

## 硒化锌基底 8~12 $\mu\text{m}$ 高性能增透膜的研究\*

潘永强<sup>1,2</sup>, 朱 昌<sup>1</sup>

(1.西安工业学院 光电工程学院, 陕西 西安 710032; 2.西安电子科技大学  
理学院, 陕西 西安 710071)

**摘要:**为了提高硒化锌基底的透过率以及膜层的机械强度,对硒化锌基底上高性能的红外宽带减反射膜的设计与制备工艺进行了研究。介绍了红外宽带减反射膜的膜料选择、膜系的设计以及采用离子束辅助沉积该膜系的过程,给出了用该方法制备的8~12  $\mu\text{m}$ 波段宽带减反射膜的实测光谱曲线,其峰值透过率高达99%以上,在设计波段范围内平均透过率大于98%,膜层附着性能好,光机性能稳定。这对于红外光学系统的应用具有十分重要的意义。

**关键词:**红外增透膜; 离子束辅助沉积; 硒化锌; 氟化钇

**中图分类号:** O484 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-2276(2005)04-0394-03

## High performance infrared antireflection films on ZnSe substrate for 8~12 $\mu\text{m}$ \*

PAN Yong-qiang<sup>1,2</sup>, ZHU Chang<sup>1</sup>

(1.School of optoelectrical Engineering, Xi'an Institute of Technology, Xi'an 710032, China;  
2.School of Science, Xidian University, Xi'an 710071, China)

**Abstract:** In order to enhance transmission rate and mechanical intensity of ZnSe, the design and deposition of high performance infrared antireflection films on ZnSe substrate by ion beam assisted deposition are discussed. The choice of films materials and the design of films system are introduced. The measured spectral curve of 8~12  $\mu\text{m}$  wavelength range antireflection films deposition by this method has been given. The experimental results show that the films have good characteristics such as a peak transmission of more than 99%, an average transmission in the designed wavelength range of greater than 98%, good adherence and stability of optical and mechanical properties. These are important for the application of infrared optical system.

**Key words:** Infrared antireflection film; Ion beam assisted deposition (IBAD); ZnSe; Yttrium fluoride (YF<sub>3</sub>)

收稿日期: 2004-08-10; 修订日期: 2004-10-12

\* 基金项目: 陕西省教育厅资助项目(101-601)

作者简介: 潘永强(1974-), 男, 陕西西安人, 博士生, 主要从事薄膜工艺与等离子体技术的研究。

### 0 引言

在红外光学系统中,绝大多数红外光学元件都必须镀增透膜来降低表面反射损失,通常红外光学元件的使用环境恶劣,元件必须有较高的光学性能,较好的耐环境能力,以适应环境变化,保持系统的光机性能稳定。但在 8~12 μm 波段内通常用作增透的膜料有:硒化锌(ZnSe)、氟化铯(SrF<sub>2</sub>)、氟化钡(BaF<sub>2</sub>)、氟化钙(CaF<sub>2</sub>)等<sup>[1]</sup>,这些膜料松软,镀出的膜层强度差,且氟化铯、氟化钡、氟化钙易吸潮<sup>[2]</sup>。国外报道有采用氟化钍(ThF<sub>4</sub>)作为低折射率膜料,但其具有放射性和一定的毒性,许多国家已禁止使用<sup>[3,4]</sup>。

为了解决上述问题,在传统热蒸发技术中采用离子束辅助沉积技术。用具有一定能量的荷能离子轰击沉积中的薄膜,来改善薄膜的性能<sup>[5]</sup>。由于外来离子对凝聚中的粒子的动量传递,使得凝聚粒子移动性增加,从而通过改善膜层的柱状结构,使膜层更加致密,提高了膜层的稳定性。此外,为了进一步保证膜层的稳定性,在膜料的选择中摒弃了氟化铯、氟化钙等低折射率膜料,在最外层氟化钡膜层上加镀一定厚度的吸收系数较大但膜层强度好的氟化钇(YF<sub>3</sub>)<sup>[6]</sup>,获得了令人满意的光学性能和理想的膜层稳定性,且采用此方法已成功为多家科研院所制备了高质量的红外宽带增透膜。

### 1 膜料选择和膜系设计

对于高折射率膜料可采用吸收系数较小的硒化锌膜料,低折射率膜料采用氟化钡,为了避免氟化钡膜料膜层松软和吸潮,可将氟化钡膜层分解为氟化钡和氟化钇两层膜,最外层为氟化钇膜层,可提高膜层的强度,提高膜层的抗吸水性,也可以避免采用单层氟化钇所产生的吸收系数较大的现象。为了在较宽范围内实现减反效果,高折射率基底必须采用两层或多层膜系结构。

多层膜特征矩阵为<sup>[7]</sup>:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{j=1}^m \begin{bmatrix} \cos\delta_j & (i\sin\delta_j)/\eta_j \\ i\eta_j \sin\delta_j & \cos\delta_j \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_j + 1 \end{bmatrix} \quad (1)$$

$$\delta_j = 2\pi N_j d_j \cos\theta_j / \lambda$$

$$\eta_j = \begin{cases} N_j / \cos\theta_j \\ N_j \cos\theta_j \end{cases}$$

垂直入射的膜层厚度为 1/4 波长的两层薄膜的特征矩阵为:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & i/n_1 \\ in_1 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & i/n_2 \\ in_2 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ n_s \end{bmatrix} \quad (2)$$

要使膜层的反射率为零,应使

$$Y = n_0 = \frac{C}{B} \quad (3)$$

从公式(3)可以得到两层增透膜零反射的条件为:

$$n_1^3 = n_0^2 n_s \quad n_2^3 = n_0 n_s^2 \quad (4)$$

已知硒化锌基底在 8~12 μm 波段的折射率为 2.42,空气的折射率为 1.0。从公式(4)可以解出  $n_1 = 1.34, n_2 = 1.80$ 。对于低折射率的膜料,选择折射率为 1.4 的氟化钡;对于高折射率膜料,采用折射率分别为 1.4 和 2.4 的氟化钡和硒化锌的三层组合 pqp 合成进行等效代换<sup>[8]</sup>。考虑到最外层氟化钇膜料的厚度,对膜系进一步优化处理后,最终膜系为:

$$G1k_1Lk_2Hk_3Lk_4M1A$$

式中 L 为氟化钡;M 为氟化钇;H 为硒化锌; $k_1, k_2, k_3, k_4$  为系数。膜系的理论光谱曲线如图 1 所示。

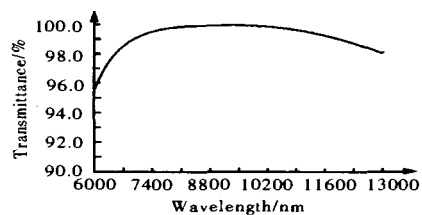


图 1 ZnSe 基底双波段兼容增透膜的理论光谱曲线  
Fig.1 Theoretical spectrum curve of wide waveband IR AR coating on ZnSe substrate

### 2 薄膜制备工艺

薄膜制备是在 ZZS700-1/G 箱式光学镀膜机安装自行研制的宽束冷阴极离子源进行的<sup>[9]</sup>。镀前用 800 eV

左右的  $\text{Ar}^+$  离子束进行约 5 min 的轰击, 然后采用离子束进行辅助沉积。硒化锌采用钨舟电阻热蒸发, 氟化钡采用电子束蒸发。镀后再用离子束进行 10 min 左右的轰击和一定时间的高温退火处理。由于膜系的中心波长较长, 在膜系控制中采用了透射式短波控制长波的方法, 为了进一步提高膜层的监控精度, 在短波控制长波的方法中, 考虑到膜料的色散效应, 提出了光学厚度等效代换<sup>[10]</sup>。在整个镀膜过程中基底的温度控制在  $200 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ , 本体真空度高于  $4.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ , 充入氩气后的工作真空度在  $8 \times 10^{-3} \sim 9 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  之间。实验证明, 在膜层制备过程中, 本体真空度越高, 蒸发速率越低、膜层性能越好, 硒化锌薄膜的沉积速率应控制在  $0.2 \text{ nm/s}$  左右, 氟化钡和氟化钇膜层的沉积速率应分别低于  $4.0 \text{ nm/s}$  和  $1.0 \text{ nm/s}$ 。

### 3 测试结果

(1) 光学性能测试: 对红外光谱特性的测试采用的是美国 Perkinelmer 公司生产的 SpectrumX 型傅里叶变换红外光谱仪, 其基本性能指标为, 光谱范围  $10000 \sim 380 \text{ cm}^{-1}$ , 分辨率  $0.2 \sim 64 \text{ cm}^{-1}$ 。对基底和单面、两面镀有红外宽带增透膜的样片进行测试, 其红外透射光谱曲线如图 2 所示。在  $8 \sim 12 \text{ }\mu\text{m}$  ( $834 \sim 1250 \text{ cm}^{-1}$ ) 波段两面镀有红外宽带增透膜, 其峰值透过率为 99.10%, 平均透过率大于 98%。

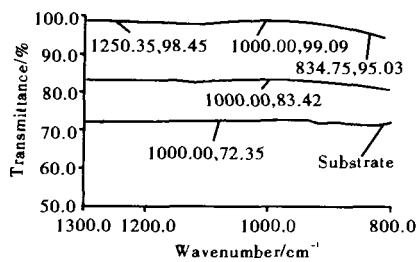


图 2 ZnSe 基底上  $8 \sim 12 \text{ }\mu\text{m}$  波段双面镀红外宽带减反射膜的实测光谱曲线

Fig.2 Measured spectrum curves of  $8 \sim 12 \text{ }\mu\text{m}$  IR AR on ZnSe

(2) 高低温试验: 无包装情况下, 将镀膜样片放入 Y7080 高低温试验箱中, 此试验箱的升温和降温速度均小于  $2 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ , 在  $-40 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  低温中保持 6 h; 在  $50 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  高温中保持 6 h, 膜层均无起皱、龟裂、脱落等现象。

(3) 机械强度试验: 用手持式擦拭具, 在橡皮摩擦头外裹两层干燥脱脂纱布保持  $4.9 \text{ N}$  ( $500 \text{ g}$ ) 压力下顺着同一轨迹对膜层进行摩擦, 往返 25 个周期后, 膜层表面无损伤。

(4) 附着性试验: 用  $2 \text{ cm}$  宽、剥离强度不小于  $2.94 \text{ N}/\text{cm}^2$  的胶带纸粘牢在膜层表面, 把胶带纸从零件的边缘朝表面的垂直方向迅速拉起后, 膜层无脱落, 无损伤。

(5) 湿度试验: 在  $48 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 、 $96 \pm 1\%$  的相对湿度中经历 24 h, 膜层外观无变化。

(6) 盐雾试验: 在 DL120 盐雾试验箱中, PH 值为 6.5~7.2 的 5% 的盐溶液沉降率为  $1 \sim 2 \text{ ml/h}$ , 温度为  $35 \text{ }^\circ\text{C}$  的情况下连续喷雾 24 h, 膜层无起皱、脱落, 光学性能仍满足要求, 图 3 是试验前后膜层光谱特性的比较。

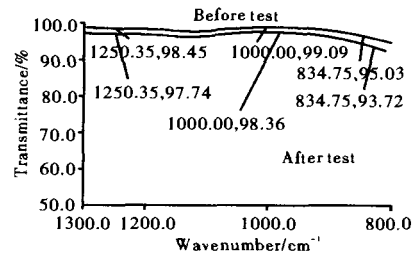


图 3 试验前后光谱特性的比较

Fig.3 Comparison of spectrum characteristic before and after test

### 4 结束语

本文采用离子束辅助沉积技术, 通过膜料的合理选择, 在最外层避开了松软、易吸潮的氟化钡和氟化铯等膜料, 采用氟化钡和氟化钇混合层, 在不影响膜层光谱特性的条件下, 进一步保证了增透膜的稳定性。使所得到的膜层既有良好的光谱性能; 又有较好的机械稳定性和稳定性。

### 参考文献:

- [1] CHEN Zhi-ping, WANG Jian, WANG Qi-ying, et al. Research on far IR shielding effect of multi-material[J]. Infrared and Laser Engineering(陈治平, 王健, 王歧英, 等. 多种物质的远红外吸收研究. 红外与激光工程), 2004, 33(3): 224~226. (下转第 453 页)

对软件系统提供的相关跟踪算法、形心跟踪算法和以上两种算法的复合算法进行比较可发现:相关算法跟踪稳定性较好,但跟踪点会发生漂移现象;形心跟踪算法可以准确定位目标,却容易丢失目标;复合算法综合以上两种算法的优点,具有良好的跟踪效果。

#### 4 结论

本系统具有结构简单、造价低廉、体积小等特点,既适用于外场试验,又可以使用以前积累的试验数据开展内场测试。系统内建相关跟踪算法、形心跟踪算法和复合跟踪算法。用户可以根据需要,加入自己编写的跟踪算法程序模块进行性能测试,随时调整系统的采样频率、视场大小和匹配模板尺寸等参数,分析它们对算法跟踪效果的影响,优化算法设计。实验表明,本系统可用于评估跟踪算法的稳定性、计算量和抗干扰能力,也可用于评估伪装器材防成像制导武器打击效果。

#### 参考文献:

- [1] HU Jun-hui, WANG Tao, XING Hui, et al. Optic system effect simulation in IR dynamic scenes simulation [J]. Infrared and Laser Engineering (胡军辉, 王涛, 邢晖, 等. 红外动态景象仿真中光学系统效应仿真. 红外与激光工程), 2004, 33(1): 25-28.
- [2] WANG Hu-yuan, LIU Yong-chang. Research on system techniques of real-time dual-mode image tracking [J]. China Journal of Image and Graphics (王虎元, 刘永昌. 实时双模图像跟踪系统技术研究. 中国图像图形学报), 1997, 2(2): 113-118.
- [3] ZHANG Feng-chao, YANG Jie. Target enhancement and detection for IR image sequence [J]. Infrared and Laser Engineering (张凤超, 杨杰. 红外图像序列的增强和检测. 红外与激光工程), 2004, 33(4): 380-384.
- [4] SUN Cheng-jun. Infrared/visible light dual-mode image tracking system [J]. Infrared and Laser Technology (孙承浚. 红外/可见光双模成像跟踪系统. 红外与激光技术), 1992, 21(2): 20-25.
- [5] ZHOU Rui, SHEN Gong-xun, CUI Hu-tao, et al. Multiple models adaptive target image tracking [J]. Journal of Astronautics (周锐, 申功勋, 崔祐涛, 等. 多模自适应目标图像跟踪. 宇航学报), 1998, 19(2): 81-85.
- [6] WEI Luo-gang, PENG Jia-xiong. A correlation tracking algorithm for a target on the ground [J]. J Huazhong University of Science and Technology (魏洛刚, 彭嘉雄. 一种地面目标的相关跟踪方法. 华中理工大学学报), 1994, 22(5): 26-30.
- [7] Moscheni F, Dufaux F, Kunt M. Object Tracking Based on Temporal and Spatial Information [A]. The 1996 IEEE International Conference [C]. 1996, 4. 1914-1917.
- [8] ZHU Chang-zheng, SHEN Zhen-kang. Improved full-search block-matching algorithm [J]. Infrared and Laser Engineering (朱长征, 沈振康. 一种改进的完全搜索块匹配算法. 红外与激光工程), 2004, 33(4): 388-391.
- [9] YAN Yi-xin, LIN Hong-hai. Film Technology [M]. Beijing: Weapon and Industry Publisher (严一心, 林鸿海. 薄膜技术. 北京: 兵器工业出版社), 1994. 12-13.
- [10] TANG Jin-fa, GU Pei-fu. Film Optics and Technology [M]. Beijing: Mechanic Industry Publisher (唐晋发, 顾培夫. 薄膜光学与技术. 北京: 机械工业出版社), 1987. 30-34.
- [11] YAN Yi-xin, LU Jin-jun, LIU Wei-guo, et al. Broad beam cold cathode ion source and application [J]. Journal of Xi'an Institute of Technology (严一心, 卢进军, 刘卫国, 等. 宽束冷阴极离子源及其应用. 西安工业学院学报), 1989, 9(10): 27-31.
- [12] ZHANG Quan, SU Zhe-xiang, CHEN Geng-hui, et al. High performance irregular multi-layer coating machine [J]. Optics and Precision Engineering (张泉, 苏哲湘, 陈耿晖, 等. 高质量非规整多层膜自动制备的研究. 光学精密工程), 2004, 12(3): 335-339.
- [13] Sulzbach F C. Infrared antireflection coatings without thorium fluoride annual technical [A]. Conference-Society of Vacuum Coaters, [C]. 1993, 102-108.
- [14] Bui Hoa. Thorium-free anti-reflection coatings for domes and windows [A]. Processings of SPIE [C]. 1997, 3060. 11-16.
- [15] CHU Guo-qiang, WANG Zi-jun, ZHAO Jia-min, et al. Transparent conductive film (ITO) deposited by IAD [J]. Optics and Precision Engineering (初国强, 王子君, 赵家民, 等. 氧离子辅助沉积 ITO 透明导电膜的研究. 光学精密工程), 2001, 9(2): 162-165.
- [16] Cole colin. Nonradioactive infrared coatings for single-and multi-spectral application [A]. Processings of SPIE [C]. 1996, 2776. 72-83.

(上接第 396 页)