

文章编号 1674-2915(2010)03-0274-05

# 多功能抗激光损伤高反射膜

赵缨慰, 付秀华, 李 珊, 宫大为

(长春理工大学, 吉林 长春 130022)

**摘要:**为了能同时满足半导体激光器和 YAG 激光器对薄膜的特殊要求,在分析高反射膜理论的基础上,选取  $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  为高、低折射率材料镀制了周期性多层介质高反射膜。研究了材料的光学及机械特性,重点解决了薄膜的消偏振和抗激光损伤问题。实验采用电子束真空镀膜并加以考夫曼离子源辅助沉积,利用 TFC 软件进行膜系设计,通过调整镀膜工艺参数和监控方法,在  $10\text{ mm} \times 1.8\text{ mm}$  的 K9 基底上镀制了符合要求的高反射膜,结果表明,当激光以  $45^\circ$  入射时,薄膜在  $900 \sim 1\ 100\text{ nm}$  的 p 光与 s 光的反射率均大于 99.95%。所制备的高反射膜性能稳定,抗激光损伤阈值高,能同时满足两种激光器的使用要求。

**关键词:**光学薄膜;高反射膜;激光损伤;消偏振

**中图分类号:** O484.41 **文献标识码:** A

## Anti-laser-induced damage high reflectance film with multifunction

ZHAO Ying-wei, FU Xiu-hua, LI Shan, GONG Da-wei

*(Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China)*

**Abstract:** In order to meet the special requirements of semiconductor lasers and YAG lasers for films synchronously, the principles of a high reflectance film were researched. Then, by choosing the  $\text{TiO}_2$  and  $\text{SiO}_2$  films as the higher and lower reflectance materials, a high laser-induced damage threshold reflectance film was deposited. The optical and mechanical properties of the materials were investigated and the depolarization and anti-laser-induced damage of the film were overcome. In experiments, the electron beam vacuum coating and the Kaufman ion source assisted technique were used to deposit the film and the TFC software was used to design the thin-film structure. By adjusting the parameters of coating process and monitor method, the high reflectance film was successfully deposited on a  $10\text{ mm} \times 1.8\text{ mm}$  K9 substrate. Obtained results show that the both reflectances of p-component and s-component have exceeded 99.95% at the wavelength of  $900\text{ nm} \sim 1\ 100\text{ nm}$  when the incidence of laser is  $45^\circ$ . The experiments demonstrate that the high reflectance film has a stable property and a high laser-induced damage threshold, and it is suitable for both semiconductor lasers and

YAG lasers.

**Key words:** optical thin-film; high reflectance film; laser-induced damage; depolarization

## 1 引言

近年来,随着激光技术的飞速发展,半导体激光器和YAG激光器的应用越来越广泛。在军用激光系统中,具有多种功能的单一光学元件正逐步展现出高集成、低成本的优点,在不同的工作波段具有相同的高反光谱性能的元件尤其令人关注。由此,对研究光学元件上的薄膜特性也有了较高的要求。光学薄膜的激光损伤是限制高功率激光器激光能量输出的关键因素,国内外对提高薄膜激光损伤阈值的方法进行了多方面的研究<sup>[1,2]</sup>。目前,国际上有报道提出,设计高性能的激光反射膜需要满足以下条件:(1)选取高低折射率差值大的材料组合,减少镀制膜层数,降低制备难度和生产成本;(2)从激光对薄膜的破坏角度来说,膜层材料应具有高的抗激光损伤阈值<sup>[3]</sup>。

本文针对半导体激光器和YAG激光器对薄膜的特殊要求,在分析了周期性多层介质高反射膜理论的基础上,选取了高低折射率材料,并研究了材料的光学及机械特性,重点解决了薄膜的消偏振和抗激光损伤问题。

## 2 膜系设计

根据薄膜理论,设计一个周期性多层介质高反射膜,每层薄膜厚度为 $\lambda_0/4$ 时,其光学导纳为:

$$Y = \left(\frac{n_H}{n_L}\right)^{2S} \cdot \frac{n_H^2}{n_g} \quad (1)$$

式中, $n_g$ 为基片的折射率, $n_H, n_L$ 分别为高、低折射率材料的折射率, $2S$ 为多层膜的层数。当光在空气中垂直入射时,中心波长 $\lambda_0$ 的最大反射率为:

$$R = \left[ \frac{1 - \left(\frac{n_H}{n_L}\right)^{2S} \left(\frac{n_H^2}{n_g}\right)}{1 + \left(\frac{n_H}{n_L}\right)^{2S} \left(\frac{n_H^2}{n_g}\right)} \right]^2 \quad (2)$$

由此可以看出 $\frac{n_H}{n_L}$ 的比值越大或者层数越多,反射率 $R$ 越高。同时设计高反射带的宽度:

$$\Delta g = \frac{2}{\pi} \arcsin\left(\frac{n_H - n_L}{n_H + n_L}\right) \quad (3)$$

由理论公式可以看出高反射带的宽度与制备高反射膜的材料有关,折射率的比值愈大,高反射带愈宽。

由于激光以 $45^\circ$ 入射,导致光的p分量和s分量表现出不同的有效折射率,引起偏振分离。若使 $\lambda/4$ 膜堆在中心波长处无偏振效应,则应有 $T^p = T^s$ 和 $R^p = R^s$ 。即偶数层:

$$\sqrt{\frac{\Delta n_0}{\Delta n_g} \frac{\Delta n_2 \Delta n_4 \cdots \Delta n_{2k}}{\Delta n_1 \Delta n_3 \cdots \Delta n_{2k-1}}} = 1 \quad (4)$$

奇数层:

$$\sqrt{\Delta n_0 \Delta n_g \Delta n_2 \Delta n_4 \cdots \Delta n_{2k}} = \Delta n_1 \Delta n_3 \cdots \Delta n_{2k} \quad (5)$$

可以看出,选择适合的材料进行匹配可以减少偏振分离<sup>[4-6]</sup>。而选择薄膜材料应考虑膜料在膜层所使用的波长范围内具有恰当的折射率,制备低损耗,高阈值的激光薄膜还应考虑膜层均匀性好、应力低、吸收小、附着力强、抗激光破坏能力高、温度稳定性好等特性。

### 2.1 材料选取

在近红外波段常用的具有较高损伤阈值的高折射率材料有 $\text{HfO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 和 $\text{ZrO}_2$ ,其特性如下:

(1) $\text{HfO}_2$ 在近红外波段吸收小,但 $\text{HfO}_2$ 是固态蒸发,镀制过程速率不稳定,较难沉积;

(2) $\text{TiO}_2$ 薄膜的折射率高,膜层在电子枪加热蒸发过程中极易分解,生成低价氧化物,使所成薄膜的吸收增大,但在高温充氧条件下,可减少吸收,膜层牢固稳定,在可见和近红外区透明。

(3) $\text{ZrO}_2$ 具有较高的折射率,易于蒸发得到低吸收的薄膜,而且膜层十分牢固。但在沉积过程中容易形成大的颗粒或造成结构的不均匀,致使膜层的粗糙度增大,膜层的吸收和散射损耗也随之增大,对抗激光性能不利,而且随着膜层的加

厚,折射率也会降低。

比较这几种高折射率材料可知,它们在性能上都有各自的优缺点,考虑机械性能和化学性能的稳定性,本文选择 TiO<sub>2</sub>作为高折射率材料。

常见的低折射率材料有 MgF<sub>2</sub>和 SiO<sub>2</sub>。MgF<sub>2</sub>具有张应力特性,与高折射率材料的应力特性不匹配,在多层膜的制备中容易引起脱膜;SiO<sub>2</sub>是一种分解很小的氧化物材料,其光吸收很小,牢固性好,且抗磨耐腐蚀,所以低折射率材料可选用 SiO<sub>2</sub><sup>[7]</sup>。

### 2.2 膜系设计

根据使用要求进行膜系设计,设计过程中考虑了以下3点:1. 尽量减少累计误差,总层数不易过多;2. 膜层不可太厚,以免应力大而产生脱膜现象;3. 厚度宜于监控,减少监控误差。全介质高反膜系的大体结构为 Sub| (H L)<sup>S</sup> H | Air,根据上述分析确定了能满足条件的周期膜系 Sub| (H L)<sup>11</sup> H | Air。其中 H 代表高折射率材料 TiO<sub>2</sub>,L 代表低折射率材料 SiO<sub>2</sub>,Sub 表示基底 K9,Air 表示空气,参考波长为 1 080 nm,采用 TFC 软件设计出的高反膜系的光谱反射率曲线如图 1 所示。

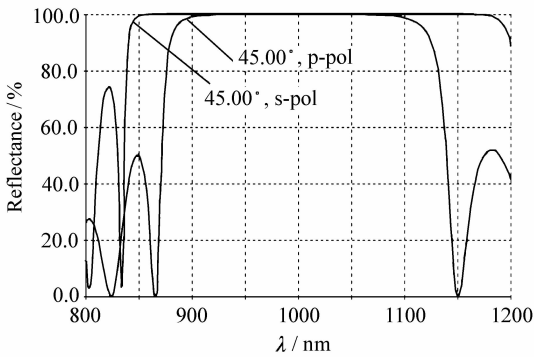


图 1 p 光与 s 光在 900 ~ 1 100 nm 的光谱反射率曲线

Fig. 1 Reflectance curves p and s rays in 900 ~ 1 100 nm

由图 1 可以看出,曲线基本满足设计要求,但上述曲线没有考虑实际工艺的误差和波长偏移,重新设计得到的理想设计曲线如图 2 所示。

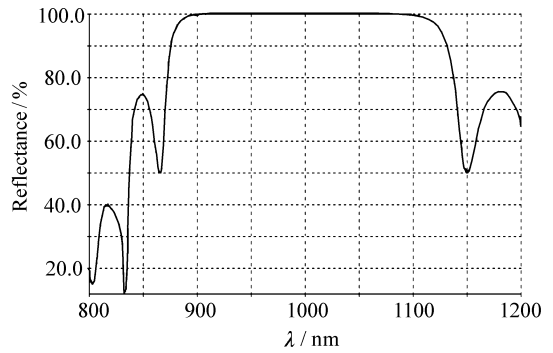


图 2 900 ~ 1 100 nm 波段理想的光谱反射率曲线

Fig. 2 Optimal design of reflectance curve in 900 ~ 1 100 nm

### 3 薄膜制备

由于光学元件面积比较小,成膜后的机械牢固度、应力状况、化学稳定性等光学性能都不稳定,所以需采用特殊的夹具进行装夹,即将多个光学元件排列放在一个 10 cm × 10 cm 的方形夹具上进行镀制。在镀制过程中光学元件容易被薄膜粘接在一起,将光学元件分开时,会使薄膜产生不规则形状,甚至脱落,影响使用,所以在光学元件之间放置了一片超薄的玻璃片,以使光学元件不在同一平面,从而不易被薄膜粘接,如图 3 所示。

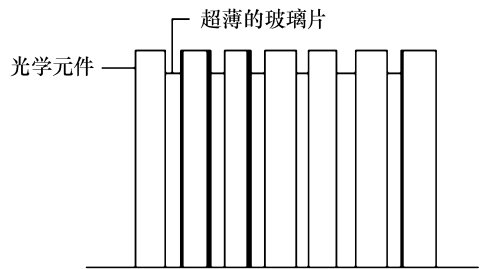


图 3 光学元件之间加入超薄的玻璃片

Fig. 3 Thin glass is inserted between the optical elements

薄膜制备工作是在国产 700 型真空镀膜机上完成的。首先用非常细的抛光粉擦拭镀件表面,然后用乙醇乙醚混合溶液擦拭干净,装入夹具,放

在基片架上(基片架采用球面行星式夹具,借助于均匀性补偿挡板,可获得良好的均匀性),抽真空。当真空度达到  $2 \times 10^{-2}$  Pa 时,对镀膜加热烘烤,烘烤温度为  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。当真空度为  $1.5 \times 10^{-3}$  Pa 时,打开考夫曼离子源轰击基底 15 min。

在镀制过程中需对材料充分预熔,同时控制电子枪束流,以免束流过大或者材料局部温度过高造成材料喷溅。由于  $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  在真空中加热蒸发时会分解失氧,形成高吸收的亚氧化钛和亚氧化硅薄膜( $\text{TiO}$ 、 $\text{Ti}_3\text{O}_5$ 、 $\text{SiO}$ 、 $\text{Si}^+$  等),于是在蒸镀  $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  时必须对真空室充氧,当真空度达

到  $1.0 \times 10^{-2}$  Pa 时, $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  的蒸汽分子可充分与氧离子结合。综合考虑膜厚控制的精确性和工艺的重复性,经过多次实验,最终确定  $\text{TiO}_2$  的蒸发速率大约在  $0.3\text{ nm/s}$ , $\text{SiO}_2$  的蒸发速率调整为  $0.6\text{ nm/s}$ ,而且膜层在离子轰击下更加致密,从而改善了薄膜的光学和机械性能。为提高膜层的强度,消除内应力,镀膜后的样品还需进行退火处理,温度升到  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  后恒温 1 h,然后自然冷却。采用极值法控制膜层厚度,其辅助离子源主要技术参数如表 1 所示。

表 1  $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  的离子源沉积参数

Tab. 1 Ion source deposition parameters for  $\text{TiO}_2$  and  $\text{SiO}_2$

	Beam		Neutralizer		$\text{O}_2$ gas
	$U/\text{V}$	$I/\text{mA}$	$U_{\text{Anode}}/\text{V}$	$U_{\text{Cathode}}/\text{V}$	capacity/ $(\text{cm}^2/\text{min})$
Clean coating	220	20	60	12	20
$\text{TiO}_2$	220	20	60	12	20
$\text{SiO}_2$	220	20	60	12	20

## 4 实验结果与分析

采用日本岛津 UV-3150 分光光度计对近红外区进行测试。经过多次反复实验,最后实测的光谱曲线如图 4 所示。

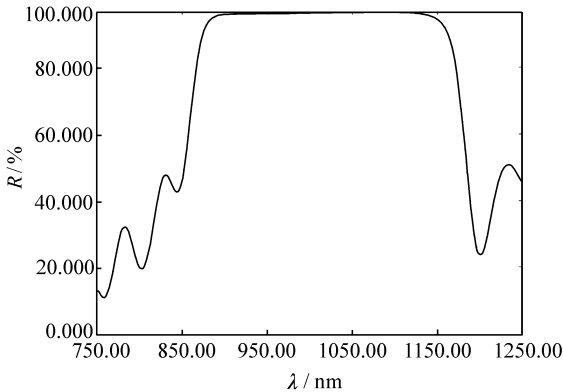


图 4 在  $900 \sim 1100\text{ nm}$  实测的反射率曲线

Fig. 4 Measured reflectivity curve in  $900 \sim 1100\text{ nm}$

由图 4 可以看出,曲线在  $900 \sim 1100\text{ nm}$  处的反射率均大于  $99.95\%$ ,然后用激光实测抗激

光损伤阈值,得到的结果满足要求。

为了保证光学元件的可靠性,对样品进行了环境试验。参照国标,按照使用要求测试的内容如下:

(1)附着力测试:参照美国军标,用 NICHIBAN CT-18 胶带紧贴镀膜表面,然后沿膜面垂直方向迅速拉起,重复 5 次,未有脱膜现象。

(2)高低温测试:将样品放入  $70 \sim -50\text{ }^{\circ}\text{C}$  下的测试箱内,保持 2 h,膜层未有明显变化。

(3)抗激光测试:利用半脉宽为  $20\text{ ns}$ ,  $1064\text{ nm}$  峰值密度为  $500\text{ MW}/\text{cm}^2$  的激光辐射膜层 150 次后,膜层无损坏。

经过环境测试后的样品,再用分光光度计测试,反射率曲线没有变化,满足使用要求。

## 5 结论

本文分析了周期性多层介质高反射膜的理论基础,选择  $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  为高、低折射率材料制备了周期性膜系。由于  $\text{TiO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  高、低折射率材料的匹配,提高了薄膜的抗激光损伤阈值,消除了由于激光斜入射而产生的偏振分离。制备过程中

解决了由于光学元件面积小而造成的膜层不牢固问题,所镀制的薄膜基本满足了半导体激光器和YAG激光器能同时应用的要求。当然本研究的

镀制样品只可以满足两种激光器的应用要求,若想实现薄膜的多用化,还有待进一步的研究和实验工作。

### 参考文献:

- [1] 蒋向东,张怀武,黄祥成. 激光高反射膜的研究[J]. 应用光学,2003,24(1):24-27.  
JIANG X D,ZHANG H W,HUANG X CH. Study of high reflection laser thin film[J]. *Appl. Opt.*, 2003,24(1): 24-27. (in Chinese)
- [2] 刘强,林理彬. 提高氧化物介质膜层损伤阈值的研究[J]. 中国激光,2003,30(7):637-641.  
LIU Q,LIN L B. Study on improving damage threshold of dielectric films[J]. *China Laser*,2003,30(7):637-641. (in Chinese)
- [3] 卜轶坤,赵丽,郑权,等. 高损伤阈值激光反射镜的设计方法[J]. 红外与激光工程,2006,35(2):183-186.  
BU Y K,ZHAO L,ZHENG Q,et al. Design method of high damage threshold laser mirror[J]. *Infrared and Laser Eng.*, 2006,35(2):183-186. (in Chinese)
- [4] 李明宇,顾培夫. 宽波长宽角度消偏振分光镜设计[J]. 激光与红外,2002,35(5):297-299.  
LI M Y,GU P F. Design of broadband and wide-angle non-polarization beam splitter[J]. *Laser and Infrared*, 2002,35(5):297-299. (in Chinese)
- [5] 唐晋发,顾培夫. 现代光学薄膜技术[M]. 杭州:浙江大学出版社,2006:103-114.  
TANG J F,GU P F. *Modern Optical Thin Film Technology*[M]. Hangzhou:Zhejiang University Press,2006:103-114. (in Chinese)
- [6] 田来科. 薄膜的光学特性分析[J]. 光子学报,1996,25(6):555-560.  
TIAN L K. Analysis of optical properties of thin-films[J]. *Acta Photonica Sinica.*,1996,25(6):555-560. (in Chinese)
- [7] 唐伟忠. 薄膜材料制备原理、技术及应用[M]. 北京:冶金工业出版社,1998.  
TANG W ZH. *Preparation of Principles of Thin Film Materials, Technology and Application*[M]. Beijing:Metallurgy Industry Press,1998. (in Chinese)
- [8] 和春风,路国光. 高功率980 nm垂直外腔面发射激光器(VECSEL)的理论研究[J]. 光学精密工程,2005,13(3):247-252.  
HE CH F,LU G G. Theoretical analysis of 980 nm high power vertical external cavity surface emitting semiconductor laser (VECSEL)[J]. *Opt. Precision Eng.*,2005,13(3):247-252. (in Chinese)
- [9] 尧舜,套格套,路国光. 68.5 W连续输出1 060 nm波段半导体激光列阵模块[J]. 光学精密工程,2006,14(1):8-11.  
YAO SH,TAO G T,LU G G. 1 060 nm wavelength high power diode array module[J]. *Opt. Precision Eng.*,2006,14(1):8-11. (in Chinese)

作者简介:赵纓慰(1985—),女,吉林长春人,硕士研究生,主要从事光学薄膜技术方面的研究。

E-mail:kuangyexunshu@yahoo.com.cn

付秀华(1963—),女,吉林长春人,教授,主要从事光学薄膜技术及半导体激光器制造工艺方面的研究。

E-mail:goptics@126.com