

文章编号: 1001-5078 (2006)增刊 -0814-03

## 硒化锌基底 7.8 ~ 10.6 μm 波段增透膜

林炳, 孙剑, 张阔, 王春, 武淑明, 朱震  
(华北光电技术研究所, 北京 100015)

**摘要:**文中介绍了研制的 7.8 ~ 10.6 μm 的长波红外增透膜, 平均透射率大于 98%。通过材料选择, 合理的膜系设计, 离子辅助技术和温度筛选等多种改进工艺, 研制出可靠性和光谱特性皆优的 ZnSe 长波红外增透膜, 达到了 GJB2485-95 光学薄膜通用规范要求。

**关键词:**光学薄膜; 红外增透膜; 硒化锌 (ZnSe); 膜层物理性能

**中图分类号:** O 484 **文献标识码:** A

## Deposition of 7.8 ~ 10.6 μm Antireflection Coating on ZnSe Substrate

L N B ing, SUN Jian, ZHANG Kuo, WANG Chun, WU Shu ming, ZHU Zheng  
(North China Research Institute of Electro-optics, Beijing 100015, China)

**Abstract:** In the paper, AR coating is introduced and T is above 98% at 7.8 ~ 10.6 μm wavelength. In order to resolve physical durability, several advantage techniques are being improved, such as choosing of materials, reasonable film design, ion aid deposition parameter adjustment and feasible temperature. Finally, AR coating on ZnSe Substrate with super machines stability and high transmittance efficiency is advanced, which can pass environment test of GJB2485 - 95.

**Key words:** optical coating; infrared AR coating; ZnSe; coating physical performance

### 1 引言

红外增透膜在红外光学系统中起着重要作用, 尤其是对中长波红外透镜的增透, 对于提高整个系统的性能至关重要。而且随着现代光学系统的发展, 越来越多地要求工作于宽波段的红外区, 这就使得具有高透射率、宽光谱覆盖范围、可靠性好, 能够工作于恶劣的陆地及空间环境的高性能红外增透膜的研制成为必要。除此之外, 镀制过程的连续可行并且易于重复也成为研究的一个方面。

对于长波红外高折射率 (例如: 锗和硅) 基底的增透膜的研究自 20 世纪 70 年代就已经开始<sup>[1]</sup>, 但是对于低折射率材料 (例如: 硫化锌和硒化锌) 作为基底长波红外的宽带增透膜的研究, 只在近年来才有少量的报道<sup>[2-3]</sup>。

现代光学系统, 尤其是用于特殊环境的光学系统, 除了要求薄膜有较高的光学性能, 还必须能对抗各种恶劣的工作环境。

文中研制的以硒化锌 (ZnSe) 为基底的增透膜工作波段 7.8 ~ 10.6 μm, 平均透射率大于 98%。研制工作的重点在于解决膜层牢固度问题, 以求膜层能够通过环境模拟实验, 即可靠性实验。

### 2 ZnSe 材料的特性

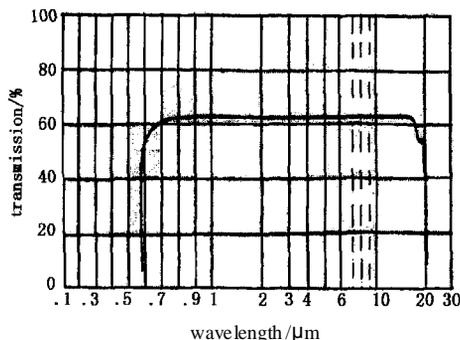


图 1 ZnSe 基底材料的透光区示意图

**作者简介:**林炳 (1978 - ), 男, 博士, 工程师, 研究方向为激光与红外光学薄膜及材料。Email: wayzenlin@hotmail.com  
**收稿日期:** 2006-06-19

选用 ZnSe为基底材料,是因为该材料透光区很宽,可以从 0.6μm透到 20μm,它是一种较为理想的长波红外的光学材料,如图 1所示,它在 10.6μm处的折射率约为 2.40。

表 1为 ZnSe材料的一些物理性质<sup>[4]</sup>,从中可以看到这种材料有很好的机械特性和理论上良好的光学性能。

表 1 ZnSe材料的一些物理性质

密度	熔点	热膨胀系数	硬度 Hk(50g)	溶解性
5.27 gm/cc	1525	7.8 ×10 <sup>-6</sup> /K	120kg/mm <sup>2</sup>	不溶于水

### 3 镀膜材料选择与膜系设计

在长波红外 7.8~10.6μm波段内,通常用于增透膜的膜料主要有:高折射率材料硒化锌(ZnSe),硫化锌(ZnS),锗(Ge),硅(Si),低折射率材料氟化铈(SrF<sub>2</sub>),氟化钡(BaF<sub>2</sub>),氟化钙(CaF<sub>2</sub>),但是这几种膜料松软,膜层强度差,而且还容易吸潮<sup>[5]</sup>。国外报道过有利用良好光学与机械特性的氟化钍(ThF<sub>4</sub>)作为低折射率材料,但是 ThF<sub>4</sub>具有放射性和一定的毒性<sup>[6]</sup>,许多国家已禁止使用。因此,人们寻求新的替代 ThF<sub>4</sub>材料,氟化钇(YF<sub>3</sub>)和氟化镱(YbF<sub>3</sub>)这两种材料折射率与 ThF<sub>4</sub>较为接近,而且机械强度与稳定性都不错,不过 YF<sub>3</sub>比 YbF<sub>3</sub>具有更低的折射率。

依据长波红外增透膜的设计经验,一般低折射率材料的厚度要大于 1μm,经过材料实验,结果表明:YF<sub>3</sub>材料在同等厚度的情况下,具有比 YbF<sub>3</sub>更大的内应力,使得膜层更容易龟裂脱膜,就解决膜层牢固度而言,YbF<sub>3</sub>比 YF<sub>3</sub>更具有优势。

由光学薄膜设计理论,对于多层膜其膜系特征矩阵<sup>[7]</sup>为:

$$\begin{vmatrix} B \\ C \end{vmatrix} = \prod_{j=1}^m \begin{vmatrix} \cos \delta_j & -i \sin \delta_j \\ i \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{vmatrix} \begin{vmatrix} n_0 \\ n_{m+1} \end{vmatrix} \quad (1)$$

其中,

$$\delta_j = \frac{2}{\lambda} N_j d_j \cos \theta_j \quad (2)$$

利用光学薄膜设计软件,材料的光学常数是从实验中获得的。初始设计膜系为 6层:S|M H M H M L M|A,其中 S为基底;H高折射率材料 Ge;M为 ZnS;L为 YbF<sub>3</sub>;A为入射介质,即空气。在 8~12μm波段,Ge: n<sub>H</sub> = 4.0, ZnSe: n<sub>S</sub> = 2.40, ZnS: n<sub>M</sub> = 2.20, YbF<sub>3</sub>: n<sub>L</sub> = 1.47。

以各层膜的厚度作为变量进行全局优化设计,

获得如下的膜系结构:

$$S|k_1M k_2H k_3M k_4H k_5M k_6L k_7M|A \quad (3)$$

其中,k1...k7表示材料厚度,获得 ZnSe基底单面反射率设计曲线如图 2所示。

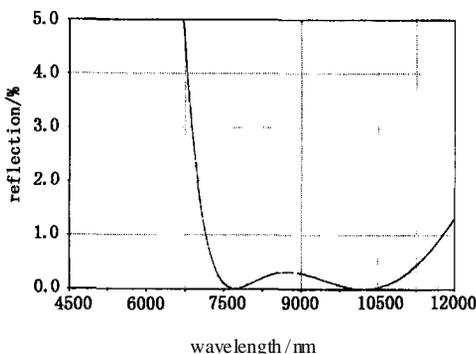


图 2 全局优化(无限制)的理论光谱曲线

采用七层增透膜得到了非常好的平坦宽带增透效果(如图 2所示),在 7.8~10.6μm波段平均剩余反射率 <0.3%。这一设计目的是保证不影响增透效果的前提下,避免某一层膜因为应力的过于集中而使膜层可靠性降低。锗材料在 7.8~10.6μm波段吸收可以忽略,透光性能好,而用 Ge做高折射率材料,在设计中可以提高这一波段的透过率。

### 4 增透膜的制备

增透膜的制备设备为 Eddy 800型全自动镀膜机。配置一个考夫曼离子源,采用电子束蒸发镀膜,利用 MaxTek晶振仪控制膜层的厚度。

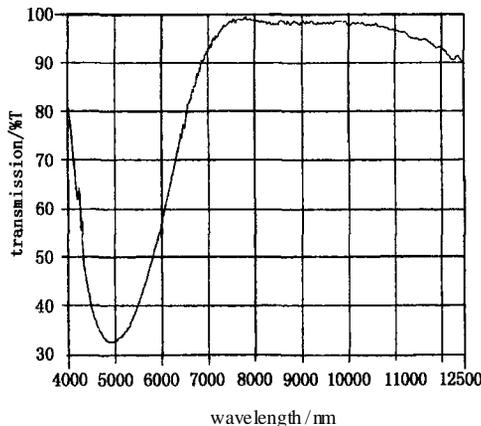


图 3 实际制备的 7.8~10.6μm增透膜的透射曲线

基片在镀制之前经过了严格的清洁,镀膜前调高离子束能量对基片进行离子清洗大于 10min,镀膜时仍然辅以离子轰击,使得凝聚粒子的能量和稳定性增加,从而提高沉积薄膜的致密度,改善其光学性能。这里强调,需要一个合适的离子轰击能量,实验结果表明,如果能量太大将使膜层的应力变得很大,从而令膜层在潮热环境中起皮、脱膜;而能量过低则令膜层松软,很容易用透明胶带拉掉。因此必

须要选择一个合适的离子轰击能量。同时,考虑到 ZnS 的沉积温度不能过高,经过几轮试验,最终将烘烤的温度设在 150。

经历多次的实验,镀制出良好性能 ZnSe 基底的双面增透膜。实际测试曲线如图 3 所示,在 7.8 ~ 10.6  $\mu\text{m}$  的工作波段获得平均透过率大于 98%,光谱测试在 PE 公司的 FTR - 1000 型红外光谱仪上完成的。

## 5 结论

按照 GJB2485 - 95 光学膜层通用规范的内容,对红外增透膜的性能的检验内容如下:

(1) 膜层质量:光学镜片无崩边与破裂,膜层不得有起皮脱膜、裂纹和气泡等疵病;

(2) 耐溶性:光学镜片在酒精或丙酮溶液中浸泡 10 min,取出擦拭后应符合 (1);

(3) 湿热实验:在无包装的情况下,将光学镜片放置于温度  $50 \pm 2$ ,相对湿度 95% ~ 100% 的环境中保持 24h,应符合 (1);

(4) 高低温实验:

a) 把试验样品放入低温箱,由室温降到  $-55 \pm 2$ ,温度变化速率不大于 2 /min,保持 2h,在恢复到室温后即擦干,进行目视检查,应符合 (1);

b) 把试验样品放入高温箱,由室温升到  $70 \pm 2$ ,温度变化速率不大于 2 /min,保持 2h,在恢复到室温后即擦干,进行目视检查,应符合 (1)。

(5) 附着力实验:将宽 2cm 的透明胶紧贴在镀膜表面上,然后沿膜面垂直方向迅速拉起,膜层表面应符合 (1)。

依照上述的环境实验内容,对我所研制的 ZnSe 增透膜按 (1) ~ (5) 的次序进行了检测,结果表明能够通过各项考验,并保持良好的光谱性能。

以上实验结果表明,我所研制的 ZnSe 基体 7.8 ~ 10.6  $\mu\text{m}$  增透膜光谱性能优越,具有高可靠性,能够满足恶劣环境下的光学系统使用要求。

## 参考文献:

- [1] 李恒义,李琼瑞. 红外高折射率基底材料 3 ~ 5  $\mu\text{m}$  宽带增透膜 [J]. 激光与红外, 1979, 4: 66 - 68
- [2] 苏现军,何家元. 硫化锌基底上减反膜的镀制 [J]. 光学仪器, 2001. 23(5 - 6): 68 - 69.
- [3] 潘永强,朱昌,等. 硒化锌基底 8 ~ 12  $\mu\text{m}$  高效高稳定性减反射膜的研究 [J]. 红外, 2004. 10: 1 - 3.
- [4] Commercially published data: Chemical Vapour Deposition (CVD) Inc, 185 New Boston Street, MA01801, USA.
- [5] 张幼文. 红外光学工程 [M]. 上海:上海科学出版社, 1981, 108 - 113.
- [6] Sulzbach F C. Infrared antireflection coatings without thorium fluoride annual technical [A]. Conference Society of Vacuum Coaters [C], 1993, 102 - 108.
- [7] 唐晋发,郑权. 应用薄膜光学 [M]. 上海:上海科学出版社, 1980, 49 - 51.

## 中国光协召开“全国光电技术应用交流会”

2006年 8月 22日至 28日,中国光学光电子行业协会在新疆乌鲁木齐市召开了“全国光电技术应用交流会”,同时举办的还有中国光协光学元件和仪器分会、红外分会和电子工业激光与红外专业情报网的工作会议,还进行了将于今年 12月召开的“全国光学 激光 红外技术交流会”的第一次审稿会。参加本次会议的有来自全国各地的光学光电子行业的 36位专家代表。会上交流了光电技术发展和应用情况,主要有:昆明光电子产业基地发展情况介绍;蓝宝石晶体研究生产介绍;红外测温仪恶劣环境现场使用情况以及一些单位的新产品开发应用情况介绍,交流了光电市场和寻求合作单位等具体信息。会议邀请了中国科学院新疆生态与地理研究所马鸣研究员作关于“用红外自动照相机观察夜间雪豹活动”的报告,会上展示该研究获得的雪豹夜间活动的珍贵照片 30多张,这些照片极具研究价值,受到国际科学界关注。马鸣研究员向大家介绍说他们从国外进口的红外相机是贴外国商标的国内制造的产品,他呼吁国内业界尽快生产出更适合需要的自主品牌的国产相机,大家听后颇有感慨。会后组织了北疆游。

(本刊通讯员)