

文章编号: 1672-8785(2022)08-0001-07

1.3~2.7 μm 带通滤光膜研制与分析

岳 威^{1,2} 王栩榕³ 苑利纲^{1,2} 韩永昶²
张 阔² 刘连泽² 张振坤²

(1. 固体激光技术国家级重点实验室, 北京 100015;

2. 华北光电技术研究所, 北京 100015;

3. 中国石油大学, 山东 青岛 266580)

摘 要: 光学薄膜技术广泛应用于几乎所有的光学系统、光电系统和光电仪器。新型探测器的发展对 1~3 μm 近红外波段附近的能量响应提出了滤波的要求。从电磁场理论和麦克斯韦方程出发, 介绍了光学薄膜的设计理论, 论述了带通滤光膜的设计方法。基于 Optilayer 软件, 以氧化铝为基底, 设计了一种工作波段为 1.3~2.7 μm 的近红外带通滤光膜。考虑到镀膜材料的匹配性问题, 选择硫化锌和氟化镱作为高、低折射率材料。采用长波通与短波通相结合的设计方法, 并用 Optilayer 软件完成了膜系的计算和优化。在氧化铝基底双面镀制膜, 用电子束蒸发和离子束辅助沉积的制备工艺完成了膜系镀制。用分光光度计对制备样品进行了透过率测试。结果表明, 在 1.3~2.7 μm 设计波段, 样品的平均透过率大于 95%, 符合带通滤光膜的设计要求。

关键词: 近红外; 带通滤光膜; 透过率; 薄膜制备; 氧化铝

中图分类号: O484 文献标志码: A DOI: 10.3969/j.issn.1672-8785.2022.08.001

Development and Analysis of 1.3–2.7 μm Band-Pass Filter

YUE Wei^{1,2}, WANG Xu-rong³, YUAN Li-gang^{1,2}, HAN Yong-chang²,
ZHANG Kuo², LIU Lian-ze², ZHANG Zhen-kun²

(1. National Key Laboratory of Solid-State Laser, Beijing 100015, China;

2. North China Research Institute of Electro-Optics Technology, Beijing 100015, China;

3. China University of Petroleum, Qingdao 266580, China)

Abstract: Optical thin film technology has been widely used in almost all optical systems, photoelectric systems and photoelectric instruments. The development of new detectors puts forward filtering requirements for the energy response in the near-infrared 1–3 μm band. Starting from the electromagnetic field theory and Maxwell's equations, the design theory of optical thin films is introduced, and the design method of band-pass filter films is discussed. Using Optilayer software, a band-pass filter film in the near-infrared band is designed with alumina as the base, and the working band is 1.3–2.7 μm . Considering the matching of coating materi-

收稿日期: 2022-05-23

基金项目: 固体激光技术国家重点实验室基金项目

作者简介: 岳威(1980-), 男, 甘肃兰州人, 研究员, 主要研究方向为光学薄膜技术。

E-mail: ywei2003@sina.com

als, zinc sulfide and ytterbium fluoride are selected as high and low refractive index materials. The design method combining long wave pass and short wave pass is adopted, and the calculation and optimization of the film system are completed with Optilayer software. The film is coated on both sides of the alumina substrate, and the film system is coated by the preparation process of electron beam evaporation and ion beam-assisted deposition. The prepared samples are tested for transmittance with a spectrophotometer. The test results show that the average transmittance of the sample is greater than 95% in the design waveband of 1.3–2.7 μm , which meets the requirements of the design of the band-pass filter film.

Key words: near infrared; band-pass filter; transmittance; thin-film preparation; alumina

0 引言

先进光学系统中常需要在光学元器件表面上镀制各种功能的薄膜,用于改善未镀膜光学元件光能损失大、工作波段透射率低等问题,从而提高光学系统的成像质量和提升光学元件的探测精度^[1]。带通滤光膜可被用来获取所需波段的光能量,同时抑制其余波段的光透射,是光学成像系统和光电探测系统的重要组成部分。由于具有独特的光学特性,带通滤光膜在自然灾害、资源普查、遥感系统、红外相机、多光谱成像仪器、光谱分析和航天器件以及多种军工产品中有着广泛的应用。

常规使用中,3.7~4.8 μm 中红外波段是衰减最小的大气窗口。但随着新型红外热像仪和近红外激光器的迅速发展,不仅需要提高中波红外光电探测器的信噪比,而且对 1.3~2.7 μm 近红外波段附近的能量响应也提出了滤波的要求。与此同时,随着激光技术朝大功率、高能量方向发展,带通滤光薄膜不仅要实现工作波段内的较高透射率,而且还要满足高抗激光损伤阈值这一关键条件。为了达到特定波长范围内的滤波要求,设计并制备出性能优越、满足需求的带通滤光膜对于红外光学系统或高功率激光系统的重要性均已凸显^[2]。本文研制的 1.3~2.7 μm 带通滤光膜(技术指标要求见表 1)不仅可用于红外光学系统,而且还适用于特定波段的强激光系统。

1 带通滤光膜的设计

国内外带通滤光膜设计的主要目的都是改善光学系统的性能,其方法主要包括以下两

种:一是基于法布里-珀罗原理的窄带滤光膜结构;二是长波通与短波通膜系相结合的滤波方案。

表 1 1.3~2.7 μm 带通滤光膜的技术指标要求

名称	指标
入射角	$0^\circ\sim 8^\circ$
透射波段	1.3~2.7 μm
截止波段	0.38~1.1 μm & 3~4 μm
透射波段平均透射率	$\geq 92\%$
截止深度	$\leq 2\%$
通带宽度	$1.4\pm 0.2 \mu\text{m}$

1.1 基底材料的选择

用于薄膜镀制的基底材料目前有几十种左右,但是基底材料的选择需要从材料的自身光学性质、物理与化学特性、稳定性、面型以及表面粗糙度等方面进行全面考虑。因此,可用于 1.3~2.7 μm 近红外波段的材料较少。根据工作波段进行材料筛选,目前可用于近红外波段的基底材料有氟化钙(CaF_2)、锗(Ge)、硅(Si)、硫系玻璃、氧化铝(Al_2O_3)和氟化镁(MgF_2)。其中,氟化钙和氟化镁在紫外、可见光和红外波段具有良好的透过率,但其疏松易潮解;硫系玻璃的模压稳定性差。这些都会对膜层结合力产生较大影响。锗晶体是一种常用的红外光学材料,被用作各种红外滤波器上光学薄膜的基底材料,但锗材料的截止波段在 1.8 μm 附近,无法满足工作波段要求。氧化铝的透光区域为 0.2~7 μm 。由于透光区域较宽,以氧化铝作为基底材料所制备的光学薄膜和分光镜等被大量用在近、中红外光学系统中^[3]。作为硬度最高的氧化物,氧化铝具有有机

表 2 常用近红外基底材料的性能参数

基底	折射率(n)	透明区/ μm	密度/(g/cm^3)	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	硬度
氟化钙(CaF_2)	1.36~1.45	0.15~12	3.01~3.25	2500	4
锗(Ge)	3.96~4.4	1.7~100	5.35	938.25	6.0~6.5
硅(Si)	3.3~3.5	1.7~7	2.33	1414	6.5
硫系玻璃	2~3.5	2~15	3.20~4.66	—	5.5
氧化铝(Al_2O_3)	1.54~1.68	0.2~7	3.5~3.9	2980	9
氟化镁(MgF_2)	1.35~1.47	0.12~8.5	3.16	1255	6

械性能稳定、物理化学性质优良的特性, 比较适用于恶劣环境中光学系统上的窗口材料。从设计波段要求、物理化学稳定性能、环境适应能力等方面考虑, 氧化铝材料是 1.3~2.7 μm 带通滤光片的最佳选择。表 2 列出了常用近红外基底材料的性能参数。

1.2 镀膜材料的选择

镀膜材料的选择在膜系设计中尤为关键。虽然通过软件可以计算出无穷的可能性, 但现实中可选材料少的难题只能随时间发展而变化。镀膜材料的选择在很大程度上决定了薄膜的光学性能, 材料的折射率、透射波段等性能参数会直接影响光学薄膜的透射光谱曲线, 材料的物理化学性能也会带来薄膜成品稳定性上的差异。

所选薄膜材料应满足在设计波段内有较高的透射率^[4]、镀膜材料之间的黏着力匹配等要求, 以加大光学薄膜的稳定性和牢固性。作为一种折射率较高的材料, 锗与一氧化硅结合好, 且工艺成熟, 是氧化铝基底镀膜材料的首要选择。但锗材料的透光区域在 1.9 μm 以上, 难以满足设计波段的要求。硫化锌在红外波段有良好的透明性, 制备方法成熟, 具有高均匀性、高致密性和高纯度等优点。它与多种氟化物低折射率材料有良好的应力匹配, 镀制成膜后具有良好的机械性能和稳定性^[5]。氟化锑的透射波长范围为 0.25~14 μm 。它拥有良好的机械性能, 且与硫化锌具有良好的应力匹配, 成膜后不易脱落, 稳定性好, 因此被选为低折射率材料。

1.3 带通滤光膜的设计与优化

由于本文相关的 1.3~2.7 μm 带通滤光膜

的相对带宽大于 50%, 故将它认定为宽带滤光膜。其设计一般采用长波通与短波通膜系相结合的方式。其中, 长波通滤光膜抑制短波区、透射长波区的能量, 而短波通滤光膜则抑制长波区、透射短波区的能量。

根据对称膜系等效理论和干涉截止滤光理论^[6], 首先设计短波通滤光膜系。采用 |(0.5L H0.5L)ⁿ| 的基本结构设计(参考波长为 3200 nm)。图 1 所示为 25 层短波通膜系的初始透过率曲线。此时, 通带基本满足所需波段要求, 平均透过率已达 95% 以上。但通带波纹波动较大, 需要进行波纹压缩, 且在 2480 μm 附近曲线存在凹陷。基于 Optilayer 软件的模拟计算, 通过非等厚周期方法优化膜层厚度, 并加镀平滑层, 使设计波段内的透过率实现整体提升。最终得到 42 层短波通膜系(透过率曲线见图 2)。

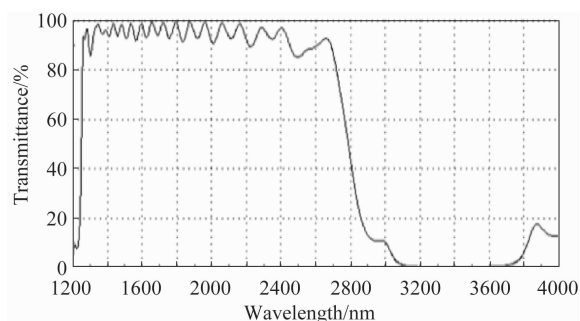


图 1 未经优化的初始短波通透过率曲线

优化后的结构如下: 1.52/1.103H 1.070L 1.055H 1.013L 0.990H 0.989L 1.008H 0.990L 0.978H 0.996L 0.998H 0.986L 0.989H 1.011L 0.999H 1.001L 1.031H 1.093L 1.237H 0.132L 1.306H 1.117L 1.137H 1.123L 1.162H 1.116L 1.161H

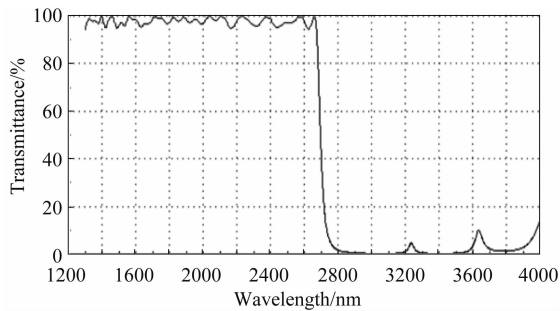


图2 优化计算后的短波通透过率曲线

1.114L 1.092H 1.091L 1.079H 1.080L
1.091H 1.103L 1.111H 1.137L 1.091H
1.125L 1.112H 1.106L 1.100H 0.551L/1。其中，H为高折射率材料，L为低折射率材料。

同理，采用 $|(0.5HL0.5H)^n|$ 基础膜系来设计参考波长为525 nm的长波通滤光片。图3所示为未经优化的初始透过率曲线。此时，截止波段满足设计要求，但在605 nm处存在透射率高峰。经膜系叠加、波纹压缩等优化步骤后，得到了最终70层长波通滤光片的透过率曲线(见图4)。

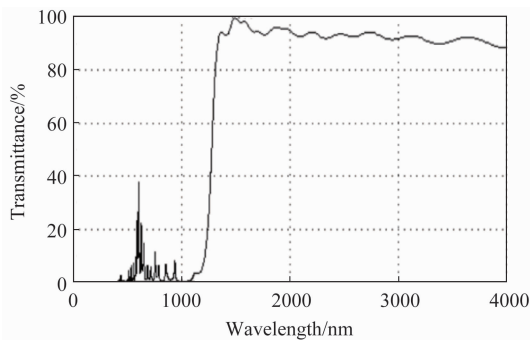


图3 未经优化的长波通初始透过率曲线

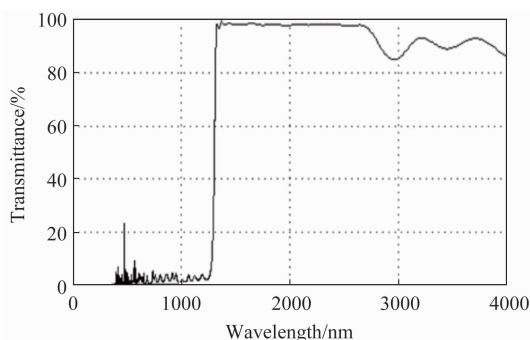


图4 优化计算后的长波通透过率曲线

优化后的结构如下：1.74/0.771H 1.464L
1.598H 1.175L 0.976H 0.772L 1.260H
0.913L 1.009H 1.001L 1.134H 0.910L
0.911H 1.087L 0.917H 0.982L 0.370H
0.641H 1.188L 1.155H 1.233L 1.364H
1.217L 1.319H 1.231L 1.397H 1.281L
1.221H 1.321L 1.352H 1.379L 1.176H
1.163L 0.597H 0.839H 1.489L 1.746H
1.544L 1.632H 1.650L 1.538H 1.805L
1.544H 1.765L 1.696H 1.642L 1.852H
1.529L 1.675H 1.573L 1.593H 1.998L
0.700H 1.038H 2.194L 2.058H 2.009L
2.310H 2.048L 2.112H 2.370L 1.940H
2.229L 2.381H 1.657L 2.687H 1.845L
1.500H 5.186L 0.005H/1。其中H为高折射率材料，L为低折射率材料。

如果将长、短波通滤光膜镀制在氧化铝基片的同侧，同时在背面镀制增透膜^[7]，那么就可以保护基片，同时提升基片的整体光学性能。但长、短波通滤光片的膜层数较多。由于膜厚监控范围有限，镀制在基片同侧时会带来工艺和牢固性难题。因此，考虑将长、短波通滤光膜分别镀制在基底的两侧。图5所示为1.3~2.7 μm带通滤光膜的设计透过率曲线。可以看出，在工作波段1.3~2.7 μm内的透过率大于95%，反射区的透过率很低，平均透过率低于1%。由于膜层数目较多，透过区内的曲线波纹存在微小的起伏。曲线过渡带的斜率满足设计要求。在实际制备薄膜的过程中，由于受半波孔和高阶反射带的影响，通带内的透射率曲线不平整，可能会产生凹陷。

2 带通滤光膜的制备与测试

2.1 单层材料试验

由于硫化锌和氟化铟的实际薄膜特性受制备条件的影响比较明显，所以在正式镀制带通滤光膜之前，首先利用光度法专门进行了单层材料试验^[8]，测试了通带波段内的透过率极值点。基于柯西公式 $n=n_0+D/\lambda$ ，结合TFC软件对材料色散进行拟合计算。其中， n_0 和 λ 分

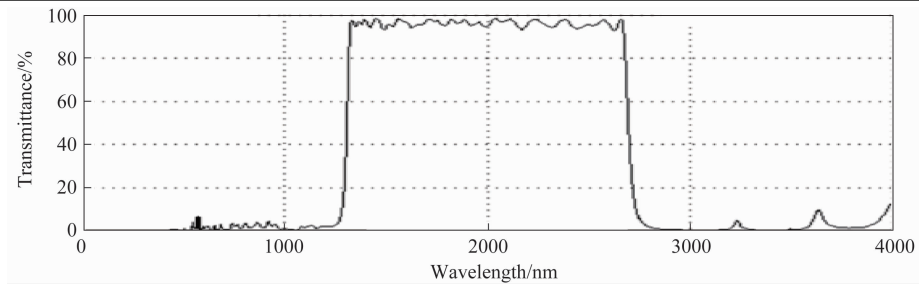


图 5 带通滤光片的透射率曲线

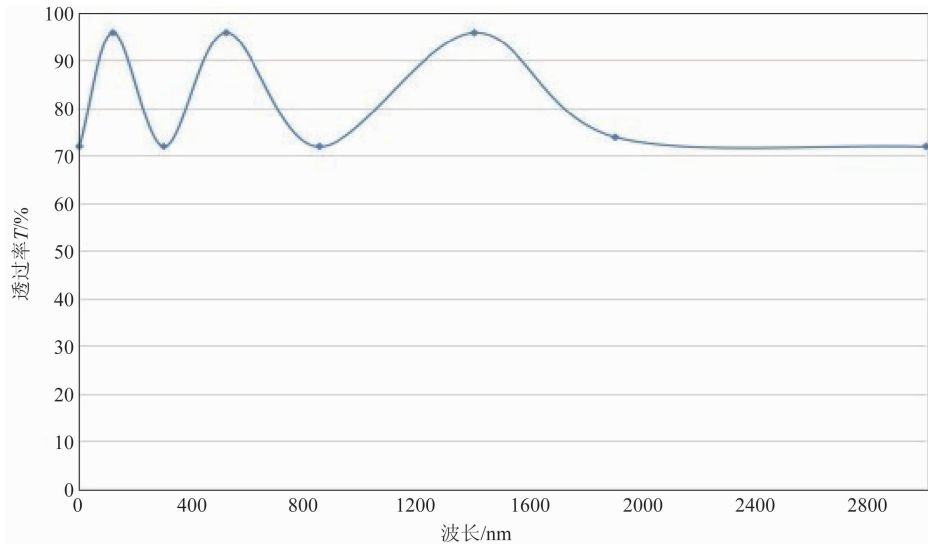


图 6 硫化锌材料的光谱曲线

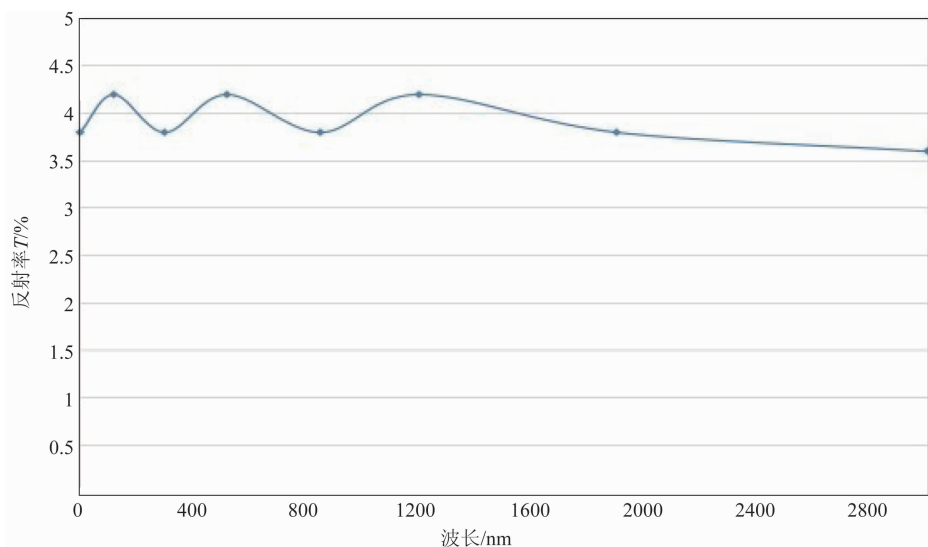


图 7 氟化铈材料的光谱曲线

别为基片的折射率 and 对应波长, D 为由每个测试极值点透过率得出的拟合参数^[9]。单层材料光谱图如图 6 和图 7 所示。

2.2 薄膜制备

在美国 EDDY 镀膜机上镀制带通滤光膜。

用考夫曼离子源辅助 270° 高压电子枪蒸发氟化铈材料, 用钼舟加热蒸发硫化锌材料, 并通过石英晶振监控蒸发速率和薄膜厚度。镀制前在十槽超声机中对氧化铝基片进行分步清洗, 用异丙醇加热脱水后装机; 加热至 100 °C, 真空

度达到 10^{-3} Pa 后开启离子源, 并通过辅助蒸发 50% 的能量预处理 10 min; 然后分层监控蒸发。此过程中离子束能量和速率、真空度必须在设定范围内波动, 否则折射率就会出现复变, 导致光谱特性难以和设计值拟合; 另外, 牢固度和环境特性也会受到影响而降低^[10]。表 3 列出了薄膜镀制工艺参数。

表 3 薄膜镀制工艺参数

参数	数值
阴极电压	20 V
阴极电流	18 A
阳极电压	75 V
阳极电流	5.5 A
加速电压	220 V
加速电流	1.65 A
屏极电流	3.5 mA
环流	17 A
偏转电流	0 A
温度	70 °C
ZnS 蒸发速率	0.7 nm/s
YbF ₃ 蒸发速率	0.6 nm/s

制备过程中考虑到整体薄膜物理厚度较大, 钨舟蒸发 ZnS 材料的速率过高不仅会降低表面光洁度, 而且还会影响牢固度。经过几轮试验, 最终将蒸发速率设在 0.7 nm/s。另外, 由于近红外材料光谱与吸收的问题, 难以采用

光学控制方式。对于目前使用的晶振控制, 材料蒸发后期的失效是控制稳定性的明显缺陷。这导致薄膜在工作波段的透过率波动较大。试验过程中采取了降低硫化锌速率同时分层离子辅助的方法, 最终成功镀制了符合光谱设计要求的膜层。

2.3 薄膜光谱与环境可靠性测试

分别采用安捷伦 3100 傅里叶红外光谱仪(测试波长范围为 1.44~24 μm , 特征分辨率为 0.01 μm)和 Carry5000 分光光度计(可测量的光谱范围为 175~3300 nm, 光谱分辨率小于 0.2 nm)对薄膜样片的光谱特性进行测试。氧化铝基片的光学面型、局部光圈和表面粗糙度为 $N=0.5$, $rms=0.4$ nm。实测光谱曲线如图 8 和图 9 所示。透射带 1.3~2.7 μm 工作波段内的平均透过率约为 95%, 反射区的平均透过率仅为 1%。光谱透射曲线的过渡带陡度满足需求, 符合带通滤光膜的设计要求。

光谱测试后将薄膜试样放入高低温试验箱内。由室温降到 $-45^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 温度的变化速率不大于 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 保持 4 h。取出样品, 放置到室温。然后将其放入湿热箱内(温度为 $60 \pm 2^{\circ}\text{C}$, 然后湿度到 95%~98%, 保持 12 h)。取出试验样品, 用脱脂布蘸无水乙醇, 将膜层

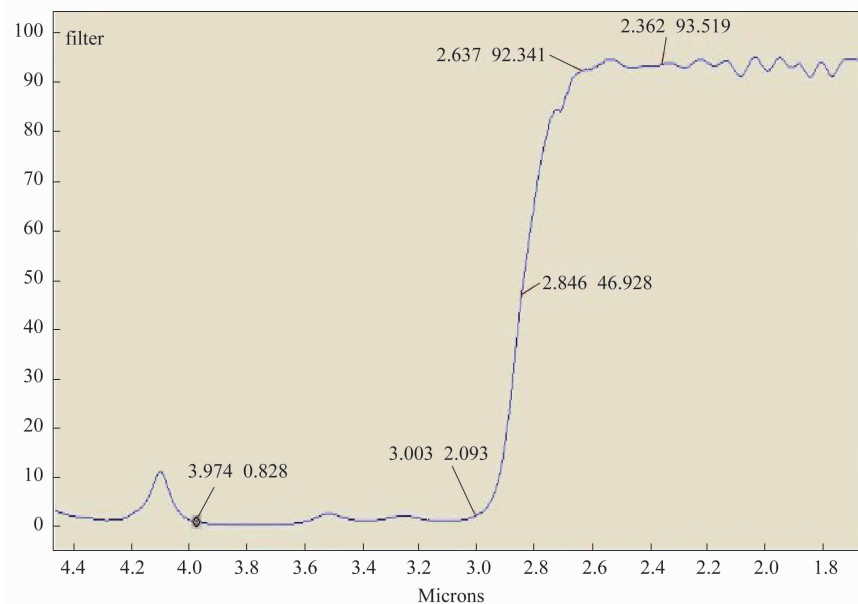


图 8 短通滤光膜的实际测试曲线

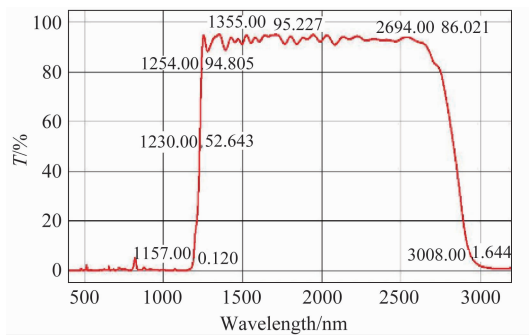


图 9 带通滤光膜的实际测试曲线

表面擦拭干净后在显微镜下对其进行观察。结果表明,膜面没有出现明显瑕疵、斑点以及脱落现象。另外,采用剥离法对薄膜力学特性进行了检测,同样通过了可靠性验证。

3 结束语

本文所讨论的带通滤光膜在 $1.3\sim 2.7\ \mu\text{m}$ 工作波段内满足 $0^\circ\sim 8^\circ$ 平均透过率大于 95%、 $0.38\sim 1.1\ \mu\text{m}$ 和 $3\sim 4\ \mu\text{m}$ 截止范围内的平均透过率小于 2% 的设计要求,并通过了环境适应性测试。经分析认为,在材料选择受限的情况下,设计结构和优化算法对薄膜通带平坦度有着明显的影响。设计中需关注薄膜材料对不同波长光的吸收以及受到的色散影响,同时利用波纹压缩、加镀平滑层及软件算法,抑制 $1.3\ \mu\text{m}$ 附近的半波凹陷干扰。在制备工艺方面,除了合适的沉积速率之外,选取真空下匹配的离子能量也是一项很重要的关键技术。后续工作中,应当关注此类滤光膜应力变化的时效性问题。由于单层膜的非规整厚度差异明显,应力较大,薄膜的稳定度和牢固度等可靠性的问题影响明显。另外,受膜层厚度、材料折射率复变和设备的限制,目前在氧化铝上镀

制同类薄膜的光谱效果与实际设计值难以完全拟合,还有待于进一步研究改善。

参考文献

- [1] 陈朝平, 师建涛, 郭芮, 等. 中红外带通滤光片的设计与制备 [J]. 应用光学, 2012, 33(3): 595-598.
- [2] 唐晋发, 顾培夫. 现代光学薄膜技术 [M]. 杭州: 浙江大学出版社, 2006.
- [3] 沈远香, 黄晓霞, 王永惠. 光学薄膜的研究新进展及应用 [J]. 四川兵工学报, 2012, 33(8): 105-107.
- [4] Frederic L, Gerard M, Claude A, et al. Design and Manufacture of Low-Absorption ZnS-YF₃ Antireflection Coatings in the 3.5-16 μm Spectral Range [J]. *Optical Society of America*, 1998, 37(19): 4239-4244.
- [5] 朱震. 光学薄膜在激光与红外技术中的应用 [J]. 激光与红外, 2006, 36(Z): 792-796.
- [6] 黄伟, 张云洞. 离子束辅助淀积低温微光学元件红外宽带增透膜 [J]. 光学技术, 1998, 24(3): 94-96.
- [7] 艾万君, 熊胜明. 离子束辅助沉积大口径光学薄膜 [J]. 红外与激光工程, 2015, 44(2): 183-188.
- [8] 季一勤, 刘华松, 张艳敏, 等. 光学薄膜常数的测试与分析 [J]. 红外与激光工程, 2006, 35(5): 513-518.
- [9] 刘华松, 姜承慧, 李士达, 等. 真空热处理对硫化锌薄膜光学与微结构特性的影响 [J]. 光学精密工程, 2017, 25(8): 2038-2045.
- [10] 张金胜, 张金龙, 宁永强, 等. 1555 nm 宽带通滤光膜的设计和優化 [J]. 中国光学, 2013, 6(4): 557-562.