红外硒基硫系玻璃光学非均匀性及影响因素分析

宋宝安[1],王乔方[2],张莹昭[2],戴世勋[1],徐铁锋[1],聂秋华[1],王训四[1],沈 祥[1],吴礼刚[1],林常规[3]

(1. 宁波大学 信息科学与工程学院,浙江 宁波 315211;2. 昆明物理研究所,云南 昆明 650223;
3. 宁波大学 材料科学与化学工程学院,浙江 宁波 315211)

摘 要:针对 Ge-Sb-Se 硫系玻璃光学非均匀性(内部条纹、裂纹、气泡、均匀性等)检测与表征的困难,提出了一种利用样品的近红外透射图像、及中红外线扩散函数和调制传递函数(MTF)并举表征其光学非均匀性的新方法,并建立了相应的检测装置。在此基础上,对自制的 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$(mol%)硫系玻璃样品进行了内部缺陷和光学均匀性测试,并比较分析了样品平面度与平行度对实验结果的影响。结果表明,近红外透射成像能清晰地检测到样品内部的条纹分布和缺陷;中红外线扩散函数和 MTF 可半定量地表征样品的光学非均匀特性;当表面光圈小于 1 时,均匀 Ge-Sb-Se 硫系玻璃样片的线扩散函数呈高斯分布,MTF 实验值与理论值相近且平均值相差小于 10%。

关键词:光学非均匀性; 硫系玻璃; 红外材料; MTF

中图分类号:TN213 **文献标志码**:A **文章编号**:1007-2276(2012)08-1985-05

Optical inhomogeneity of IR Se-based chalcogenide glasses and influencing factor analysis

Song Bao′an[1], Wang Qiaofang[2], Zhang Yingzhao[2], Dai Shixun[1], Xu Tiefeng[1],
Nie Qiuhua[1], Wang Xunsi[1], Shen Xiang[1], Wu Ligang[1], Lin Changgui[3]

(1. The Faculty of Information Science and Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China;
2. Kunming Institute of Physics, Kunming 650223, China;
3. The Faculty of Materials Science and Chemical Engineering, Ningbo University, Ningbo 315211, China)

Abstract: Aiming at the difficulties of charactering the optical inhomogeneity of opaque Ge-Sb-Se chalcogenide glasses(internal stripes, cracks, bubbles, uniformity, etc.), a new method was proposed which used the transmission image, line spread function and modulation transfer function (MTF), and the corresponding detection device was also established. On this basis, we studied the internal defects and optical inhomogeneity of the self-made $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ (mol%) chalcogenide glass and analyzed the influence of sample flatness and parallelism influence on the test results. The results show the near infrared imaging can clearly detect the stripes distribution and defects in the sample, the line spread function and MTF can characterize the inhomogeneity features semi-quantitatively. The experimental and theoretical average of

收稿日期:2011-12-22; **修订日期**:2012-01-22

基金项目:国家自然科学基金(60978058);教育部新世纪优秀人才计划;浙江省杰出青年基金(R1101263);浙江省教育厅高等学校科研计划(Y200907654);宁波市科技创新团队计划(2009B21007);宁波市自然科学基金(2011A610187);宁波大学王宽诚幸福基金和宁波大学人才工程(010011201)

作者简介:宋宝安(1980-),男,讲师,博士,主要从事红外光功能材料、器件的开发及检测。Email:songbaoan@nbu.edu.cn

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

MTF is with a difference of less than 10% when the surface aperature of samples is less than 1.

Key words: optical inhomogeneity; chalcogenide glasses; infrared material; MTF

0 引 言

硫系玻璃是一种以 VIA 族元素 S、Se、Te 为主要组份的红外光学材料，它具有较小的折射率温度系数($dn/dT=55\times10^{-6}/℃$，约为 Ge 单晶的八分之一)极宽的红外光谱透过特性、易于精密模压成型和大口径制备等特点[1-3]。随着焦平面阵列以及非冷却式红外探测器技术的发展，硫系玻璃已成为新一代大口径温度自适应红外光学镜头的优良候选材料，可与锗、硫化锌和硒化锌等晶体共同应用于新型热像仪的开发[4-5]。该热像仪将在军用肩扛枪瞄、战舰导航以及民用车载夜视、安防监控和电力故障检测等领域具有广阔的应用前景和巨大的商业价值[6-7]。

目前，Ge-Sb-Se 硒基玻璃是商用硫系玻璃体系中一种性能优良的无砷环保红外玻璃材料。因为这种体系的玻璃透过光谱范围为 0.8~14 μm，即可见光不能透过，所以采用常规的光学玻璃检测装置不能检测其内部条纹分布及相关缺陷(包括杂质、裂纹等)特征[8]，国内外也未见硒基红外硫系玻璃光学均匀性检测标准和内部缺陷检测规范的相关研究报道。这给硒基硫系玻璃的研究及相关红外产品的开发工作带来极大的不便。

文中将从检测原理设计、实验装置搭建和结果分析讨论 3 个方面研究红外硒基硫系玻璃条纹、裂纹和气泡等光学特性的检测与表征方法及影响因素。

1 原 理

1.1 内部缺陷测试装置原理设计

根据硒基硫系玻璃光谱特性 (透过光谱范围是 0.8~14 μm)，利用近红外透射成像原理，设计了检测硒基玻璃内部缺陷的实验装置，其原理如图 1 所示。图中，1 是近红外光源(卤素灯，光谱范围 0.4~2.0 μm)，2 是红外扩束望远镜，3 是直径可调的光阑，4 和 5 分别是起偏器和检偏器(在 1~2 μm 之间偏振度大于 99%)，6 是待测样品，7 是汇聚透镜，8 是 Si 焦平面探测器(响应波长范围 0.4~1.1 μm)，探测器前端装有带通红外滤光片(透过光谱范围是 0.8~2.5 μm)，9 是控制计算机，10 是自动机械平台。

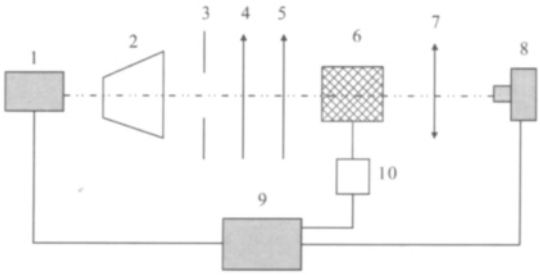

图 1 透射成像装置原理示意图

Fig.1 Schematic diagram of transmission imaging device

1.2 光学均匀性测试原理

内部缺陷检测装置能够定性地观察硒基玻璃样品的内部条纹分布、裂纹及气泡等情况。为了量化测量硒基玻璃样品的光学均匀性，提出了利用样品线扩散函数和 MTF 表征其非均匀特性的方法，通过此方法可以半定量表征样品的光学均匀性等级。线扩散函数和 MTF 是在美国 Optikos PT-100 MTF 仪器上测试获得的，测量原理装置如图 2 所示。图中，1 是红外光源，2 是 8~12 μm 带通滤光片，3 是红外扩束准直镜，4 是待测样品，5 是标准成像透镜，6 是可调狭缝，7 是带有三位移动平台的探测系统，8 是位置控制器，9 是控制计算机。标准成像透镜 5 的焦距是 50 mm，$F\#$ 值是 2.50，准直镜 3 的焦距是 2 500 mm，狭缝 6 的宽度为 200 μm，三位移动平台的移动范围是 250 μm(从 -125 ~125 μm)，扫描精度是 1 μm，狭缝扫描时步长为 5 μm。该装置中待测样品 4 等效为望远系统进行测试。

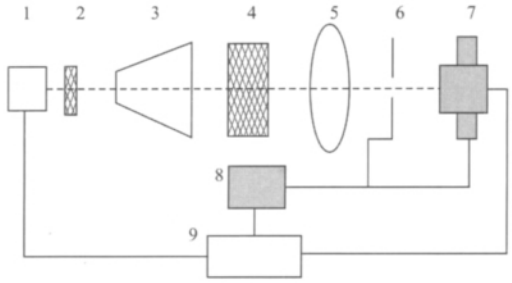

图 2 非均匀性检测装置原理示意图

Fig.2 Schematic diagram of the measuring device of inhomogeneity

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

2 实 验

选取组成为 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$(mol%)的硫系玻璃,采用高温熔融淬冷法制备。其详细制备工艺过程见参考文献[9-10]。制备实验中特意改变了相关的熔制工艺参数(如熔制温度、摇摆角度、淬冷方式等),获得系列硒基硫系玻璃。将制备的圆柱形玻璃棒经过切片、粗磨、精抛后,加工得到尺寸为 Φ 30 mm×10 mm 的圆片。采用美国 Perkin-Elmer 公司的分光光度计 lambda950(光谱测试范围 0.5~2.5 μm)和尼高力 380 型傅里叶红外光谱仪(光谱测试范围 2.5~25 μm)测量其透过光谱。采用德国 Zygo GPI-4″ XP/D 干涉仪测量玻璃样品的表面干涉图样。

玻璃样品内部缺陷检测过程中,首先,调节各个光学元件使它们同轴而且等高;其次,放入被测硒基玻璃样品,旋转调节起偏器和检偏器之间的相对角度,使光强落在探测器线性响应范围内;最后,控制计算机通过位置控制器驱动玻璃样品上下左右移动,便可获得样品在横向不同位置的系列透射图像,调节红外相机的焦距便可获得玻璃样品纵向不同位置的系列透射图像。玻璃样品的光学非均匀性测试过程中,先调节各个光学元件,使其具有相同的高度且同轴,再调节探测器 7 的位置,直至光强最强为止。调整好光路后,控制狭缝在子午面和弧氏面内进行扫描,获得标准透镜 5 的线扩散函数,经傅里叶变换后得到其 MTF。然后,将待测红外玻璃样品 4 放入光路中,再调节探测器 7 的位置,直到光强最强为止。调整完毕后,再次控制狭缝扫描,得到线扩散函数和 MTF,通过比较两次测得的结果,即可得到玻璃样品与标准镜头线扩散函数的中心差以及 MTF 的差值等光学非均匀性特征数据。

3 结果分析与讨论

3.1 样品的内部缺陷测量结果

利用图 1 所示的实验装置测量了不同制备工艺下得到的 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 玻璃的近红外透射图像,有缺陷样品的成像结果如图 3 所示。由图可知,该装置能清晰地观察玻璃内部缺陷,主要包括空洞(如图 3(a)所示)、裂纹(如图 3(b)所示)、环状条纹(如图 3(c)所示)、絮状条纹(如图 3(d)所示)和贯穿性条纹(如图 3(e)所示)等。这些缺陷主要是由于玻璃熔制过程中工艺参数(包括熔制温度、摇摆角度、出炉冷却方式等)的相异而造成的。通过优化玻璃的熔制工艺参数、出炉温度及冷却速率等,能有效地消除硒基玻璃内部缺陷,获得内部条纹和缺陷较少、光学均匀性良好的硒基玻璃,其透射图像如图 4 所示,图中亮斑中部较亮是由光源本身亮暗分布不均匀造成,通过对比背景光源的亮暗分布即可确认。

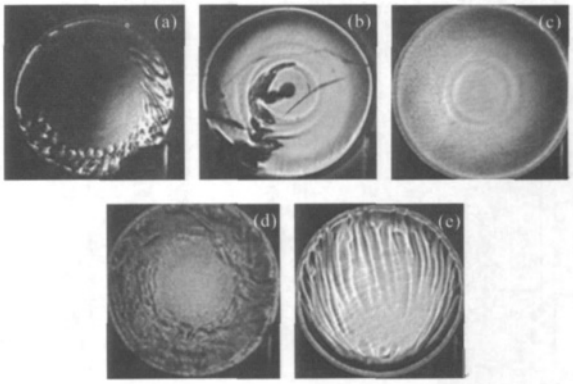

图 3 内部有缺陷 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 玻璃样品近红外透射图像

Fig.3 Near infrared transmission image of $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ glass with internal defects

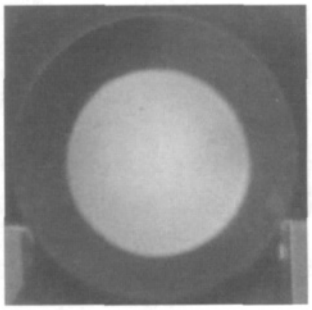

图 4 均匀的 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 玻璃样品近红外透射图像

Fig.4 Near infrared transmission image of homogeneous $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ glass

3.2 非均匀性结果

利用光学均匀性测量装置 2 对标准镜头和图 4 所对应的无内部缺陷的玻璃样品进行了线扩散函数与 MTF 测试,结果如图 5 所示,其中图(a)、(b)是标准镜头的测试结果,图(c)、(d)是玻璃样品的测试结果。其中,图(a)、(c)中两条线分别代表实验测得两正交方向的 LSF 值,图(b)、(d)中实线代表理论值,图中虚线分别是图(a)、(c)中对应线的傅里叶变换。由图

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

可知，标准透镜的实验值与理论值接近，无内部缺陷的玻璃样品尽管其线扩散函数在能量较低处不够光滑，傅里叶变换后获得的 MTF 有些波动，但仍然呈现较理想的高斯型，能量集中度高，MTF 在 1 lp/mrad 处与理论值相差小于 10%。实践表明，该样品经过加工、镀膜和装配后，安装到红外热像仪上，热像仪在 15 lp/mm 处的 MTF 检测结果为 67%，大于指标要求的两个百分点，满足设计要求。当玻璃样品的线扩散函数能量集中度较低，MTF 在 1 lp/mrad 处与理论值相差大于 10%时，装入热像仪镜头后，结果显示不能满足设计要求。

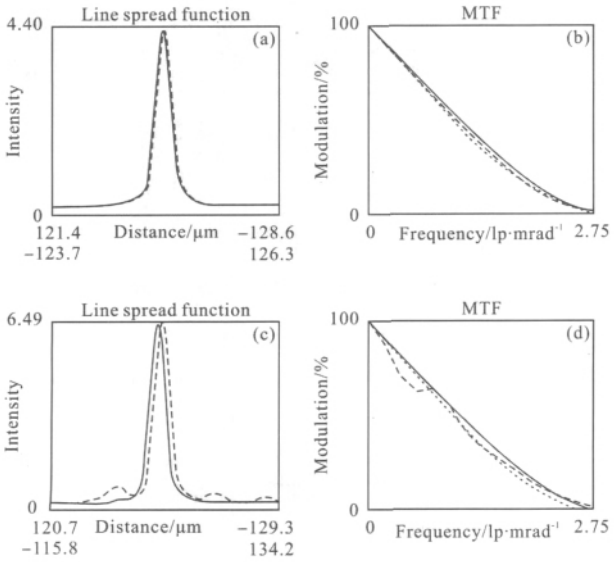

图 5 线扩散函数与 MTF 测试结果

Fig.5 Measurement results of line spread function and MTF

3.3 样品平面度与平行度对光学均匀性测量影响分析

在测量中发现，玻璃样品加工的质量，即平面度和平行度，将对其透射图像、线扩散函数与 MTF 测试结果产生较大的影响。图 6(a)和(b)分别为 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 玻璃样品精加工前后的表面干涉图样，图 6(a)显示精加工前玻璃样品的表面呈现“馒头”状，即中间高边缘低，而且表面抛光的痕迹比较明显，这将导致干涉条纹错综复杂。样品表面的高低不平以及抛光时的热流变等将严重影响该玻璃透射图样、线扩散函数和 MTF 的测量结果。图 6(b)为采用鼓点式抛光机两面精密抛光 6 h 后得到的表面干涉图样，可以看出：样品表面不良的抛光痕迹消失，干涉条纹明显减少，仅呈现简单的环状，精加工后样品的光圈 N 和局部光圈 ΔN 都小于 1。精加工前样品平行度大于 10′，精加工后样品平行度优于 1′。

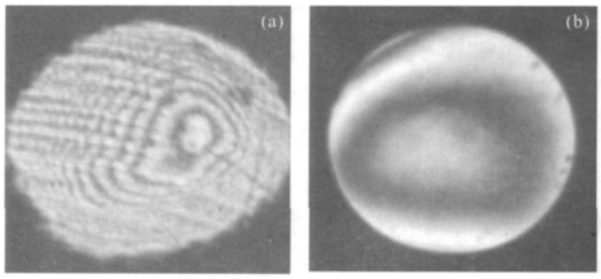

图 6 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 样品表面干涉图

Fig.6 Surface interference pattern of the $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ glass

玻璃样品的近红外透射图像如图 7 所示，图 7(a)为背景光源图样，图 7(b)为精密抛光前透射图样，图 7(c)为精密抛光后的透射图样。由图可知，当玻璃平面度与平行度较差时，光斑通过该玻璃后，会发生部分汇聚或发散，使得圆形光斑变成椭圆形，如图 7(b)所示，这将影响测试人员通过透射图样对材料均匀性的判断，当圆形光斑通过表面精密抛光的玻璃样品后其形状将不会改变，仍然保持圆形，如图 7(c)所示，通过此测试结果可以初步判断材料的均匀特性，再辅助线扩散函数与 MTF 测试结果，即可确定该材料是否能满足红外热像仪的要求。

对图 7(b)所示的精密加工前玻璃样品进行线扩

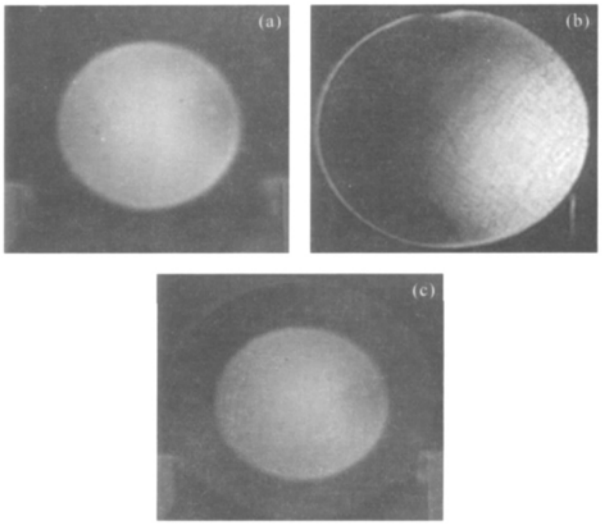

图 7 均匀 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 样品透射图像

Fig.7 Infrared transmission image of the homogeneous $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ glass

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

散函数与 MTF 测试,结果如图 8 所示,由图可知,即使玻璃样品的光学均匀性良好,当表面抛光较差时,线扩散函数及 MTF 测试结果与理论值将相差甚远。图 8(b)是该样品精密抛光后的测试结果。与图 5(b)相比,获得图 8 所示结果是因为样品的平面度与平行度会影响光线的传播方向,使部分光线发生汇聚或发散,进而使得光斑整体汇聚后不能呈现理想的高斯分布,这将严重影响通过线扩散函数与 MTF 测试结果对样品非均匀性等级的判断,所以在进行玻璃样品的非均匀性测试前,要对其进行精密抛光,使得平行度优于 1′,表面光圈 N 和局部光圈 ΔN 小于 1。

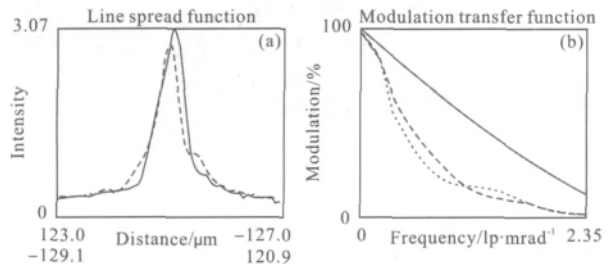

图 8 精密抛光前均匀 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 样品线扩散函数与 MTF 测试结果

Fig.8 Measuring results of line spread function and MTF of homogeneous $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ glass before polishing

测试结果表明,精密抛光后获得样品的近红外透射图样、线扩散函数与 MTF 能准确地反映玻璃内部的缺陷及光学均匀特性。

4 结 论

文中提出了一种利用硒基硫系玻璃样品的近红外透射图像、及线扩散函数和 MTF 表征其光学特性的新方法,设计并建立实验装置。在此基础上,系统研究了不同制备工艺下获得的 $Ge_{28}Sb_{12}Se_{60}$ 硫系玻璃在 0.8~1.1 μm 区间的近红外透射图像,8~12 μm 区间的线扩散函数和 MTF。详细分析了样品加工的平面度与平行度对近红外透射图像、线扩散函数和 MTF 测试的影响。结果表明,精密加工使玻璃样品表面光圈 N 与局部光圈 ΔN 都小于 1,平行度优于 1′后,在 0.8~1.1 μm 光谱区间的近红外透射成像能够清晰地观察到硒基硫系玻璃内部条纹分布和缺陷;在 8~12 μm 光谱区间的线扩散函数和 MTF 能够半定量地准确表征硒基硫系玻璃的光学均匀特性;均匀硒基硫系玻璃样品内部无条纹、气泡、裂纹、块状缺陷等,其线扩散函数呈现标准的高斯型,能量集中度较高,MTF 实验值与理论值在 1 lp/mrad 处相差小于 10%。

参考文献:

[1] Chen Guorong, Zhang Xianghua. Development of fine molded chalcogenide glasses for IR night vision [J]. ***Bull Chin Ceram Soc***, 2004, 23(1): 3−7. (in Chinese)

[2] Luo Shoujun, Huang Fuyuan, Zhan Daojiao, et al. Development of chalcogenide glasses for infrared thermal imaging system [J]. ***Laser & Infrared***, 2010, 40(1): 9−13. (in Chinese)

[3] Chen Guorong. Studies on passive and active optical properties of chalcogenide glasses [J]. ***Journal of the Chinese Ceramic Society***, 2007, 35(S1): 44−58. (in Chinese)

[4] Wang Dongwei, Zhang Xusheng, He Chuan, et al. Objective evaluation method for MRTD of IR thermal imager [J]. ***Infrared and Laser Engineering***, 2010, 39(4): 611−613. (in Chinese)

[5] Tang Gao, Chen Wei, Luo Lan. Influence of structural modification on properties of Dy3+−doped chalcohalide glass infrared fluorescence [J]. ***Infrared and Laser Engineering***, 2010, 39(1): 26−30. (in Chinese)

[6] Kulakova N A, Nasyrov A R, Nesmelova I M. Current trends in creating optical systems for the IR region [J]. ***J Opt Technol***, 2010, 77(5): 324−330.

[7] Ray Hilton, Chalcogenide Glasses for Infrared Optics [M]. New York: McGraw Hill, 2010: 131−148.

[8] Li Xishan, Chiang Anmin, Sha Chingshung. Discussion on the methods of measuring the homogeneity of optical materials [J]. ***Journal of the Chinese Ceramic Society***, 1978, 6(3): 149−165. (in Chinese)

[9] Nie Qiuhua, Wang Guoxiang, Wang Xunsi, et al. Effect of Ga on optical of novel Te−based far infrared transmitting chalcogenide glasses[J]. ***Acta Phys Sin***, 2010, 59(11): 7949−7955. (in Chinese)

[10] Shen Xiang, Nie Qiuhua, Xu Tiefeng, et al. Optical properties and crystallization of $GeSe_2-Sb_2Se_3-CsCl$ glasses [J]. ***Acta Phys Sin***, 2010, 59(3): 2045−2050. (in Chinese)

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net