

电视、激光、中波红外多波段增透膜研究

米高园, 张建付, 韩俊, 刘青龙, 王松林, 杨崇民
(西安应用光学研究所, 陕西 西安 710065)

摘要:针对多光谱成像中存在的多光谱共光路问题,在 ZnSe 基底上设计了三波段增透膜。通过选取合适的薄膜材料,利用 TFCalc 膜系设计软件对膜系进行设计与优化,使用热蒸发和离子源轰击结合的方式沉积膜层,采用分光光度计和傅里叶红外光谱仪测量光谱特性。通过设计粘结层与保护层,有效提高了膜层与基底之间的结合力以及膜层的强度。该膜层可以实现多光谱 ZnSe 基底在电视(500 ~ 800 nm)、1064 nm 激光和中波红外(3.7 ~ 4.8 μm)三个波段高效增透,且具有良好的环境适应性。

关键词:热蒸发离子源辅助 光学薄膜 环境可靠性

中图分类号: O484.4⁺1 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1001-5078.2016.05.016

Research on antireflection coating for TV, laser, mid-infrared wavebands

MI Gao-yuan, ZHANG Jian-fu, HAN Jun, LIU Qing-long, WANG Song-lin, YANG Chong-min
(Xi'an Institute of Applied Optics, Xi'an 710065, China)

Abstract: Aiming at the multispectral common path in multispectral imaging, the antireflection film with tri-waveband on ZnSe substrate was designed. By selecting the appropriate film material, the film was designed and optimized by TFCalc software. The thermal evaporation and ion impact were used to deposit the film; the transmission spectrum was measured using spectrophotometer and Fourier infrared spectroscopy. The intensity and the adhesion between the substrate and the films were increased effectively by designing the protective layer and adhesive layer. The film can achieve high transmission on TV, 1064 nm laser and mid-infrared wavelength, and has good environmental adaptation.

Key words: thermal evaporation ion assisted deposition; optical thin film; environment reliability

1 引言

近年来随着军用光电技术的日趋成熟,军用光电系统越来越复杂,性能也越来越高。为满足现代战争需求,光电系统需要同时具备可见光目视、CCD 成像、激光测距瞄准、红外搜索跟踪等功能^[1-2]。传统技术通过多光路系统来实现这些功能,将多通道的光电系统像拼盘一样放在一起,形成一个庞大的系统,存在结构复杂、体积庞大、可靠性差、成本高等问题。多光谱共光路光学系统,可大大简化光学系

统结构、缩小体积、减轻质量^[3]。通过各个探测系统能够进行昼夜及雾霾天探测的互相补偿,有利于实现光电探测系统的自适应与补偿。多光谱共窗口技术必须由光学薄膜技术作为支撑和保障,多波段增透膜的研制是其中一个重要环节,膜层质量的好坏,将直接影响系统的作用距离和作用精度^[4]。

在使用中,需要将电视(500 ~ 800 nm)、1064 nm 激光和中波红外(3700 ~ 4800 nm)同时进行增透,而目前这方面的研究较少^[5],在国内发表的论文中有

一些可见/红外滤波的膜层^[1-6]。在电视波段与红外波段同时透明的材料非常有限,且这些材料大多在 500 nm 附近存在一定的吸收和较大的色散,短波的光学参数很难确定,因而设计的膜层光谱与镀制的膜层光谱在电视波段有一定差距。此外,由于膜层层数多、厚度大,膜层的牢固度、强度以及控制精度均为待解决的问题。

2 材料选择和膜系设计

用于红外波段的光学薄膜材料,必须满足在使用波段内具有合适的折射率、小的吸收、良好的机械强度和硬度、材料之间的结合力以及材料与基底之间的结合力等性能要求。根据设计需求,材料需要在电视波段到中波红外均具有良好的透明性。我们选用透射光谱宽、吸收相对较低 ZnS 作为高折射率材料,同时选用和它应力匹配的 SrF₂ 作为低折射率材料^[7-9]。在膜系设计^[10]中,由于用于红外波段的膜层通常比较厚,膜层应力大且牢固度差,因此在膜系设计时,尽量选用厚度较薄的膜系结构,以减少应力累积导致的膜层牢固度降低。

根据薄膜光学相关理论^[11-12],假设在基底上镀制若干层膜,利用特征矩阵的方法^[13]来计算其光学特性如下:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{j=1}^k \begin{bmatrix} \cos \delta_j & i \cdot \sin \delta_j / n_j \\ i \cdot \eta_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix} \right\} \cdot \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_s \end{bmatrix} \quad (1)$$

$$Y = \frac{C}{B} = y_1 + iy_2 \quad (2)$$

$$R = \left[\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right] \cdot \left[\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right]^* \quad (3)$$

其中, $\delta_j = \frac{2\pi}{\lambda} n_j d_j \cos \theta_j$ 为第 j 层膜的相位厚度; $n_j d_j$ 为第 j 层膜的光学厚度; θ_j 为光线在第 j 层膜中的折射角; η_j 为第 j 层膜的有效导纳; Y 为有效导纳; R 为波长 λ 对应的反射率,多层膜结构示意图如图 1 所示。

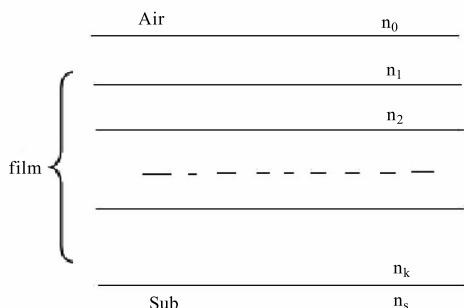


图1 基底上镀多层膜结构机构示意图

Fig. 1 Multilayer coating on the substrate structure and organization charts

利用 TFCalc 膜系设计软件设计膜系,选取合适的模型进行优化,得到优化后的膜系结构为:

Sub/0.0743L1.5323H0.0614L1.6024H0.1379L1.5958H0.3729L0.3935H0.2753L0.5155H0.5156L0.0902H1.9935L0.3394H0.4407L/Air

其中,Sub 为 ZnSe 基底;H 为 ZnS 材料;L 为 SrF₂ 材料;中心波长为 1 μm 。由于硒化锌基底材料强度较低,抗磨擦耐腐蚀性能较差,为了提高膜层的牢固度及强度,在基底与膜层之间增加了粘接层,在膜层的最外面层增加了保护层。通过 TFCalc 软件模拟,最终确定膜系为:

Sub/0.2A0.0381L0.2261H0.0614L1.6024H0.1379L1.5958H0.3729L0.3935H0.2753L0.5155H0.5156L0.0902H1.9935L0.3349H0.4530L0.2B/Air

其中,A 为粘接层材料;B 为保护层材料。

通过软件模拟膜系,得到理论光谱透射率曲线如图 2 所示。

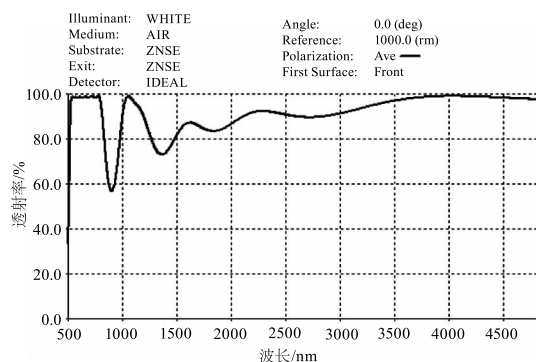


图2 ZnSe 基底多光谱理论透射曲线

Fig. 2 Theoretical transmittance spectrum on ZnSe substrate

其中电视和激光双波段的理论透射光谱曲线如图 3 所示。

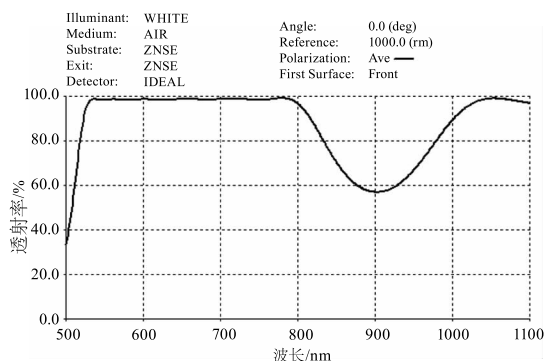


图3 500 ~ 1200nm 波段内的理论透射光谱曲线

Fig. 3 Theoretical design curve for transmittance in 500 ~ 1200 nm

中波红外的理论透射光谱曲线如图 4 所示。

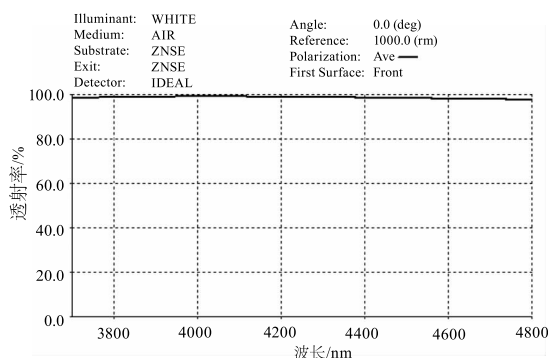


图4 3.7~4.8 μm波段内的理论透射光谱曲线

Fig.4 Theoretical design curve for transmittance in 3.7 ~ 4.8 μm

3 实验过程

采用北仪ZZSX-800型真空镀膜机,配备左右两个热阻蒸发源,使用IC/5晶体振荡膜厚控制仪控制材料蒸发速率与膜厚。实验中使用热阻蒸发真空镀膜方式,装置示意图如图5所示。

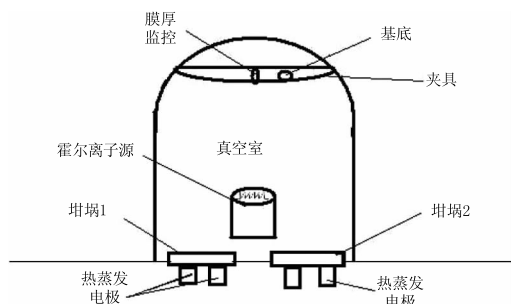


图5 热蒸发镀膜真空室示意图

Fig.5 Schematic thermal evaporation coating chamber

首先对基片的预镀面进行复新,去除基片表面的油脂和灰尘;然后用3:1的醇醚溶液对基片表面进行再清洁,装入真空室中,烘烤温度设定为200℃,恒温60 min。工件盘转速设定为30 rad/min,当本底真空小于 3×10^{-3} Pa时,打开霍尔离子源,用离子轰击基片表面10 min,进行镀膜前的二次清洁,同时使基片产生活性界面,以便与膜层结合良好。

膜层镀制过程中通过调节电流的大小来控制材料蒸发速率。蒸发材料选用块状ZnS,蒸发速率控制在1.7~2.2 nm/s。由于ZnS材料受热后直接升华,因而采用热蒸发的方式使得材料受热均匀,蒸发速率稳定,且不会出现材料扎坑现象,膜层的折射率均匀性较好。鉴于热蒸发方式镀制的膜层比较疏松,因此用离子源辅助轰击,增加膜料原子的蒸发动能,提高膜层的致密性与强度。

对于SrF₂材料,在镀制过程中,材料受热融化成液体,通过电流控制其蒸发速率为0.8~1.0 nm/s。

4 结果与分析

4.1 光谱测试

用美国Lambd900型紫外、可见、近红外分光光度计对实验样片在电视波段与1064 nm激光波段进行透过率曲线测试;用MAGNA-IR750型傅里叶红外光谱仪对实验样片在中波红外波段进行透过率曲线的测试。其中电视波段与1064 nm激光波段的实测曲线如图6所示,中波红外的实测曲线如图7所示。

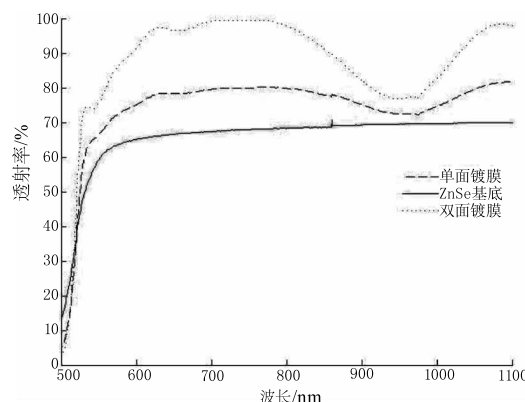


图6 400~1200 nm波段内的光谱测试曲线

Fig.6 The practically measuring transmission spectrum in 400 ~ 1200 nm

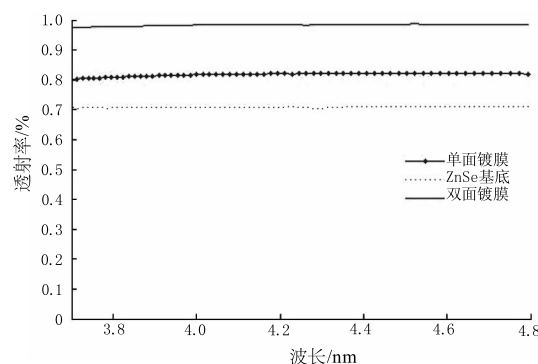


图7 3.7~4.8 μm波段内的光谱测试曲线

Fig.7 Measured transmittance curve in 3.7 ~ 4.8 μm

从以上实测曲线可以看出,在波长小于600 nm的电视波段,透过率急剧下降,这是因为该区域位于多光谱ZnSe基底材料的短波限位置,由材料强烈的本征吸收造成的。测得的结果为:电视波段平均透过率达到了97%以上;1064 nm激光的透过率为98%;中波红外波段平均透过率达到97.5%以上。

由于膜系数较多,膜层总厚度较大,且存在一些较薄的敏感层,因此实际测试结果与理论设计的光谱存在一定的偏差。

4.2 牢固度测试

将样片固定在摩擦强度试验机上,在杠杆上的橡皮头上包以脱脂细纱布与膜面接触,并加负荷200 g,旋转台转速为250 r/min,从试件旋转中心到橡皮头

中心距离 25 mm,然后开动旋转台进行摩擦试验。样片所镀膜层经 2000 r 摩擦后,膜层没有被磨透。

4.3 耐腐蚀测试

盐雾实验:将样片放置在(重量)浓度为 4.9% ~ 5.1%、pH 值为 6.5 ~ 7.2(35 °C)的盐雾箱中承受连续喷雾 48 h,检查后发现样品膜层表面无明显变化。

放入 20% 浓盐水中煮沸 48 h,取出擦拭干净,样品表面无起皱、脱皮现象。

4.4 高低温测试

将样片放入烘箱,加温到 200 °C 并保持 2 h,自然降温到 100 °C 后取出,膜层无起皮、裂纹及脱落等现象。

5 结论

采用 TFCalc 膜系设计软件进行设计与优化,结合离子源辅助热蒸发的沉积方式,在多光谱 ZnSe 基底上制备了电视波段(500 ~ 800 nm)、1064 nm 激光和中波红外(3.7 ~ 4.8 μm)三个波段高效增透膜。采用霍尔离子源对基片进行轰击,提高了基片的表面活性,使得膜层与基底之间具有较好的结合力。膜系设计过程中,在基底与膜层之间设计了粘接层,在膜层的最外层之间设计了保护层,有效增加了膜层强度,较好地解决了膜层与基底之间的结合问题,同时,制备的薄膜具有良好的光谱特性。通过各项环境实验表明薄膜达到很高的环境适应性。

参考文献:

- [1] ZHANG Yueguang, WANG Ying, SUN Xuezheng, et al. Design and fabrication of short-wave/long-wave infrared dichroic beam splitter[J]. Acta Optica Sinica, 2010, 30(2): 597 - 601. (in Chinese)
章岳光,王颖,孙雪铮,等. 红外短波/长波分色片的研究[J]. 光学学报, 2010, 39(2): 597 - 601.
- [2] F Lemarquis, G Marchand, C Amra. Design and manufacture of low-absorption ZnS-YbF₃ antireflection coatings in the 3.5 ~ 16 μm spectral range[J]. Appl. Opt., 1998, 37(19): 4239 - 4244.
- [3] FENG Jungang, WANG Xiaoyi, XU Ying, et al. Preparation of split-color coating of reflectance in visible and middle-infrared with high transmittance in 10.6 μm high-power CO₂ - laser[J]. Optics and Precision Engineering, 2004, 12(4): 254 - 256. (in Chinese)
冯君刚,王笑夷,徐颖,等. 反可见、中红外、透 10.6 μm 高能激光分色镜的研制[J]. 光学精密工程, 2004, 12(4): 254 - 256.
- [4] DUAN Yao, FU Xiuhua, ZHANG Bonü, et al. Three-band high-pass filter for infrared detector [J]. Journal of Applied Optics, 2012, 33(3): 599 - 603. (in Chinese)
段尧,付秀华,张博女,等. 红外探测器三波段高通滤光片的研制[J]. 应用光学, 2012, 33(3): 599 - 603.
- [5] YANG Jie, FU Xiuhua, ZHANG Jing. Study and fabrication of far-infrared and visible separation filter[J]. Laser & Infrared, 2011, 41(2): 182 - 186. (in Chinese)
杨洁,付秀华,张静. 可见与远红外分色滤光片的研制[J]. 激光与红外, 2011, 41(2): 182 - 186.
- [6] CHEN Weilan, GU Peifu, WANG Ying, et al. Analysis of the thermal stress in infrared films[J]. Acta Physica Sinica, 2008, 57(7): 4316 - 4321. (in Chinese)
陈为兰,顾培夫,王颖,等. 红外薄膜中热应力的研究[J]. 物理学报, 2008, 57(7): 4316 - 4321.
- [7] WANG Ying. The infrared laser film research and preparation[M]. 2009: 9 - 11. (in Chinese)
王颖. 中红外激光薄膜的研究与制备[D]. 杭州: 浙江大学, 2009: 9 - 11.
- [8] PAN Yongqiang, HANG Lingxia, LIANG Haifeng, et al. Ultra broad band and hard infrared antireflection coatings on ZnSe for 2 ~ 16 μm [J]. Acta Optica Sinica, 2010, 30(4): 1201 - 1204. (in Chinese)
潘永强,杭凌侠,梁海峰,等. 硒化锌基底 2 ~ 16 μm 超宽带硬质红外增透膜的研制[J]. 光学学报, 2010, 30(4): 1201 - 1204.
- [9] A Ghosh, P K Bandyopadhyay. Broad band antireflection coating on silicon from 1.5 μm to 6 μm spectral band[J]. Infrared Phys & Technol, 2005, 46(5): 408 - 411.
- [10] TAE U R, SOK W K, EUI J K. Optical mechanical and thermal properties of Mg F₂ - ZnS and MgF₂ - Ta₂O₅ composite thin films deposited by co-evaporation[J]. Opt Eng, 2000, 39(12): 3207 - 3213.
- [11] WANG Songlin, YANG Chongmin, ZHANG Jianfu, et al. Effect of substrate temperature on alumina thin films prepared by electron beam evaporation[J]. Journal of Applied Optics, 2013, 34(5): 764 - 767. (in Chinese)
王松林,杨崇民,张建付,等. 基底温度对电子束蒸发制备氧化铝薄膜的影响[J]. 应用光学, 2013, 34(5): 764 - 767.
- [12] Yanfei Zheng, Kazuo Kikuchi. Analytical method of determining optical constants of a weakly absorbing thin film[J]. Applied Optics, 1997, 36(25): 6325 - 6328.
- [13] TANG Jinfa, GU Peifu, LIU Xu, et al. Modern optical thin film technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006: 20 - 27. (in Chinese)
唐晋发,顾培夫,刘旭,等. 现代光学薄膜技术[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006: 20 - 27.