

不同能量的离子束辅助淀积 的光学薄膜

范瑞瑛 陆月妹

(中国科学院上海光机所, 201800)

摘要: 本文以 TiO_2 薄膜为例, 研究并分析了不同能量的离子束辅助淀积的薄膜的光学性能、激光破坏阈值及微结构。

关键词: 薄膜, 光学特性, 吸收, 散射, 损伤阈值, 微结构, 离子辅助, 轰击能量

Ion-assisted deposition of optical thin films at different ion beam energies

Fan Ruiying, Lu Yuemei

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai)

Abstract: Optical properties, laser-induced damage thresholds and microstructures of IAD thin films at different energy bombardment were investigated and analysed with TiO_2 thin film as an example.

Keywords: thin film, optical properties, absorption scattering, damage threshold, microstructure, ion-assisted deposition, bombardment energy

一、前 言

TiO_2 是一种高熔点的氧化物膜料, 它在可见光区和近红外波段有很好的透明性, 并具有高的折射率和高抗激光损伤阈值, 因此较广泛地应用于激光薄膜中。但大量研究表明, 用传统的真空蒸发淀积的薄膜存在两个问题: 一是由于薄膜的柱状结构, 膜层的填充密度低于 1, 致使膜层的性能随环境条件的变化很敏感; 二是由于氧化物膜料在蒸发过程中容易分解, 造成淀积膜层的化学计量的改变, 生成一些亚氧化物分子或离子, 导致膜层吸收的增加。这两方面的问题对涂层性能的稳定和抗激光损伤极为不利, 而采用离子辅助淀积技术可使之得以改善^[1, 2]。

本文对不同能量离子束辅助淀积的 TiO_2 涂层进行了研究和分析。结果表明, 这些涂层的性能(包括折射率及其随时间的变化、吸收率、积分散射率等)、激光破坏阈值以及微结构均与辅助的离子束的能量有关。

二、实验条件

本实验中, 样品是在 GDM-450 型镀膜机上用 E 型电子枪蒸发制备的, 可用的辅助离子源为热阴极 Kaufman 源。实验装置见图 1。

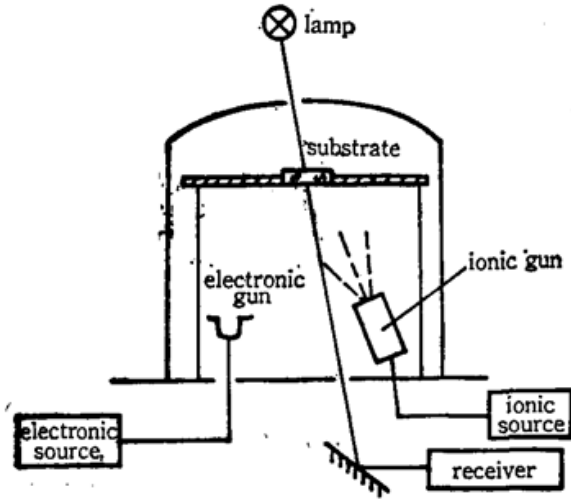


Fig. 1 Experimental arrangement

在样品制备过程中, 基底不加热烘烤, 各样品的制备条件, 除了所用辅助离子束能量不同外, 其余条件(例如真空度、淀积速率等)基本上保持一致。

样品的折射率用椭偏仪测定, 吸收率用热光偏转法测定, 积分散射率则由 SSY-1 型激光散射仪^[8]测定, 激光损伤实验是在 Nd:YAG 激光系统上进行的(波长为 $1.064 \mu\text{m}$, 脉宽为 10 ns, 光斑直径为 $90 \mu\text{m}$), 微结构的分析是在 TEM-2000X 型透射电镜上进行的。

三、实验结果

3.1. 光学性能

表 1 列出了在 K_9 基底上, 用不同能量离子束辅助淀积的单层 TiO_2 的折射率值及其随时间的变化。从这些结果可以看出, 随着离子束能量的增加, 涂层折射率增大, 而其随时间的变化却减小。这表明, 较高的离子束能量使淀积的膜层较致密, 于是膜的稳定性也就更好。

Table.1 Refractive index ($\lambda=0.633\text{nm}$) vs ion-beam energy

ions-beam energy (eV)	Time after deposition (days)					
	1	5	6	7	11	15
	refractive index					
0	2.017	2.036	—	—	2.057	2.073
200	2.022	2.036	2.043	2.045	2.058	2.077
400	2.106	2.120		2.129	—	2.164
600	2.314	2.334	2.338	2.336	—	2.336
800	—	2.329	2.325	2.328	2.336	2.336

表 2 列出了不同离子束能量辅助淀积的单层 TiO_2 膜的吸收率 A 、积分散射率 S 和表面粗糙度 σ 。这里的吸收率是一个相对值, 把在同样制备条件下, 未加离子辅助(即 $J=0$)的样品的吸收率视为 1, 其余的相对于它而言。从这些结果可以看出: (1)对于离子束能量为 200 eV 和 400 eV 的样品, 吸收率明显地减小; 离子束能量为 50 eV 和 600 eV 的样品吸收率与不

加离子辅助的样品基本一致; (2) 在离子束能量低于 800 eV 的范围内, 离子束能量越高, 样品的积分散射率越低, 涂层表面也就越光滑, 这个结果与用透射电镜对涂层表面形貌的观察结果相符合。

Table 2 Absorptance, scattering and surface roughness vs ion-beam energy

ion-beam energy (eV)	relative absorptance ($\lambda=632.8$ nm)	scattering (10^{-4}) ($\lambda=632.8$ nm)	surface roughness (nm)
0	1	11.74	1.73
50	0.94	9.339	1.55
200	0.64	7.272	1.37
400	0.56	5.834	1.22
600	1.22	4.184	1.04
800	2.22	11.91	1.75

3.2 微结构

图 2 给出了用透射电镜观察并拍摄的三种不同薄膜样品的表面形貌和衍射图。结果表明用 200 eV 和 600 eV 离子束辅助的样品与常规不加离子辅助(基底温度为 250°C)的样品均呈现无定形的晶型构造, 但它们的颗粒尺寸却有很大的不同, 600 eV 离子束辅助下的膜的颗粒度比 200 eV 的约小一倍, 正是这个原因, 与颗粒度相关的涂层的散射率就明显减小。

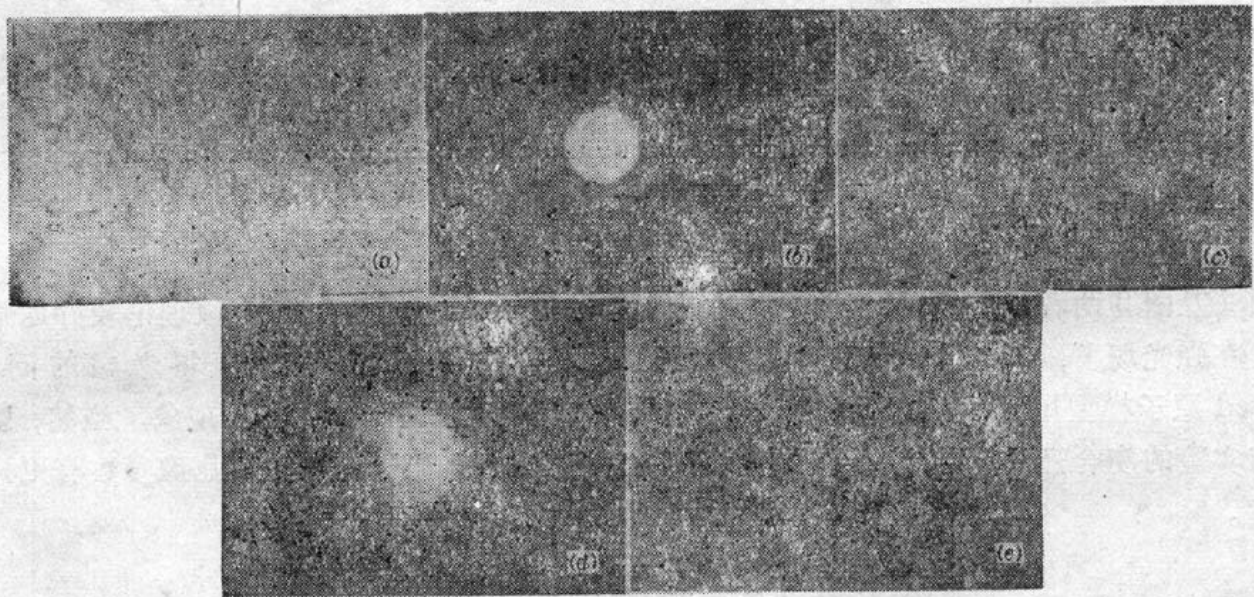


Fig. 2 Microstructures vs bombardment energy

(Photographed by jem 200 X transmittive electron microscope/50000 \times). (a), (c), (e) - morphology observed, (b), (d) - electron diffraction pattern. (a), (b): ion-beam: 200 eV; (c), (d): ion-beam: 600 eV; (e) traditional vacuum deposited sample

3.3. 激光破坏阈值

表 3 列出了用离子辅助沉积的 TiO_2 涂层在 $1.064 \mu\text{m}$ 激光作用下的破坏阈值。结果表明: 200 eV 的离子束辅助样品具有最高的抗破坏阈值, 其阈值约是不加离子辅助样品的 2 倍, 而 600 eV 和 800 eV 辅助的样品的破坏阈值最低, 大约是未加辅助样品的 30%。

Table. 3 Laser-induced damage threshold vs ion-beam energy

 $(\lambda=1.064\mu\text{m}, \tau=10\text{ ns}, \text{spot diam}=90\mu\text{m})$

ion-beam energy (eV)	0	50	200	400	600	800
LIDT(J/cm ²)	7.39	7.07	16.5±2.0	7.86	5.03	5.03

四、讨 论

实验结果表明, 离子辅助淀积技术对于 TiO₂ 涂层质量的改善强烈地依赖于离子束的能量。当能量较低时, 例如 50 eV, 那么离子束轰击的效果是很弱的, 当能量很高时, 例如 800 eV, 那么离子束轰击将对涂层带来损害。因此, 在采用离子辅助技术时, 必须根据实际需要选择合适的离子束能量。

本实验也可以看出, 被研究涂层的激光破坏阈值与测得的吸收率、散射率或微结构并不是简单地相关, 内中机理有待于进一步研究。

在本实验工作中, 我所的陈奕升同志, 研究生吴周令、苏星同学, 以及上海硅酸盐所的宋祥云同志给予大力支持, 在此深表感谢。

参 考 文 献

- 1 P. J. Martin, *Journal of Materials Science*, **21**, 1 (1986)
- 2 J. O. Mcneil, A. C. Banon *et al.*, *Appl. Opt.*, **23** (4), 552 (1984)
- 3 Y. S. Chen, W. G. Wang, *ICO-13 Conference Digest*, 1984, 546 (Sapporo, Japan)

(上接第 373 页)

到, 但未去除碰撞加宽), 故在计算中令 $R=10\text{ MHz}$ 。

图 4 及图 6 两者非常相近, 说明对铀这样复杂的原子, 可用简单的三能级理论较好地加以描述。在强光场下, 跃迁光谱将发生分裂现象, 这是同位素分离工程中值得考虑的问题, Dressed 原子模型用于计算, 虽然只给出近似结果, 但却能较好地描述实验现象。当然, 以上理论与实验的吻合还是定性的, 定量的比较还需对激光强度、原子的各能级弛豫参数有更详细的了解。

参 考 文 献

- 1 沈元壤, 《非线性光学原理》下册, 科学出版社, 北京, 1984, 55
- 2 S. H. Autler, C. H. Townes, *Phys. Rev.*, **100**, 344(1955)
- 3 R. W. Boyd, Murray Sargent III, *J. Opt. Soc. Am. B*, **5**(1), 99(1988)
- 4 C. Delsart, J.-C. Keller, *J. de Physique*, **39**, 350(1978)
- 5 J. L. Picqué, J. Pinard, *J. Phys. B*, **9**(5), L-77(1976)
- 6 J. E. Bjockholm, P. E. Liao, *Opt. Commun.*, **21**, 132(1977)
- 7 C. Cohen-Tanaodji, Serge Roynand, *J. Phys. B: Atom. Molec. Phys.*, **10**(3), 345(1977)
- 8 E. Miron, R. David, G. Erez, *J. Opt. Soc. Am.*, **69**(2), 256(1979)
- 9 W. Demtröder, *Laser Spectroscopy*, Springer-Verlag Berlin, Heid Heidelberg, New York, 1982, 15