

He-Ne 激光管反射镜膜层的表面分析

郁继荣 罗宗南 杨正名 钟 嫒

(南京工学院)

提要: 用 XPS、AES、SEM 等表面分析方法对 He-Ne 激光管反射镜膜的元素成分、浓度、价态以及表面形态在寿命过程中的变化作了研究,证明镜膜的损伤和沾污是激光管失效的重要因素。

Surface analysis of the films for He-Ne laser mirrors

Yu Jirong, Lu Zhongnan, Yang Zhengming, Zhong Yuan

(Nanjing Institute of Technology, Nanjing)

Abstract: The change of chemical composition, concentration, valence and image of thin films for He-Ne laser mirrors within the lifetime have been studied with surface analysis methods such as XPS, SEM, and AES, etc., The results show that the damage and contamination of thin films lead to the failure of the lasers.

研究 He-Ne 管的失效机理不仅有利于提高器件质量,而且对建立器件的质量标准也有重要意义。我们对光学谐振腔的损耗、特别是反射镜膜层在寿命过程中的变化进行了研究。

一、He-Ne 激光管反射镜膜层表面的 AES 和 XPS 分析

He-Ne 激光管使用的反射镜膜层,是在真空条件下由 ZnS 和 MgF₂ 二种材料交替蒸镀而成。当表面元素组份和化学结构发生变化时,无疑将改变镜膜的反射率。我们利用光电子能谱(XPS)和俄歇电子能谱(AES)^[2],对未经使用的反射镜(简称新膜)和从失效激光管上取下的反射镜(简称旧膜)进行膜层表

面分析。通过分析多个样品研究了镜膜在激光管工作过程中的变化。

1. 镜膜表面元素成份

图 1、图 2 是用 XPS 技术获得的新膜和旧膜典型的能谱图,反应膜层表面的元素成份。因为 XPS 的分析厚度小于膜系每层的厚度 $\lambda_0/4$, 因此膜层表面应只有 S 和 Zn 二种元素。图 1 所示的新膜表面有 S、Zn、C、O 四种元素,而图 2 所示的旧膜除此之外还有 F、Mg、Fe 等杂质。表面分析中出现的 C 和 O 是由于样品真空中残余 CO 气体在电子束作用下分解的结果,而旧膜表面出现的其它元素则是膜层被破坏的特征。因为 ZnS 的破坏阈值较低,在高速电子、离子、受激原子和真空紫外光子的轰击下,容易打伤,甚至出

收稿日期:1986年7月14日。

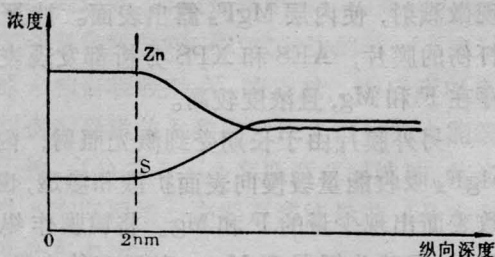


图4 Zn和S的纵向浓度分布图

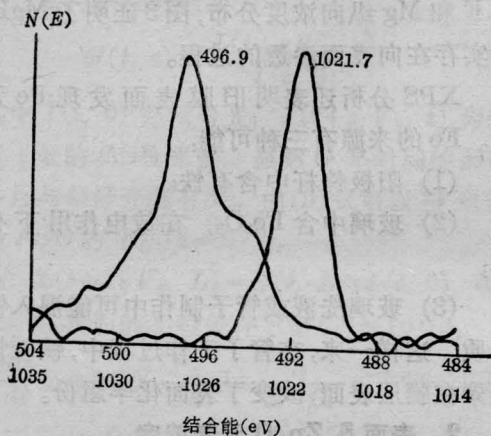


图5 新膜Zn的价态分析

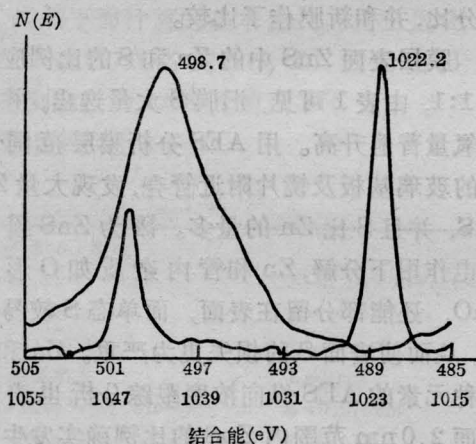


图6 旧膜Zn的价态分析

镜膜吸附所致^[3]。

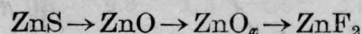
3. 表面元素的化合价分析

用XPS分析表面元素的化合价,进一步研究了表面的化合物结构和氧等其它杂质对镜膜表面化合物的影响。

(1) 表面Zn的化合物

图5、图6是新膜和旧膜典型的Zn的化合价分析能谱图。查能谱分析手册可得到

Zn形成的化合物类型。除新膜为ZnS以外,旧膜表面的Zn还和氧或其它物质反应生成Zn的其它化合物,如图6所示形成ZnO_x。并且化合物的种类与激光管工作电流和工作时间的乘积以及管子品质因素有关。随乘积的增大,其变化顺序为:



说明O等杂质对表面膜层的化学结构变化起着重要作用。

(2) 表面S的化合物

图7、图8是新膜和旧膜典型的S的化合价分析能谱图。分析发现,除了新膜以外,旧膜表面一般都出现二个峰,位于162eV处的峰对应ZnS,而位于169eV左右的峰对应形成SO₄²⁻的化合物,查能谱手册表明是Fe₂SO₄和Na₂SO₄等物质,这与表面元素成份分析中检测到的Fe元素正好吻合。并且

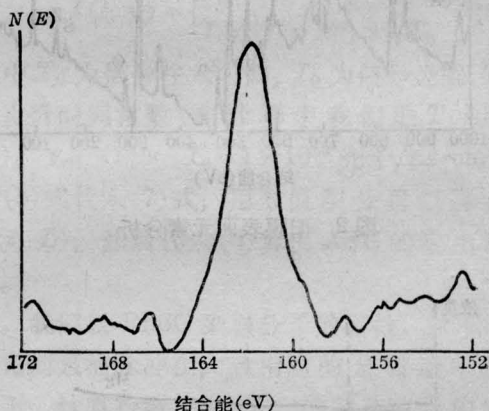


图7 新膜S的价态分析

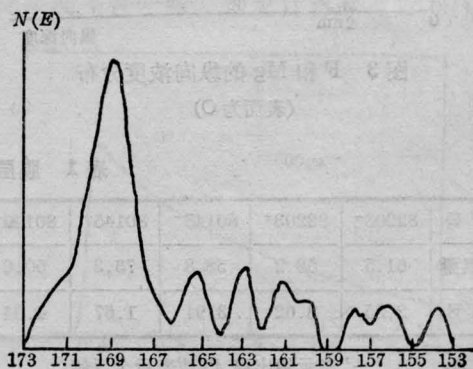


图8 旧膜S的价态分析

随激光管工作电流和工作时间乘积的增加,代表 ZnS 的峰也逐渐降低,而代表 SO_4^{2-} 的峰逐渐升高,直至表面 2.0nm 左右深的区域内 ZnS 完全变成 S 的其它化合物,以至于表征 ZnS 的峰完全消失,如图 8 所示该膜表面 S 主要以 Fe_2SO_4 形式存在。

根据以上分析,证明镜膜表面在 He-Ne 管工作过程中,受到 Fe、O 等杂质的沾污,内层的 MgF_2 也通过渗透或表面溅射而出现在膜层表面,改变了表面元素成份。ZnS 膜层在放电产生的粒子轰击下分解, S 大量逸出, Zn 和 O 等杂质形成 ZnO 、 ZnO_x 、 ZnF_2 等化合物,而 S 也形成 Fe_2SO_4 等化合物,破坏了表面的化学结构,增加了光学谐振腔的损耗,使激光功率下降而失效。

二、He-Ne 激光管反射镜膜层表面 SEM 分析

利用扫描电子显微镜 (SEM) 进一步研究了膜层表面形态。

1. 膜层表面污染

如图 9 所示为铝阴极溅射物污染的膜层表面。铝阴极长期受到各种粒子的轰击,逐渐破坏表面致密的氧化层,特别是当管内存在微量的氢气时,它和阴极表面的 Al_2O_3 发生反应,加剧了破坏过程,使铝阴极产生溅射,溅射出来的铝原子进入放电空间和毛细管中,随放电等离子体内部的带电粒子一起

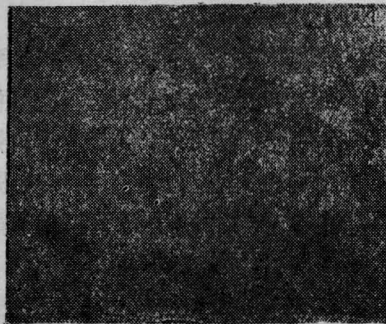
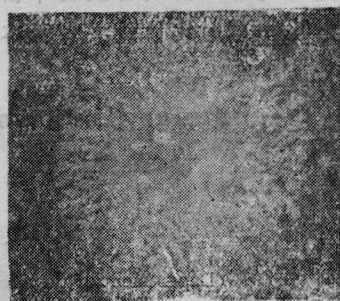


图 9 膜片表面铝沾污的典型照片

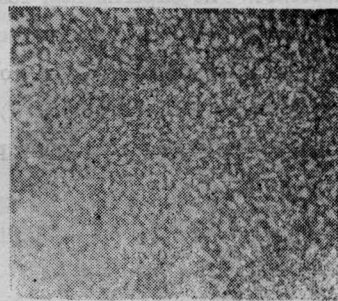
喷向反射镜膜层表面,形成沾污。管内残存的有机物分子也是形成表面污染的重要原因。

2. 反射镜膜层的损伤

从 SEM 所获得的照片可见,镜膜受到破坏最严重的是表面损伤。激光管工作过程中产生的高速电子、离子流、受激原子以及真空紫外光子等对膜层表面不断作用的结果,使表面甚至用肉眼就能观察到伤痕。典型的照片见图 10。由于膜层表面的粗糙度增加,必然使散射损耗增大。铝原子或有机物对光的吸收的增加,也增大了膜层的吸收损耗,导致激光管失效的重要原因。



(a)



(b)

图 10 反射镜膜层表面损伤的 SEM 照片

(a) 工作 10100 小时,放大 150 倍,

(b) 工作 6500 小时,放大 1500 倍

胡建栋同志参加了部分实验及分析工作。

参 考 文 献

- [1] 罗宗南;《中国激光》,1987, 14, No. 3, 159.
- [2] T. W. Humpherys, R. L. Lusk; *J. Vac. Sci. Tech.*, 1981, 18, No. 2, 296.
- [3] J. V. Martinez; *J. Appl. Phys.*, 1966, 37, 4477.