

〈材料与器件〉

红外低辐射膜的设计、制备与表征

韩建龙¹, 邱桂花¹, 张瑞蓉¹, 王雯¹, 王益珂¹, 谭东东², 于名讯¹

(1. 山东非金属材料研究所, 山东 济南 250031; 2. 陆装南京军代局泰安军代室, 山东 泰安 271039)

摘要: 为了降低红外探测技术对军事目标生存能力的威胁, 研制了红外低辐射膜。设计并制备了基于一维光子晶体结构的红外低辐射膜, 通过结构参数优化, 改善了其红外波段反射性能, 并降低了薄膜总厚度。采用红外椭圆偏仪测试了原材料 Ge 膜和 ZnS 膜的厚度和折射率, 将测试结果带入设计结构, 制备了 8~12 μm 发射率分别为 0.045、0.097、0.174 和 0.346 的红外低辐射膜。研究表明, 通过结构优化, 可制备出不同发射率的红外低辐射膜, 满足武器装备不同辐射背景下的红外隐身要求。

关键词: 一维光子晶体; 红外低辐射膜; 椭圆偏振测量; 红外反射率; 红外发射率

中图分类号: TN213 文献标识码: A 文章编号: 1001-8891(2022)03-0249-06

Design, Preparation and Characterization of Infrared Low-Emissivity Film

HAN Jianlong¹, QIU Guihua¹, ZHANG Ruirong¹, WANG Wen¹,
WANG Yike¹, TAN Dongdong², YU Mingxun¹

(1. Shandong Non-metallic Materials Institute, Ji'nan 250031, China;

2. Tai'an Military Representative Office of Army Equipment Department, Tai'an 271039, China)

Abstract: Military targets require infrared (IR) stealth performance because of the rapid development of IR detection technology. In this study, an IR low-emissivity film based on a one-dimensional photonic crystal structure was designed and fabricated. The IR reflectance of the low-emissivity film was improved, and the total thickness of the film was reduced by optimizing its construction parameters. The thickness and optical parameters of the Ge and ZnS film prepared via vacuum evaporation were tested using an IR ellipsometer. The IR low-emissivity films with IR emissivities of 0.045, 0.097, 0.174, and 0.346 were prepared via vacuum evaporation after the optimized test results were incorporated into the crystal structure design. The IR reflectivity of the IR low-emissivity films was measured using a Fourier-transform IR spectrometer. The test results agreed well with the calculated results.

Key words: one-dimensional photonic crystal, infrared low-emissivity film, elliptical polarization test, infrared reflectivity, infrared emittance

0 引言

红外探测技术不断发展, 探测距离越来越远, 探测角度越来越大, 已广泛应用于海陆空领域^[1-3], 对武器装备构成了严重威胁, 因此, 红外隐身材料的研发与制备引起了广泛重视^[4-5]。一维光子晶体是介电常数不同的两种介质材料在一个方向上周期性交替排列的结构, 具有光子禁带和光子局域的特性^[6-7]。一维光子晶体光子禁带位于红外波段时, 可以实现低红外发

射率, 满足武器装备红外隐身要求^[8-9]。

本论文以一维光子晶体结构为基础, 通过结构参数优化, 设计了不同厚度的红外低辐射膜; 制备了单层 Ge 膜和 ZnS 膜, 采用红外椭圆偏振测量仪精确测试并拟合了其厚度和光学参数; 将拟合结果代入设计结构, 制备了不同厚度的红外低辐射膜; 测试了红外低辐射膜的红外反射光谱及红外发射率, 测试结果与设计结果一致。

1 红外低辐射膜的设计与优化

收稿日期: 2021-05-07; 修订日期: 2021-06-16.

作者简介: 韩建龙 (1986-) 男, 高级工程师, 主要从事可见光、红外、太赫兹等隐身材料与技术的研究。E-mail: jianlongmail@126.com.

1.1 一维光子晶体的高反射原理

一维光子晶体材料结构模型，如图1所示，图中Sub为一维光子晶体的基底， n_H 为高折射率材料的折射率， d_H 为高折射率材料的厚度， n_L 为低折射率材料的折射率， d_L 为低折射率材料的厚度， a 为晶格常数（单个周期结构的厚度）。其结构类似于光学多层介质膜^[10]，是介电常数不同的两种介质材料在一个方向上周期性交替排列的结构。

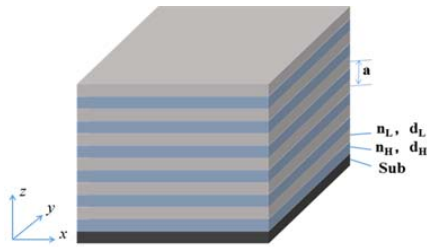


图1 一维光子晶体材料的结构模型

Fig.1 Structural model of one-dimensional photonic crystals

本文利用基于平面波展开法的 Rsoft 软件 Band Solve 模块计算图1所示的一维光子晶体材料的能带结构，结果见图2(a)。利用基于传输矩阵法的 Essential Macleod 软件计算了其频率-反射谱，见图2(b)。两种计算方法采用的一维光子晶体的结构参数相同，均为 $n_H=4.004$ 、 $d_H=0.2\ \mu\text{m}$ 、 $n_L=2.185$ 、 $d_L=0.397\ \mu\text{m}$ 、 $a=0.597\ \mu\text{m}$ ，高低折射率材料排列的周期数 $N=6$ 。

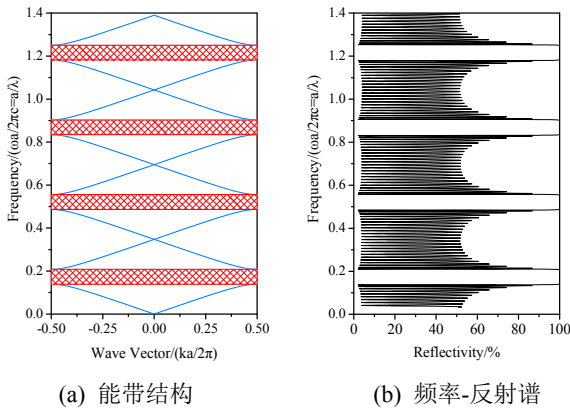


图2 光子禁带与反射光谱对比图

Fig.2 Comparison of photon band gap and reflection spectrum

图2(a)中，纵坐标为无量纲频率，横坐标为布洛赫波矢，在所计算的频率范围内，存在 $0.139\sim 0.209$ 、 $0.486\sim 0.556$ 、 $0.834\sim 0.904$ 、 $1.181\sim 1.251$ 四个光子禁带，光子禁带的宽度均为 0.07 。图2(b)中，纵坐标为无量纲频率，横坐标为反射率，在对应的4个光子禁带的范围内，对入射光的反射率均为 100% 。通过平面波展开法计算得到的光子禁带与通过传输矩阵

法计算得到的光谱高反射带一一对应，以上两种方法分别是基于不同的物理概念和计算式，但是对同样的光（电磁波）传播现象，得到的结果是相通的。

1.2 红外低辐射膜设计

从图2可知，在光子禁带范围内，材料对入射电磁波具有 100% 的反射率，可通过调整一维光子晶体的晶格常数、材料组成、填充比等结构参数，使其光子禁带位于红外波段^[11]，有效抑制目标表面的红外辐射，实现目标的红外隐身。

采用 Ge 为高折射率材料 H、ZnS 为低折射率材料 L，设计了结构为 sub | (0.75L0.75H)⁶ | air 的红外低辐射膜，见图3。其中，Sub 为 K9 玻璃，其厚度为 1mm ，Ge 的折射率为 4.004 ($@11.0\ \mu\text{m}$)，厚度为 $0.718\ \mu\text{m}$ ，ZnS 的折射率为 2.185 ($@11.0\ \mu\text{m}$)，厚度为 $1.320\ \mu\text{m}$ ，膜层总厚度为 $21.399\ \mu\text{m}$ 。

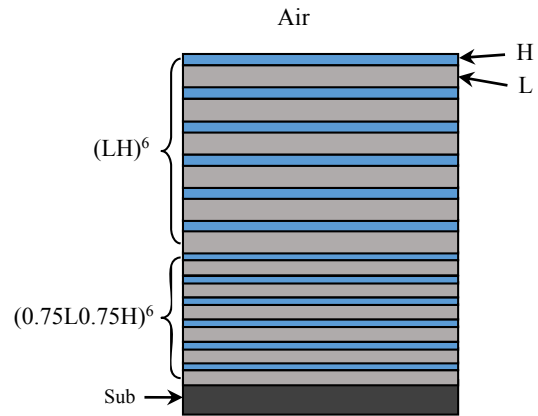


图3 红外低辐射膜剖面示意图

Fig.3 Section diagram of infrared low-emissivity film

根据布拉格定理可知，一维光子晶体的光子禁带的中心波长处频率为：

$$\omega_m = \frac{n_1 + n_2}{4n_1n_2} \cdot \frac{2\pi c}{a} \quad (1)$$

式中： n_1 、 n_2 为组成一维光子晶体的材料的折射率； c 为真空中电磁波的传播速度； a 为晶格常数。

一维光子晶体的光子禁带的带宽为：

$$\Delta\omega = \frac{4}{\pi} \cdot \sin^{-1} \left(\frac{|n_1 - n_2|}{n_1 + n_2} \right) \cdot \omega_m \quad (2)$$

将设计的红外低辐射膜的结构参数代入公式(1)和(2)，经计算可得到，设计的红外低辐射膜的两个光子禁带的中心波长为 $8.64\ \mu\text{m}$ 、 $11.52\ \mu\text{m}$ ，光子禁带的带宽为 $3.19\ \mu\text{m}$ 、 $4.25\ \mu\text{m}$ ，光子禁带的波长范围为 $7.36\sim 10.55\ \mu\text{m}$ 、 $9.82\sim 14.07\ \mu\text{m}$ 。从计算可知，设计的红外低辐射膜的光子禁带位于红外波段，但是单个光子禁带无法覆盖 $8\sim 14\ \mu\text{m}$ 整个红外波段，两个光

子禁带叠加后，光子禁带的范围变宽为 7.36~14.07 μm ，可实现 8~14 μm 整个红外波段的红外高反射、低辐射。

采用 Essential Macleod 软件计算了红外低辐射膜的反射光谱如图 4 所示，该红外低辐射膜在 8~14 μm 的理论平均红外反射率为 99.6%，理论红外发射率为 0.004，理论计算结果与光子的禁带的设计结果相符。

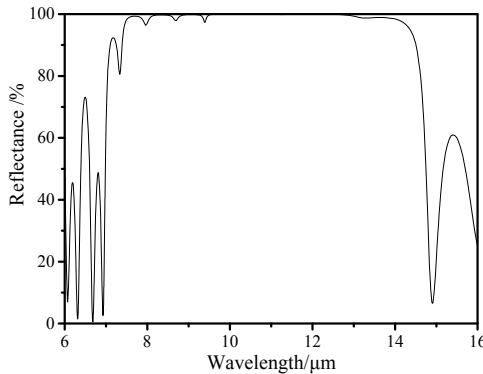


图 4 红外低辐射膜的理论反射光谱

Fig.4 Theoretical reflection spectrum of infrared low-emissivity film

1.3 红外低辐射膜的结构优化

采用 Essential Macleod 软件对薄膜结构进行了优化，降低了红外低辐射膜的厚度，不同厚度的红外低辐射膜的理论反射光谱如图 5 所示。

设计并优化的红外低辐射膜的厚度与其在 8~14 μm 的理论平均反射率如表 1 所示。

从表 1 可以看出：结构优化后，当红外低辐射膜的厚度降低到 11.35 μm 时，厚度降低了 46.7%，平均反射率降低了 1.5%；当红外低辐射膜的厚度降低到 6.98 μm 时，厚度降低了 67.2%，平均反射率降低了 8.7%；当红外低辐射膜的厚度降低到 2.41 μm 时，厚度降低了 88.7%，平均反射率降低了 17.3%；当红外低辐射膜的厚度降低到 0.63 μm 时，厚度降低了 97.0%，平均反射率降低了 32.3%。

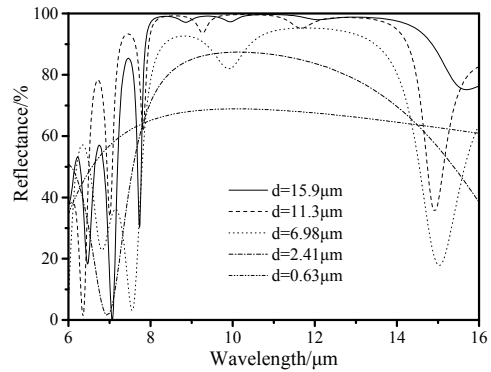


图 5 不同厚度的红外低辐射膜的理论反射光谱

Fig.5 Theoretical reflection spectrum of infrared low-emissivity film with different thickness

武器装备红外隐身的基本原则是目标与背景的红外辐射特性相融合，并不是红外发射率越低越好^[12-13]。因此，在实际的应用过程中，可根据武器装备的具体使用环境，设计并制备不同发射率的红外低辐射膜，即满足了武器装备红外隐身的需求，又可降低加工难度，提高膜层的使用性能。

2 红外低辐射膜的制备

2.1 Ge 膜和 ZnS 膜的制备及光学参数提取

首先采用真空蒸镀工艺在硅基底上制备了单层 Ge 膜和单层 ZnS 膜，采用 J. A. Woollam 公司生产的 IR-VASE Mark II 红外椭圆偏振测量仪测试了经过单层膜反射后出射光的振幅差 (Psi) 和相位 (Delta)，采用数据处理软件 CompleteEASE 建立模型，对测试结果进行了拟合，拟合结果如图 6 所示。

从图 6 可以看出，通过建立模型计算得到的曲线与测试曲线基本重合，因此拟合所用的厚度和光学参数可视为制备的单层 Ge 膜和 ZnS 膜的厚度和光学参数。将建模所用参数提取出来，经计算得到了 Ge 膜和 ZnS 膜折射率，并与 Essential Macleod 软件数据库中的 Ge 膜和 ZnS 膜的折射率进行了对比，如图 7 所示。

表 1 不同厚度的红外低辐射膜的理论红外性能

Table 1 Theoretical infrared performance of infrared low-emissivity film with different thickness

Number of layers	Total thickness / μm	8-14 μm theoretical average reflectivity	Relative value of thickness reduction	Relative value of theoretical average reflectivity reduction
16	15.9	98.7%	25.4%	0.9%
13	11.35	98.1%	46.7%	1.5%
7	6.98	90.9%	67.2%	8.7%
3	2.41	82.4%	88.7%	17.3%
1	0.63	67.4%	97.0%	32.3%

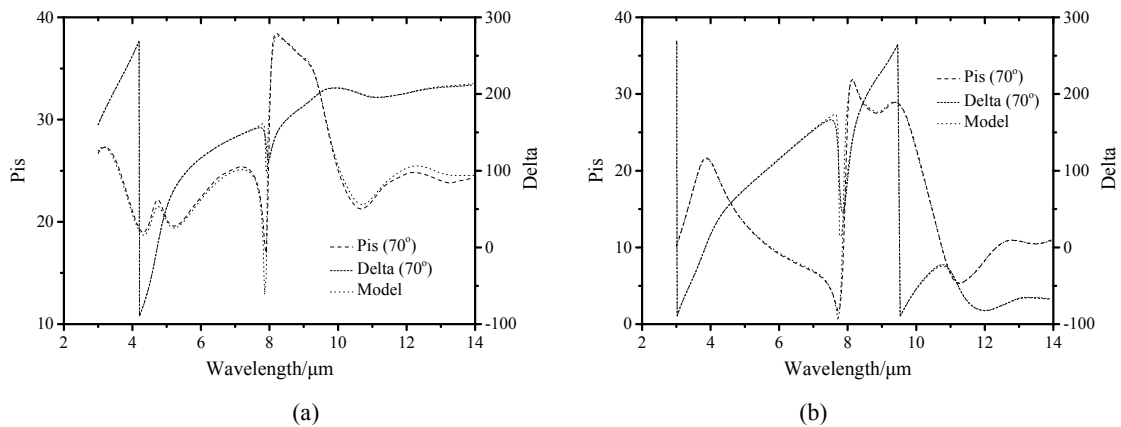


图6 锗膜 (a) 和硫化锌膜 (b) 的拟合结果与测试结果对比图
Fig.6 Comparison between fitting results and test results of Ge film (a) and ZnS film (b)

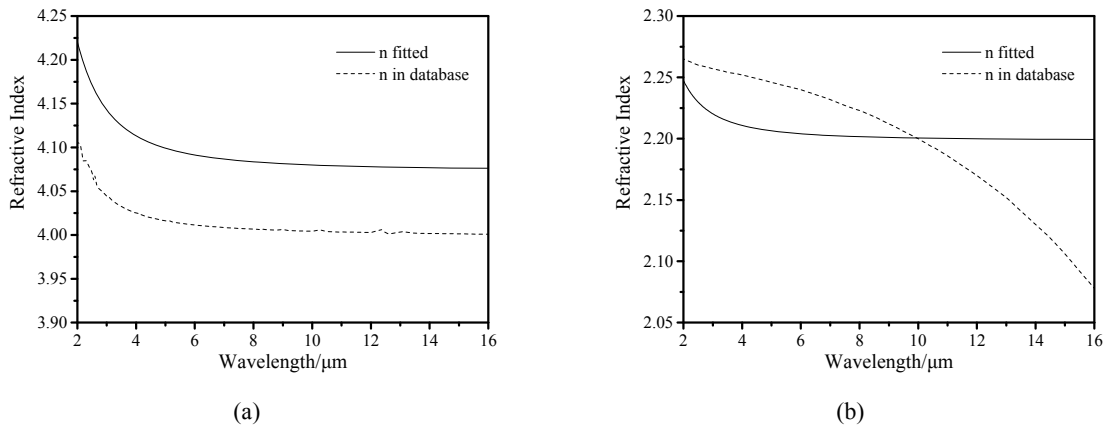


图7 Ge膜 (a) 和 ZnS膜 (b) 的折射率

Fig.7 Refractive index of Ge film (a) and ZnS film (b)

从图7可以看出,制备的单层Ge膜在3~14 μm 的折射率为4.076~4.143,单层ZnS膜在3~14 μm 的折射率为2.199~2.221;软件数据库中的Ge膜在3~14 μm 的折射率为4.001~4.048,ZnS膜在3~14 μm 的折射率为2.130~2.258。制备的Ge膜和ZnS膜与数据库中的Ge膜和ZnS膜的折射率差值分别为0.075~0.095、-0.037~0.069,折射率差异率分别为1.87%~2.35%、-1.64%~3.24%。

将测试厚度与设备输入厚度进行对比得到了Ge膜和ZnS膜停镀点和tooling值,如表2所示。从表2

可以看出,制备的Ge膜和ZnS膜的设备监控与实测厚度差为3.01%和12.99%。

从图7和表2可以看出,真空镀膜设备制备的薄膜的厚度和光学参数与设备监控厚度和理论光学参数有较大差异,如果直接按照设计结果进行镀膜,无法准确实现设计结果。

2.2 不同厚度红外低辐射膜的参数修正

将测试的单层Ge膜和ZnS膜的光学常数代入到设计结果中,对设计结构进行了修正,修正后红外低辐射膜的反射光谱如图8所示。

表2 制备的Ge膜和ZnS膜停镀点和tooling值

Table 2 Stop coating point and tooling value of prepared Ge film and ZnS film

Material	Equipment input thickness/kA	Stop coating thickness/kA	Test thickness/kA	Thickness difference/%	Tooling value
Ge	5.000	5.013	5.164	3.01	1.030
ZnS	9.000	9.027	7.854	12.99	0.870

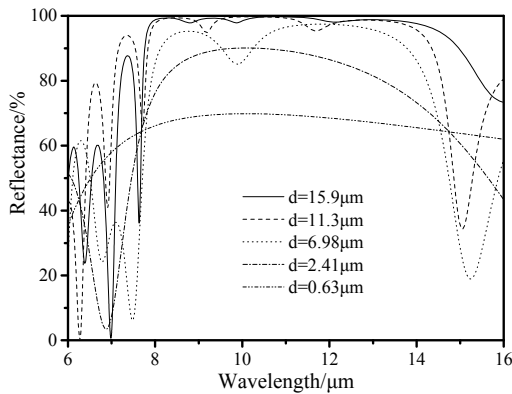


图8 修正后红外低辐射膜理论反射光谱

Fig.8 Theoretical reflection spectrum of revised infrared low-emissivity film

采用真空蒸镀工艺，按照修正的结构在 K9 玻璃基底上制备了设计厚度为 21.4 μm、6.98 μm、2.41 μm 和 0.63 μm 的红外低辐射膜样品，制备过程中 Ge 膜和 ZnS 膜的 tooling 值分别为 1.03、0.87，样品照片如图 9 所示。

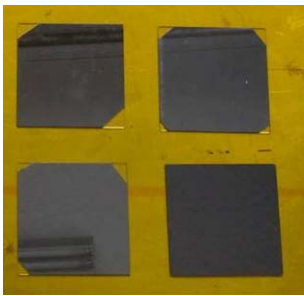


图9 红外低辐射膜样品照片

Fig.9 Photos of infrared low-emissivity film samples

3 红外低辐射膜的表征

3.1 红外反射光谱测试表征

采用 Bruker 公司的 VERTEX 70V 傅里叶红外光谱仪对 4 种不同厚度的红外低辐射膜的红外光谱进行

了测试，结果如图 10 所示。

计算了制备的红外低辐射膜在 8~14 μm 的平均反射率，并与理论平均反射率进行对比，结果如表 3 所示。从表 3 可以看出，制备的红外低辐射膜在 8~14 μm 理论与实测平均反射率差值 ≤ 2.3%。

从图 10 和表 3 可以看出，通过采用椭圆偏振测量仪对单层膜的光学参数和厚度的精确修正后，制备的红外低辐射膜可很好地实现设计结果。

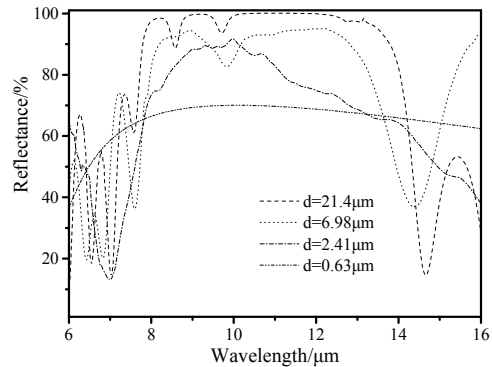


图10 制备的红外低辐射膜的反射光谱

Fig.10 Reflection spectrum of the prepared infrared low-emissivity film

3.2 红外隐身性能表征

采用美国 SOC 公司 ET10 便携式红外发射率测量仪测试了红外低辐射膜的红外发射率，设备的测试波段为 8~12 μm，计算了红外低辐射膜在 8~12 μm 波段的平均反射率，根据发射率 = 1 - 平均反射率，计算了红外低辐射膜在 8~12 μm 波段理论发射率，与测试结果进行了对比，如表 4 所示。

从表 4 可以看出，理论与实测发射率差值 ≤ 0.033，理论设计结果、反射光谱测试结果和发射率测试结果可以较好地对应。

表3 8~14 μm 理论与实测平均反射率对比表

Table 3 Comparison of 8-14 μm theoretical and measured average reflectivity

Number of layers	Total thickness/μm	Theoretical average reflectivity	Measured average reflectivity	Average reflectivity difference
24	21.4	99.6%	98.2%	-1.4%
7	6.98	90.9%	89.3%	-1.6%
3	2.41	82.4%	80.1%	-2.3%
1	0.63	67.4%	68.7%	-1.3%

表4 在8~12 μm 波段理论设计结果、反射光谱测试结果和发射率测试结果对比表

Table 4 Comparison between theoretical design results, reflection spectrum test results and emissivity test results in 8-12 μm

Number of layers	Total thickness/μm	Design average reflectivity	Test average reflectivity	Theoretical emissivity	Measured emissivity	Difference between theoretical and measured emissivity
24	21.4	99.7%	98.2%	0.018	0.045	0.027
7	6.98	90.5%	91.2%	0.088	0.097	0.009
3	2.41	84.7%	83.9%	0.161	0.174	0.013
1	0.63	68.1%	68.7%	0.313	0.346	0.033

4 结语

本文以一维光子晶体结构为基础，通过结构优化，大幅度降低了膜层总厚度；采用椭圆偏振测量仪精确测试并计算了 Ge 膜和 ZnS 膜的折射率和消光系数，将拟合结果带入设计结构，制备了厚度分别为 21.3 μm、6.98 μm、2.41 μm 和 0.63 μm 的红外低辐射膜；采用傅里叶红外光谱仪测试了 4 种红外低辐射膜在 8~14 μm 的反射光谱，采用便携式红外发射率测量仪测试了红外低辐射膜在 8~12 μm 的发射率，分别为 0.045、0.097、0.174 和 0.346，并将测试结果与设计结果进行对比。研究表明，通过结构优化，在保证红外隐身性能的前提下，可大幅度降低红外低辐射膜的厚度；采用椭圆偏振测量仪，可对单层膜的厚度和光学参数进行精确测试和拟合；经参数修正后，制备的红外低辐射膜的反射光谱和红外发射率可很好地实现理论设计结果。

参考文献：

[1] 钱昂, 何友金, 刘亮. 反舰导弹中波与长波红外成像制导优势对比研究[J]. *红外技术*, 2014, **36**(8): 671-675.
QIAN Ang, HE Youjin, LIU Liang. A comparative study of the advantage of infrared imaging guidance anti-ship missiles based on medium wave and long-wave[J]. *Infrared Technology*, 2014, **36**(8): 671-675.

[2] 赵峰民, 刘焯, 陈望达. 微波/红外成像复合制导技术发展分析[J]. *激光与红外*, 2012, **42**(1): 8-10.
ZHAO Fengmin, LIU Hao, CHEN Wangda. Analysis of the development of radar/IR compound guidance technique[J]. *Laser & Infrared*, 2012, **42**(1): 8-10.

[3] 吴涛, 白云塔. 激光/红外复合制导技术研究综述[J]. *红外*, 2008, **29**(9): 6-8.
WU Tao, BAI Yunta. Overview of research on laser/infrared compound guidance techniques[J]. *Infrared(Monthly)*, 2008, **29**(9): 6-8.

[4] 李永波, 朱洪利, 张宝芹, 等. 隐身涂料研究现状及发展趋势[J]. *材料导报*, 2015, **29**(26): 358-360.
LI Yongbo, ZHU Hongli, ZHANG Baoqin, et al. Research status and development trend of stealth coating[J]. *Materials Reports*, 2015, **29**(26): 358-360.

[5] 王子君. 基于冷屏和隐身薄膜的热源目标红外隐身研究[D]. 合肥: 中国科技大学, 2018: 2-11.

WANG Zijun. Infrared Stealth of Heat Source Target based on Cold Plate and Stealth Film[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2018: 2-11.

[6] QI Dong, WANG Xian, CHENG Yongzhi, et al. Design and characterization of one-dimensional photonic crystals based on ZnS/Ge for infrared-visible compatible stealth applications[J]. *Optical Materials*, 2016, **62**: 52-56.

[7] 杜宏艳, 戚宇帆, 吴晨雪, 等. SiO₂ 光子晶体结构色薄膜的制备与光学性能研究[J]. *材料工程*, 2019, **47**(12): 111-117.
DU Hongyan, QI Yufan, WU Chenxue, et al. Preparation and optical properties of SiO₂ photonic crystal structured color films[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2019, **47**(12):111-117.

[8] 王志迅. 一维光子晶体在红外隐身材料应用方面的设计与实现[D]. 武汉: 华中科技大学, 2015: 38-47.
WANG Zhixun. Design and Implementation of One-Dimensional Photonic Crystal in Infrared Stealth Materials[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2015: 38-47.

[9] 卢仪, 卜小海, 李栋先, 等. 基于光子晶体的红外隐身材料研究进展[J]. *激光与光电子学进展*, 2019, **56**(8): 080003-1-9.
LU Yi, BU Xiaohai, LI Dongxian, et al. Research progress of infrared stealth materials based on photonic crystals[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2019, **56**(8):080003-1-9.

[10] 李康文, 李享成, 陈平安, 等. 基于异质结构的一维光子晶体红外 3~5 μm 高反射镜设计[J]. *光学学报*, 2018, **38**(9): 092201-1-6.
LI Kangwen, LI Xiangcheng, CHEN Pingan, et al. Design of one-dimensional photonic crystal high mirror based on heterostructure at 3~5 μm[J]. *Acta Optica Sinica*, 2018, **38**(9): 092201-1-6.

[11] 林伟丽, 邱桂花, 于名讯, 等. 一维光子晶体兼容隐身材料研究进展[J]. *兵器材料科学与工程*, 2017, **40**(6): 114-118.
LIN Weili, QIU Guihua, YU Mingxun, et al. Research progress of one-dimensional photonic crystal compatible stealth materials[J]. *Ordnance Material Science and Engineering*, 2017, **40**(6):114-118.

[12] 付伟. 红外隐身原理及应用技术[J]. *红外与激光工程*, 2002, **31**(1): 88-92.
FU Wei. Principle and application technology of IR stealth[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2002, **31**(1):88-92.

[13] 谢民勇, 沈卫东, 宋斯洪, 等. 基于目标与背景红外辐射对比度的红外隐身效能研究[J]. *红外技术*, 2011, **33**(2): 113-115.
XIE Minyong, SHEN Weidong, SONG Sihong, et al. Effectiveness evaluation of infrared stealth based on the constant of target and background infrared radiation[J]. *Infrared Technology*, 2011, **33**(2):113-115.