

中红外复合网栅减反射微纳结构表面研究

钟楚怡^{1,2}, 欧阳名钊^{1,2*}, 周岩³, 任航^{1,2}, 付跃刚^{1,2}, 韩旭^{1,2}, 吴锦双^{1,2}¹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;²长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022;³天津航技术物理研究所, 天津 300309

摘要 减反射微纳结构表面具有宽光谱、宽角度抗反射的优异光学性能,在光电池、光探测领域有广阔的应用前景。但微纳结构表面的周期结构单元微小,容易受到外界环境影响而损伤。为增强微纳结构表面微纳结构单元的机械稳定性,提出并制备了复合网栅减反射微纳结构表面,在硅基底上构建氧化硅复合网栅结构,实现了对内部微纳结构单元的保护作用。经过光学反射率测试,所制备的复合网栅微纳结构表面在 3~5 μm 宽谱段、 $0^\circ\sim 40^\circ$ 宽角度内的平均反射率小于 4%。此外,利用胶带剥离法测试网栅结构对微纳结构的保护作用,实验结果表明,带有网栅结构的微纳结构形貌并未产生损伤且减反射性能保持良好,最终证明设计的网栅结构具有力学保护性能。该研究将有助于推动微纳结构表面在高精度光学探测领域内的应用。

关键词 减反射微纳结构; 复合网栅结构; 光学性能; 力学保护

中图分类号 O485

文献标志码 A

DOI: 10.3788/AOS230694

1 引言

随着微纳加工技术的不断进步,光学超表面、光子晶体、微纳结构表面的研究与应用也日益广泛^[1-10]。为了实现对目标光场的特异性操控,它们的结构单元通常具有亚波长的结构特性,同时具有较大的结构深宽比。大深宽比会降低结构单元的稳定性^[11-15],使得微纳结构表面容易有损伤^[16-18]。如对于减反射“蛾眼”微纳结构表面,为实现宽带、大角度的减反射特性,需要对单元结构设置很大的深宽比^[19],通常达 1:3 至 1:6,这样表面的结构稳定性很差,无法适用于具有环境损伤的应用场景。目前为增强微结构表面的结构稳定性,人们已探索了许多方法来解决这个问题,例如通过引入一些离散的微观结构实现抗磨损性能的设计^[20],也有在微观材料表面增涂一层纳米涂层的设计,或将与自身相似的结构附着在基底或结构表面的设计,以提高表面的抗摩擦性能^[21-27]。但这些方法提出时主要考虑的是增强微观材料表面的机械稳定性与超疏水性能,较少考虑到增涂的保护膜层的光学性能以及所引入的光场耦合机制,同时在薄膜材料的选择和工艺上存在诸多限制,从而这些方法很难应用在光学微纳结构表面。

本文提出了复合网栅图形的微纳结构表面,使减

反射微纳结构处于复合网栅下层。通过对复合网栅的材料、形貌、结构参数等进行光学和力学的优化设计,该复合结构可以不改变原有微纳结构表面设计,提高整体结构的宏观结构稳定性,同时仅引入微弱光学性能损失。此外,实验制备出的复合网栅减反射微纳结构表面经光学反射率测试后结果能够与仿真结果基本一致,对样片进行胶带剥离后能够验证复合网栅对减反射微纳结构表面有保护作用。本项研究将有助于具有亚波长微纳结构的光学超表面技术走向实用化。

2 基本原理

2.1 具有复合网栅的减反射微纳结构表面设计

所设计的带有复合网栅的减反射微纳结构主要包括减反射微纳结构表面与复合网栅结构两部分。该结构的整体形貌如图 1(a)所示,主要包括基底、网栅结构、网栅内部需要被保护的微纳结构。其中减反射微纳结构表面整体形貌如图 1(b)所示,以硅为基底进行设计,结构形貌为圆台形,结构单元以周期性方式排列。所设计的减反射微纳结构表面能够保证在工作谱段 3~5 μm 波长范围内、 $0^\circ\sim 40^\circ$ 宽角度入射的情况下具有较好的减反射效果。

此外,所设计的复合网栅结构有 3 种形貌,如图 2 所示,分别为正六边形网栅、正方形网栅、正三角形网

收稿日期: 2023-03-21; 修回日期: 2023-04-28; 录用日期: 2023-05-09; 网络首发日期: 2023-06-28

基金项目: 国家自然科学基金(61705018)、吉林省教育厅科技基金(JJKH20210814KJ)

通信作者: *oymz68@163.com

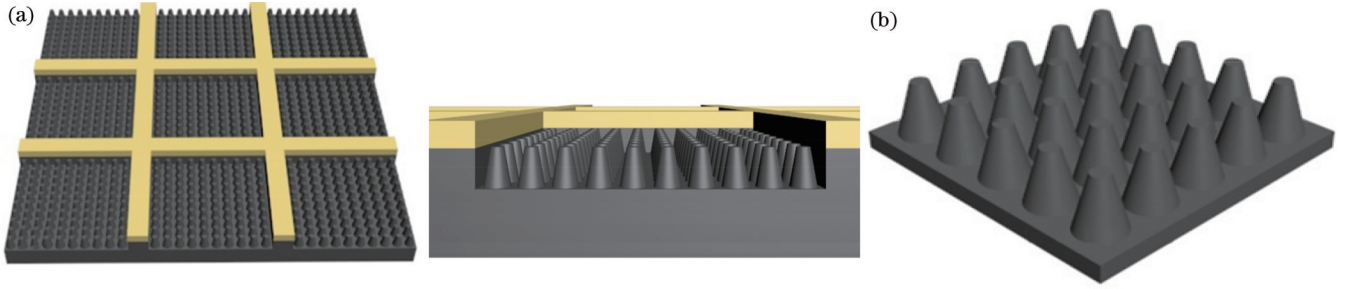


图 1 复合网栅减反射微纳结构示意图。(a)复合网栅减反射微纳结构表面;(b)减反射微纳结构表面

Fig. 1 Diagram of antireflection micro-nano structure with composite grid. (a) Surface of antireflection micro-nano structure with composite grid; (b) surface of antireflection micro-nano structure

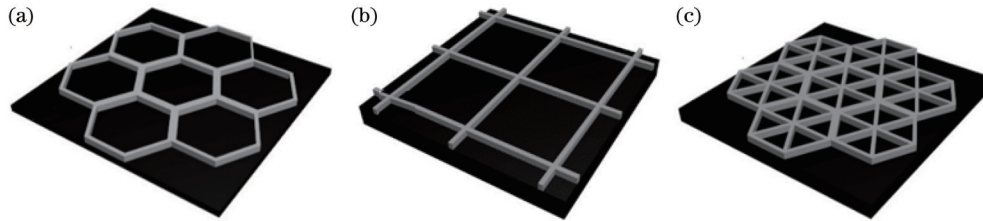


图 2 3 种复合网栅结构。(a)正六边形网栅结构;(b)正方形网栅结构;(c)正三角形网栅结构

Fig. 2 Three kinds of composite grid structure. (a) Hexagonal grid structure; (b) square grid structure; (c) triangle grid structure

栅。这 3 种网栅结构可以将微纳米材料保护在其中。

对于保护性网栅结构的材料选择,金属材料的耐磨性更好,理论上会更加适合制备网栅结构。但在光学性能方面,由于金属具有较大密度的自由电子,即使在厚度极小的情况下仍然会对透射光场产生较为明显的波前影响。图 3(a)为 3~5 μm 宽光谱条件下不同材料网栅结构产生的衍射光能量占比曲线。正方形网栅周期为 100 μm,网栅宽度为 4 μm,网栅结构分别使用 Cu 与 SiO₂ 材料,经计算 Cu 网栅结构产生的平均衍射能量占比约为 9%,相比 SiO₂ 网栅结构,高出很多。因此, SiO₂ 材料相比 Cu 对透射波光学性能影响更小。图 3

(b)为使用 VirtualLab Fusion 软件仿真的 Cu 网栅结构与 SiO₂ 网栅结构对理想光学系统的调制传递函数 (MTF) 的影响对比。网栅结构周期均为 100 μm,网栅宽度为 4 μm,分别对比 SiO₂ 与 Cu 材料的六边形、正方形以及三角形三种形貌网栅结构与无网栅结构的理想光学系统的 MTF,从图 3(b) 同样可以看出, SiO₂ 材料的三种网栅结构的 MTF 曲线重合在一起,而 Cu 材料的三种网栅结构对应的 MTF 曲线相比 SiO₂ 材料的网栅结构变化较大,说明金属网栅在实际光学系统应用中会对成像产生很大影响。因此在网栅结构的材料选择方面,选择了莫氏硬度为 7 级的非金属材料 SiO₂。

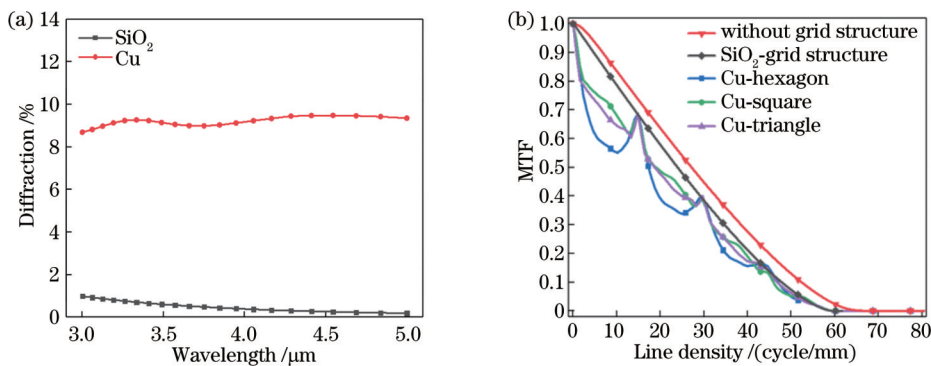


图 3 不同材料的网栅结构的光学性能对比。(a)衍射结果对比;(b) MTF 曲线对比

Fig. 3 Optical performance comparison of grid structure with different materials. (a) Comparison of diffraction results; (b) comparison of MTF curves

2.2 减反射微纳结构表面仿真分析

采用时域有限差分(FDTD)法对减反射微纳结构在波长 3~5 μm 范围内进行优化设计。图 4(a)为微纳结构三维模型示意图,图 4(b)为微纳结构单元几何参

数与建模示意图。结构参数包括结构单元周期 T 、结构高度 H 、顶端直径 d 和底端直径 D ,微纳结构单元的数学模型表示为

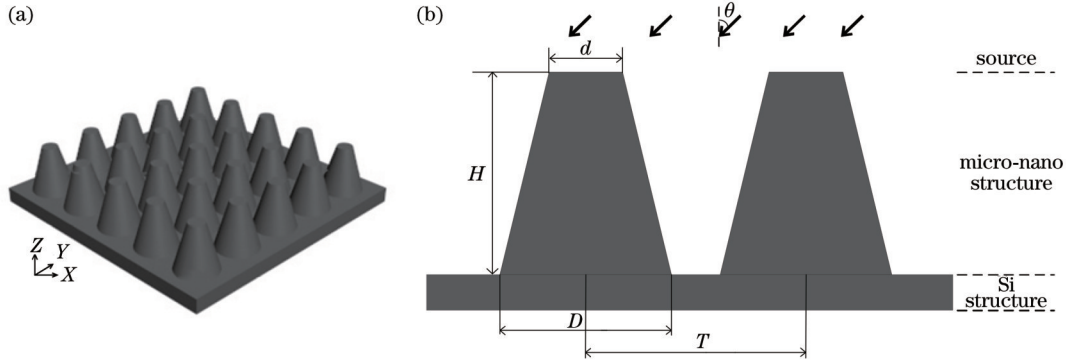


图 4 减反射微纳结构模型。(a)微纳结构表面三维模型;(b)微纳结构参数示意图

Fig. 4 Model of antireflection micro-nano structure. (a) 3D model of micro-nano structure surface; (b) parametric diagram of micro-nano structure

$$Z(x, y) = (D - \sqrt{x^2 + y^2}) \times \frac{H}{D - d},$$

$$d < \sqrt{x^2 + y^2} < D, \quad (1)$$

式中: (x, y) 为结构内部坐标点。由于减反射微纳结构表面工作波段选择为中红外波长 $3 \sim 5 \mu\text{m}$, 首先需要考虑单元微结构周期对宽光谱透过率的影响, 根据高级次衍射波消逝条件, 得到零级衍射时对微纳结构周期的约束条件为

$$T < \frac{i\lambda}{n_0 + n_1 \sin \theta}, \quad (2)$$

式中: i 为衍射级次; n_1 和 n_0 分别为基底折射率和入射介质折射率; θ 为入射角度。由式(2)可知, 当结构周期足够小满足零级衍射条件时, 高级次衍射转换为消逝波, 降低对系统波前的破坏。因此确定减反射微纳结构单元的工作周期 T 为 800 nm 。

在确定单元结构周期的情况下进行下一步结构参数优化设计。仿真分析过程中, 将波段为 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 的平面波源设置于结构上方, 其入射光线与法线夹角为 θ 。在正入射时, X 与 Y 方向采用周期性边界条件 (Periodic), Z 方向采用完美匹配层 (PML) 边界条件。而当光源斜入射时, X 与 Y 方向采用布洛赫 (Bloch) 边界条件, Z 方向边界条件不变。

仿真优化过程中需要考虑实际加工时微纳结构无法达到满占空比 ($D/T=1$) 这一前提, 因此在仿真过程中要控制微纳结构底端直径在 800 nm 以下。在进行参数优化分析后, 可以得到仿真结果较优的蛾眼结构参数, 结构顶端直径 d 为 50 nm , 底端直径 D 为 780 nm , 高度 H 为 $2.2 \mu\text{m}$, 即结构长径比 (H/D) 约为 2.8 , 结构长径比的提高能使梯度折射率变化更均匀, 减反射效果更好。图 5 为减反射微纳结构表面在 $0^\circ \sim 40^\circ$ 入射角、 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 波段内的透过率。从图 5 可以看出: 入射角为 $0^\circ \sim 30^\circ$ 、波段为 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 时, 微纳结构表面的透过率变化趋势比较一致, 平均反射率约为 2.7% ; 结构在入射角为 40° 下的平均反射率虽有升高, 但整体平均反射率依旧能够维持在 2.9% , 且反射率

峰值在 5% 以下。结果表明, 设计的减反射微纳结构表面能够保证在 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 工作谱段、 $0^\circ \sim 40^\circ$ 宽角度入射的情况下具有较好的减反射效果。

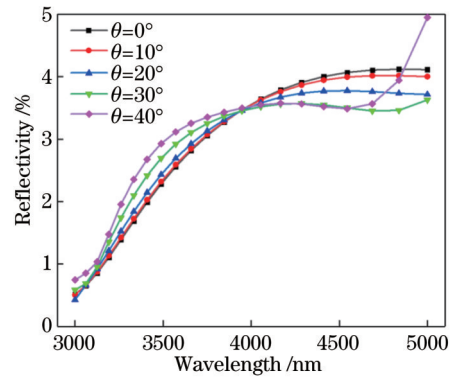


图 5 减反射微纳结构表面在宽角度下的反射率

Fig. 5 Reflectivity of the antireflection micro-nano structural surface at the wide angle

2.3 复合网栅结构的性能分析

设计的减反射微纳结构表面在 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 波段范围内不会产生衍射, 而复合网栅结构产生的衍射会对整体结构的光学透过率产生影响, 因此分析复合网栅对微纳结构整体光学性能的影响尤为重要。对复合网栅结构进行光学分析时, 主要从网栅结构的形貌、参数尺寸等方面出发, 探究它们对光学透过率的影响, 并将理想光学系统的 MTF 作为光学像质的评价依据。

以正方形网栅结构为例, 采用 FDTD 法对其进行衍射效率的分析。图 6 为正方形复合网栅结构模型, 结构参数主要包括网栅宽度 d 、高度 H 及网栅结构周期 T 。仿真分析过程中将波段为 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 的平面波源设置于结构上方, 其入射光线与法线夹角为 θ 。

由于网栅结构的主要用途在于对微纳结构产生保护效果, 因此复合网栅结构的尺寸至少要达到几十至几百微米。固定网栅宽度 d 与高度 H 分别为 $4 \mu\text{m}$ 与 500 nm , 不同周期网栅结构的衍射对比如图 7 所示。通过分析能够发现, 网栅结构产生的衍射效应随着周

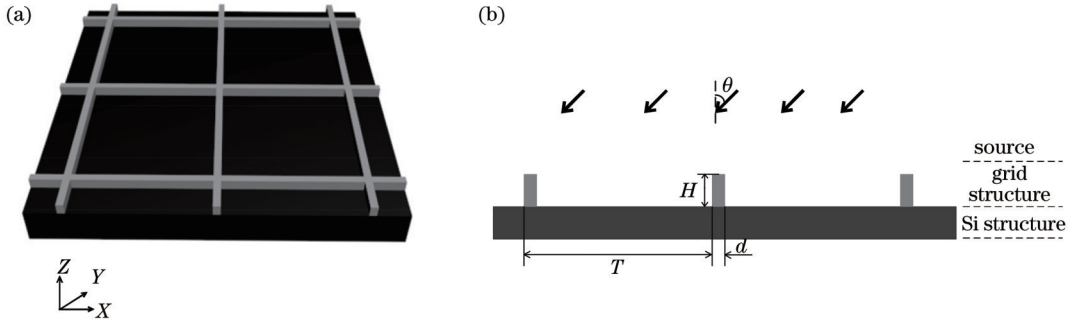


图 6 网栅结构模型。(a)网栅结构表面三维模型;(b)网栅结构参数示意图

Fig. 6 Model of grid structure. (a) 3D model of the grid structural surface; (b) parametric diagram of grid structure

期增大逐渐降低,当网栅结构周期大于 $100\ \mu\text{m}$ 时产生的衍射能够在 1% 以下。由于网栅结构的用途在于对内部微纳结构进行保护,而网栅周期过大会影响其保护能力,因此将网栅结构周期确定为 $100\ \mu\text{m}$ 。

分别分析网栅宽度 d 和网栅高度 H 对衍射的影响。图 8(a) 为网栅结构周期一定的情况下网栅宽度 d 对衍射的影响,网栅周期为 $100\ \mu\text{m}$ 、高度为 $500\ \text{nm}$,网栅宽度 d 在 $2\sim 6\ \mu\text{m}$ 变化时,网栅结构产生的衍射随宽度的增加而逐渐增大。其中宽度 d 在 $2\sim 4\ \mu\text{m}$ 变化时,网栅结构产生的衍射均在 1% 以下, d 在 $5\sim 6\ \mu\text{m}$ 内变化时,产生的衍射峰值已经达 1.5% 。在考虑网栅结构保护能力的情况下,网栅宽度 d 取 $4\ \mu\text{m}$ 较好。网栅结构周期为 $100\ \mu\text{m}$ 、宽度为 $4\ \mu\text{m}$ 时,网栅结构高度 H 改变导致结构产生的衍射变化曲线如图 8(b) 所示,可以看出结构产生的衍射随高度的增加而增大。经计算, H 在 $300\sim 600\ \text{nm}$ 内变化时平均衍射不足 1% ,而 H 为 $800\ \text{nm}$ 时平均衍射为 1.9% , H 为

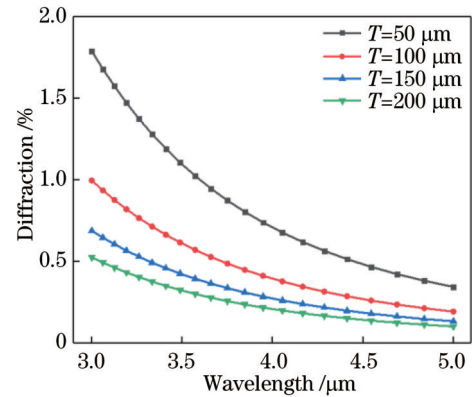


图 7 不同周期网栅结构的衍射对比

Fig. 7 Diffraction comparison of grid structure with different periods

$1000\ \text{nm}$ 时为 2.8% 。因为网栅高度决定其对微纳结构的保护能力,限制纳米球自组装排列能力,最终网栅结构高度 H 取 $600\ \text{nm}$ 。

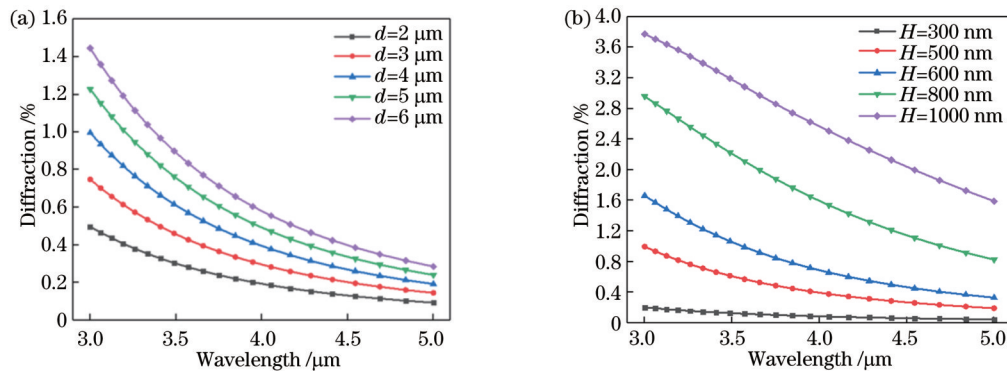


图 8 不同参数下网栅结构产生的衍射对比。(a)网栅宽度对衍射的影响;(b)网栅高度对衍射的影响

Fig. 8 Diffraction comparison of grid structure with different height parameters. (a) Influence of grid width on diffraction; (b) influence of grid height on diffraction

对于成像用途的复合网栅结构,同样需要分析入射角为 $0^\circ\sim 40^\circ$ 时网栅结构的衍射影响。图 9 为入射角在 $0^\circ\sim 40^\circ$ 范围内网栅结构产生的衍射曲线,网栅结构周期 $T=100\ \mu\text{m}$,棱宽 $d=4\ \mu\text{m}$,高度 $H=600\ \text{nm}$,可以看出网栅结构产生的衍射随入射角度的增加而逐渐增大。当入射角度 θ 在 $0^\circ\sim 30^\circ$ 内变化时,衍射曲线变

化比较一致,经计算平均衍射约为 0.65% ;当入射角度 θ 在 $30^\circ\sim 40^\circ$ 内变化时,衍射虽有增加但平均衍射率维持在 1% 以下,且衍射峰值不超过 1.2% 。因此,在较大角度入射的情况下,复合网栅结构产生的衍射对整体光学性能影响较小。

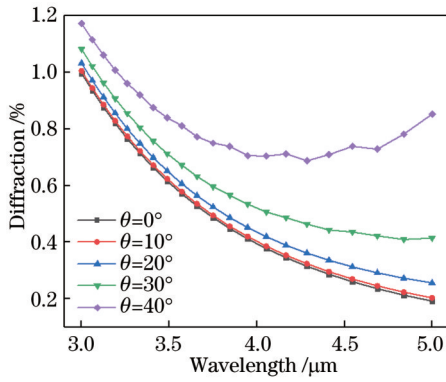


图 9 网栅结构在宽角度下的衍射

Fig. 9 Diffraction of grid structure at wide angle

2.4 复合网栅力学性能分析

对三种网栅结构的抗压能力进行分析,保证在相同面积基板上三种结构用料体积相同。确定三种网栅结构的内切圆直径大小一致为衡量标准,如图 10 所示。三种结构网栅宽度均为 4 μm。

六边形网栅一个周期内棱面积占比为

$$S_A = \frac{\frac{\sqrt{3}}{2} a^2 - \frac{\sqrt{3}}{2} (a-4)^2}{\frac{\sqrt{3}}{2} a^2} = \frac{a^2 - (a-4)^2}{a^2} \quad (3)$$

正方形网栅一个周期内棱面积占比为

$$S_B = \frac{b^2 - (b-4)^2}{b^2} \quad (4)$$

三角形网栅一个周期内棱面积占比为

$$S_C = \frac{\frac{\sqrt{3}}{3} c^2 - \frac{\sqrt{3}}{3} (c-6)^2}{\frac{\sqrt{3}}{3} c^2} = \frac{c^2 - (c-6)^2}{c^2} \quad (5)$$

若想要三种网栅结构面积占比相等,即 $S_A = S_B = S_C$, 则 $a = b = \frac{2}{3}c$ 。因此对于正六边形与正方形,取 $a = b = 150 \mu\text{m}$, 三角形网栅取 $c = 225 \mu\text{m}$, 棱宽均为 4 μm 且棱高度相同,此时能够保证相同面积上用料体积相同,以此计算三种网栅结构能够承受的最大力载荷大小。

采用 MSC Patran 有限元分析软件,对三种网栅结构进行建模、加载及力学分析,主要分析讨论三种网栅结构在一定压力条件下的应力与位移变化。三种网栅结构基底均为硅基底,上层网栅结构材料为 SiO_2 ,网栅结构厚度设定为 600 nm,周期为 100 μm,网栅宽度为 4 μm。根据结构的特点建立模型,对三种网栅结构施加同样的力载荷。通过讨论三种网栅结构在相同条件下产生的应力分布与位移变化,比较出具有最佳抗压能力的网栅结构。图 11~13 为三种网栅结构在相同力载荷下产生的应力结果,压力载荷为 25 μN。从图中可以看出三种结构受力区域产生的最大应力值,六边形网栅结构产生的最大应力为 196 MPa,正方形网栅结构为 228 MPa,正三角形网栅结构为 219 MPa,结构内部产生的应力越小说明结构的抗压能力越好。因此通过计算,六边形结构抗压能力比正方形结构高 16.3%,六边形结构抗压能力比三角形结构高 11.7%,说明正六边形结构最稳定,三角形结构次之,而正方形结构最差。

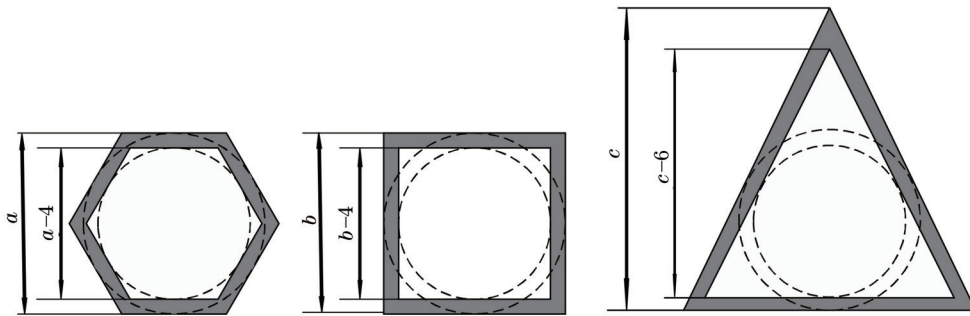


图 10 三种网栅结构尺寸

Fig. 10 Three grid structure dimensions

3 实验制备与测试分析

3.1 复合网栅减反射微纳结构表面的制备

采用热氧化技术中的湿氧氧化工艺进行硅基底氧化硅膜层的生长,相比其他 SiO_2 膜层的制备方法,热氧化技术得到的膜层致密性更高、膜层与基底硅的附着力更强、对中波光谱吸收率低。带有复合网栅的减反射微纳结构表面的制备工艺流程如图 14 所示。首

先采用光刻工艺对带有 SiO_2 膜层的基片进行处理,制备得到带有网栅图案的 Cr 掩模;然后利用刻蚀工艺进行网栅结构的刻蚀,得到带有 SiO_2 网栅结构的样片;在此基础上进行减反射微纳结构表面的加工,对样片进行亲水处理,再自组装聚苯乙烯 (PS) 微球掩模;最后利用刻蚀 (ICP) 工艺进行微纳结构的制备。

图 15 为刻蚀出的带有复合网栅的减反射微纳结构平面的 SEM 图像,其中,图 15(a)与图 15(b)的比例尺

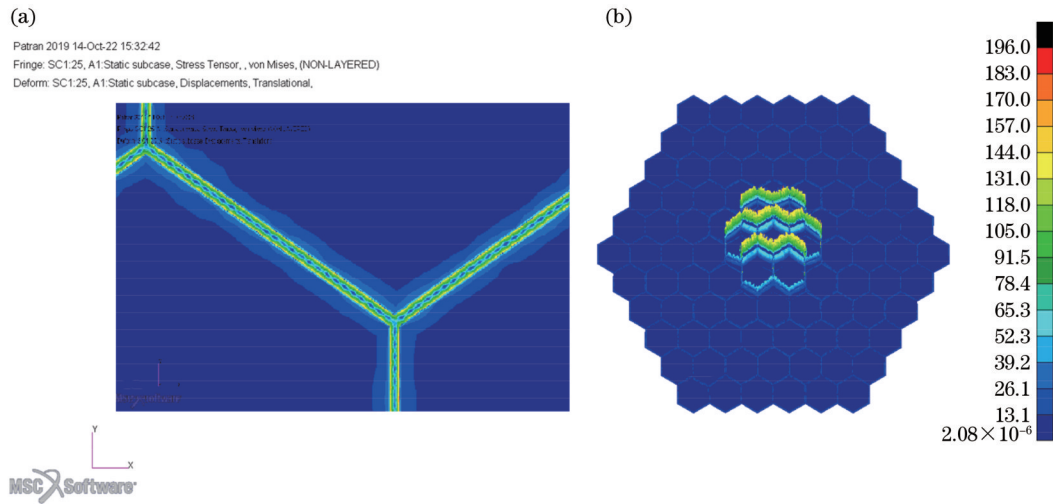


图 11 正六边形网栅结构受力载荷结果。(a)结构局部放大;(b)结构整体受力分布

Fig. 11 Stress load result of regular hexagonal grid structure. (a) Local enlargement of the structure; (b) stress distribution of the overall structure

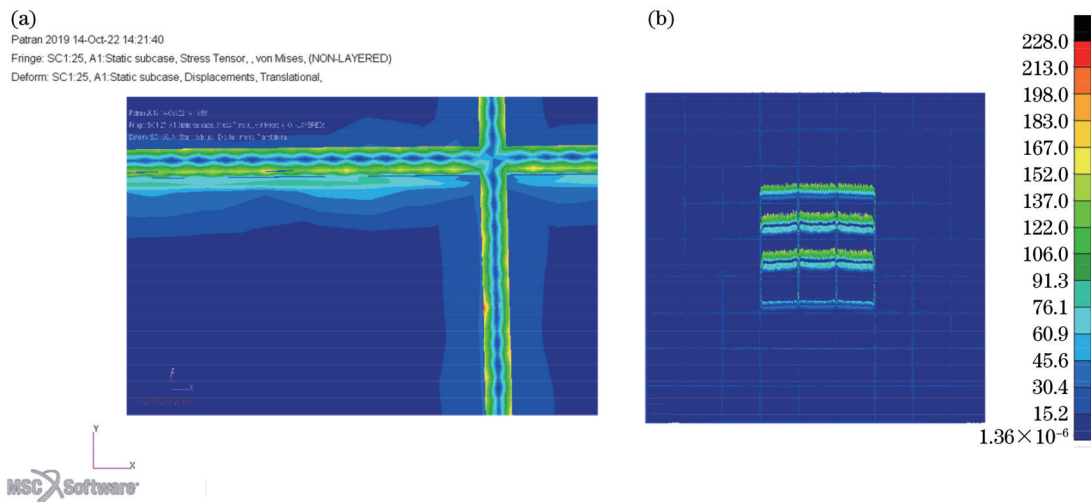


图 12 正方形网栅结构受力载荷结果。(a)结构局部放大;(b)结构整体受力分布

Fig. 12 Stress load result of regular square grid structure. (a) Local enlargement of the structure; (b) stress distribution of the overall structure

分别为 $200\ \mu\text{m}$ 和 $50\ \mu\text{m}$ 。正六边形网栅结构周期为 $100\ \mu\text{m}$, 网栅宽度为 $4\ \mu\text{m}$, 与设计结果一致且形貌较好。其中网栅内部的微球呈紧密的六边形阵列排布, 如图 15(b) 所示, 推断在进行 PS 微球自组装时网栅结构也能够对其起到限制作用, 减少了晶格缺陷的产生, 使后续刻蚀得到的微纳结构排布更加规整。

图 16 为样片在一个网栅结构周期内的截面 SEM 图像, 其中图 16(a) 右下图为减反射微纳结构截面图像, 图 16(b) 右下图为网栅结构截面图像。从图 16(b) 可以看出网栅结构有一定程度的损耗, 这是由于在自组装 PS 微球掩模时会有部分微球沉积到网栅结构的上表面, 导致在后续刻蚀过程中这部分微球充当掩模会对网栅结构产生一定的形貌改变。但即使如此, 从两组样片的截面均能够看出网栅高度高于内部微纳结

构, 具有保护作用。

3.2 复合网栅减反射微纳结构表面的反射率测试分析

对于减反射微纳结构表面的反射率测试分析, 采用 ESSENT-OPTICS-PHOTON RT 型分光光度计进行, 仪器进行反射率测试时最小入射角为 8° 。首先对复合网栅减反射微纳结构表面与无网栅结构的减反射微纳结构表面进行反射率测试对比, 测试结果如图 17(a) 所示。从图 17(a) 可以看出, 两组样片的反射率差异非常小。经计算, 在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 波长范围内, 带有网栅结构的蛾眼结构与单一蛾眼结构产生的平均反射率相差约为 0.068% , 说明复合网栅在实际应用中对减反射微纳结构表面的影响很小。同时在 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 波段、 $8^\circ\sim 40^\circ$ 宽角度入射下对复合网栅减反射微纳结构表面

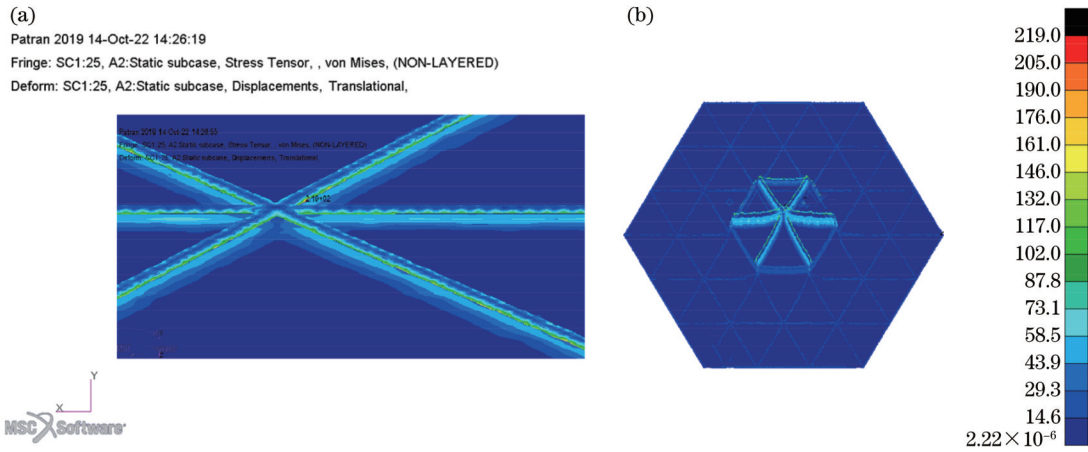


图 13 正三角形网栅结构受力载荷结果。(a)结构局部放大;(b)结构整体受力分布

Fig. 13 Stress load result of regular triangle grid structure. (a) Local enlargement of the structure; (b) stress distribution of the overall structure

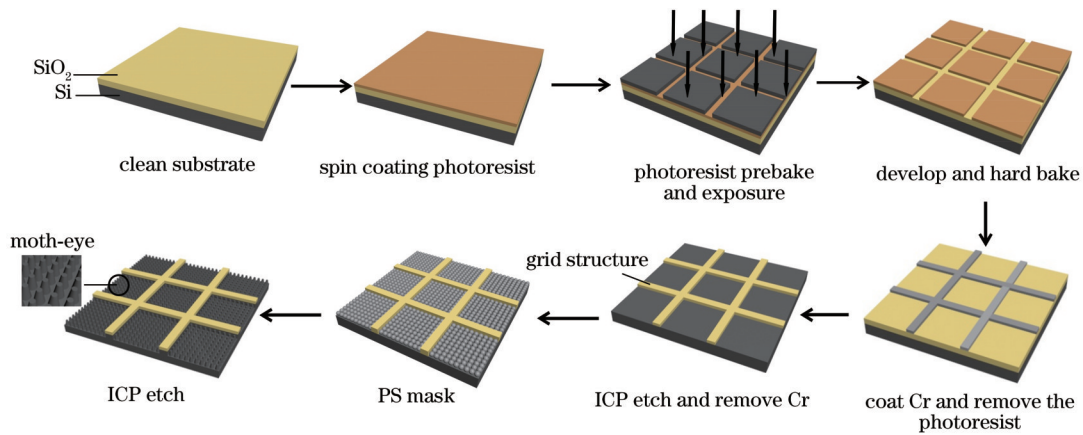


图 14 复合网栅减反射微纳结构表面的制备工艺流程

Fig. 14 Fabrication process of antireflection micro-nano structure surface with composite grid

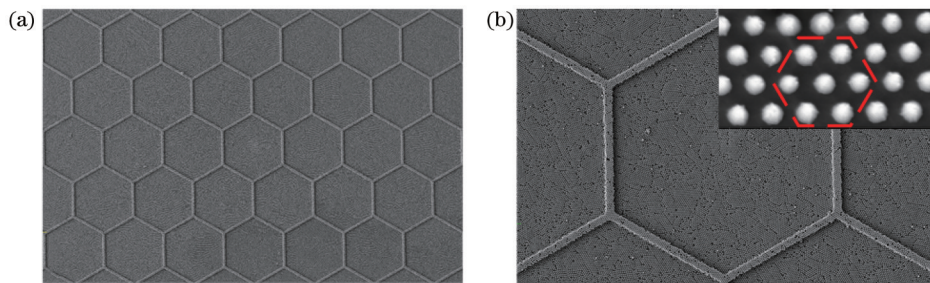


图 15 复合网栅减反射微纳结构平面的 SEM 图像

Fig. 15 SEM image of antireflection micro-nano structure plane with composite grid

样品进行反射率测试,测试结果如图 17(b)所示。从图 17(b)能够看出复合网栅减反射微纳结构表面在大角度入射下的反射率波动较小,平均反射率最大相差 0.18%,说明在宽角度入射下复合网栅依旧具有良好的抗反射性能。

图 18 为在同一入射条件下,实验制备的蛾眼结构的反射率测试结果与仿真结果曲线的对比。实验制备得到的蛾眼结构的高度为 2 μm,顶端直径为 50 nm,底

端直径约为 760 nm。仿真的蛾眼结构目标高度为 2.2 μm。图 18(a)为蛾眼结构实验测试与仿真结果对比,能够看出,测试样片的反射率在测量末端逐渐上升。经计算,实验测试的反射率峰值相比仿真结果高出 2% 左右,平均反射率相差约 0.76%。实验测试结果与仿真结果产生差距的原因是实验制备的蛾眼结构高度未能达到目标高度 2.2 μm。图 18(b)为蛾眼结构高度为 2 μm 时的仿真结果与实验测试结果对比,能够

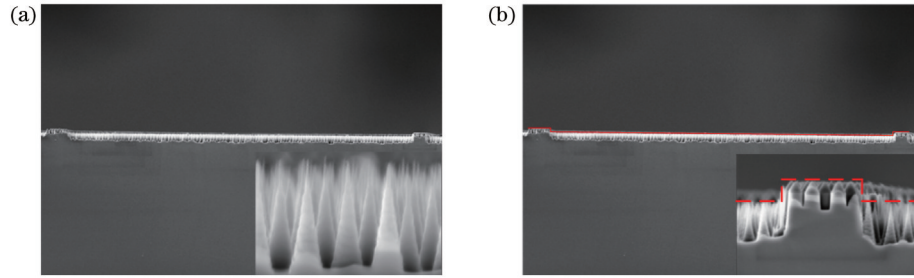


图 16 复合网栅减反射微纳结构截面的 SEM 图像。(a)减反射微纳结构截面放大图;(b)网栅结构截面放大图

Fig. 16 Section SEM images of antireflection micro-nano structure with composite grid. (a) Enlarged section of antireflection micro-nano structure; (b) enlarged section of grid structure

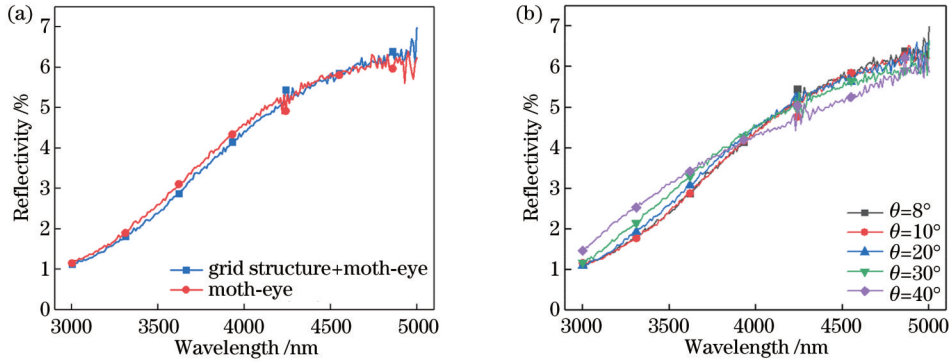


图 17 复合网栅蛾眼结构的反射率。(a)复合网栅蛾眼结构与单一蛾眼结构的反射率对比;(b)宽角度下复合网栅蛾眼结构的反射率

Fig. 17 Reflectivity of the moth-eye structure with composite grid. (a) Reflectivity comparison of the composite grid moth-eye structure and single moth-eye structure; (b) reflectivity of composite grid moth-eye structure at wide angle

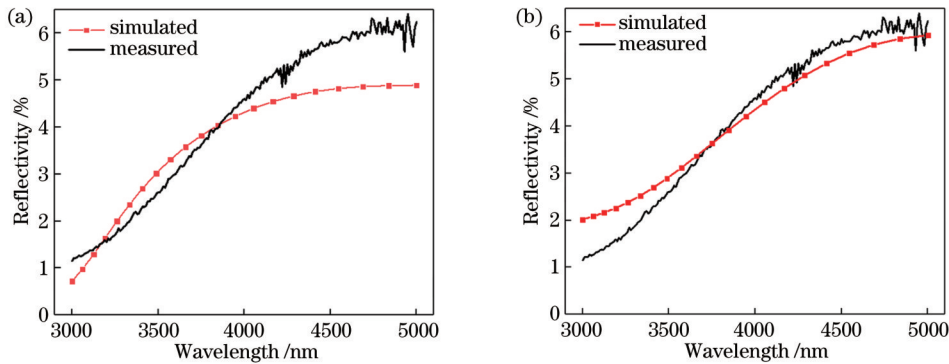


图 18 实验测试结果与仿真结果对比。(a) $H=2.2 \mu\text{m}$ 时仿真结果与实验测试结果的对比;(b) $H=2 \mu\text{m}$ 时仿真结果与实验测试结果的对比

Fig. 18 Comparison between experimental test result and simulation result. (a) Comparison between simulation result and experimental test result at $H=2.2 \mu\text{m}$; (b) comparison between simulation result and experimental test result at $H=2 \mu\text{m}$

看出,两条曲线变化趋势几乎一致,经计算,实验测试的平均反射率与仿真的平均反射率相差约 0.36%。

3.3 复合网栅减反射微纳结构表面的力学测试分析

利用胶带法分别对带有网栅结构的蛾眼结构样片与单一蛾眼结构样片进行力学性能测试,讨论复合网栅对减反射微纳结构的保护性能。测试过程采用 Scotch 胶带进行测试,胶带型号为 3M 600#。3M 测试胶带黏性稳定,胶带剥离强度符合 GB/T 2792-2014 国家标准,黏合力为 44 N/100 mm(width)。图 19 为胶带

剥离设备,待测试样片固定在实验平台,与测试设备保证在同一水平面。将 3M 胶带一端贴在待测样片表面,手指将胶带抚平并排出气泡,另一端利用夹具夹住,使胶带尾端与基片成 90° 。保持 (90 ± 30) s 后,匀速不间断地转动平台滚轮,使胶带受到稳定且垂直于样片表面的拉力而被剥离。

利用胶带法分别对带有复合网栅的蛾眼结构样片与单一蛾眼结构样片进行力学性能测试,样片宏观形貌如图 20 所示。从实物照片能够看出带有复合网栅的蛾

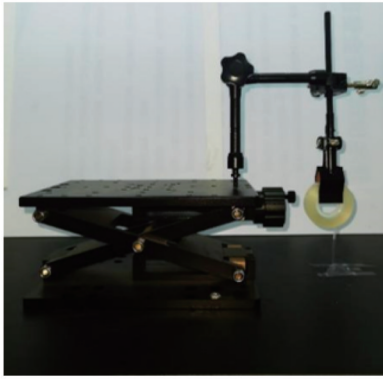


图 19 胶带剥离设备

Fig. 19 Tape stripping equipment

眼结构样片表面经过胶带粘离后并无明显变化,而只有蛾眼结构的样片表面在粘胶带前后产生了明显变化。

图 21 为复合网栅蛾眼结构样片经胶带粘离前后在扫描电镜下的微观结构变化对比。从 SEM 图像可以看出蛾眼结构形貌并无明显变化,尤其没有产生结构倒伏等一些损伤结果。图 22 为只有蛾眼结构的样片经胶带粘离前后的形貌对比,通过 SEM 图像能够明显看出蛾眼结构受到了非常明显的剥离,产生倒塌现象。这是因为蛾眼结构本身的长径比较大,结构高度很高,未受到网栅结构保护的蛾眼结构表面的样片在

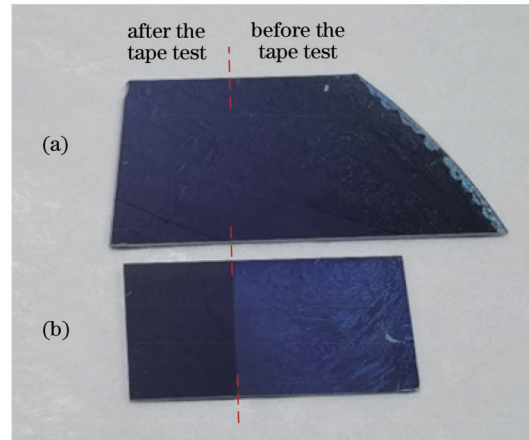


图 20 胶带剥离后两种样片宏观表征。(a)复合网栅蛾眼结构样片;(b)单一蛾眼结构样片

Fig. 20 Macro performance of two samples after tape stripping. (a) Composite grid moth-eye structure sample; (b) single moth-eye structure sample

进行胶带粘离时与胶带直接接触,随着胶带的剥离,结构很容易产生倒塌;而带有网栅结构的样片在进行实验时,胶带附着在了网栅上并未直接附着在蛾眼结构表面,实现了保护效果。因此,通过对比经过胶带粘离后的两组样片的结果可以发现,复合网栅对减反射蛾眼结构有一定的保护作用。

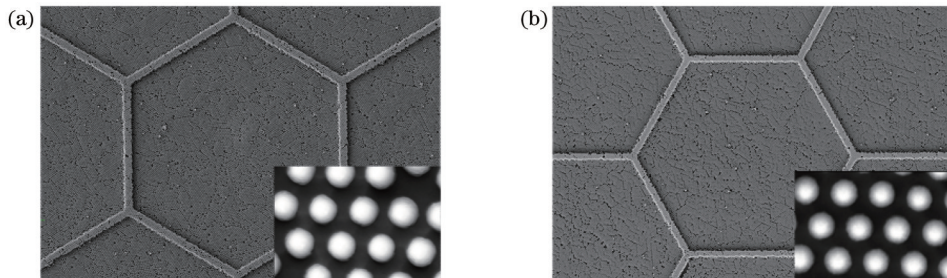


图 21 复合网栅蛾眼结构样片在胶带粘离前后的 SEM 图像。(a)样片在胶带测试前的 SEM 图像;(b)样片在胶带测试后的 SEM 图像

Fig. 21 SEM images of the composite grid moth-eye structure sample before and after tape test. (a) SEM image of sample before tape test; (b) SEM image of sample after tape test

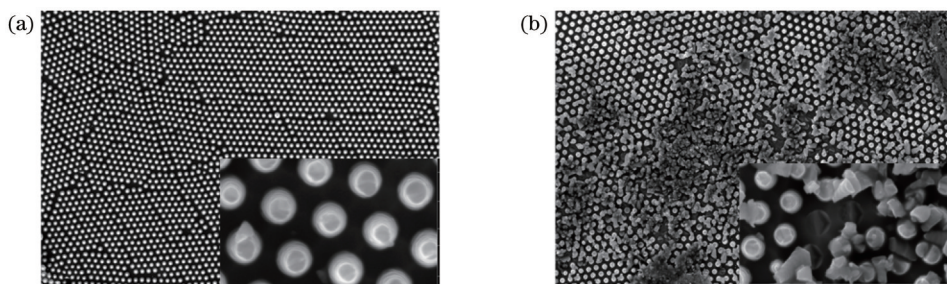


图 22 单一蛾眼结构样片在胶带粘离前后的 SEM 图像。(a)样片在胶带测试前的 SEM 图像;(b)样片在胶带测试后的 SEM 图像

Fig. 22 SEM images of single moth-eye structure sample before and after tape stripping. (a) SEM image of sample before tape test; (b) SEM image of sample after tape test

在进行扫描电镜观察后,分别对带有复合网栅与无复合网栅的减反射微纳结构样片进行光学性能

测试,对比胶带测试前后样片的反射率变化。为避免结果的偶然性,从胶带法测试前后的每组样片均

选取 3 个点进行反射率测试,测试结果如图 23 所示。利用胶带法进行实验前后,带有复合网栅蛾眼结构的样片的反射率并无明显变化,经计算,平均反射率波动在 0.14% 左右。只有蛾眼结构的样片在经过胶带法实验后,三组测量点的反射率均有明显上升,且

平均反射率约升高 1.5%。从对比结果可以看出,在进行胶带法测试后,复合网栅减反射微纳结构表面的抗反射性能并未改变,而单一蛾眼结构的抗反射性能降低,说明网栅结构对微纳结构具有一定的保护作用。

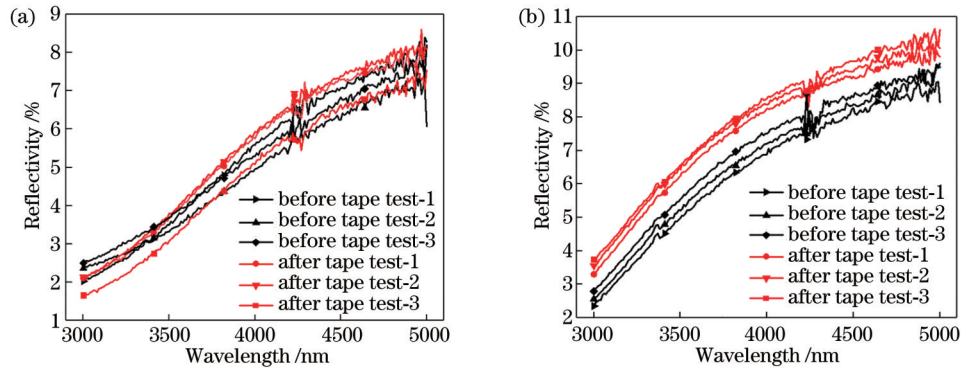


图 23 利用胶带法前后的反射率测试结果。(a)复合网栅蛾眼结构表面;(b)单一蛾眼结构表面

Fig. 23 Reflectivity test results before and after tape method. (a) Composite grid moth-eye structure surface; (b) single moth-eye structure surface

4 结 论

设计的复合网栅减反射微纳结构表面能够在中红外波段、大角度入射下具有良好的减反射效果。这种网栅结构对减反射微纳结构能够产生保护作用,同时可以提高纳米球排列的均匀性,有助于提升复合结构表面的光学稳定性。采用光刻与刻蚀工艺相结合的策略对复合网栅减反射微纳结构表面进行加工,将制得的样片在扫描电镜下表征,可观察到网栅结构与减反射微纳结构具有良好形貌,且结构参数与仿真参数基本一致。此外,采用 Scotch 3M 胶带对样片表面进行粘离测试,分别对带有网栅与不带网栅的减反射微纳结构表面进行胶带剥离,并对两组样片进行扫描电镜表征和光学反射率测试。实验结果表明,具有网栅结构的减反射微纳结构表面在胶带粘离后依旧能够保持原来的形貌且反射率也并未上升,能够验证网栅结构对微纳结构具有力学保护效果。本研究内容使减反射微纳结构的学与力学性能得到提升,进一步拓宽了减反射微纳结构在硅光电池、光学成像等光电器件领域的应用场景,对减反射微纳结构在未来的研究与发展起到推动作用。

参 考 文 献

- [1] Gao Z L, Lin G L, Chen Y C, et al. Moth-eye nanostructure PDMS films for reducing reflection and retaining flexibility in ultra-thin c-Si solar cells[J]. *Solar Energy*, 2020, 205: 275-281.
- [2] Shen X Q, Wang S Y, Zhou H, et al. Improving thin film solar cells performance via designing moth-eye-like nanostructure arrays[J]. *Results in Physics*, 2021, 20: 103713.
- [3] Daglar B, Khudiyev T, Demirel G B, et al. Soft biomimetic tapered nanostructures for large-area antireflective surfaces and SERS sensing[J]. *Journal of Materials Chemistry C*, 2013, 1(47): 7842-7848.
- [4] Rosfjord K M, Yang J K W, Dauler E A, et al. Nanowire single-photon detector with an integrated optical cavity and anti-reflection coating[J]. *Optics Express*, 2006, 14(2): 527-534.
- [5] 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.
- [6] Yue W J, Gao S, Lee S S, et al. Highly reflective subtractive color filters capitalizing on a silicon metasurface integrated with nanostructured aluminum mirrors[J]. *Laser & Photonics Reviews*, 2017, 11(3): 1600285.
- [7] 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.
- [8] Nakamura Y, Toma M, Kajikawa K. A visible and near-infrared broadband light absorber of cone-shaped metallic cavities[J]. *Applied Physics Express*, 2020, 13(6): 062001.
- [9] Diao Z, Kraus M, Brunner R, et al. Nanostructured stealth surfaces for visible and near-infrared light[J]. *Nano Letters*, 2016, 16(10): 6610-6616.
- [10] 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.
- [11] 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.
- [12] 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.
- [13] 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.
- [14] 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.
- [15] 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.
- [16] Cheng H J, Dong M A, Tan Q W, et al. Broadband mid-IR antireflective Reuleaux-triangle-shaped hole array on germanium

- [J]. Chinese Optics Letters, 2019, 17(12): 122401.
- [15] 马子焯, 欧阳名钊, 付跃刚, 等. 中红外仿生复合微纳结构减反射表面研究[J]. 光学学报, 2022, 42(10): 1031001.
Ma Z Y, Ouyang M Z, Fu Y G, et al. Anti-reflection surface of mid-infrared bionic composite micro-nano structure[J]. Acta Optica Sinica, 2022, 42(10): 1031001.
- [16] 林鹤. 可见光、近红外、中红外复合波段“蛾眼”减反射光学超表面的研究[D]. 长春: 长春理工大学, 2019.
Lin H. Research on moth eye antireflective metasurface in multiple wavelengths of visible, near-infrared and mid-infrared [D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology, 2019.
- [17] 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.
- [18] 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.
- [19] 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.
- [20] Kondrashov V, Rhe J. Microcones and nanograss: toward mechanically robust superhydrophobic surfaces[J]. Langmuir, 2014, 30(15): 4342-4350.
- [21] Lu Y, Sathasivam S, Song J L, et al. Repellent materials. Robust self-cleaning surfaces that function when exposed to either air or oil[J]. Science, 2015, 347(6226): 1132-1135.
- [22] Zimmermann J, Reifler F A, Fortunato G, et al. A simple, one-step approach to durable and robust superhydrophobic textiles[J]. Advanced Functional Materials, 2008, 18(22): 3662-3669.
- [23] Zhang Y F, Ge D T, Yang S. Spray-coating of superhydrophobic aluminum alloys with enhanced mechanical robustness[J]. Journal of Colloid and Interface Science, 2014, 423: 101-107.
- [24] Peng C Y, Chen Z Y, Tiwari M K. All-organic superhydrophobic coatings with mechanochemical robustness and liquid impalement resistance[J]. Nature Materials, 2018, 17(4): 355-360.
- [25] Jin H, Tian X L, Ikkala O, et al. Preservation of superhydrophobic and superoleophobic properties upon wear damage[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2013, 5(3): 485-488.
- [26] Deng X, Mammen L, Butt H J, et al. Candle soot as a template for a transparent robust superamphiphobic coating[J]. Science, 2012, 335(6064): 67-70.
- [27] Zhang W B, Xiang T H, Liu F, et al. Facile design and fabrication of superwetting surfaces with excellent wear-resistance[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2017, 9(18): 15776-15784.

Surface of Mid-Infrared Composite Grid Antireflection Micro-Nanostructure

Zhong Chuyi^{1,2}, Ouyang Mingzhao^{1,2*}, Zhou Yan³, Ren Hang^{1,2}, Fu Yuegang^{1,2}, Han Xu^{1,2},
Wu Jinshuang^{1,2}

¹Key Laboratory of Optoelectric Measurement and Optical Information Transmission Technology, Ministry of Education, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, Jilin, China;

²School of Optoelectronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, Jilin, China;

³Tianjin Jinhang Institute of Technical Physics, Tianjin 300309, China

Abstract

Objective The advancement of micro-nanostructures has gained significant traction owing to their superior broadband antireflective attributes, which span a broad range of incident angles. This progress has expanded their application in photocells and photodetectors. However, these structures often possess subwavelength structural characteristics and high aspect ratio to manage the wavefront distortion of the target light field. The diminutive size and high aspect ratio of these periodic structural units make their surface susceptible to environmental damage, thereby affecting their optical performance. This paper proposes an antireflective micro-nanostructure surface with a composite grid structure. This innovative approach enhances the mechanical stability and longevity of the micro-nanostructure surface without altering its original design and optical properties.

Methods We successfully proposed and fabricated an antireflection micro-nanostructure surface with a composite grid. This involved constructing a silicon oxide composite grid on a silicon substrate to protect the internal micro-nanostructural units. The optical and mechanical properties of the composite grid structure were optimized using appropriate material selection, morphological characterization, and size parameters. Moreover, the stress distributions of the three types of grid structure under a fixed load were analyzed using finite element analysis software. Based on the results of this theoretical analysis, the hexagonal composite grid antireflection micro-nanostructure was successfully fabricated by a

combination of photolithography and etching technology. Furthermore, its morphology was evaluated using a scanning electron microscope (SEM), while a spectrometer measured its optical reflectivity. Lastly, an adhesive tape test was used to examine the sample surface and discuss the protective capacity of the composite grid for the antireflection micro-nanostructure.

Results and Discussions The optical reflectivity test shows an average reflectivity difference of 0.068% between the antireflection micro-nanostructure surface attached to a composite grid and standalone micro-nanostructure [Fig. 17(a)]. This result suggests that the grid structure has negligible impact on the micro-nanostructure's optical performance. The average reflectivity of the composite grid antireflection micro-nanostructure surface in the 3–5 μm frequency band is less than 4% for incident angles in the range of 8° – 40° , demonstrating stable antireflection performance [Fig. 17(b)]. The adhesive tape test on the composite grid antireflection micro-nanostructure confirms the effective maintenance of the micro-nanostructure (Fig. 21) with no substantial change in its antireflection performance [Fig. 23(a)]. In contrast, the surface of the micro-nanostructure without grid is damaged and its reflectivity is increased by 1.5% after the tape test [Fig. 22 (b)]. These results validate the grid structure's protective role without altering the optical properties of the micro-nanostructure.

Conclusions This study presents a successful fabrication of antireflection micro-nanostructure surface with composite grid by a combination of photolithography and etching. This design offers robust antireflection performance in the mid-infrared range across a wide incident angle. SEM is used to confirm the morphology of the antireflection micro-nanostructure surface with composite grid, showing structural parameters that closely resemble those of the simulation parameters. The Scotch 3M tape test is used to compare the antireflection micro-nanostructure surface with composite grid and single micro-nanostructure surface. The results indicate that the grid-structured antireflection micro-nanostructure surface maintains its original morphology and antireflection performance even after the tape test. Conversely, the micro-nanostructure surface without grid sustains damages, exhibiting a 1.5% increase in its reflectivity post-test. These findings reveal the grid structure's mechanical protective ability for the micro-nanostructure, improving its optical and mechanical properties. These advancements can propel future research and development of micro-nanostructures for optical and optoelectronic devices.

Key words antireflection micro-nano structure; composite grid structure; optical property; mechanical protection