

文章编号: 0258-7025(2002)Supplement-0469-04

HfO₂/SiO₂ 薄膜缺陷及激光损伤特性分析

胡建平 陈梅 邱服民 马平

(成都精密光学工程研究中心, 成都 610041)

摘要 用台阶仪、Normaski 和原子力显微镜图貌分析了与 HfO₂/SiO₂ 薄膜激光损伤密切相关的表面微结构缺陷节瘤、划痕和孔洞等缺陷的形态结构。用脉宽 10 ns 的 1064 nm 激光进行了损伤实验,研究了各种缺陷与激光损伤能流密度的对应关系,以及激光损伤创面的图貌特性,比较了高反、增透和偏振膜激光损伤特性的差异。

关键词 薄膜缺陷, 原子力显微镜, Normaski 显微镜, 薄膜激光损伤

中图分类号 TN24; O484.4 **文献标识码** A

Investigation of the Microstructure Defects and Their Laser Damage of Hafnia/Silica Coatings

HU Jian-ping CHENG Mei QIU Fu-min MA Ping

(Chengdu Fine Optic Engineer Research Center, Chengdu 610064)

Abstract The morphologies of hafnia/silica surface defects, such as nodular, bottom pit and crack were studied using Normaski at atomic force microscopy. The laser damage experiment was carried out using 1064 nm pulse laser with 10 ns duration. The relations between the damage threshold and various defects, the character difference of laser damage between AR, HR coatings and polarizer were investigated.

Key words laser damage, defect, nodular, damage morphology, hafnia/silica multilayer coating

光学薄膜,特别是高反、增透和偏振膜在高功率 Nd:YAG 激光器光学系统中,起着产生和传输激光的重要作用,是激光器的关键组成部分。光学薄膜的激光损伤阈值直接影响到激光器能量的输出大小,是限制激光器提高输出功率的瓶颈因素之一^[1]。

研究表明,光学薄膜的抗激光损伤能力与多种因素有关,包括薄膜的膜料组合,膜系设计和膜层驻波电场优化,镀膜材料的物理化学特性,薄膜的应力分布和固有表面微结构缺陷等^[2-7]。近年来的激光损伤实验表明,对于 1064 nm 波长的激光,相比 Ta₂O₅/SiO₂、ZrO₂/SiO₂ 等氧化物膜堆,HfO₂/SiO₂ 薄膜的激光损伤阈值高,稳定性好。因而研究 HfO₂/SiO₂ 薄膜的激光损伤特性,分析薄膜的激光损伤诱导源-微结构缺陷,对正确理解激光损伤的物理过程,提高薄膜的抗激光损毁能力至为重要。

1 实验条件和准备

1.1 薄膜样品

镀膜基片为 $\phi 40$ mm \times 50 mm 的 K9 光学玻璃,

表面平均均方根粗糙度小于 1.0 nm,镀膜前用酒精和丙酮清洗干净。

实验用的高反、增透和偏振膜采用 HfO₂/SiO₂ 膜堆,用真空电子束蒸镀而成。高反膜为 23 层规整膜堆,膜系为 G/(HL)¹¹H2L/A 和 G/(HL)¹¹H2L/A,其中 G 为基片,H 为 HfO₂ 高折射率材料,L 表示低折射率材料,A 表示空气,最外层加镀了 SiO₂ 半波覆盖层。增透膜也在基片和膜堆之间加镀 SiO₂ 半波覆盖层,以减小基片磨制缺陷对增透膜堆的影响。以上高反、增透和偏振膜的中心波长为 1064 nm,偏振片的使用角度为 57°。

1.2 损伤实验系统和方法

激光损伤阈值测量系统由单纵膜 Nd:YAG 调 Q 激光器、He-Ne 准直光源、分光光楔、3 m 聚焦凸镜、可移动样品平台及能量计和 CCD 光束分析仪组成。测试激光由 Nd:YAG 调 Q 脉冲激光器输出,激光输出模式 TEM₀₀,波长 1064 nm,脉宽 (FWHM)为 10 ns,最大脉冲能量为 1.5 J,能量稳定度为 $\pm 5\%$,重复频率分别为 1 Hz、5 Hz、10 Hz。样

品平台可 x, y, z 三方向移动, 能保证测试光斑在薄膜不同区域进行激光损伤测试。激光能量用美国 EM500 大能量探头能量计测量, 测量误差在 $\pm 1\%$ 以内。测试点光斑的有效面积用 CCD 光束分析仪测量, 测得的光斑平均等效面积为 1.045 mm^2 。

薄膜的激光损伤实验采用单次激光脉冲照射样品薄膜唯一点的一一对应 1-on-1 方式, 损伤阈值按国际标准 ISO11254 所要求的规范测量, 测量结果为零损伤概率激光损伤阈值。另外, 采用不连续多次激光脉冲照射薄膜同一点区域, 研究薄膜的轻度激光损伤抗激光进一步损毁能力。

2 实验结果与分析

2.1 薄膜的表面缺陷

薄膜在镀制过程中, 不可避免地会形成一些表面缺陷, 如图 1 所示, 主要有节瘤、孔洞和表面划痕等。节瘤缺陷的形状为圆形乳突, 表面光滑, 由镀膜过程中膜料喷溅形成的微米量级的微粒沉积在膜层中形成; 孔洞缺陷一般为圆形坑, 直径 $3 \sim 10 \mu\text{m}$, 孔洞周围表面光滑, 没有粗糙突起, 形成的原因不明, 可能为镀膜基片表面的孔洞复制; 薄膜的划痕较少见, 主要是镀膜基片表面的划痕引起。

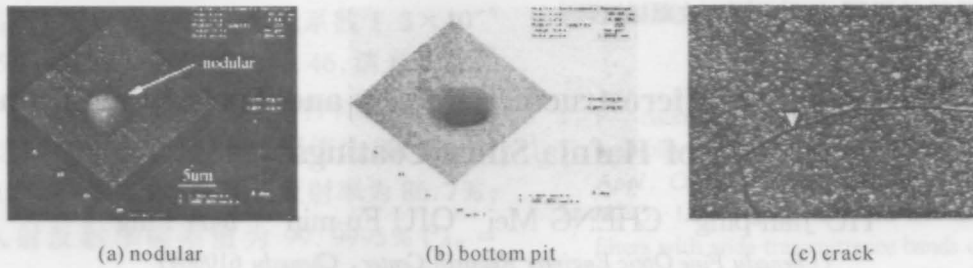


图 1 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜表面微结构缺陷

Fig. 1 The typical morphologies of $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ HR surface defects

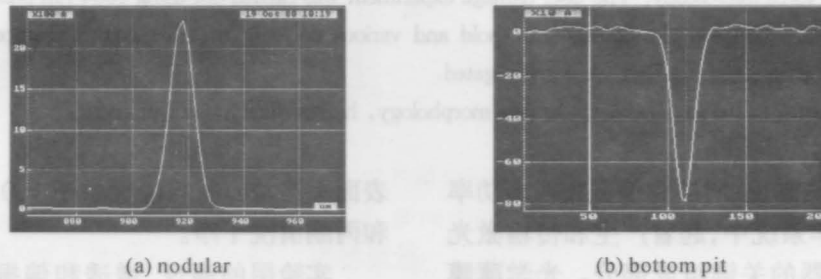


图 2 高反膜表面台阶仪扫描图

Fig. 2 The cross scan curve of HR coatings

薄膜表面的台阶仪随机典型扫描图如图 2 所示, (a) 为薄膜表面节瘤缺陷扫描图, (b) 为薄膜表面孔洞缺陷的扫描图。可以看出节瘤缺陷的直径约为 $10 \mu\text{m}$, 高度约为 $2 \mu\text{m}$, 孔洞的直径约为 $10 \mu\text{m}$, 深度约为 $1 \mu\text{m}$ 。缺陷形状扫描线光滑, 没有观察到突变现象。

2.2 薄膜的激光损伤

2.2.1 高反膜

$\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜的典型的脉宽 10 ns 波长 1064 nm 损伤图貌如图 3 所示, 损伤形态主要表现为孔洞、等离子体烧蚀疤痕和层裂。可以看出, 孔洞为薄膜节瘤缺陷的晶核吸收激光能量后等离子体快

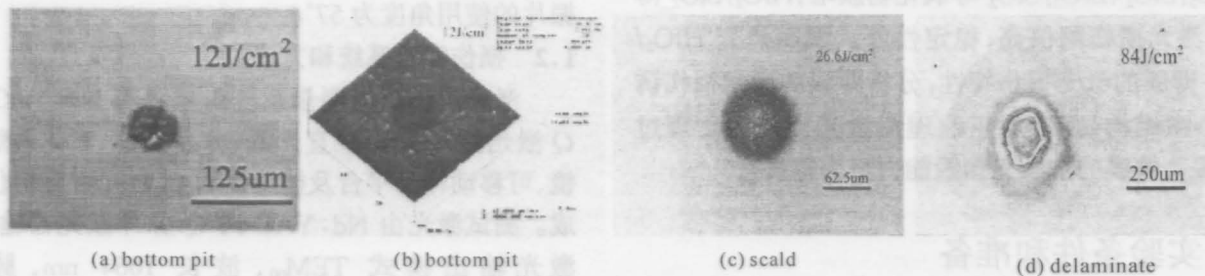


图 3 高反膜典型的激光损伤图貌

Fig. 3 The typical damage morphologies of HR coatings

速喷溅形成,其形状和大小与薄膜固有孔洞缺陷相似,只是附近小区域膜面由于等离子体喷溅烧蚀形成粗糙疤面。疤痕为薄膜表面激光烧伤造成,烧灼面粗糙,散射增大。薄膜表面膜层层裂,主要由于激光能流密度增大后,高反膜外层中的驻波电场增大,造成薄膜应力损伤而形成。

未镀半波 SiO_2 覆盖层的 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜典型的激光损伤台阶仪扫描线如图 4 所示,(a)为节瘤

缺陷激光损伤扫描曲线,(b)为薄膜轻度疤痕损伤,形状为柱形突起,端面粗糙,(c)为中等严重损伤,损伤直径大于 $400\ \mu\text{m}$,损伤面外围明显有突起。加镀 SiO_2 半波覆盖层高反膜校品的激光损伤台阶仪扫描图如图 5 所示,可以看出,膜面的激光损伤没有薄膜突起现象,而是凹陷,由于突起结构相当于聚焦透镜,凹陷结构相当于发散透镜,镀了 SiO_2 半波覆盖层的 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜的抗激光损伤能力更高。

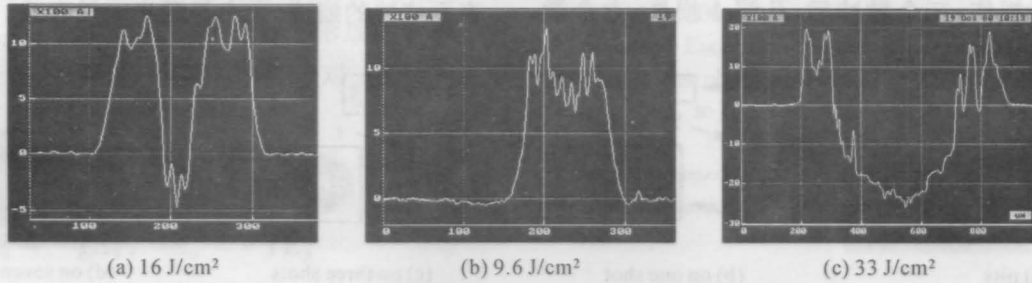


图 4 未镀 SiO_2 半波层高反膜的激光损伤的台阶仪扫描图

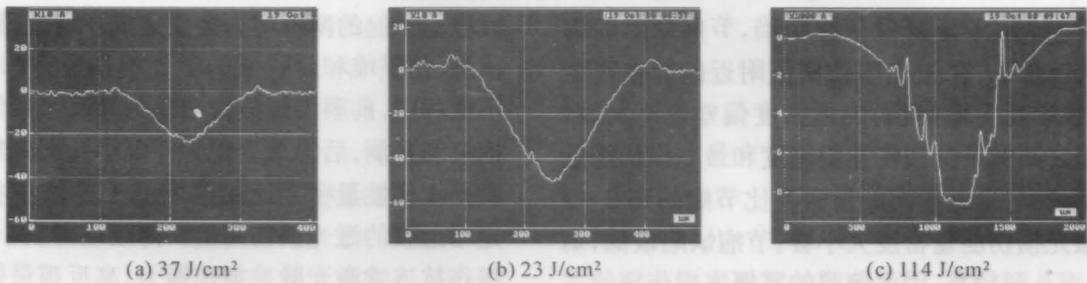


图 5 镀半波层高反膜的激光损伤的台阶仪扫描图

2.2.2 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 增透膜、偏振膜

$\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 增透膜、偏振膜的典型激光损伤显微图貌如图 6 所示。增透膜的损伤分为前后膜堆损伤,损伤形态不太相同。增透膜一般基片两面均镀增透膜堆,在激光传输中,光束穿过前后膜堆和基片,因而激光损伤分前后膜堆损伤和基片损伤。对于前膜堆,薄膜损伤与高反膜相同,主要表现为疤痕、孔洞等,由激光烧伤效应引起,后膜堆的激光损伤表现为多个小孔洞聚集,损伤点附近没有疤痕等

烧伤痕迹,最低激光损伤能量密度比前膜堆低 1.5 倍左右。从损伤形貌可以看出,增透膜后膜堆的激光损伤为典型的激光驻波电场损伤,由于激光电场在基片之间形成驻波电场,而基片表面不是绝对光滑,有许多起伏不平的微小突起,引起驻波场在突起处增大,造成薄膜局域应力突变,形成多个小孔洞聚集的损伤形态。

偏振片是在基片一面镀制偏振膜堆而成,其激光损伤形态与增透膜的后膜堆相似,薄膜表面表现

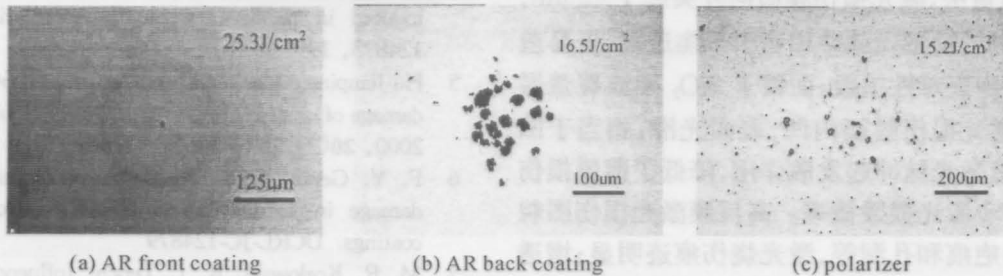


图 6 增透和偏振膜的典型损伤图貌

Fig. 6 The typical laser damage morphologies of AR and polarizer coatings

为小孔洞聚集,没有疤痕等烧伤痕迹,为典型的驻波场损伤。偏振片的无膜基片面在偏振膜堆损伤时,不会发生激光损伤。

2.3 缺陷的抗激光损伤能力

损伤实验发现,薄膜缺陷的最低激光损伤能流密度与缺陷类型密切相关,各不相同。孔洞的激光损伤如图 7 所示,薄膜较明显的孔洞有四处,在能量密度 38 J/cm^2 的一个激光脉冲辐照下,孔洞 3 损伤,孔洞 1、2 无损伤;三个脉冲后,孔洞 1 损伤;七个激

光脉冲后,孔洞 3 损伤进一步扩大,而孔洞 2 仍无任何损伤。由此推断,同一薄膜的孔洞缺陷,损伤阈值也不相同,这可能与孔洞之间的细微结构与形状的差别有关。 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 薄膜的节瘤缺陷的典型激光损伤图貌如图 3(a)、(b)所示,损伤能流密度 12 J/cm^2 。从图中可以看出,节瘤缺陷的激光损伤图貌中间有一 $1 \sim 10 \mu\text{m}$ 的圆形坑,为节瘤缺陷吸收激光能量形成高温等离子体喷溅造成,周围薄膜有表面烧蚀的痕迹,大小与激光能量有关。

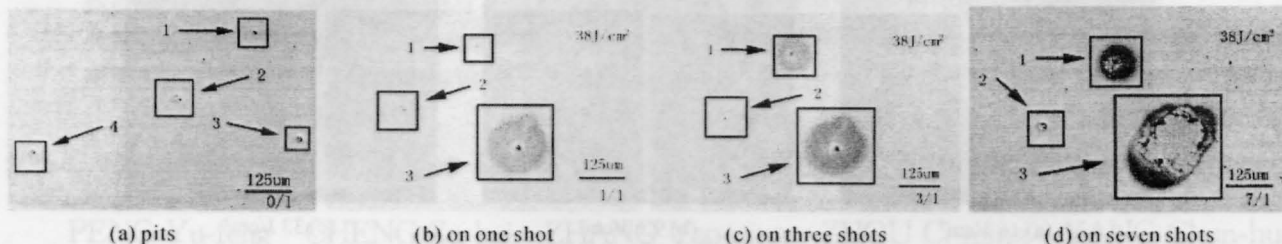


图 7 高反膜孔洞缺陷的典型激光损伤

Fig. 7 The damage morphologies of pit defects of HR coating

对于 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜的缺陷,节瘤缺陷的激光损伤阈值最低,在激光损伤阈值附近的能量密度下,节瘤缺陷几乎均损伤,能量密度偏差也不大,而孔洞缺陷之间的最低损伤能量密度和最高损伤能量密度差别较大,最低损伤能量密度比节瘤的高 $2 \sim 3$ 倍。从激光损伤能量密度大小看,节瘤缺陷最低,划痕次之,而孔洞较高,因而薄膜的零概率损伤阈值主要由节瘤缺陷的激光损伤能量密度决定。

综上所述,脉宽 10 ns 波长 1064 nm 的激光损伤实验表明,节瘤缺陷的激光损伤能流密度最低,划痕次之,孔洞较高,这是因为节瘤晶核对激光的吸收较高,而突起的圆丘相当于聚焦透镜提高激光密度所至;孔洞的形状相当于凹透镜,降低激光密度。节瘤缺陷低能量密度激光损伤后形成的孔洞,与薄膜固有孔洞缺陷相似,对薄膜光学性能影响可忽略,其抗激光再损伤能力也与薄膜固有孔洞相似。激光损伤图貌的台阶仪分析表明, $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜未加 SiO_2 半波覆盖层,激光损伤膜面向外突起 $1 \sim 2 \mu\text{m}$,表面粗糙,对后续激光脉冲相当于聚焦透镜,极易造成激光进一步灾难性损毁;而镀了 SiO_2 半波覆盖层的高反膜,激光损伤膜面内凹,表面光滑,相当于凹透镜,对后续激光脉冲起发散作用,降低了薄膜损伤膜面的进一步激光损毁概率。高反膜激光损伤图貌主要表现为疤痕和孔洞等,激光烧伤痕迹明显;增透膜和偏振膜的低能量密度损伤主要表现为许多小孔洞聚集,没有疤痕和孔洞等激光烧伤痕迹,为激光驻

波电场引起的薄膜应力突变造成。增透膜为两面镀膜系,前膜堆和后膜堆的激光损伤形态和损伤阈值不太相同,前膜堆的损伤图貌与高反膜相似,表现为疤痕和孔洞,后膜堆表现为许多小孔洞聚集,其最低激光损伤能量密度比前膜堆低 1.5 倍左右,因而决定增透膜的激光损伤阈值。薄膜或薄膜小尺寸轻度损伤抗连续激光脉冲损伤能力,高反膜最强,偏振膜次之,增透膜最弱。

参 考 文 献

- 1 M. R. Kozlowski, I. M. Thomas, J. H. Campbell *et al.*. High-power-optical coatings for a mega-joule class ICF laser. *Proc. SPIE*, 1992, **1782**:105~119
- 2 R. Chow, S. Falabella, G. E. Loomis *et al.*. Reactive evaporation of low-defect density hafnia. *Appl. Opt.*, 1993, **32**(28):5567~5573
- 3 L. Sheehan, M. Kozlowski, C. Stolz *et al.*. Large area damage testing of optics. UCRL-JC-12006, 1996
- 4 F. Y. Genin, C. J. Stolz, T. Reitter *et al.*. Effect of electric field distribution on the morphologies of laser induced in hafnia-silica multilayer polarizer. UCRL-JC-124873, 1997
- 5 Hu Jianping, Ma Zi, Li Wei *et al.*. 1064 nm pulse laser damage of oxide coatings. *Acta Optica Sinica* (光学学报), 2000, **20**(2):262~266(in Chinese)
- 6 F. Y. Genin, C. J. Stolz. Morphologies of laser-induced damage in hafnia-silica multilayer mirror and polarizer coatings. UCRL-JC-124879
- 7 M. R. Kozlowski, R. J. Tench. Influence of defect shape on laser-induced damage in multilayer coatings. *Proc. SPIE*, 1994, **2253**:743~750