

杂质对光学薄膜激光损伤阈值的影响

胡海洋 范正修 刘 晔 赵 强 范瑞瑛 黄日成

(中国科学院上海光机所 上海 201800)

提要 通过对一系列 $1.06 \mu\text{m}$ $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 全反膜样品进行的激光损伤阈值测试,以及二次离子质谱杂质含量测定的结果进行的比较分析,提出了减小膜系制备过程中杂质污染是提高光学薄膜激光损伤阈值行之有效的途径。将理论分析运用于具体生产实践中,获得了令人满意的结果。

关键词 杂质,激光损伤阈值,二次离子质谱,光学薄膜

1 引 言

杂质缺陷是影响薄膜激光损伤阈值的重要因素,由于真空气室、基本加工情况、成膜过程的影响,使得在薄膜中存在比材料成分更多的杂质缺陷;杂质缺陷包括: Cu, Fe, W 等吸收物质,碳氢化合物,材料喷溅分解形成的结瘤等。

深入了解制备过程中杂质污染对薄膜损伤阈值的影响,必须确定膜内杂质含量与膜系损伤阈值之间的关系。由于一般用来进行组分分析的电子能谱测量精度及探测深度的局限性,无法完成对膜内微弱量杂质进行深度剖析,这使得大多数有关杂质与膜品质关系的讨论仍停留在理论分析的基础上,没有可靠的实验数据为依据。针对这一缺点,采用二次离子质谱法 (Second Ion Mass Spectroscopy—SIMS) 对光学薄膜的杂质含量进行了定性测试;膜样品采用具有相同主成分而制备条件略有差异的 $1.06 \mu\text{m}$ $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 全反膜,其损伤阈值通过 1-ON-1 激光损伤实验测得。对所得数据的比较分析得出了改善制备环境、克服杂质干扰是一条行之有效的提高薄膜损伤阈值的途径。

2 实验方法

2.1 损伤阈值测试

采用 1-ON-1 激光损伤实验装置^[1],如图 1 所示,测量样品的损伤阈值。其有关参数列于表 1。电光调 Q 振荡器组成 Nd: YAG 激光系统,输出波长为 $1.06 \mu\text{m}$,脉宽为 5 ns ,工作模式为 TEM_{00} ,入射光经一焦距为 210 mm 的消像差非球面透镜聚于样品靶面。

图 2 为靶面光斑的光强分布曲线,此曲线通过测量逐级衰减的光斑尺寸获得,通过对该曲线的高斯拟合,从而得到靶面聚焦的光斑半径为 158 nm 。

实验中通过增减衰减片来实现激光脉冲能量的调整。同时每次测量时都利用激光能量计

实时监测脉冲的能量,以消除激光能量输出随机起伏的影响。

损伤的探测以人眼在 $80\times$ 显微镜下观察到单次激光照射所造成膜表面不可逆形貌变化及 He-Ne 散射为准。阈值采用测定 0% 损伤几率下的入射能量密度,单位为 J/cm^2 。这种取值可真实地反映出膜系样品的激光抵抗强度。

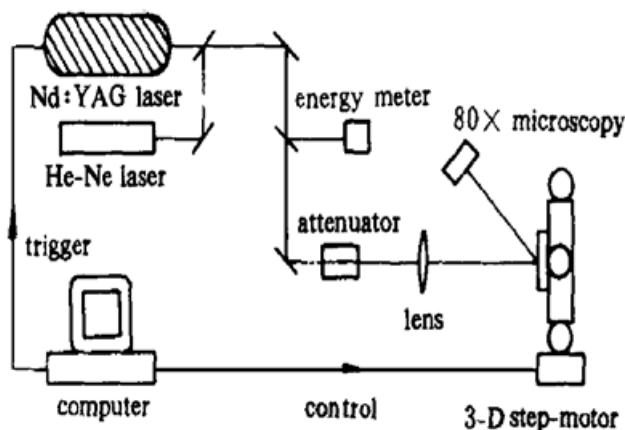


图 1 激光损伤实验装置

Fig. 1 Experimental setup for the laser induced damages measurement

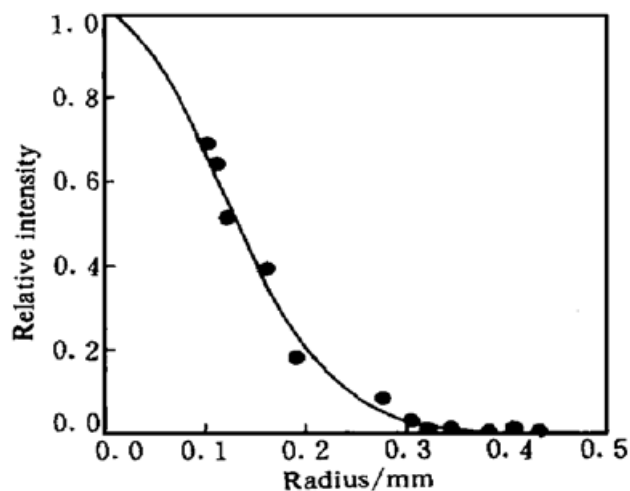


图 2 靶面光斑的光强分布曲线

Fig. 2 The relationship between the laser intensity and radius on the target surface

表 1 激光损伤测试实验参数

Table 1 Parameters of experiment

Wavelength	1.06 μm	Radius of laser beam	158 nm	FWHM	5 ns
Laser beam	TEM ₀₀	Laser energy distribution	Gauss		

2.2 杂质含量测定

二次离子质谱法是采用质谱仪器测量离子质核比的一种技术^[2],由于二次离子直接来源于样品表面,只有其表面有这种成分,才能成为二次离子而被检测出来,因此 SIMS 法的信噪比很高。其检测样品表面成分含量可达 10^{-6} 数量级,甚至可达 10^{-12} 数量级。比一般用来进行膜组分分析的电子能谱:包括 X 射线电子能谱(X-ray Photoelectron Spectroscopy—XPS)、俄歇电子能谱(Auger Electron Spectroscopy—AES)低两个数量级^[3],使其能探测膜内极其微弱的杂质含量。同时由于 SIMS 动态测量深度剖析的范围较大,使了解膜层内远离表面的内部杂质含量成为可能。

因此,我们最终选用 SIMS 测量杂质含量。杂质的产生与薄膜制备的环境密切相关,考虑到测试样品均在扩散泵真空系统中制备,有可能造成杂质污染的因素有以下几种:首先由于存在返油污染,据资料显示^[1],一般无挡油装置扩散泵的返油率可达 $10^{-2}\sim 10^{-3}\text{ mg}/\text{s}\cdot\text{cm}^2$,这样大量的油蒸气向真空室逆扩散将造成严重的油膜层污染,因油的主要成分是碳氢化合物,C 元素的含量直接反映这种污染的多少;其次是溅射用电子枪阴极灯丝 W 的溅射污染;以及蒸发材料用的铜坩埚、真空室内的不锈钢电极及基片夹在制备过程中受电子枪轰击引出栅造成的 Cu, Fe 的污染;另外薄膜制备材料也可能带入一定的杂质,其主要以玻璃材料的 Fe 杂质为主。因以上所述的杂质对不同波长的光波都具有强吸收特性,故此我们选定 C, Cu, Fe, W 为 SIMS 检测的杂质元素。

3 结果分析

通过 1-ON-1 损伤实验测得了四块样品(Sample 1~ Sample 4) 的损伤阈值, 如表 2 所示。

表 2 1-ON-1 激光损伤阈值

Table 2 1-ON-1 laser induced damage thresholds (J/cm^2)

Sample number	Laser induced damage threshold/ J/cm^2	Sample number	Laser induced damage threshold/ J/cm^2
1	10.82	3	22.52
2	12.37	4	33.63

图 3 是用 SIMS 法对上述样品测得的组分含量随深度变化的谱线, 其中横轴代表剖析深度; 纵轴为二次离子代表该元素含量的高低。

比较上述结果, 不难发现样品 1, 样品 2 所含杂质较样品 3, 样品 4 多, 其阈值也相对较低。可见杂质含量的确直接影响损伤阈值。

从制备角度分析, 采用较大电子枪制备的样品 1, 因其电子枪阴极灯丝暴露, 直接对准膜表面, 使得灯丝 W 自身溅射和被其引出栅的 Cu, Fe 溅射物含量都很高(图 3(a)), 阈值也相对最低。对电子枪 W 丝加钨片屏蔽所制备的样品 2, 屏蔽作用并不显著, 见图 3(b), W, Cu, Fe 的含量仍偏高, 其阈值未能得到较大改善。样品 3 是采用电子束+离子辅助技术(IAD) 制备

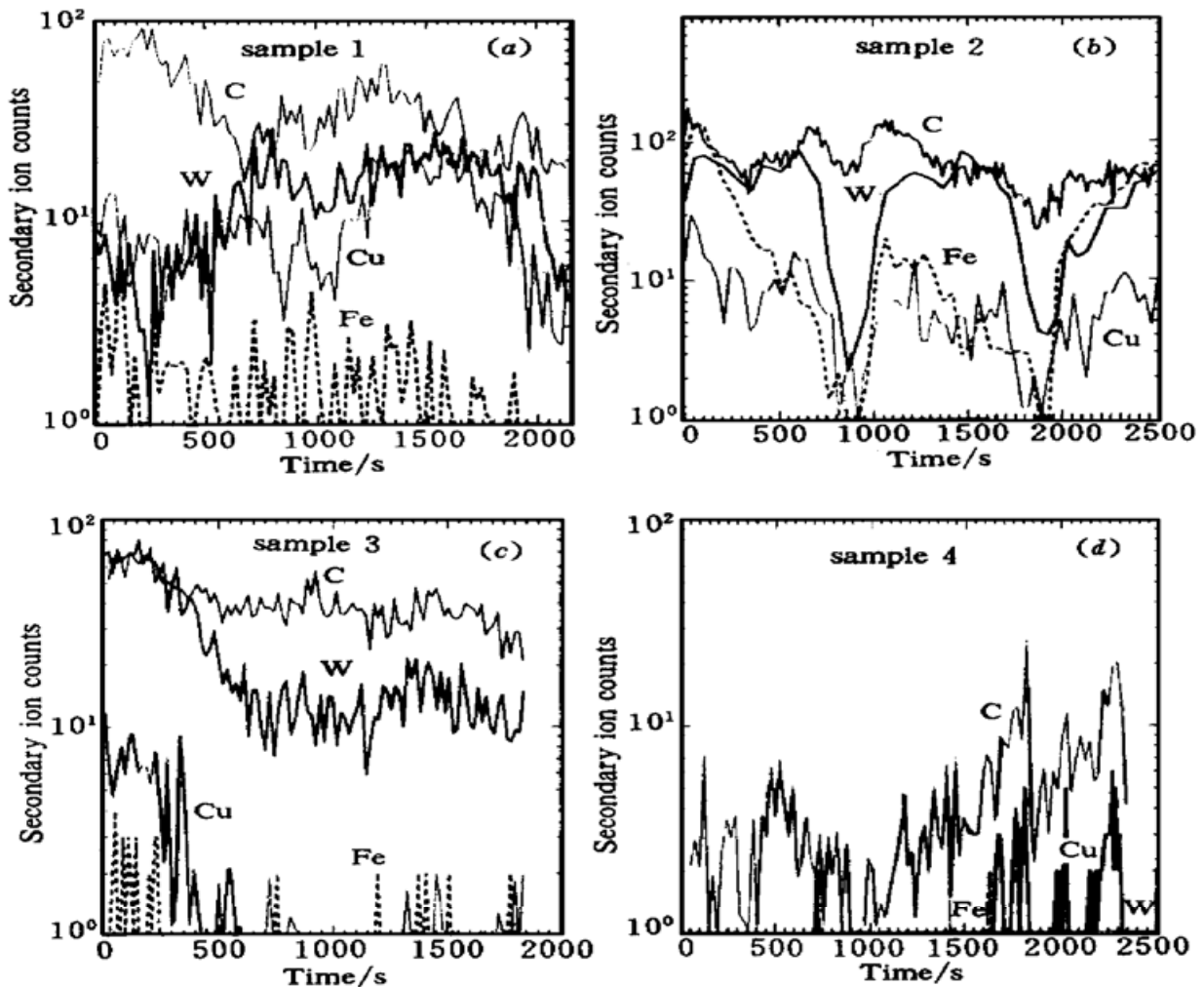


图 3 SIMS 测试结果

Fig. 3 SIMS of coatings

的, IAD 的引进是可以改善化学计量比和提高膜的堆积密度, 使膜的折射率增大且吸收降低, 并提高膜的稳定性牢固性, 国内外已有许多运用 IAD 技术成功制备出高阈值薄膜的记载^[6]。不过从我们的实验结果来看, 样品 3 并未达到提高阈值的最佳预期效果。通过分析发现, 相对于未加离子辅助的同类薄膜样品 4, 样品 3 出现了较多的 W 杂质, 主要是中和灯丝蒸发污染形成的, 图 3 (c) 显示了这种 W 含量的偏高, 但 Fe, Cu 含量有所下降, 这使得该样品阈值的略有提高也能得到很好的解释。通过上述实验, 我们采取了进一步的措施: 如选用了较小的灯丝, 将其隐蔽很深, 同时增加挡油装置等手段, 克服电子枪灯丝污染及返油污染, 以此制备了样品 4。由该样品的二次离子质谱(图 3 d)) 可以发现, 所有分析得到的有害物质都得到了有效抑制, 图 3 (d) 也相应显示样品 4 具有这次测试分析中的相对最高阈值。

以上的实验分析表明, 膜层杂质的存在极大地降低了膜的抗激光强度, 这同薄膜激光损伤的机制问题有关。我们认为杂质的引入主要是在真空室中完成的, 当然不排除样品在以后暴露于大气中吸附杂质水分以及薄膜材料本身所带来杂质污染的可能(如选用的相同材料制备的样品 1, 样品 2 与选用另一种相同材料制备的样品 3, 样品 4, 其杂质含量, 尤其是 Fe 的含量就显著不同(见图 3), 但我们可以通过密封储藏和选用高质量材料来减少这种危害。

参 考 文 献

- 1 K. H. Guenther, T. W. Humpherys, J. Balmer *et al.*. 1.06 μm laser damage of thin film optical coatings: a round robin experiment involving various pulse lengths and beam diameters. *Appl. Opt.*, 1984, **23**(21): 3743~ 3752
- 2 Jiahe Lu, Changyan Chen. *Modern Analysis Technology*. Beijing: Tsinghua University Publishing House, 1995. 189~ 228 (in Chinese)
- 3 Changxu Shi, Lilan Zhu, Jianyuan Chen *et al.*. *Materials Comprehensive Dictionary*. Beijing: Chemical Publishing House, 1994. 189~ 190 (in Chinese)
- 4 Peifu Gu. *Technology of Thin Film Coating*. Hangzhou: Zhejiang University Publishing House, 1990. 200~ 217 (in Chinese)
- 5 F. L. Williams, G. A. Petersen, Jr., R. A. Schmall *et al.*. Observation and control of thin film defects using in situ total internal reflection microscopy. *SPIE*, 1991, **1624**: 256~ 270
- 6 Zhao Qiang, Fan Zhengxu, Wang Zhijiang. Study on laser conditioning of optical coatings. *Chinese J. Lasers*, 1996, **B5**(4): 371~ 374

Effect of Impurities on Laser Induced Damage to 1.06 μm Optical Coatings

Hu Haiyang Fan Zhengxiu Liu Ye Zhao Qiang Fan Ruiying Huang Richeng
(*Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800*)

Abstract In this paper, the effect of impurities in the vacuum chamber during the deposition of optical coatings on laser induced damage threshold (LIDT) of films is analysed. The quantity of impurity is tested by second ion mass spectroscopy (SIMS). By comparing the testing result, it shows that getting rid of every kinds of factors which produce impurities in the thin films is a promising way to improve the LIDT of optical coatings.

Key words impurity, LIDT, SIMS, optical coatings