。在相同压入条件下,弹性恢复率在有无氧化铝保护层情况下的变化如表 2 所示。从表 2 中可以明显看出,加入氧化铝保护层后,最大压入深度和残余深度逐渐减小,弹性恢复率逐渐增加,并且 1 号样片的弹性恢复率较 2 号样片高出 3.89%,较 3 号样片高出 10.14%,这可能是由于热氧化过程很大程度上消除了刻蚀过程中产生的晶格损伤,以及硅基底本身的微小缺陷,从而提高了样片的弹性恢复能力。2 号样片的弹性恢复率较 3 号样片高出 6.25%,说明  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜对微纳结构表面起到了保护作用,内部的硅柱受到的破坏损伤较小。

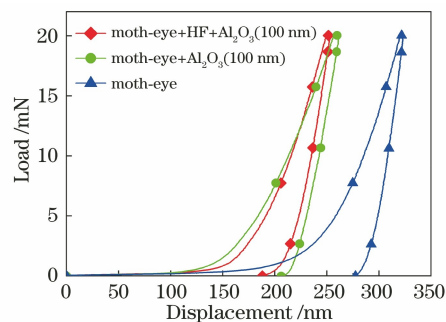


图 7 单一结构与不同处理手段得到的复合微纳结构样品的  $P$ - $h$  曲线

Fig. 7  $P$ - $h$  curves of single structure and composite micro-nano structure samples obtained by different treatment methods

表 2 弹性恢复率

Table 2 Elastic recovery rate

Sample	Displacement	Residual	Elastic
	at max load	pressure	recovery
	$h_{\max}/\text{nm}$	depth $h_r/\text{nm}$	rate $\varphi/\%$
Moth-eye+HF+ $\text{Al}_2\text{O}_3$	253.423	193.6910	23.57
Moth-eye+ $\text{Al}_2\text{O}_3$	256.605	206.1034	19.68
Moth-eye	320.418	277.4000	13.43

根据平面基底  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的弹性模量测试结果<sup>[41]</sup>,随着  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度的增加,弹性模量不断增加,在  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜厚度为 20 nm 与 60 nm 时弹性模量相差 8 GPa,由此可见  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜对 Si 基底的力学性能有一定的提升。一般来说,弹性模量越大,弹性恢复能力就越强,这一测试结果与本实验中测得的弹性恢复率相符合,即符合弹性模量越大、最大压入深度越小、弹性恢复率就越大特点。综上所述

述,使用综合手段处理的复合微纳结构表面具有更大硬度和更好的弹性恢复性能,力学性能得到很大提升。

## 4 结 论

针对中红外减反射复合微纳结构进行了光学与力学方面的实验研究。通过采用自组装掩模刻蚀技术和原子层沉积工艺,在 Si 基底表面制备了  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 减反射复合微纳结构表面。光谱反射率测试结果表明  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Si 复合结构能够在降低微结构深宽比的同时减小结构反射率,实验测试结果与理论仿真结果高度吻合。纳米压痕测试结果显示,复合氧化铝微纳结构表面的硬度和弹性恢复率相比于硅基微纳结构表面有显著增加,其力学性能也得到提升。本研究证明了减反射复合微纳表面具有增大微结构单元结构底部占空比、减小结构深宽比的作用,从而达到提升光学减反射性能和微纳结构力学稳定性的效果。这些研究结果将有助于仿生蛾眼抗反射微纳结构表面向实用化的方向发展,推动其在光学成像、探测领域中发挥更重要的作用。

## 参 考 文 献

- [1] Lin H, Ouyang M Z, Chen B X, et al. Design and fabrication of moth-eye subwavelength structure with a waist on silicon for broadband and wide-angle anti-reflection property[J]. *Coatings*, 2018, 8(10): 360.
- [2] 林鹤, 付跃刚, 欧阳名钊, 等. 宽光谱广角蛾眼抗反射超表面结构设计分析[J]. *中国激光*, 2019, 46(1): 0113002.  
Lin H, Fu Y G, Ouyang M Z, et al. Design and analysis of moth-eye antireflective metasurface structure with broadband and wide-angle[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2019, 46(1): 0113002.
- [3] Liu X J, Da Y, Xuan Y M. Full-spectrum light management by pseudo-disordered moth-eye structures for thin film solar cells [J]. *Optics Express*, 2017, 25(16): A824-A839.
- [4] Zhang C P, Yi P Y, Peng L F, et al. Optimization and continuous fabrication of moth-eye nanostructure array on flexible polyethylene terephthalate substrate towards broadband antireflection[J]. *Applied Optics*, 2017, 56(10): 2901-2907.
- [5] Dong L T, Zhang Z A, Wang L, et al. Fabrication of hierarchical moth-eye structures with durable superhydrophobic property for ultra-broadband visual and mid-infrared applications [J]. *Applied Optics*, 2019, 58(24): 6706-6712.
- [6] 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.
- [7] Fei L, Cui Y, Wan D Y, et al. Design and fabrication of composite structures in ZnSe providing broadband mid-infrared anti-reflection [J]. *Optical Materials*, 2018, 84: 722-727.
- [8] Xu H B, Gong L T, Zhang S C, et al. Biomimetic moth-eye anti-reflective poly-(methyl methacrylate) nanostructural coating [J]. *Journal of Bionic Engineering*, 2019, 16(6): 1030-1038.
- [9] 付跃刚, 欧阳名钊, 吴锦双. 基于“蛾眼”灵感的抗反射微纳结构表面技术[J]. *飞控与探测*, 2018, 1(2): 1-10.  
Fu Y G, Ouyang M Z, Wu J S. Anti-reflective micro-nano surface technology based on “moth-eye” inspiration[J]. *Flight Control & Detection*, 2018, 1(2): 1-10.
- [10] 沈思彤, 李岩, 付跃刚, 等. 双周期嵌套微结构表面的抗反射特性[J]. *红外与激光工程*, 2019, 48(5): 0521002.  
Shen S T, Li Y, Fu Y G, et al. Anti-reflection characteristics of the surface of double-cycle nested micro-structures[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2019, 48(5): 0521002.
- [11] 郭旭东, 董亭亭, 付跃刚, 等. 圆锥形仿生蛾眼抗反射微纳结构的研制[J]. *红外与激光工程*, 2017, 46(9): 0910002.  
Guo X D, Dong T T, Fu Y G, et al. Development of bionic moth-eye anti-reflective conical micro-nano structure[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2017, 46(9): 0910002.
- [12] 董亭亭, 陈驰, 熊涛, 等. 仿生蛾眼抗反射微纳结构衍射特性研究[J]. *光学与光电技术*, 2017, 15(3): 57-60.  
Dong T T, Chen C, Xiong T, et al. Research on bionic moth-eye antireflective micro-nano structure of diffraction characteristics [J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2017, 15(3): 57-60.
- [13] Jacobo-Martín A, Hernández J J, Pedraz P, et al. Improved thermal stability of antireflective moth-eye topography imprinted on PMMA/TiO<sub>2</sub> surface nanocomposites[J]. *Nanotechnology*, 2021, 32(33): 335302.
- [14] Okabe T, Yano T, Yatagawa K, et al. Polyimide moth-eye nanostructures formed by oxygen ion beam etching for anti-reflection layers[J]. *Microelectronic Engineering*, 2021, 242/243: 111559.
- [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] 付秀华, 林晓敏, 张功, 等. 红外宽波段亚波长金属线栅偏振元件的研制[J]. *中国激光*, 2021, 48(9): 0903002.
- Fu X H, Lin X M, Zhang G, et al. Development of infrared wide band polarizing elements with subwavelength metal wire grids[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(9): 0903002.
- [17] Song W G, Li H M, Gao S L, et al. Subwavelength self-imaging in cascaded waveguide arrays [J]. *Advanced Photonics*, 2020, 2: 036001.
- [18] Zhang Y F, Hu X H, Wang S W, et al. High transparent mid-infrared silicon “window” decorated with amorphous photonic structures fabricated by facile phase separation[J]. *Optics Express*, 2018, 26(14): 18734-18748.
- [19] Ryu Y, Kim K. Fabrication of antireflective hierarchical TiO<sub>2</sub> nanostructures by moth-eye patterning of anodic anodized nanotubes[J]. *Optics Express*, 2018, 26(24): 31490-31499.
- [20] Jang H J, Kim Y J, Yoo Y J, et al. Double-sided anti-reflection nanostructures on optical convex lenses for imaging applications[J]. *Coatings*, 2019, 9(6): 404.
- [21] Kraus M, Diao Z L, Weishaupt K, et al. Combined ‘moth-eye’ structured and graded index-layer anti-reflecting coating for high index glasses[J]. *Optics Express*, 2019, 27(24): 34655-34664.
- [22] Murthy S, Lotz M R, Feidenhans’ l N, et al. Fabrication of large area broadband and omnidirectional antireflective transparent foils by roll-to-roll extrusion coating [J]. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2017, 302(7): 1700027.
- [23] Jing X F, Chu C F, Li C X, et al. Enhancement of bandwidth and angle response of metasurface cloaking through adding antireflective moth-eye-like microstructure[J]. *Optics Express*, 2019, 27(15): 21766-21777.
- [24] 温春超, 董亭亭, 付跃刚, 等. 中红外波段仿蛾眼表面高斯面形抗反射微纳结构优化[J]. *真空科学与技术学报*, 2017, 37(5): 538-543.
- Wen C C, Dong T T, Fu Y G, et al. Simulation and optimization of bionic moth-eye antireflective microstructures with periodic Gaussian top surface array in mid infrared range[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2017, 37(5): 538-543.
- [25] Liu X G, Wang Y F. Shape optimization of a moth-eye structure for omnidirectional and broadband antireflection [J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2019, 58(6): 060904.
- [26] 张晗宇, 崔云, 孙勇, 等. 环境适应性中红外宽带减反射元件的研制[J]. *中国激光*, 2020, 47(3): 0301006.
- Zhang H Y, Cui Y, Sun Y, et al. Fabrication of environmentally adaptive mid-infrared broadband antireflection components [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2020, 47(3): 0301006.
- [27] 董亭亭, 付跃刚, 陈驰, 等. Si 衬底表面圆柱形抗反射周期微结构的设计及制作[J]. *红外与激光工程*, 2016, 45(6): 0622002.
- Dong T T, Fu Y G, Chen C, et al. Design and manufacture of columned antireflective periodic microstructures on the surface of Si substrate [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2016, 45(6): 0622002.
- [28] Wu J S, Ouyang M Z, Zhao Y, et al. Mushroom-structured silicon metasurface for broadband superabsorption from UV to NIR [J]. *Optical Materials*, 2021, 121: 111504.
- [29] 董亭亭, 付跃刚, 陈驰, 等. 锗衬底表面圆柱形仿生蛾眼抗反射微结构的研制[J]. *光学学报*, 2016, 36(5): 0522004.
- Dong T T, Fu Y G, Chen C, et al. Study on bionic moth-eye antireflective cylindrical microstructure on germanium substrate[J]. *Acta Optica Sinica*, 2016, 36(5): 0522004.
- [30] Cheng H J, Dong M, Tan Q W, et al. Broadband mid-IR antireflective Reuleaux-triangle-shaped hole array on germanium [J]. *Chinese Optics Letters*, 2019, 17(12): 122401.
- [31] Tan G J, Lee J H, Lan Y H, et al. Broadband antireflection film with moth-eye-like structure for flexible display applications[J]. *Optica*, 2017, 4(7): 678-683.
- [32] Ducros C, Brodu A, Lorin G, et al. Optical performances of antireflective moth-eye structures. Comparison with standard vacuum antireflection coatings for application to outdoor lighting LEDs[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2019, 379: 125044.
- [33] Yoo Y J, Kim Y J, Kim S Y, et al. Mechanically robust antireflective moth-eye structures with a tailored coating of dielectric materials [J]. *Optical Materials Express*, 2019, 9(11): 4178-4186.
- [34] 付秀华, 黄宏宇, 张静, 等. 硫系玻璃基底减反保护膜及其耐环境适应性的研究[J]. *光学学报*, 2020, 40(21): 2131002.



- Fu X H, Huang H Y, Zhang J, et al. Anti-reflection protective film of chalcogenide glass substrate and its environmental adaptability [J]. *Acta Optica Sinica*, 2020, 40(21): 2131002.
- [35] 万泽洪, 崔恩康, 于圣韬, 等. RIE 工艺参数对 4H-SiC 刻蚀速率和表面粗糙度的影响 [J]. *激光与光电子学进展*, 2021, 58(19): 1922002.
- Wan Z H, Cui E K, Yu S T, et al. Effects of reactive ion etching parameters on etching rate and surface roughness of 4H-SiC [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2021, 58(19): 1922002.
- [36] 陈林森, 乔文, 叶燕, 等. 面向柔性光电子器件的微纳光制造关键技术与应用 [J]. *光学学报*, 2021, 41(8): 0823018.
- Chen L S, Qiao W, Ye Y, et al. Critical technologies of micro-nano-manufacturing and its applications for flexible optoelectronic devices [J]. *Acta Optica Sinica*, 2021, 41(8): 0823018.
- [37] 邹虎, 张浩, 黄想, 等. 基底涂层对 PS 弹性回复率的影响 [J]. *液晶与显示*, 2020, 35(12): 1240-1247.
- Zou H, Zhang H, Huang X, et al. Influence of substrate films for photo spacer elastic recovery rate [J]. *Chinese Journal of Liquid Crystals and Displays*, 2020, 35(12): 1240-1247.
- [38] Zhang P, Huang C Z, Zhu H T, et al. The research of tool wear criterion in micro cutting using the elastic recovery ratio of high-strength elastic alloy 3J33B [J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2021, 114(5/6): 1767-1776.
- [39] Zhang J, Wang W X, Zhang T T, et al. Mechanical characterization of the plastic deformation behavior of AZ31 magnesium alloy processed through spinning using nanoindentation [J]. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2021, 74(6): 1349-1359.
- [40] 付宇, 路阳, 杨效田, 等. 沉积温度对钢球表面含氢碳薄膜结构和摩擦学性能的影响 [J]. *中国表面工程*, 2018, 31(4): 113-121.
- Fu Y, Lu Y, Yang X T, et al. Effects of deposition temperature on structure and tribological properties of hydrogenated carbon films on steel balls [J]. *China Surface Engineering*, 2018, 31(4): 113-121.
- [41] 刘律宏, 刘燕萍, 马晋遥, 等. 利用原位压痕技术表征原子层沉积  $Al_2O_3$  超薄纳米薄膜的力学性能 [J]. *材料导报*, 2019, 33(18): 3026-3030.
- Liu L H, Liu Y P, Ma J Y, et al. *In-situ* nanoindentation investigation of mechanical properties of  $Al_2O_3$  ultra-thin nanofilm grown by atomic layer deposition [J]. *Materials Reports*, 2019, 33(18): 3026-3030.