

氧化铝基体 3.7 μm 与 4.8 μm 双波段带通滤光膜研制

岳 威^{1,2}, 韩 隆^{1,2}, 张 阔², 韩永昶², 赵明艳²

(1. 固体激光技术国家级重点实验室, 北京 100015; 2. 华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 以红外光学和薄膜技术为理论背景, 详细介绍了氧化铝基体表面 3.7 μm 与 4.8 μm 双波段带通滤光膜的特性、制备及测试方法。氧化铝(Al_2O_3) 由于其透光区域较宽, 牢固度好, 便于光学系统使用而被经常应用于中波红外光学系统中。采用软件优化计算和双面镀制截止带通滤光膜的方案, 通过速率控制、离子辅助等工艺方法研制成功了可靠性和光谱特性皆优的双波段带通滤光薄膜。分析认为设计结构和优化算法对于薄膜通带平坦度、截止深度以及透过率有着明显的影响。制备工艺方面, 除了合适的蒸发速率外, 采取缓慢蒸发和弱离子能量辅助也是很重要的关键技术, 最终光谱透过率测试平均大于 87%, 通过了环境测试, 符合使用要求。

关键词: 红外光学; 带通滤光膜; 牢固度; 透过率

中图分类号: O484 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201847.0621001

Research of 3.7 μm and 4.8 μm double band-pass filter on the surface of Al_2O_3

Yue Wei^{1,2}, Han Long^{1,2}, Zhang Kuo², Han Yongchang², Zhao Mingyan²

(1. National Key Laboratory of Solid-State Laser, Beijing 100015, China;

2. North China Research Institute of Electro-optics Technology, Beijing 100015, China)

Abstract: The characteristics, preparation and testing methods of 3.7 μm and 4.8 μm double band-pass filter on the surface of alumina substrate were introduced in the background of infrared optical and thin film technology. Alumina(Al_2O_3) was used in medium wave infrared optical systems usually because of its wide light transmission area and good fastness and ease of use in optical systems. The two-band band-pass filter with excellent reliability and spectral characteristics were successfully developed by means of speed control and ion assisted process. The films were characterized by software optimization and double-coating of pass-filters. The analysis shows that the design structure and the optimization algorithm have a significant impact on the passband flatness, cut-off depth and transmittance of the film. Preparation process, in addition to the appropriate evaporation rate, the use of slow evaporation and weak ion energy assist was also very important key technology. The final spectral transmittance test averaged over 87% and passed environmental tests to meet the usage requirements.

Key words: infrared optics; band-pass filter; fastness; transmittance

收稿日期: 2018-01-11; 修订日期: 2018-02-18

作者简介: 岳威(1980-), 男, 高级工程师, 硕士, 主要从事光学薄膜技术方面的研究。Email: ywei2015@sohu.com

0 引言

带通滤光膜的主要作用是通过镀制在基体表面的介质薄膜涂层,对光能量进行光谱选择,使需要的光能量通过,不需要波长的光截止。 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 中红外波段是重要的大气窗口之一,工作在这一波段的中红外带通滤光片作为滤光和选择谱线的器件,在航天、气象、遥感、自然灾害、资源普查、遥感系统、红外相机、多光谱成像仪器等领域有着重要的应用^[1]。中波带通滤光膜通常情况是在硅、锗、氧化铝等基体表面制备某一波段高透过,其余波段抑制的单通道滤光膜,而近波长的双通道滤光膜不仅存在着设计、工艺等多个难点,而且此类滤光膜由于单层厚度达到常规可见光或近红外薄膜的 10 倍甚至 20 倍以上,应力超大,薄膜的稳定度和牢固度等可靠性的瓶颈问题非常明显,限制了红外薄膜技术进一步的提高。随着现代红外光学探测与光电对抗技术的发展,大量碲化铟(InSb)、碲镉汞(HgCdTe)中波探测器敏感响应范围在 $3.7\sim 4.8\ \mu\text{m}$ 范围内,而中红外激光干扰能量的工作波长在 $4.26\ \mu\text{m}$,这就越来越多地要求滤光片不仅对于 $3.7\sim 4.8\ \mu\text{m}$ 有带通滤光的性能,还要抑制 $4.26\ \mu\text{m}$ 附近的干扰能量,使得具有高透射率、双波段带通、可靠性好,环境适应性强的滤光薄膜研制成为必要。

双波段带通滤光膜要求正入射情况下 $3.7\sim 4.1\ \mu\text{m}$ 和 $4.55\sim 4.8\ \mu\text{m}$ 的工作波段范围内满足平均透过率大于 80%, $4.2\sim 4.3\ \mu\text{m}$ 平均透过率小于 2%,截止范围 $2\sim 4.1\ \mu\text{m}$ 平均透过率小于 1% 此类薄膜的结构复杂,需要采用多层介质薄膜设计方法双面分别镀制截止滤光膜,还要兼顾薄膜物理厚度增加对于应力、膜层均匀性和牢固度的影响^[2-3]。

1 氧化铝双波段带通滤光膜设计方法

1.1 基体特性

氧化铝(Al_2O_3)透光区域较宽,便于使用,并且 $6.4\ \mu\text{m}$ 后往更长波段有明显吸收带,因此镀膜后的氧化铝基体滤光片,分光镜以及窗口镜被大量应用于中红外光学系统中^[4]。文中所讨论的双波段带通滤光膜,其难点在于同时对 $3.7\sim 4.1\ \mu\text{m}$ 以及 $4.55\sim 4.8\ \mu\text{m}$ 提出了双波段带通滤波的要求,在材料选择

受限的情况下,对于设计结构和工艺制备方面进行了详细的研究,对于中红外带通滤光膜研制工作具有一定参考价值。氧化铝光谱特性曲线如图 1 所示。

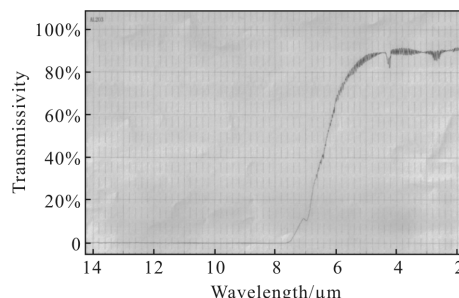


图 1 氧化铝光谱特性曲线

Fig.1 Alumina spectral characteristics

1.2 薄膜材料

对于 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 范围的滤光片, $\lambda_{\text{max}}/\lambda_{\text{min}}$ 接近 1.7,中波通带范围虽然较宽,但在这个波段内可供试验的薄膜材料仍比较有限,镀膜材料的选择首先在中心波长范围要有较高的透光率,并且要有尽可能低的消光系数;其次膜料应具有良好的机械强度和化学稳定性,这样膜层与基片间才会有良好的粘合力,减少膜层剥落的可能;另外膜料还不能在镀制过程中产生危害性大的有毒物质。基于以上因素,高折射率材料确定为锗,低折射率材料为一氧化硅。锗中波长透光性能良好,具有化学性能稳定、机械强度高的优点,折射率也比较高($n=4$),而一氧化硅不仅折射率低,而且 $7\ \mu\text{m}$ 后有吸收带,易于截止,镀制工艺成熟,机械性能良好^[5]。工艺实现方面选择这两种材料还有一个关键的因素,在氧化铝基片表面镀制的锗和一氧化硅薄膜可以使用化学溶液褪膜,多次试验过程中能够大幅提升基片的重复利用性^[6]。锗材料折射率较稳定,一氧化硅材料的 n 值,如表 1 所示。

表 1 一氧化硅材料的折射率(n)一览表

Tab.1 Refractive index (n) of the silicon monoxide

Wavelength / μm	Refractive index	Wavelength / μm	Refractive index
0.6	1.87	3	1.8
0.8	1.84	3.5	1.8
1.8	1.82	4	1.79
2	1.82	5	1.78
2.5	1.81	6	1.78

1.3 薄膜设计

带通滤光膜大致分为窄带通, 宽带通和负滤光片, 设计的基础是法珀干涉仪原理, 通常情况下薄膜总层数不宜过多, 单层厚度也不能过厚或过薄, 利于环境稳定性且便于监控。矩形度要求高的窄带滤光膜采用多腔设计方式, 基本结构有两种 $P=(HL)^n 2mH(LH)^n$, $Q=(HL)^n H2mLH(LH)^n$, 其中 m, n 分别代表反射膜堆的幂和共振腔个数。宽带通采用双面长短通截止滤光膜结合的方式, 透过带重合, 截止带分别抑制了长短波的带外光能量, 基本结构是 $P=H/2 (LH)^n H/2$ 。负滤光片和前两种带通滤光片相反, 在通带中心的一段范围内反射, 而在反射带的两侧形成两个高透射区域, 常用的结构是 $P=(H/2 L H/2)^n$, 设计波长为反射波长的奇数倍^[7-8]。

基于以上原理, 考察双波段带通滤光膜特性, 由于其通带整体范围较宽而且两个通带间隔很近, 长短波结合方式的问题是抑制带互相影响, 无法满足要求。因此, 采用在氧化铝基片一面镀制宽带通滤光膜, 另一面镀制负滤光膜。初始膜系为 $(H/2 L H/2)^n$ 的典型结构, 它们由四分之一设计波长对应光学厚度、折射率分别为 n_H 和 n_L 的单层膜交替叠加, n 代表了幂次, 在主结构的两侧以相同的减反射方式降低波纹振荡, 最后利用 optilayer 软件进行优化计算, 得到正面宽带通设计结构为: SUB0.521L 0.716H 1.269L 0.866H 0.877L 1.052H 1.079L 0.997H 1.002L 0.988H 0.966L 1.114H 1.021L 1.016H 0.911L 0.840H 1.140L 0.615H 2.457H 2.386L 2.370H 2.454L 2.293H 2.374L 2.390H 2.306L 2.398H 2.352L 2.372H 2.412L 2.397H 2.518L 2.433H 1.253L\AIR, 背面负滤光片设计结构为: SUB \0.716L 0.764H 2.134L 0.826H 2.123L 0.900H 2.083L 0.933H 2.055L 0.955H 2.015L 1.015H 2.003L 0.958H 2.001L 1.043H 2.014L 0.937H 2.018L 1.022H 1.964L 2.542H 1.978L 2.26H 0.349L\AIR, 折射率 $N_{sub}=1.74, N_{air}=1, N_H=4.0, N_L=1.79, 0^\circ$ 入射光谱特性设计曲线如图 2 和图 3 所示, 双面合成光谱曲线如图 4 所示。

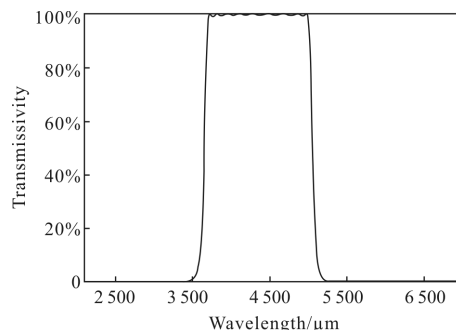


图 2 正面设计光谱曲线

Fig.2 Front design spectral curve

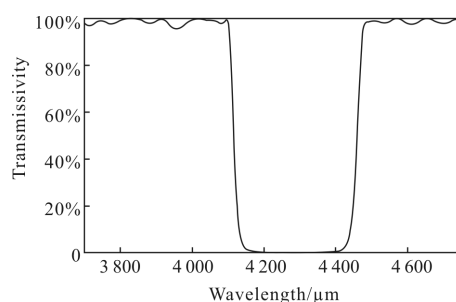


图 3 背面设计光谱曲线

Fig.3 Back design spectrum curve

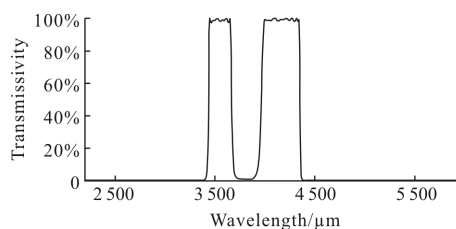


图 4 双面合成光谱特性曲线

Fig.4 Double-sided synthesis of spectral characteristics

2 薄膜的制备与测试

2.1 单层材料试验

由于锗和一氧化硅的实际薄膜特性受制备条件的影响比较明显, 所以在正式镀制带通滤光膜之前首先利用光度法专门进行了单层材料实验, 测试了通带波段内的透过率极值点, 利用柯西公式 $\eta=a+\frac{b}{\lambda^2}+\frac{c}{\lambda^4}$ 结合 MacIc 软件进行拟合计算材料色散, 其中 a, b, c 是三个柯西色散系数, 因不同的介质而不同。只需测定同一物质的三个不同波长的折射率, 代入公式可联立解出色散系数^[9]。单层材料光谱图如图 5 和图 6 所示, 色散曲线如图 7 和图 8 所示。

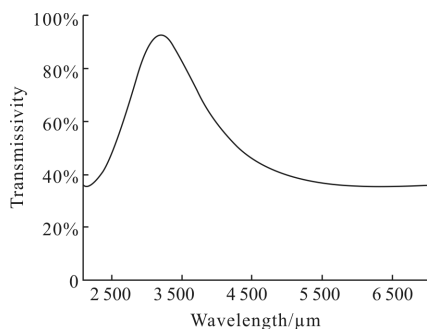


图 5 锗材料光谱曲线

Fig.5 Spectral curve of germanium

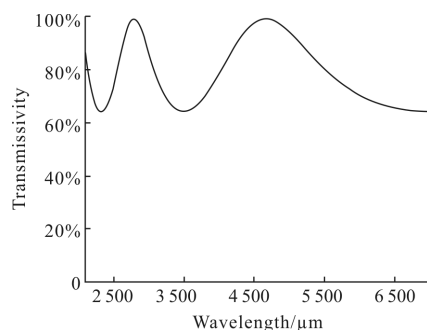


图 6 一氧化硅光谱曲线

Fig.6 Spectral curve of silicon monoxide

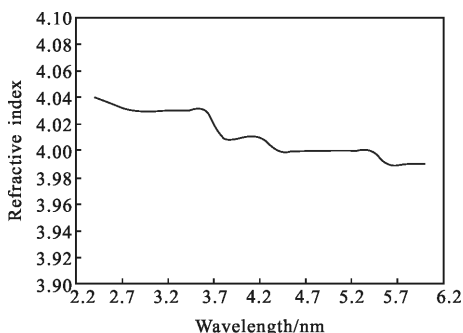


图 7 锗材料色散曲线

Fig.7 Dispersion curve of germanium

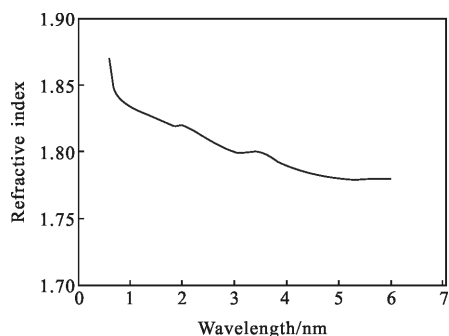


图 8 一氧化硅色散曲线

Fig.8 Dispersion curve of silicon monoxide

2.2 薄膜镀制

双波段带通薄膜在美国 EDDY 镀膜机上镀制,考夫曼离子源辅助 270°高压电子枪蒸发锗材料,钼舟加热蒸发一氧化硅材料,石英晶振监控蒸发速率和薄膜厚度。镀制前氧化铝基片在十槽超声机中分步进行清洗,以异丙醇加热脱水后装机,加热至 100℃,真空度达到 10⁻³ Pa 后开启离子源,用辅助蒸发 50% 的能量预处理 10 min,然后分层进行监控蒸发,过程中离子束能量和速率、真空度必须在设定范围波动,否则折射率会出现复变^[10],光谱特性难以和设计值拟合,另外牢固度和环境特性也会受到影响而降低。薄膜镀制工艺参数如表 2 所示。

表 2 薄膜镀制工艺参数

Tab.2 Coating process parameters

Item	Value	Item	Value
Cathode voltage/V	18	Shielding electrode/mA	3
Cathode current/A	17	Circulating current	16
Anode voltage/V	70	Deflection current/A	0
Anode electric current/A	5	Temperature/℃	60
Accelerate voltage/V	230	Ge evaporation rate /nm·s ⁻¹	0.3
Accelerate current/A	1.5	SiO evaporation rate /nm·s ⁻¹	0.6

制备过程中考虑到整体薄膜物理厚度较大,钼舟蒸发的一氧化硅材料速率过高不仅会降低表面光洁度,而且影响牢固度。经过几轮实验,最终将蒸发速率设在 0.6 nm/s。另外,由于中红外材料光谱与吸收的问题,导致难以采用光学控制方式。目前采用的晶振控制,材料蒸发后期的失效是控制稳定性的明显缺陷,这导致薄膜工作波段透过率波动较大,试验过程中采取了降低一氧化硅速率,同时分层离子辅助的方法,最终镀制成功了符合光谱设计要求的膜层。

2.3 薄膜光谱与环境可靠性测试

薄膜样片光谱特性通过瓦里安 3 100 傅里叶红外光谱仪(测试波长范围 1.44~24 μm,特征分辨率 0.01 μm)进行光谱特性测试。氧化铝基片光学面型,局部光圈和表面粗糙度为 $N=0.3, \Delta N=0.04, rms=0.4$ nm。实测光谱曲线如图 9~12 所示。

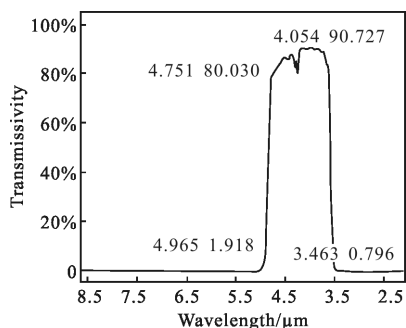


图 9 正面实际测试曲线

Fig.9 Positive real test curve

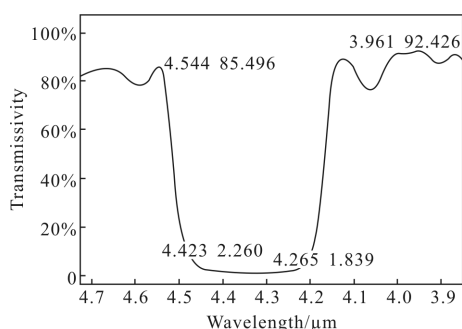


图 10 背面实际测试曲线

Fig.10 Back of the actual test curve

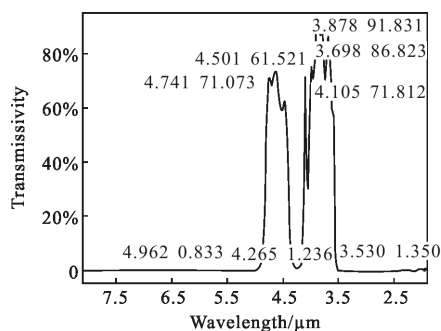


图 11 波动较大的测试曲线

Fig.11 Large fluctuations in the test curve

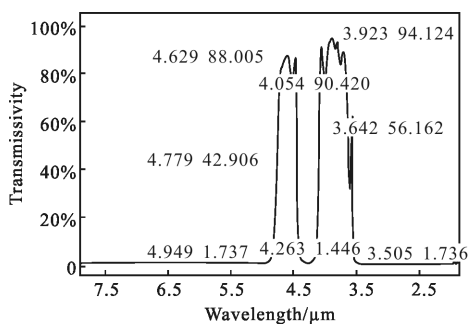


图 12 最终测试曲线

Fig.12 Final test curve

光谱测试后将薄膜试样首先放入高低温试验箱内,由室温降到 $-40\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度的变化速率不大于 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,保持 2 h,取出样品,放置到室温,然后放入湿热箱内,温度 $48\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,湿度 95%~98%,保持 24 h,取出试验样品,用脱脂布蘸无水乙醇,将膜层表面擦拭干净后在显微镜下观察,膜面无明显瑕疵、斑点以及脱落现象,并测试光谱无变化,通过了可靠性验证。

3 结论

文中所讨论的 $3.7\text{ }\mu\text{m}$ 与 $4.8\text{ }\mu\text{m}$ 双波段带通滤光膜主要技术指标达到 $3.7\sim 4.1\text{ }\mu\text{m}$ 和 $4.55\sim 4.8\text{ }\mu\text{m}$ 的工作波段范围内满足平均透过率大于 80%, $4.2\sim 4.3\text{ }\mu\text{m}$ 平均透过率小于 2%,截止范围 $2\sim 4.1\text{ }\mu\text{m}$ 平均透过率小于 1%的设计要求,并通过了环境实验测试。通过详细分析,认为设计结构和优化算法对于薄膜通带平坦度、截止深度有着明显的影响。制备工艺方面,除了合适的蒸发速率外,采取缓慢蒸发和弱离子能量辅助也是很重要的关键技术。另外受到膜层厚度、材料折射率复变和设备的限制,目前在氧化铝上镀制同类薄膜的光谱效果与实际设计值难以完全拟合,还有待于进一步研究改善。

参考文献:

[1] Chen Chaoping, Shi Jiantao, Guo Rui, et al. Design and preparation of mid-infrared band-pass filter [J]. *Journal of Applied Optics*, 2012, 33: 595-598. (in Chinese)
陈朝平, 师建涛, 郭韵, 等. 中红外带通滤光片的设计与制备[J]. *应用光学*, 2012, 33: 595-598.

[2] Tang Jinfa, Gu Peifu. Modern Optical Thin Film Technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006: 107-110. (in Chinese)
唐晋发, 顾培夫. 现代光学薄膜技术 [M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006: 107-110.

[3] Zhu Zhen. Application of optical films in laser and infrared technology[J]. *Laser & Infrared*, 2006, 36(S): 792-796. (in Chinese)
朱震. 光学薄膜在激光与红外技术中的应用[J]. *激光与红外*, 2006, 36(S): 792-796.

[4] Zhang Jinsheng, Zhang Jinlong, Ning Yongqiang, et al. Design and optimization of 1 555 nm broad-bandpass filter

- film[J]. *Chinese Optics*, 2013, 6(4): 557–562. (in Chinese)
张金胜, 张金龙, 宁永强, 等. 1 555 nm 宽带通滤光膜的设计和优化[J]. 中国光学, 2013, 6(4): 557–562.
- [5] Gong Dawei, Fu Xiuhua, Geng Siyu, et al. Design and manufacture of infrared double waveband laser filter films[J]. *Chinese Optics*, 2011, 4(3): 293–298. (in Chinese)
宫大为, 付秀华, 耿似玉, 等. 红外双波段激光滤光膜的研制[J]. 中国光学, 2011, 4(3): 293–298.
- [6] Bu Yikun, Zhao Li, Zheng Quan. Design method of high damage threshold laser mirror [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2006, 35(2): 183–186. (in Chinese)
卜轶坤, 赵丽, 郑权. 高损伤阈值激光反射镜的设计方法[J]. 红外与激光工程, 2006, 35(2): 183–186.
- [7] Huang Wei, Zhang Yundong. Ion beam assisted deposition of infrared wideband antireflection coating on micro-optical component used in low temperature [J]. *Opt Technol*, 1998, 24(3): 94–96. (in Chinese)
黄伟, 张云洞. 离子束辅助淀积低温微光学元件红外宽带增透膜[J]. 光学技术, 1998, 24(3): 94–96.
- [8] Yu Tianyan, Zhu Furong, Liu Dingquan, et al. Design and deposition of broad band IR antireflection coatings on ZnS lens[J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, 25(2): 270–273. (in Chinese)
于天燕, 朱福荣, 刘定权, 等. 硫化锌透镜中长波红外宽带增透膜的研制[J]. 光学学报, 2005, 25(2): 270–273.
- [9] Ai Wanjun, Xiong Shengming. Large optical coatings fabricated by ion assisted technology [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2015, 44(S1): 183–188. (in Chinese)
艾万君, 熊胜明. 离子束辅助沉积大口径光学薄膜 [J]. 红外与激光工程, 2015, 44(S1): 183–188.
- [10] Liu Huasong, Jiang Chenghui, Li Shida, et al. Effect of vacuum annealing on optical and microstructure properties of zinc sulfide thin film [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2017, 25(8): 2038–2045. (in Chinese)
刘华松, 姜承慧, 李士达, 等. 真空热处理对硫化锌薄膜光学与微结构特性的影响 [J]. 光学精密工程, 2017, 25(8): 2038–2045.