

一种具有抗静电反红外诱导滤光片的设计与制备

王济洲¹, 李宏², 熊玉卿¹, 董茂进¹, 张玲¹, 李晨¹

- (1. 兰州空间技术物理研究所 真空技术与物理重点实验室, 甘肃 兰州 730000;
2. 环境保护部核与辐射安全中心, 北京 100082)

摘要: 对一种具有抗静电反红外且在可见及近红外高透过的滤光片进行了研究。采用诱导滤光片的设计理论讨论了膜层厚度及薄膜常数对滤光片透射率及反射区的影响规律, 采用离子束辅助沉积方式和磁控溅射的方式对设计膜系进行了制备工艺研究, 重点讨论了不同工艺条件下金属层的薄膜常数的变化规律及其对滤光片性能的影响。最终设计的滤光片在 750~850 nm 波段具有高达 90% 以上的透过率、2 500 nm 以后波段反射率高达 90%, 表面电阻小于 300 Ω , 该滤光片具有很好的抗静电及反红外性能。

关键词: 光学薄膜; 抗静电; 红外; 诱导滤光片

中图分类号: O439; TN27 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-2276(2015)10-3005-05

Design and preparation of one induced transmission filter with anlistatig and anti-infrared character

Wang Jizhou¹, Li Hong², Xiong Yuqing¹, Dong Maojin¹, Zhang Ling¹, Li Chen¹

- (1. Science and Technology on Vacuum Technology and Physics Laboratory, Lanzhou Institute of Space Technology and Physics, Lanzhou 730000, China;
2. Nuclear and Radiation Safety Center, MEP, Beijing 100082, China)

Abstract: In order to design one special filter with wide-reflection, ZnS and Ag film was chosen as the layers based on the induced transmission filter. The ZnS layers were deposited by Ion Beam Assisted Deposition (IBAD) and treated using ion source deposition, and the Ag layer was deposited by magnetron sputtering. The rate of Ag film with different working parameter was discussed in this paper. At last, the best working parameters were chosen and deposited the induced transmission filter. The results indicate that it has over 90 percents of transmission from 750 nm to 850 nm and more than 90 percents of reflection from 2 500 nm, and the face-resistance is less than 300 Ω . The filter has a good reflection infrared and anlistatig character.

Key words: optical film; anlistatig; infrared; induced transmission filter

收稿日期: 2015-02-03; 修订日期: 2015-03-09

基金项目: 表面工程技术重点实验室基金(9140C540302120C5401)

作者简介: 王济洲(1980-), 男, 博士, 主要从事空间光学薄膜技术方面的研究。Email: wangjizhou80@163.com

通讯作者: 李宏(1981-), 男, 工程师, 主要从事电磁辐射安全审评、电磁辐射方面的研究。Email: 410596883@qq.com

0 引言

滤光片是作为滤光和选择谱线的器件,在光谱分析、激光技术、化学工业、宇航、大型精密仪器以及各类军工产品中均具有广泛的应用,在各类测试及分析仪器中起着非常重要的作用。

一般情况下,滤光片的设计主要采用全介质薄膜的概念,但是全介质薄膜滤光片的最大缺点是反射谱段或者截止区域与所采用的介质材料(高低折射率材料)有直接关系,其宽度依赖于薄膜材料的折射率比值,因此对于具备特宽的长波截止区或者反射区的滤光片来说,采用全介质薄膜的概念难以满足设计要求^[1]。例如,对于空间用的窗口玻璃表面防护薄膜来说,需要具有在可见及近红外谱段高的透过率而在红外其他谱段具有较高的反射率,其中透过谱段主要是满足观察或者探测信号的正常进入,而高的反射率可以减少太阳辐射对热控系统的影响,同时为了减少空间带电粒子对器件的破坏,窗口表面的膜层还需具备一定的导电性能。该滤光片无法利用全介质膜层进行设计。

金属膜层具有很好的红外反射特性,是目前红外反射膜的首要选择。例如金属 Au、Ag 等膜层在红外谱段的反射率能够高达 99% 以上,而且由于膜层很薄(一般在几十到几百纳米),膜层应力很小,有利于膜层与基底的结合。文中将金属膜层与介质膜层相结合,引入了诱导透射滤光片的概念,通过对金属膜层、介质膜层的选择,设计并制备了具有抗静电反红外性能的诱导滤光片。

1 膜系设计

1957 年,伯宁(Bering)和特纳(Turner)首先提出了势透射率的概念,为吸收膜系的设计提供了一种新的方法。在金属表面迭加一个介质匹配膜,使其组合后的导纳为实数,然后在此基础上迭加一个多层减反膜来消除这个等效导纳的反射,从而便可诱发出金属膜的最大可能的透射率,这就是诱导透射的概念^[2]。

许多参考文献都详细地描述了设计诱导透射滤光片的方法,其中麦克劳德先生的特征矩阵方法最为直观简便^[1]。图 1 为包含金属层的诱导滤光片膜系

结构, $n-ik$ 为金属膜层的折射率, $Y_e=X+iZ$ 为膜系的出射导纳。在计算过程中设定透过界面的光能量 T 与透过界面 a 的光能量 $1-R$ 之比定义为势透射率 ψ ,即

$$\Psi=T/(1-R)$$

利用特征矩阵方法可以推导,势透射率 Ψ 决定于金属膜的参数,而与入射侧的膜堆无关。但诱导滤光片的实际透过率不仅与势透射率有关,还与入射侧的膜堆有关,也即与整个膜系的反射率相关,其值为 $(1-R)\Psi$ 。当 $\Psi=\Psi_{\max}$ 且 $R=0$ 时,实际透射率才能达到最大势透射率^[3]。因此对于诱导滤光片的设计来说,就是选择在透射波长范围内 k/n 值尽可能大的金属膜层作为诱导层,然后选择合适的介质层,使其满足最大透射率的条件^[4]。

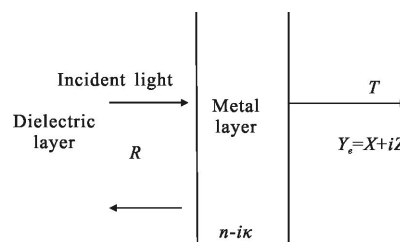


图 1 诱导透射滤光片结构图

Fig.1 Induced transmission filter structure diagram

该论文设计的诱导滤光片的主要透射区范围为 750~852 nm,反射区为 1 500~15 000 nm。利用 Macleod 设计软件,笔者认为利用一层金属膜层就能满足对于红外反射区的要求,选择的材料为金属银。由于透射范围较宽,不需要太多的介质膜层,考虑到制备工艺方面的难度,介质层采用单层高折射率材料。同时为了满足膜层对于导电性能的需求,高折射率介质层选用了具有半导体性能的硫化锌,这样可以最大可能地保证滤光片的透射率,减少了在膜层表面镀制 ITO 膜层带来的透射率损失。基底材料选择具有较高抗空间辐照性能的石英玻璃。设计结果为:基底|ZnS₁|Ag|ZnS₂,其中 ZnS₁、ZnS₂、Ag 膜层的厚度分别为 57 nm、64 nm 和 10 nm。由于金属层的厚度对诱导滤光片的透射率影响较为敏感,论文讨论了金属银膜厚度的误差对该膜系的影响大小,图 2 为 Ag 厚度分别为 8 nm、10 nm、12 nm 时滤光片的透射率光谱理论曲线。从图中能够看出:银膜薄时,透射率变好,透射区变宽,但反射率减低;银膜厚时,透射

率降低且透射区变窄,反射率提高。对于论文研究的滤光片必须严格控制 Ag 膜的厚度。

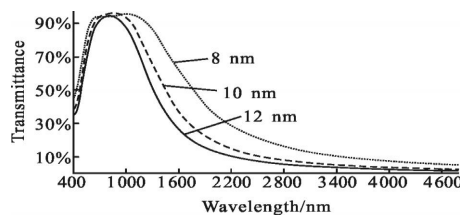


图 2 Ag 膜不同厚度时滤光片透射率曲线

Fig.2 Transmission curve of the filter with different thickness of Ag films

2 实验过程

设计的膜系只有三层,其中 Ag 膜的厚度相对较薄,考虑到硫化锌膜层在一定温度下会与金属 Ag 发生反应,该论文对于样品采用分别镀制的方法进行制备。其中金属层 Ag 的镀制利用直流磁控溅射的方式,可以很好地控制 Ag 膜的沉积速率及厚度;硫化锌膜层的制备则采用电子束热蒸发技术^[5]。

首先是介质层 ZnS 的制备。实践证明,提高沉积能量是提高薄膜聚集密度和光学稳定性的有效途径。为了制备满足空间使用要求的抗静电反红外的滤光片,硫化锌膜层必须具备束较高的膜层质量,实验室采用离子束辅助沉积(IBAD)电子束蒸发技术来提高硫化锌膜层的聚集密度及其与基底的附着力^[6]。镀膜设备是从美国引进的“全自动离子辅助光学镀膜机”,该设备配置的离子源为霍尔型冷阴极离子源,离子源能量在 150 eV 左右。为了避免 Ag 膜在制备过程中发生氧化而降低反射率,该实验采用的离子源工作气体为氩气,气体流量控制在 17 sccm。由于膜系对膜层厚度较敏感,对膜层厚度误差要求苛刻,所以在实际的硫化锌膜层制备过程中,膜厚的监控方式采用石英晶体振荡监控法,仪器的型号为 Infcon 5 监控系统^[7]。实验的其他工艺参数为:本底真空度 1×10^{-3} Pa,基底加热温度 100 °C,沉积速率为 0.2 nm/s。镀制硫化锌膜层前用离子源轰击基片 15 min,以增加膜层与基底的附着力。

其次是金属层的制备。金属 Ag 膜制备所采用的设备为 CMS-18 型全自动磁控溅射系统,其真空室结构如图 3 所示。真空室下部有三个磁控阴极靶托,靶托直径为 3 in(1 in=2.54 mm),用不锈钢材料

制成,可安装厚度在 6 mm 以下的靶材。该实验镀制 Ag 膜使用的是其中一个直流溅射靶枪,极限功率为 1 000 W。真空室内在衬底盘上面有一个环形加热炉,置有镍铬电炉丝,基底加热温度可达 800 °C。

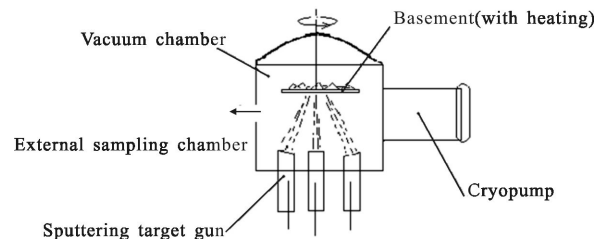


图 3 磁控溅射镀膜系统原理图

Fig.3 Magnetron sputtering system diagram

虽然参考文献中关于金属 Ag 膜的制备报道很多,但对于论文设计的 Ag 膜对光学常数及厚度要求很高,必须对其进行针对性的工艺研究。经分析,论文主要讨论了沉积温度、溅射功率两个工艺参数对金属 Ag 膜的影响。镀制 Ag 膜的其他工艺参数为:本底真空为 2.0×10^{-5} Pa、工作气压为 2.5 mTorr (1 Torr=133.32 Pa)、氩气流量为 21 sccm。沉积温度为室温、50 °C、100 °C、150 °C、200 °C,溅射功率为 100、120、150、170、200 W。为了验证 Ag 膜的性质,所有实验溅射时间均为 1 min。

3 实验结果及分析

硫化锌的制备是该实验室一个成熟工艺,所制备的硫化锌薄膜在使用波段是完全透明的膜层,厚度精度的控制在 0.1 nm 以内,所以对于硫化锌的研究该论文不作赘述。重点对金属诱导层 Ag 膜进行分析。

3.1 沉积温度对 Ag 膜沉积速率的影响

沉积温度是薄膜生长过程中的一个关键因素,温度太低或者太高都不太利于薄膜的生长。温度低了膜层到达基片时的表面能太低,膜层沉积速率太低,使得膜层缺陷太多,容易产生散射等问题。温度太高则使得膜层长地更加无序,在性能上也不利于薄膜的生长。图 4 为同一溅射功率下(100 W)下,不同沉积温度对金属 Ag 膜的沉积速率的关系图。从图中可以看出,在溅射功率 100 W 一定的情况下,沉积速率随着沉积温度的增加而明显增大,在室温条件下,金属 Ag 膜的沉积速率大约为 0.2 nm/s;在 200 °C,沉

积速率接近 1.0 nm/s 。此外,由于该文设计的膜系中金属 Ag 膜的厚度非常小,仅为 10 nm ,为了减少在手动关闭镀膜控制挡板过程中造成的厚度监控误差,该膜层的沉积速率不能太大。综合以上几个要求,该实验最终选择的沉积温度为 $100 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

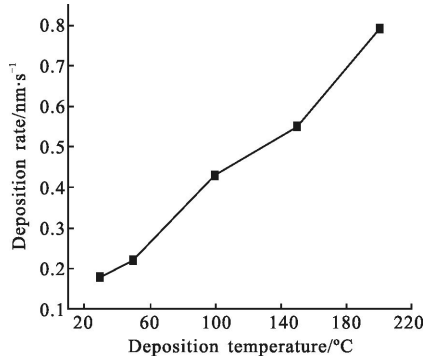


图 4 Ag 膜沉积温度与沉积速率关系图(溅射功率 100 W)

Fig.4 Ag film deposition temperature vs deposition rate graph (sputtering power is 100 W)

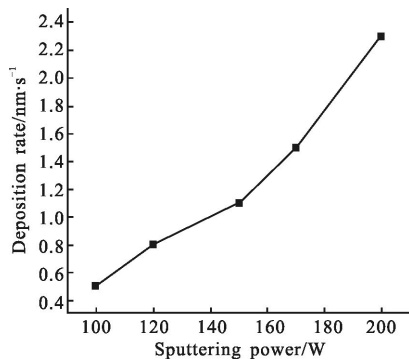


图 5 Ag 膜溅射功率与沉积速率关系图(沉积温度 $100 \text{ }^\circ\text{C}$)

Fig.5 Ag film sputtering power vs deposition rate graph

(deposition temperature is $100 \text{ }^\circ\text{C}$)

3.2 溅射功率对 Ag 膜沉积速率的影响

射频功率是 Ag 膜的沉积过程中对于薄膜的沉积速率影响最大的一个因素。一方面射频功率是决定溅射现象能否发生的重要因素之一,而且功率大小也将影响到轰击靶材的离子的能量,进而影响靶材的溅射率。如果功率太小,入射离子的能量达不到靶材的溅射阈值,就不能产生溅射现象;功率不同,入射离子轰击靶材的能量不同,影响沉积了靶材的溅射率和溅射粒子的平均逸出能量,这也必然会使沉积到的 Ag 膜的微观结构有很大差异。由图 5 可见,随着溅射功率的增加,Ag 膜的沉积速率呈近似线性递增的趋势,在溅射功率为 200 W 时,膜层的沉

积速率达到了 2.2 nm/s 。为了便于设计膜系金属 Ag 膜的厚度控制,建议溅射功率为 120 W 较为合适,因为溅射功率太小会影响膜层的附着力,溅射功率太大,厚度控制误差增大,影响最终的滤光片透射率。

文中在对金属 Ag 膜制备工艺研究之上,选择了沉积温度 $100 \text{ }^\circ\text{C}$ 、溅射功率 120 W 为 Ag 膜镀膜的关键参数,按照实验得到的沉积速率完成了膜系对金属诱导层的制备。样品制备完成后,对样品进行了透过率、反射率以及表面电阻进行了测试。其中透过率和反射率的测试采用的分光光度计和红外光谱仪,型号为 Lambda 900 和 System 2000,表面电阻的测试为 VAST-385 型表面电阻测试仪。经测试得到样品的表面电阻为 $235 \text{ }\Omega$,样品的透过率及红外反射率曲线为图 6 所示。所制备的滤光片在 780 nm 处的透过率高达 91.5% ,而在红外范围内的反射率平均值达到 90% 左右。

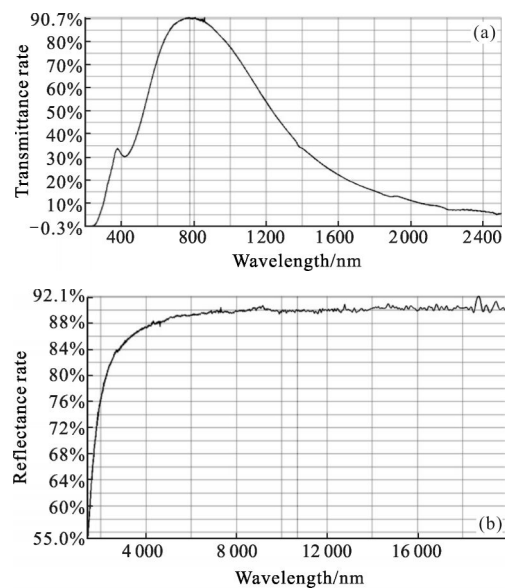


图 6 实际样品的透射率及红外反射率光谱图

Fig.6 Actual sample transmittance and infrared reflectance spectra

4 结论

文中针对一种具有抗静电反红外性能的特殊滤光片进行了设计与制备研究。采用诱导透射滤光片的概念设计了三层结构的诱导滤光片,该滤光片的介质膜层选用了硫化锌,金属层选用了 Ag。利用离子束辅助蒸发和磁控溅射两种方式分别对介质膜层及金属层进行了镀制工作,重点分析了不同温度及溅射速率对 Ag 膜沉积速率的影响规律,为实际镀制

过程 Ag 膜的控制提供数据支持。最终设计制备的诱导滤光片满足了使用要求,最高透射率达到 91.5%,反射率高于 90%。

参考文献:

- [1] Gao Xiaodan, Ge Weilong. Manufacture of interference edge filter for FTTH triplexer [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2011, 40(8): 1508-1511. (in Chinese)
高晓丹, 葛卫龙. 光纤到户单纤三向截止滤光片的研制 [J]. 红外与激光工程, 2011, 40(8): 1508-1511.
- [2] Tang Jinfa, Zheng Quan. Application Film Optics [M]. Shanghai: Shanghai Scientific and Technical Publishers, 1985. (in Chinese)
唐晋发, 郑权. 应用薄膜光学 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1985.
- [3] Macleod H A. Thin-Film Optical Filters[M]. London: Adam Higher LTD, 1969.
- [4] Fu Xiuhua, Tang Haolong, Liu Guojun, et al. Research and development of filter in high speed electro-optic modulator waveguide measurement system [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2013, 42(12): 3380-3385. (in Chinese)
付秀华, 唐昊龙, 刘国军, 等. 高速电光调制器波导测试系统滤光片的研制 [J]. 红外与激光工程, 2013, 42(12): 3380-3385.
- [5] Zhang Jiarong. Development of induced transmission filter[J]. *Opto-Electronic Engineering*, 1991, 18(2): 58-62. (in Chinese)
张家戎. 诱导透射滤光片的研制 [J]. 光电工程, 1991, 18(2): 58-62.
- [6] Li Shan, Fu Xiuhua, Su Jiani, et al. Fabrication of filter film using in lidar ranging system [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(5): 853-856. (in Chinese)
李珊, 付秀华, 苏佳妮, 等. 激光雷达测距系统中滤光片的制备 [J]. 红外与激光工程, 2010, 39(5): 853-856.
- [7] Sun Ping, Qi Yu. Design of induced transmission filter according to potential transmission concept [J]. *Optics and Precision Engineering*, 1995, 3(1): 21-27. (in Chinese)
孙平, 齐钰. 依势透射率的概念设计诱导透射滤光片 [J]. 光学精密工程, 1995, 3(1): 21-27.
- [8] Wang Jizhou, Xiong Yuqing. Design and preparation of a dual-band optical filter [J]. *Vacuum and Cryogenics*, 2008, 14(1): 38-39. (in Chinese)
王济洲, 熊玉卿. 一种双通道窄带滤光片的设计与制备 [J]. 真空与低温, 2008, 14(1): 38-39.
- [9] Xiong Yuqing. Preparation technique of ultranarrow bandpass optical thin film filters [J]. *Vacuum and Cryogenics*, 2005, 11(3): 125-130. (in Chinese)
熊玉卿. 超窄带滤光片制作技术 [J]. 真空与低温, 2005, 11(3): 125-130.
- [10] Liu Xiaoyun, Huang Yun, Zhou Ningping, et al. The system of the wideband monitoring of optical film thickness [J]. *Journal of National University of Defense Technology*, 2005, 21(1): 23-27. (in Chinese)
刘晓元, 黄云, 周宁平, 等. 光学镀膜宽带膜厚监控系统 [J]. 国防科技大学报, 2005, 21(1): 23-27.