

红外双波段激光滤光膜的研制

官大为¹, 付秀华¹, 耿似玉², 杨道奇¹

(1. 长春理工大学 光电工程学院, 吉林 长春 130022;

2. 新美亚科技(深圳)有限公司, 广东 深圳 518038)

摘要: 为了满足红外军用仪器的特殊要求, 根据薄膜理论进行了红外双波段滤光膜的膜系设计; 采用电子束真空镀膜的方法, 通过对工艺参数的调整, 在多光谱 ZnS 基底上镀制了 1 064 nm 高反、3 ~ 5 μm 高透的红外双波段滤光膜。利用低能离子轰击, 使膜层与基底间的应力明显减小; 使用 BGS 6341 薄膜应力测试仪, 采用渐变梯度法, 测得其压应力由 122 MPa 降到 51 MPa。另外, 通过低能离子轰击和真空退火处理, 提高了膜层的抗损伤阈值。结果显示所镀膜层满足红外军用仪器的使用要求。

关键词: 光学薄膜; 激光滤光膜; 离子轰击; 真空退火

中图分类号: O484.1 **文献标识码:** A

Design and manufacture of infrared double waveband laser filter films

GONG Da-wei¹, FU Xiu-hua¹, GENG Si-yu², YANG Dao-qi¹

(1. *Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China;*

2. *Sanmina-SCI Optical Technology(Shenzhen) Co., Ltd., Shenzhen 518038, China*)

Abstract: In order to meet the special requirements of infrared military equipment, an infrared double waveband filter film system was designed according to the theory of thin film and an infrared dual-band filter membrane with a high reflection at 1 064 nm and a high antireflection in 3 ~ 5 μm was produced on a multi-spectral ZnS substrate by adjusting process parameters and using electron beam vacuum deposition. With ion bombardment of low energy and vacuum annealing, the anti-damage threshold of thin film was improved. Furthermore, the stress between the film layer and the substrate was reduced to 51 MPa from 122 MPa measured by the BGS 6341 stress tester with gradient method. This film meets the requirements of infrared military equipment.

Key words: optical thin film; laser filter membrane; ion bombardment; vacuum annealing

1 引言

现代军事空间技术的迅速发展,使得红外光学仪器的应用越来越广泛,如红外成像传感器、红外激光器等。 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 波段是重要的大气窗口,也是红外探测器的主要工作区域,该波段激光对战场、烟尘等恶劣环境穿透能力较强,因而红外光学薄膜对控制红外探测器的性能非常重要。红外光学薄膜的透过率和抗激光损伤阈值是系统设计的重要指标,因此,改进薄膜制备工艺,提高 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 波段透过率和抗激光损伤阈值是目前亟待解决的关键问题。本文从膜系设计,镀膜材料的选取,沉积工艺和薄膜检测等方面对军用光学仪器所需的红外双波段滤光膜进行了深入研究^[1]。

2 膜系设计

2.1 材料选取

ZnS 晶体未镀膜时,单面反射率约为 15%,透明区为 $0.38 \sim 14 \mu\text{m}$,具有良好的机械、光学性能且吸收小,目前,已广泛应用于红外与激光系统中。本文根据光谱参数要求,选择多光谱 ZnS 作为基底材料。

选择薄膜材料时,要求其在两个波段内透明、具有较小的吸收和散射特性以及较高的机械牢固度等。常用的高折射率材料有 Si, Ge 和 ZnS。Si 在 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 波段范围内具有透光性能好,吸收小,粘附性好,折射率高等优点,所以最终选择 Si 作为高折射率薄膜材料^[2~4]。

由于低折射率材料 YbF_3 具有化学性质稳定、光学性能好、抗激光损伤阈值高等优点,同时 Si 和 YbF_3 有良好的匹配,所以选择 YbF_3 作为低折射率薄膜材料。

2.2 膜系设计

在设计膜系时,需要对基片的两个面镀制薄膜。膜层材料如表 1 所示。

表 1 双侧膜层材料

Tab. 1 Bilateral film materials

镀膜材料		
第一面	Si	YbF_3
第二面	ZnS	YbF_3

综合考虑薄膜设备条件、工艺参数以及膜层厚度监控等因素的影响,忽略背面的影响^[5]。初始膜系为:Sub|(0.5HL0.5H)⁷|Air。其中 H 代表高折射率材料 Si, L 代表低折射率材料 YbF_3 , Sub 表示基底, Air 表示空气。采用 TFC 和 Michael-Yu 膜系设计软件对膜层厚度和透过率等因

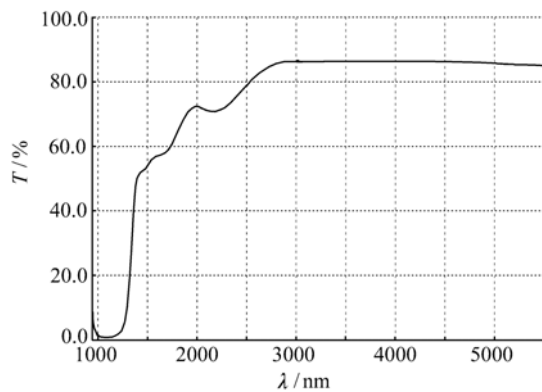


图 1 950 ~ 5 500 nm 理论光谱透过率曲线

Fig. 1 Theoretical design curve for transmittance in 950 ~ 5 500 nm

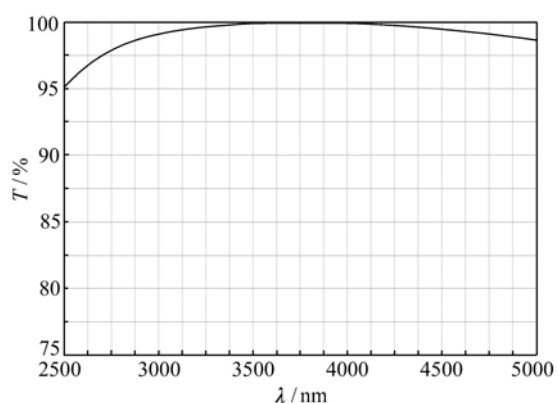


图 2 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 理论光谱透射率曲线

Fig. 2 Theoretical design curve for transmittance in $3 \sim 5 \mu\text{m}$

素进行优化,优化后的膜系在 950 ~ 5 500 nm 的理论光谱透过率曲线如图 1 所示。

对于背面增透膜系的设计,应用双有效界面法并结合膜系设计软件,采用 ZnS 和 YbF₃ 作为镀膜材料,设计膜系为 Sub|LAL|Air,其中 A,L 分别代表 ZnS,YbF₃,其 3 ~ 5 μm 的理论光谱透射率曲线如图 2 所示。

3 薄膜制备

采用国产南光 TXX-II 型镀膜机制备薄膜,该设备采用电子束真空镀膜方法,配备考夫曼离子源进行离子辅助沉积,使用 IC/5 型石英晶控仪控制膜层的物理厚度和材料的沉积速率。

放置 Si 材料的石墨坩埚经常炸裂,经过多次实验发现,Si 的特性受温度的影响很大,石墨坩埚会在一定高温下绝热,冷却时由于 Si 受热不均匀而膨胀,撑裂坩埚。因此在每层 Si 镀制完毕后,采用手动预熔的方式逐渐降低束流,防止由于冷却不均匀造成材料表面突起或撑裂坩埚。

实验分析认为,YbF₃ 经常喷溅是由于 YbF₃ 材料特性决定的。因此,在镀制过程中要用较低的束流进行充分预熔,加大电子枪的扫描范围使光斑变大,且均匀扫描整个坩埚,以免束流过大或者材料局部温度过高造成材料喷溅。

对于增透膜,设计的膜系结构第一层是 YbF₃,为了提高膜与基底的黏附性,采用了预镀层技术,先在基底 ZnS 上沉积 30 ~ 40 nm 厚的 ZnS,再依次按照设计的膜系进行镀制。在镀制过程中采用考夫曼离子源辅助沉积,合理控制 ZnS 和 YbF₃ 的离子能量,提高沉积薄膜的聚集密度,增加膜层的附着力,改善膜层的光学和机械性能。由于 ZnS 的蒸发速率很快,所以在镀制过程中需注意控制关闭挡板的时间,从而减少膜厚控制误差。

通过实验发现,离子源能量对膜层压力和激光损伤阈值均有影响。在镀膜前用考夫曼离子源轰击基片表面,其作用是清洁基片使基片表面活化,改善膜基过渡层的结构和性质,提高沉积薄膜的聚集密度。离子源的具体参数如表 2 所示。

表 2 考夫曼离子源的具体参数

Tab. 2 Concrete parameters of Kaufmann ion source

	加速度	中和	平板	阴极	阳极
电压	220 V	0 V	230 V	45 V	14 V
速流	30 mA	13 A	0 A	0.8 A	13 A

4 测试与分析

4.1 光谱测试与分析

采用日本岛津 UV-3150 型分光光度计测试膜层的近红外区光谱特性,光谱曲线如图 3 所示。

由图 3 可以看出,曲线在 1 064 nm 处透过率为 1.85%,而在 970 nm 处透过率为 1.14%。利用膜系设计软件模拟,由于 Si 膜的整体厚度偏少,镀膜过程中膜厚控制误差积累造成曲线向短波漂移。通过修改 Si 膜的监控厚度,采用光控和晶控同时监控,制备的实验样件光谱曲线如图 4 所示。

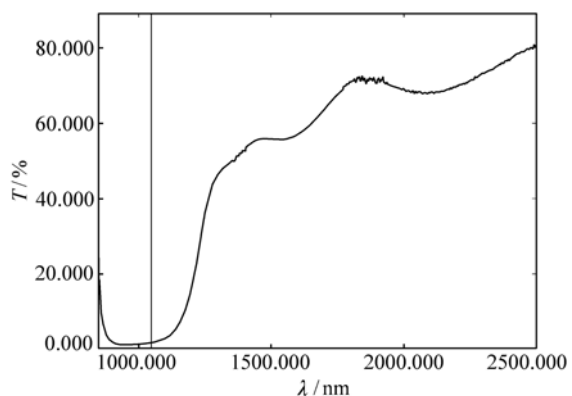


图 3 ZnS 基底双面镀膜实测透射率曲线

Fig. 3 Measured transmittance curve of both surfaces coated on ZnS substrate

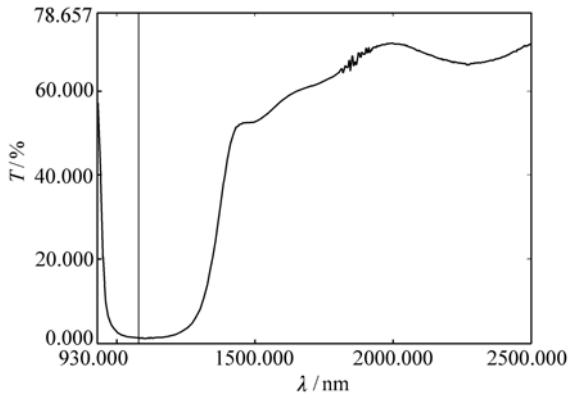
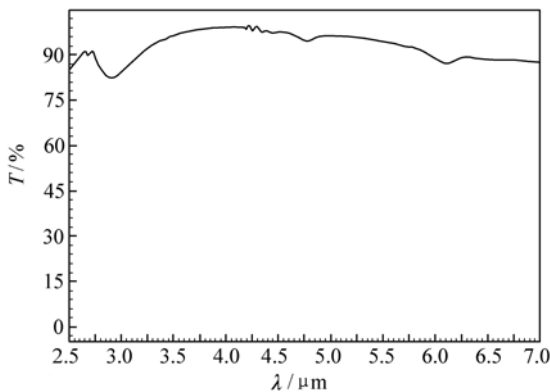


图4 ZnS 基底双面镀膜实测修正透射率曲线

Fig.4 Measured transmittance corrected curve of both surfaces coated on ZnS substrate

采用 FTIR-8400S 型傅里叶红外光谱仪对膜层的中红外区光谱特性进行测试, 2.5 ~ 7.0 μm 内的光谱透射曲线如图 5 所示。

图5 2.5 ~ 7.0 μm 波段实测透射率曲线Fig.5 Measured transmittance curve of both surfaces coated on ZnS substrate in 2.5 ~ 7.0 μm

由图 5 可以看出, 曲线在 2.75 ~ 3.25 μm 存在一个吸收峰, 该吸收峰是由于 YbF_3 材料在该波段存在较小的吸收导致的。中红外波段 3 ~ 5 μm 的平均透射率为 93.2%, 满足设计要求。

4.2 应力测试与分析

镀膜时通过采用离子辅助沉积, 可改变 Si 的致密性, 从而改变其热膨胀系数, 尤其是与基底相接触界面处 Si 的晶格结构, 最终达到减小应力的效果。采用 BGS 6341 型薄膜应力测试仪研究离

子轰击前后 Si 膜应力随时间的变化规律, 如图 6 所示, 其中 1 为正常情况应力随时间的变化曲线; 2 为低能离子轰击后应力随时间的变化曲线。

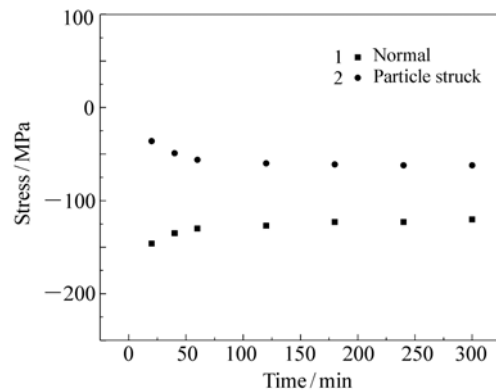


图6 离子轰击前后 Si 膜应力对比图

Fig.6 Comparison of stress states of Si film before and after ion bombardments

采用普通方法制备的薄膜, 压应力随时间的增长而减小, 最后趋于一常数, 这是由于界面处的原子活性随时间而发生变化。初始时, 界面处积累了镀膜过程中的部分能量, 处于亚稳态, 当环境发生变化, 即由真空状态到自然状态时, 初始阶段会存在较大的能量释放, 从而改变界面处原子的分布状态, 使膜层原子间距趋向于基底的晶格大小, 使得压应力迅速减小。但是随着能量的释放, 界面处再一次形成一种新的结构, 即随着时间的增长, 压应力逐渐趋于定值。

采用渐变梯度法, 利用低能离子轰击制备的薄膜, 压应力随时间的增长而增大, 最终趋于常数, 这是由于初始时, 界面两侧原子间距匹配较好, 当离开真空环境, 在垂直方向上, 原子间距的改变会使界面处膜层原子间距偏离平衡位置, 从而增大应力。界面分布状态发生变化, 应力随时间最终趋于定值。综上所述, 采用渐变梯度法, 利用低能离子轰击, 压应力由 122 MPa 降到 51 MPa, 减小了膜层与基底间的应力。

4.3 激光损伤阈值的测试与分析

图 7 为采用低能离子轰击基底前后薄膜激光损伤阈值的变化; 图 8 为真空退火前后薄膜激光损伤阈值的变化。

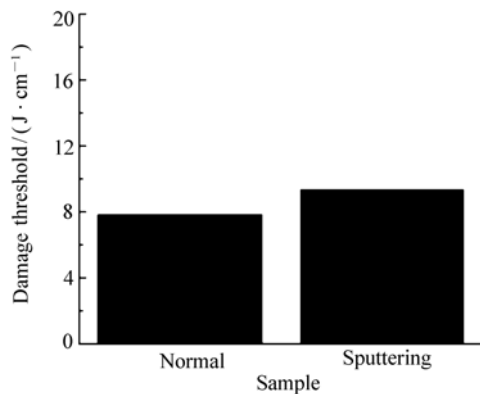


图7 低能离子轰击基底前后激光损伤阈值示意图
Fig.7 Laser damage thresholds of substrate before and after low energy ion bombardments

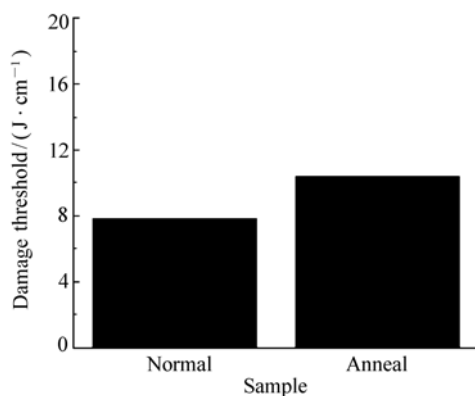


图8 真空退火处理前后激光损伤阈值示意图
Fig.8 Laser damage thresholds of substrate before and after vacuum annealings

由图7可以看出,在整个膜系制备之前,通过对基底进行10 min的离子轰击,可使膜层的激光损伤阈值从 7.8 J/cm^2 提高到 9.36 J/cm^2 。这是由于基底经过离子轰击后,一方面可以去除基底表面的灰尘、污物,增加基底表面的洁净度和膜基结合力,减少散射损耗和吸收,降低膜内热量的生成;另一方面可去除表层原子,减少表面缺陷,从而提高损伤阈值。

从图8可以看出,将镀膜后的样品直接在镀膜室中进行真空退火处理,在温度为 $150 \text{ }^\circ\text{C}$,真空度为 $1.0 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 的条件下,保温2.5 h,样品的激光损伤阈值从 7.8 J/cm^2 提高到 10.7 J/cm^2 ,提高了37.1%。这是由于经过退火后膜层各个界面的扩散效果较好,平整度得到提高,因此可以提高膜层的激光损伤阈值。

5 结 论

本文设计并镀制了 1064 nm 高反、 $3 \sim 5 \text{ }\mu\text{m}$ 高透的红外双波段滤光膜,选择Si和 YbF_3 为高低折射率材料,并对样品前、中、后期分别进行了相关的处理,最后对制备的样品进行测试。通过离子辅助沉积,减小了膜层与基底间应力分布;采用低能轰击与退火,提高了激光抗损伤阈值。虽然制备的滤光膜满足使用要求,但是还达不到理论设计的要求,所以提高中远红外波长 $3 \sim 5 \text{ }\mu\text{m}$ 处的平均透射率,解决 $2.75 \sim 3.25 \text{ }\mu\text{m}$ 处的吸收峰,是今后研究和改进的方向。

参考文献:

- [1] 李隆,董武威,史彭,等. 激光二极管阵列侧泵浦Nd:YAG板条的热效应[J]. 光学精密工程,2008,16(11):2120-2126.
LI L,DONE W W,SHI P,*et al.*. Thermal effect of diode bar side-pumped Nd:YAG slab[J]. *Opt. Precision Eng.*,2008,16(11):2120-2126. (in Chinese)
- [2] MACLEOD H A. *Thin-film Optical Filters*[M]. 3rd ed. Philadelphia:Institute of Physics Publishing,2001.
- [3] 刘汉英,刘春明,肖志斌,等. 空间太阳能电池用光学薄膜[J]. 光学仪器,2006,28(4):164-167.
LIU H Y,LIU CH M,XIAO ZH B,*et al.*. Optical thin films for space solar cells[J]. *Opt. Instruments*,2006,28(4):164-167. (in Chinese)
- [4] 付秀华,董连和,付新华,等. 红外增透与保护膜技术的研究[J]. 激光与红外,2006,36(12):1162-1164.
FU X H,DONG L H,FU X H,*et al.*. Study of infrared AR and protecting coating technology[J]. *Laser Infrared*,2006,36(12):1162-1164. (in Chinese)
- [5] 付秀华,姜会林,付新华,等. 多波段红外增透与保护膜技术的研究[J]. 兵工学报,2007,28(10):1183-1185.
FU X H,JIANG H L,FU X H,*et al.*. Study of multi-waveband infrared antireflection and protection film[J]. *Acta Arma-*

- mentarii, 2007, 28(10):1183-1185. (in Chinese)
- [6] KENNEDY M, RISTAU D, NIEDERWALD H S. Ion beam-assisted deposition of MgF_2 and YbF_3 films[J]. *Thin Solid Films*, 1998, 333:191-195.
- [7] ZHANG CH, WANG Y T, LU W Q. Single-wavelength monitoring method for optical thin-film coating[J]. *Opt. Eng.*, 2004, 43(6):1439-1444.
- [8] MACLEOD H A. Optical thin film coating design[J]. *SPIE*, 1996, 2776:1-8.
- [9] SHEEHAN L M, KOZLOWSKI M R, RAINER F, et al. Large-area conditioning of optics for high-power laser systems [J]. *SPIE*, 1994, 2114:559-568.
- [10] 潘奕捷, 林家明, 商庆坤, 等. 光学低通滤波器的频率特性和光谱特性[J]. 光学技术, 2005, 31(4):513-515.
PAN Y J, LIN J M, SHANG Q K, et al. Frequency and spectrum characteristic of the optical low pass filter[J]. *Opt. Technol.*, 2005, 31(4):513-515. (in Chinese)

作者简介: 宫大为(1985—), 男, 吉林四平人, 硕士研究生, 主要从事光学薄膜技术方面的研究。

E-mail: gongkenannan@sina.com

付秀华(1963—), 女, 山东滨州人, 教授, 主要从事光学薄膜技术及半导体激光器制造工艺方面的研究。

E-mail: goptics@126.com

《中国光学》征稿启事

《中国光学》为双月刊, A4开本; 刊号: ISSN 2095-1531/CN 22-1400/04; 国内外公开发行人, 邮发代号: 国内 12-140, 国外 BM6782。

- ★ 中国科技核心期刊
- ★ 中国光学学会光电技术专业委员会会刊
- ★ 中国学术期刊(光盘版)源期刊

报道内容: 基础光学、发光理论与发光技术、光谱学与光谱技术、激光与激光技术、集成光学与器件、纤维光学与器件、光通信、薄膜光学与技术、光电子技术与器件、信息光学、新型光学材料、光学工艺、现代光学仪器与光学测试、光学在其他领域的应用等。

发稿类型: 学术价值显著、实验数据完整的原创性论文; 研究前景广阔, 具有实用、推广价值的技术报告; 有创新意识, 能够反映当前先进水平的阶段性研究简报; 对当前学科领域的研究热点和前沿问题的专题报告; 以及综合评述国内外光学技术研究现状、发展动态和未来发展趋势的综述性论文。

本刊已和国际知名组织达成合作办刊意向, 因此, 2012年本刊只发表英文撰写的学术论文, 欢迎投稿、荐稿。

主管单位: 中国科学院

主办单位: 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

编辑出版: 《中国光学》编辑部

投稿网址: <http://chineseoptics.net.cn>

邮件地址: chineseoptics@ciomp.ac.cn; zggxcn@126.com

联系电话: 0431-86176852; 0431-84627061

传 真: 0431-84627061

编辑部地址: 长春市东南湖大路 3888 号(130033)