

文章编号:1001-5078(2008)05-0482-03

·光学薄膜技术·

## 650nm 反射 10.6μm 透射的薄膜干涉滤光片

邢 政,付秀华,傅晶晶,庞 薇  
(长春理工大学,吉林 长春 130022)

**摘要:**针对波长为 650nm 和 10.6μm 的激光器,选用了 ZnS 和 YbF<sub>3</sub> 作为膜料,采用离子辅助沉积技术,在多光谱 ZnS 基底上制备了 650nm 反射 10.6μm 透射的薄膜干涉滤光片。通过对膜系设计和优化工艺参数的研究,解决了膜层牢固性,改善了薄膜的激光损伤阈值,并给出了综合测试结果和实测光谱曲线。

**关键词:**光学薄膜;硫化锌;离子辅助;激光损伤阈值

**中图分类号:**TN305.8      **文献标识码:**A

## Interference Filter of Reflectance in 650nm and Transmittance in 10.6μm

XING Zheng, FU Xiu-hua, FU Jing-jing, PANG Wei  
(Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China)

**Abstract:** On the substrates of multi-spectrum zinc sulfide prepared the coatings of reflectance in 650nm and transmittance in 10.6μm. The coatings were designed and optimized to split the laser of the working wavelength at 650nm and 10.6μm. ZnS and YbF<sub>3</sub> were used as the materials and produced by means of ion assisted deposition. The methods of improving the adhesion of layers and the laser-induced damage threshold were studied by a series of experiments. Finally we showed the measurement curves and test results.

**Key words:** optical thin film; ZnS; ion assisted deposition; laser-induced damage threshold

### 1 引言

近年来,随着激光技术的飞速发展,空间激光通信受到越来越多的关注。因此对光学系统的光学元件提出了更高的要求,光学薄膜技术则是系统中不可缺少的重要组成部分。

为了获得高品质的光学元件,简化系统的装调,对于光学薄膜要求能覆盖从可见、近红外一直到远红外的光谱区。而硫化锌晶体是用于此区域的重要材料,其透明区为 0.38 ~ 14μm,具有良好的机械性能和光学性能。经过热等静压处理的多光谱硫化锌<sup>[1-2]</sup>,其透过率可在 72% 以上且吸收小,如图 1 所示。

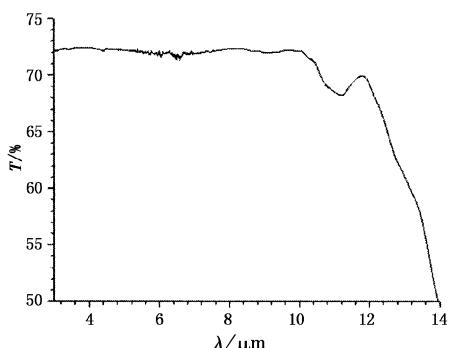


图 1 ZnS 基底透射曲线  
Fig. 1 measured spectrum curve of the ZnS substrate

**作者简介:**邢 政(1982 -),男,硕士研究生,主要从事红外光学薄膜的研究。E-mail:xz1216@yeah.net

**收稿日期:**2007-11-01

本文就是在多光谱硫化锌基底上实现 650nm 与 10.6μm 两束激光的高效分开, 对解决膜层牢固性和改善薄膜激光损伤阈值进行了研究。

## 2 材料选取

对于大多数介质材料而言, 仅在可见光和近红外区透明, 能够覆盖到远红外的材料非常有限, 而其中部分材料易吸潮或有放射性, 如 BaF<sub>2</sub>, ThF<sub>4</sub> 等。目前常用的高折射率材料有 ZnS, ZnSe, 考虑到与基底的结合性和材料的机械强度, 高折射率材料选取 ZnS。

低折射率材料主要是氟化物, 有 CaF<sub>2</sub>, YbF<sub>3</sub>, YF<sub>3</sub>。CaF<sub>2</sub> 的激光损伤阈值较低, 在 10μm 处有较高的吸收, 不适合激光膜。而 YbF<sub>3</sub>, YF<sub>3</sub> 有稳定的化学性质和相似的光学性质, 都有较好的抗激光损伤阈值, 但在实验过程中发现 YF<sub>3</sub> 的厚度超过 1μm 时, 有较大的应力, 比 YbF<sub>3</sub> 更容易脱膜, 并且在采用离子辅助沉积时, YF<sub>3</sub> 在 10.6μm 处吸收要大于 YbF<sub>3</sub>, 这主要是 YF<sub>3</sub> 脱氟分解出少量的金属 Y 造成的<sup>[3]</sup>, 综合考虑, 最终选用 YbF<sub>3</sub> 作为低折射率材料。

## 3 膜系设计

薄膜的特征矩阵  $M = \begin{bmatrix} \cos\delta & i\sin\delta/\eta \\ i\eta\sin\delta & \cos\delta \end{bmatrix}$  包含了膜系的全部有用参数, 通过研究特征矩阵能够得出多层膜的光学特性<sup>[4]</sup>。为了能设计出符合要求的多层膜, 这里采用 G|(0.5H|0.5L)<sup>s</sup>|A 作为基本膜系, 其中 H 代表高折射率材料 ZnS, L 代表低折射率材料 YbF<sub>3</sub>, G 表示基底 ZnS, A 表示空气, S 为膜层周期数。此基本膜系属于 pqp 型对称周期膜系, 由矩阵相乘可得反射带中心的透射率:

$$T = \frac{16\eta_A\eta_G}{(\eta_H/\eta_L)^{2s} \{ (\eta_A + \eta_G)^2 + [(\eta_A\eta_G/\eta_p) - \eta_p]^2 \}} \quad (1)$$

在透射带内多层膜可以替换成一个单层膜, 其反射率在  $R_1$  及  $R_2$  之间变化:

$$R_1 = (\eta_A - \eta_G)^2 / (\eta_A + \eta_G)^2 \quad (2)$$

$$R_2 = (\eta_A - E^2/\eta_G)^2 / (\eta_A + E^2/\eta_G)^2 \quad (3)$$

其中, 对称周期的等效折射率为:

$$E = \eta_p \left[ \frac{\cos\delta_q (\eta_p + \eta_q)^2 - (\eta_p^2 - \eta_q^2)}{\cos\delta_q (\eta_p + \eta_q)^2 + (\eta_p^2 - \eta_q^2)} \right]^{1/2} \quad (4)$$

由于计算工作量大, 需要使用膜系软件算出最佳膜系, 在此过程中考虑到单层膜不宜偏厚, 以免造成应力过大, 以及实际镀制时监控等问题, 采用了对部分膜层进行优化的方法, 理论设计的光谱曲线如图 2 所示。实际制备过程中还需在背面镀制 10.6μm 的增透膜。

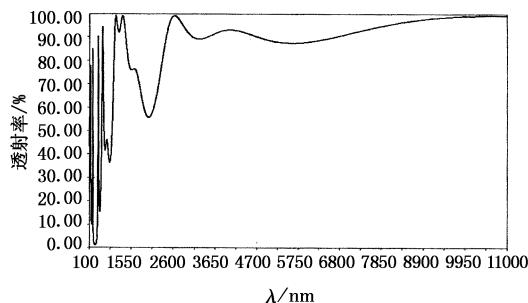


图 2 理论设计曲线(45°入射)

Fig. 2 the theory design curve of an angle of incidence of 45°

## 4 镀膜实验

实验是在 TXX-700 型真空箱式镀膜机上完成的, 该设备配有考夫曼离子源。膜厚采用两种方法进行监控, 即光学膜厚控制系统和物理膜厚控制系统。实验中主要解决的是工艺参数的合理选择和膜层牢固性的问题, 还有改善薄膜的抗激光损伤能力。

材料本身和镀膜工艺所造成的薄膜缺陷是降低激光损伤阈值的重要因素之一<sup>[5-7]</sup>, 针对其成因, 需对基片清洁度、材料喷溅和温度等方面进行分析改进。为此, 我们对基片进行了严格的清洗, 充分预熔了材料。然后在不同温度下, 经过多次实验, 并采用离子辅助沉积技术以改变膜层松散、多孔的结构<sup>[8]</sup>, 最终将温度确定在 120℃。

刚开始镀制的薄膜在放置一段时间后有脱膜现象, 分析判断是 YbF<sub>3</sub> 的沉积速率过快, 导致膜层应力增大。在随后的实验中, 将真空度设定为高于

$3 \times 10^{-3}$ Pa, 离子源充气量 6sccm, 充入气体为氩气。

先对基底轰击 10min, 然后在镀多层膜之前预镀一层 ZnS, 以此增加膜层与基底间的粘结性, ZnS 的蒸发表速率大约在  $1.2\text{nm/s}$ ,  $\text{YbF}_3$  的蒸发表速率调整为  $0.25\text{nm/s}$ , 整个过程辅以离子轰击, 并对离子源的参数做了适当的调整, 使得凝聚粒子的能量和稳定性增加, 从而提高了沉积薄膜的致密度, 改善了光学和机械性能。

最后, 为了改变膜层应力, 增加膜层的机械强度, 将镀膜的样品放入  $250^\circ\text{C}$  恒温箱中, 2h 后自然冷却。

## 5 实验结果

分别采用日本岛津 UV-3150 分光光度计和傅里叶红外光谱仪对可见区和红外区进行测试, 实测镀膜样品的光谱曲线如图 3 和图 4 所示: 波长  $650\text{nm}$  处的反射率为 99%, 波长  $10.6\mu\text{m}$  处透射率为 96%。镀制样品经受住了高能激光的照射。

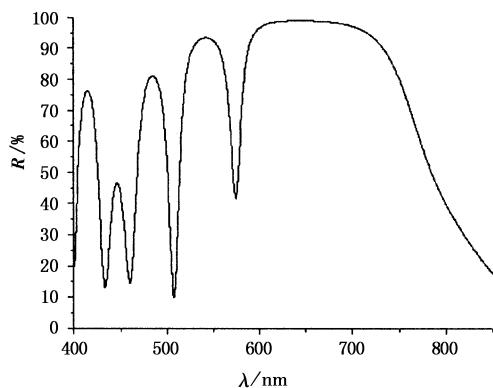


图 3  $650\text{nm}$  反射率曲线

Fig. 3 measured spectrum curve of the reflectance in  $650\text{nm}$

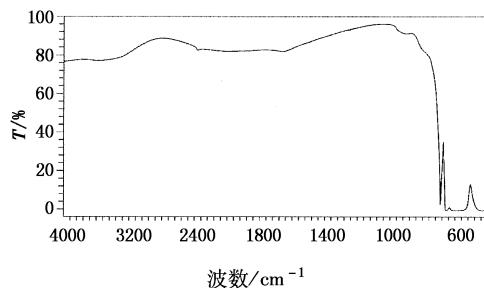


图 4  $10.6\mu\text{m}$  透射率曲线

Fig. 4 measured spectrum curve of the transmittance in  $10.6\mu\text{m}$

根据使用要求对样品进行测试:

(1)附着力测试:用宽 2cm 胶带紧贴镀膜表面, 然后沿膜面垂直方向迅速拉起, 未有脱膜现象。

(2)高低温测试:将样品放入低温箱, 由室温降到  $-50^\circ\text{C}$ , 保持 2h; 将样品放入高温箱, 由室温升到  $70^\circ\text{C}$ , 保持 2h, 膜层未有明显变化。

(3)湿热测试:在湿度为 95%, 温度为  $50^\circ\text{C}$  条件下, 放置 12h, 膜层未有明显变化。

## 6 结 论

通过对温度、沉积速率、离子源等工艺参数的调整, 解决了多光谱 ZnS 基底上膜层牢固性问题并改善了薄膜的激光损伤阈值, 所镀制的薄膜基本满足了激光系统元件的使用要求。

## 参考文献:

- [1] 余怀之. 红外光学材料 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2007, 1.
- [2] Fan Xiu Lu, Yu Mei Tong, X. H. Gao, et al. Preparation of diamond film coatings on multi-spectrum ZnS[J]. Materials Science Forum, 2005, 475-479: 3599-3604.
- [3] Anton R, Hagedorn H, Schnellbuegel A, et al. Ion-assisted deposition of high-quality thorium-free antireflection coatings for high-power  $\text{CO}_2$  lasers [A]. Proc. SPIE, 1993, 2114: 288-296.
- [4] 唐晋发, 顾培夫, 等. 现代光学薄膜技术 [M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006, 11.
- [5] Lefranc S, Kudriavtsev E M, Autric M L. Pulsed-laser-induced damage in semiconductors Ge, ZnS, and ZnSe at  $10.6\mu\text{m}$  [A]. Proc. SPIE, 1997, 3244: 605-616.
- [6] Kozlowski M R, Chow R. Role of defects in laser damage of multilayer coatings [A]. Proc. SPIE, 1993, 2114: 640-649.
- [7] Yao-ping Zhang, Hong Xu, Ning Ling, et al. Defect study on infrared thin film of  $3.8\mu\text{m}$  [A]. Proc. SPIE, 2006, 614912.
- [8] Zhengxiu Fan, Rui-Ying Fan, Xuefei Tang. Ion-assisted deposition of optical coatings [A]. Proc. SPIE, 1995, 2714: 360-363.