文章编号 2095-1531(2018)04-0604-06

温度变化对金属 Ag 膜反射镜偏振特性的影响研究

蒋丽媛[1,2,3],刘定权[1,2,3*],马 冲[1],蔡清元[1,3],高凌山[1,3]
(1. 中国科学院 上海技术物理研究所,上海 200083;
2. 上海科技大学 物质学院,上海 200031;
3. 中国科学院大学,北京 100039)

摘要:空间遥感应用中的光学有效载荷对系统偏振控制提出了越来越高的要求,作为常用的宽光谱反射镜,金属银(Ag)膜反射镜的偏振特性随着环境温度的改变而变化。本文设计并制备了低偏振灵敏度的 Ag 膜反射镜,研究了反射镜在 45°和 60°入射角下,从室温 25 ℃升温到 150 ℃时的偏振特性变化和反射光谱变化情况。随着温度的升高,Ag 膜的折射率在 350 ~ 1 200 nm 波长范围内有所增加;Ag 膜反射镜的反射光中 s 和 p 光的相位差 Δ 在 350 ~ 600 nm 波长范围内减小,在 600 ~ 650 nm 波长范围内基本稳定,在 650 ~ 1 200 nm 波长范围内增大。温度上升到 125 ℃时,Ag 膜和反射镜表面形貌发生改变,增加了表面散射和吸收,导致 350 ~ 900 nm 波段反射率降低,在波长 350 nm 附近的降低约 25%。

关 键 词:Ag 膜;反射镜;温度变化;偏振特性;反射率
中图分类号:O436 **文献标识码**:A doi:10.3788/CO.20181104.0604

Influence of temperature variation on polarization characteristics of silver thin film mirror

JIANG Li-yuan[1,2,3], LIU Ding-quan[1,2,3*], MA Chong[1], CAI Qing-yuan[1,3], GAO Ling-shan[1,3]
(1. *Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai* 200083, *China*;
2. *School of Physical Science and Technology, Shanghai Tech University, Shanghai* 200031, *China*;
3. *University of Chinese Academy of Sciences, Beijing* 100039, *China*)
* *Corresponding author, E-mail: dqliu@mail.sitp.ac.cn*

Abstract: Optical payloads in space remote sensing applications impose increasingly high requirements on system polarization control. As a wide spectral reflector, the polarization characteristics of silver thin film mirror usually changes with the ambient temperature. In this paper, silver thin film mirrors with low polarization sensitivity are designed and fabricated. The changes of polarization characteristics and reflection spectrum of the mirrors with room temperature from 25 ℃ to 150 ℃ are investigated at 45° and 60° incident angles. The refractive index of silver thin film increases in spectral range of 350 nm to 1 200 nm with the increase of temperature. The phase difference Δ between the s and p light in the reflected light of the silver film mirror is re-

收稿日期:2018-02-09;**修订日期**:2018-03-06
基金项目:家自然科学基金项目(No. 61675223)
Supported by National Natural Science Foundation of China(No. 61675223)

duced in the wavelength range of 350 to 600 nm, keep stable in 600 – 650 nm, and increases in the wavelength range of 650 to 1 200 nm. The surface morphology of the silver film and mirror changes, and the surface scattering and absorption increases when temperature reaches 125 ℃, resulting in a decrease in reflectivity in the 350 – 900 nm band and even a decrease of about 25% in the wavelength of 350 nm.

Key words: Ag thin film; mirrors; temperature variation; polarization characteristics; reflectance

1　引　言

随着人们对探索太空需求的提升,对航天遥感仪器的光学指标提出越来越严格的要求,有时需要对光学仪器进行全系统偏振控制。金属膜反射镜作为光学系统中的主要光学器件,其偏振特性对系统的偏振灵敏度控制有着重要影响。金属银(Ag)膜具有反射光谱范围宽和偏振性能优良的特点,所以 Ag 膜反射镜在航天光学遥感仪器中有着广泛的应用。同时由于倾斜入射时偏振效应小,Ag 膜成为低偏振依赖金属反射膜的良好选择[1-2]。此外,航天光学遥感仪器在空间轨道工作时,受到太阳光的照射、地球的反射光、以及红外辐射等方面的影响,还有仪器材料的光热吸收等因素的综合作用[3-4],Ag 膜反射镜可能面临一定的温度波动,即使采取了温度控制措施也无法完全避免。因此,制备具有光学性能稳定的 Ag 膜反射镜,并研究温度变化对其偏振等光学特性的影响,对于空间光学有效载荷的实际应用具有重要意义。

2　Ag 膜和反射镜的测量

单层 Ag 膜的质地较软,机械强度不够,与基底之间的附着力较弱,通过镀制 Ni-Cr 金属膜层来增强其与基底的结合力。Ag 膜的环境稳定性也较差,长期暴露在空气中,容易受空气中的硫化物和卤化物的腐蚀而导致反射率等光学性能退化[5-6],需要在其表面镀制适当的保护膜。有研究人员用氧化硅(SiO_2)膜层保护 Ag 膜,来提高其抗腐蚀能力[7]。我们在 Ag 膜和 SiO_2之间添加了一层氧化铝(Al_2O_3)膜层,以增加膜层间的结合力。单层 Ag 薄膜和 Ag 膜反射镜样品采用牌号 JGS-1 的光学石英玻璃为基底,膜层在高真空($1 \sim 3 \times 10^{-3}$ Pa)环境中蒸发沉积得到,薄膜沉积时基底温度控制在 30 ~ 60 ℃范围。反射镜样品的膜层厚度依次为: Sub.//Ni-Cr 10 nm/Ag 120 nm/Al_2O_3 20 nm/SiO_2 55 nm//Air,膜层厚度误差在1 nm以内。

样品的偏振特性测量采用美国 J. A. Woollam 公司的 VB-400 型可见近红外波段偏振光谱仪。为此仪器配置了变温样品台,可以实现常温到 300 ℃范围的温度变化,控温精度达 ±0.5 ℃,设定温度稳定 10 min 后再测量偏振数据。

2.1　椭圆偏振仪的测量原理

Rothen A. 最早提出了椭偏仪并发展至今[8],实验用椭偏仪测量原理如图 1 所示。当一束线偏振光以某一特定入射角度入射到样品上,经样品反射,线偏振光会分解为 s 光分量和 p 光分量,变成椭圆偏振光,将 p 光和 s 光的反射系数 r_p 和 r_s 之比定义为 ρ。

金属膜层选择用 Born 和 Wolf 的复折射率表达方法,即介质膜层的复数折射率 N_1。根据菲涅尔公式,当光束倾斜入射时,得到 s 光和 p 光的菲涅尔反射系数[9]分别为:

$$N_1\cos\theta_1 = u_1 + iv_1, \tag{1}$$

$$r_s = \frac{n_0\cos\theta_0 - (u_1 + iv_1)}{n_0\cos\theta_0 + (u_1 + iv_1)} = |r_s| e^{i\varphi_s}, \tag{2}$$

$$r_p = \frac{n_0(u_1 + iv_1) - [(u_1 + iv_1)^2 + n_0^2\sin\theta_0]\cos\theta_0}{n_0(u_1 + iv_1) + [(u_1 + iv_1)^2 + n_0^2\sin\theta_0]\cos\theta_0} = |r_p| e^{i\varphi_p}, \tag{3}$$

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan\Psi e^{i\Delta}, \tag{4}$$

式中，ψ 和 Δ 为仪器能够测量的样品椭偏参数，$\tan\Psi$ 为p 光与 s光的振幅比的变化值，Δ 为相位差。通过菲涅尔公式(2)、(3)和(4)可以看出，对于某一特定波长的椭偏参数变化和入射角度有关，同时与薄膜的折射率 n 值和消光系数 k 值有着密切关系。

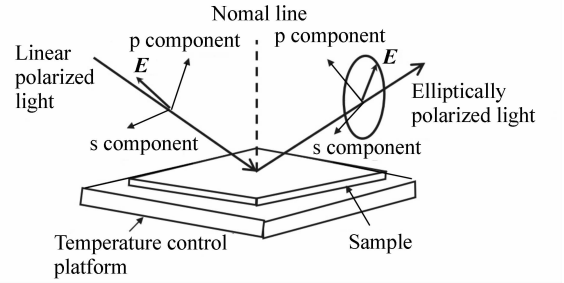


图 1 椭圆偏振仪温控测量原理图

Fig. 1 Schematic diagram of temperature control measurement for ellipsometer

2.2 反射镜椭偏参数的测量

利用 J. A. Woollam 公司 VB-400 型椭圆偏振仪对制备的 Ag 膜反射镜样品进行偏振测量，测量光线入射角为 45°和 60°。通过改变样品温控平台的温度，分别测量了样品在温度为 25、75、125 和 150 ℃时的的椭偏参数值，图 2 和图 3 为椭偏测量光谱。对反射镜样品进行升温降温试验，将样品升温到 150 ℃后保持 10 min，再降温至 25 ℃的室温，加热前后测量了样品的椭偏参数，光谱对比情况如图 4 所示。

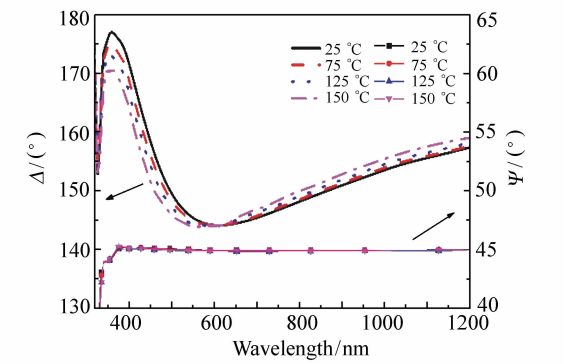


图 2 不同温度 Ag 膜反射镜 45°入射椭偏光谱

Fig. 2 Spectral curves of elliptical polarization parameters of the Ag thin film mirror at different temperatures and 45° incidence

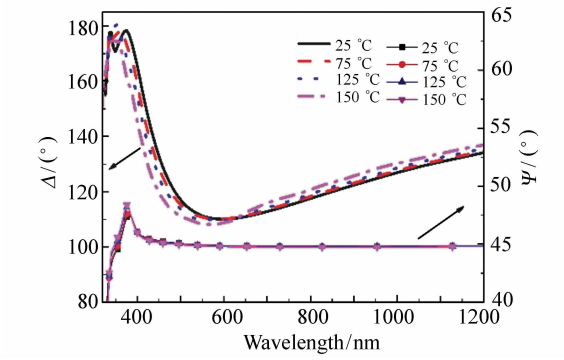


图 3 不同温度 Ag 膜反射镜 60°入射椭偏光谱

Fig. 3 Spectral curves of elliptical polarization parameters of the Ag thin film mirror at different temperatures and 60° incidence

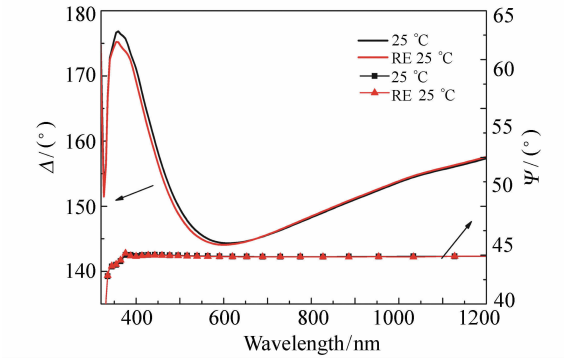


图 4 加热试验前后 Ag 膜反射镜 45°椭偏光谱

Fig. 4 Spectral curves of elliptical polarization parameters of the Ag film mirror at 25 ℃ and 45° incidence before and after 150 ℃ heating

2.3 Ag 膜光学特性的测量

为了更好探讨反射镜的偏振特性，研究 Ag 膜的光学特性。相对于介质氧化物薄膜，温度变化对金属膜层的光学特性影响更为明显[10]，金属膜层反射光的振幅变化和相位差变化主要与其折射率和消光系数密切相关[11]。由于银反射镜的振幅比变化很小，主要考察相位差的变化情况。

根据菲涅尔反射公式(1)和(2)得到，垂直于入射面的 s 光和平行入射面的 p 光的相位变化可以表示[9]为：

$$\tan\delta_s = \frac{2\chi n_0\cos\theta_0}{A^2+\chi^2-n_0^2\cos^2\theta_0}, \tag{5}$$

$$\tan\delta_p = \frac{2n_0u_1^2\cos\theta_0[2\nu_1A-\chi(1-\nu_1^2)]}{u_1^4(1+\nu_1^2)^2\cos^2\theta-n_0^2(A^2+\chi^2)}, \tag{6}$$

其中

$$2A^2 = u_1^2 - u_1^2v_1^2 - n_0^2\sin^2\theta_0 + \sqrt{(u_1^2 - u_1^2v_1^2 - n_0^2\sin^2\theta_0)^2 + 4u_1^4v_1^2}\ , \quad (7)$$

$$2\chi^2 = -(u_1^2 - u_1^2v_1^2 - n_0^2\sin^2\theta_0) + \sqrt{(u_1^2 - u_1^2v_1^2 - n_0^2\sin^2\theta_0)^2 + 4u_1^4v_1^2}\ . \quad (8)$$

金属 Ag 膜在波长 600 nm 处的折射率 $N_{Ag} = 0.06 + 3.75i$,45°角入射时利用公式(5)和(6)计算得到其反射偏振光 s 和 p 的相位差 $\Delta = 97.58°$。同样求得 Al_2O_3 和 SiO_2 膜层产生的相位差分别为 15.51°和 10.67°,Ag 对相位差 Δ 贡献更大。

利用前述椭偏光谱仪,测量了 Ag 膜样品,测量时样品温度分别设定 25、75、125 和 150 ℃。金属 Ag 膜厚度比光的穿透深度大得多,膜层第二个界面上的反射光可以忽略不计,故直接引用单界面反射的菲涅尔反射系数公式,推算后得金属膜层的折射率 n 和消光系数 k:

$$n \approx \frac{n_0\sin\theta_0\tan\theta - \cos 2\Psi}{1 + \sin 2\Psi\cos\Delta}\ , \quad (9)$$

$$k = \tan 2\Psi\sin\Delta\ , \quad (10)$$

式中,n_0 和 θ_0 分别表示入射介质的折射率和入射角。图 5 为 Ag 膜的折射率光谱曲线,反射率光谱曲线在图 6 中给出。

为了研究在温度升高至 125 ℃后 Ag 膜表面变化情况,通过原子力显微镜(AFM)分别观察了在 25 ℃和 125 ℃时的表面形貌,如图 7 所示。选择同一样品,温控平台加温至 125 ℃保持 10 min,待受热均匀后,观察 125 ℃温度下 Ag 膜的表面。

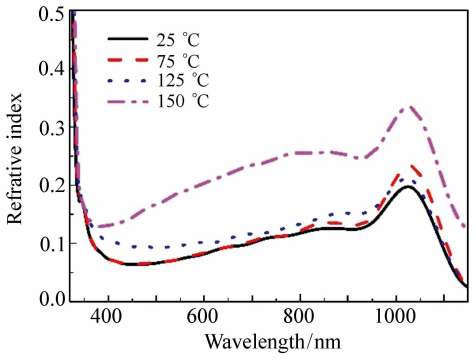


图 5　不同温度下 Ag 膜的折射率光谱曲线

Fig. 5　Spectral curves of the refractive index of single silver thin film at different temperature

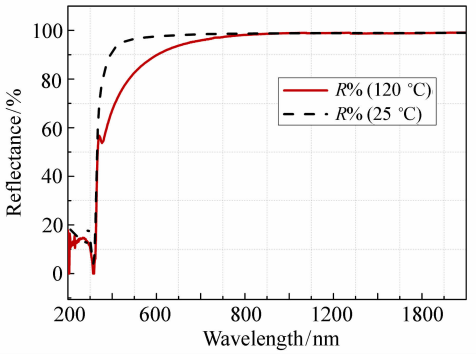
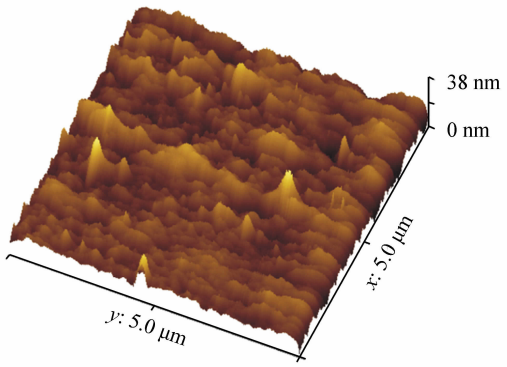


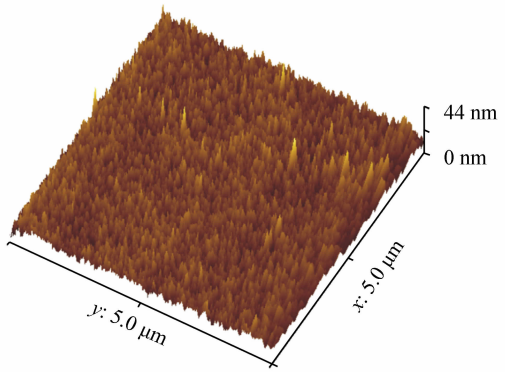
图 6　Ag 膜在 25 ℃和 150 ℃温度下的反射光谱

Fig. 6　Reflective spectrum of silver thin film at 25 ℃ and 150 ℃ temperature



(a) 25 ℃的表面

(a) Surface at 25 ℃



(b) 125 ℃的表面

(b) Surface at 125 ℃

图 7　Ag 膜在 25 ℃和 125 ℃时的表面形貌

Fig. 7　Surface morphology of Ag film at 25 ℃ and 125 ℃

3 讨论与分析

比较图2和3发现,无论入射角为45°还是60°,温度从25 ℃到150 ℃依次增加的过程中,表示振幅比的椭偏参数 Ψ 变化很小,变化量可以忽略。相位差 Δ 的变化则十分明显:当波长小于600 nm时,随着温度升高 Δ 值逐渐减小;当波长大于650 nm时,随着温度升高 Δ 值逐渐增大;在600~650 nm波长范围,温度对 Δ 值的影响较小。对于该膜系结构,温度升高时,在大部分可见光波段,反射光中s光与p光的相位差减小;红外波段中s光与p光的相位差则增大;同时在600~650 nm波长的红光波段,出现了一个对温度不敏感的偏振稳定窗口。

从图4的椭偏光谱可以发现,样品在先升温到150 ℃再恢复室温后,Ag反射镜的椭偏参数发生了一定的改变,对比未升温样品在波长200~600 nm区域内反射相位差 Δ 整体降低,说明膜层发生了不可恢复的改变。

图5的测量曲线可以看出,波长大于350 nm以后,Ag膜的折射率随着温度的增加而增加。从室温升高到125 ℃的过程中,折射率只有少量的增加;在温度从125 ℃增加到150 ℃的过程中,Ag膜折射率明显增加,在波长500~1 200 nm的波段范围内折射率的增量达到50%以上。在这一波段,Ag膜折射率表现为正温度系数。当温度升高时,金属膜层中自由电子变得活跃,引起电导率增加,表现为折射率的升高。在测量过程中发现,温度低于125 ℃时,Ag膜表面稳定;高于125 ℃时,观察到Ag膜的表面开始发生变化,图7通过原子力显微镜观测了加温前后Ag膜的表面形貌变化情况。温度升高以前整个薄膜表面较为平整,极少的突起和凹陷;温度升高以后,表面有明显的突起,且颗粒间高度差变化较大,起伏变得细碎和陡峭,表面散射的光线也更多地投向临近的突起结构,从而增加吸收,该变化会降低表面的镜像反射率,当波长增加时表面散射的影响会降低,这与图6和变化趋势对应。

从该反射镜膜层结构分析,Ni-Cr金属膜层厚度只有约10 nm,其光学作用可以忽略[12];金属Ag膜层在可见光和近红外波段几乎是不透明的;保护层 SiO_2 和 Al_2O_3 膜层较薄,在可见光和近红外波段透过率高。金属Ag膜具有复折射率,其虚部(即吸收系数)对偏振特性具有明显的影响[13],SiO_2 和 Al_2O_3 在该波长区域的消光系数很小,SiO_2 和 Al_2O_3 对偏振特性的影响也较小。温度升高至超过125 ℃,加速Ag膜与大气中的 H_2S、SO_2、和 O_2 等气氛发生化学反应[14],破坏光学表面。Ag膜的被腐蚀过程往往产生 Ag_2S 成分,由于 Ag_2S 其自身的光学特性,加上反常趋肤效应会引入额外的吸收[15]。综合上述原因,减少了350~900 nm波长范围的反射率。

对于反射镜而言,由于保护膜层的存在,化学反应的贡献不大,主要贡献为物理作用。当Ag膜反射镜的温度超过125 ℃后,表面也会变得粗糙,与Ag膜样品一样能够裸眼观察到表面变化,改变主要来自Ag层的氧化作用。

4 结 论

通过测量并分析25~150 ℃不同温度下的Ag膜反射镜的偏振光谱和反射率光谱,在125 ℃以下的温度环境中,制备的Ag膜反射镜总体保持稳定;环境温度高于125 ℃时,Ag膜表面发生变化,导致Ag膜在350~900 nm波长范围反射率降低。同时在温度升高的过程中,Ag膜反射镜的偏振特性在一定的波长范围出现了不同的变化,其中偏振特性对温度不敏感的稳定窗口出现在600~650 nm波长范围的红光波段。作为空间遥感有效载荷的金属Ag膜反射镜,在长期稳定工作中需要得到良好的保护,需要对环境温度进行控制,极端温度不应超过100 ℃。

参考文献:

[1] PHILLIPS A C,KOBAYASHI N P. Moisture barrier and chemical corrosion protection of silver-based telescope mirrors using aluminum oxide films by plasma-enhanced atomic layer deposition[J]. *Proc. of SPIE*,2013,8820:88200Y.

[2] 孙梦至,王彤彤,王延超,等. 大口径反射镜高反射膜研究进展[J]. 中国光学,2016,9(2):203-212.

SUN M Z,WANG T T,WANG Y C,*et al*.. Research development of high reflecting coating for large-diameter mirror[J]. *Chinese Optics*,2016,9(2):203-212.

[3] FELLER A,KRISHNAPPA N,SCH RMANN M. Reflectivity, polarization properties, and durability of metallic mirror coatings for the European Solar Telescope[J]. *Proc. of SPIE*,2012,8450:84503U-11.

[4] PHILLIPS A C,COWLEY D J. Progress toward high-performance astronomical coatings[J]. *Proc. of SPIE*,2010,7739:77393Y.

[5] BURGE D K,BENNETT H E,ASHLEY E J. Effect of atmospheric exposure on the infrared reflectance of silvered mirrors with and without protective coatings[J]. *Appl. Opt.*,1973,12(1):42-47.

[6] DOHRING T,PROBST A C,STOLLENWERK M,*et al*.. Development of low-stress Iridium coatings for astronomical x-ray mirrors[J]. *Proc. of SPIE*,2016,9905:99056S.

[7] SCHURMANN M,JOBST P J,STENZEL O,*et al*.. High-reflective coatings for ground and space based applications[J]. *Proc. of SPIE*,2017,10563:105630M.

[8] ROTHEN A. The ellipsometer, an apparatus to measure thicknesses of thin surface films[J]. *Review of Scientific Instruments*,1945,16(2):26-30.

[9] 廖延彪. 偏振光学[M]. 北京:科学出版社,2003.
LIAO Y B. *Polarization of Optics*[M]. Beijing:Science Press,2003. (in Chinese)

[10] 刘晓伟,郭会斌,李梁梁,等. 磁控溅射成膜温度对纯铝薄膜小丘生长以及薄膜晶体管阵列工艺良率的影响[J]. 液晶与显示,2014,29(4):548-552.
LIU X W,GAO H B,LI L L,*et al*.. Effect of sputter temperature on hillock formation in pure Al film and thin film transistor array process yield[J]. *Chines Journal of Liquid Crystals and Displays*,2014,29(4):548-552. (in Chinese)

[11] 李刚,孙连春,于兆波,等. 光学薄膜中的偏振效应[J]. 光学 精密工程,2003,11(6):647-651.
LI G,SUN L CH,YU ZH B,*et al*.. Polarization effects in optical thin films[J]. *Opt. Precision Eng.*,2003,11(6):647-651. (in Chinese)

[12] 高丽丽,徐莹,张淼,等. Mg 含量对 MgZnO 薄膜光学性质的影响[J]. 液晶与显示,2014,29(3):350-354.
GAO L L,XU Y,ZHANG M,*et al*.. Effects of Mg content on the optical properties of Mg ZnO films[J]. *Chines Journal of Liquid Crystals and Displays*,2014,29(3):350-354.

[13] 汤凯,程志恩,张海峰,等. 镀金属膜与非镀膜角锥棱镜远场衍射性能与测试[J]. 光学 精密工程,2016,24(10):353-360.
TANG K,CHENG ZH E,ZHANG H F,*et al*.. Far field diffraction performance and testing for metal-coated and uncoated cube corner prism[J]. *Opt. Precision Eng.*,2016,24(10):353-360. (in Chinese)

[14] MINAMITANI R. Corrosion rate for silver exposed to indoor atmosphere[J]. *Corrosion Engineering*,2015,64(1):14-19.

[15] ECHANIZ T,PEREZ-SAEZ R B,TELLO M J. Optical properties of metals:infrared emissivity in the anomalous skin effect spectral region[J]. *Journal of Applied Physics*,2014,116(9):6-118.

作者简介:

蒋丽媛(1990—),女,山东济南人,硕士研究生,主要从事红外光学薄膜方面的研究。E-mail: jiangly@shanghaitech.edu.cn

刘定权(1964—),男,陕西城固人,博士,研究员,主要从事薄膜光学与技术方面的研究。E-mail:dqliu@mail.sitp.ac.cn