

文章编号: 0258-7025(2005)06-0761-04

反射式相位延迟器的性能研究

黄建兵^{1,2}, 张大伟^{1,2}, 张东平^{1,2}, 王英剑¹, 邵建达¹, 范正修¹

(¹ 中国科学院上海光学精密机械研究所光学薄膜技术研发中心, 上海 201800)
² 中国科学院研究生院, 北京 100039

摘要 多层介质反射镜在非正入射的时候,两个不同的偏振态之间会产生不同的相移。通过优化设计,入射角为 45° ,在 $1285\sim 1345\text{ nm}$ 之间 p,s 波获得了 $270^\circ\pm 0.15^\circ$ 的相移和 99.5% 以上的反射率。对使用的膜系进行了每层光学厚度的误差分析。用离子束溅射技术制备相位延迟膜,在大气中对样品进行不同温度的退火,用分光光度计测试了光谱特性和用椭圆仪测试了相位特性。结果表明,未退火的样品在相应波段获得了 $267.5^\circ\pm 0.5^\circ$ 的相移和 99.6% 以上的反射率;根据拟合分析,最外层的误差和折射率与设计值的偏差是发生相移偏小的主要因素;随着退火温度的升高、折射率变小和物理厚度变大,相移将变小。

关键词 薄膜; 相移; 反射式; 退火

中图分类号 O484.5 文献标识码 A

Investigation on Properties of Reflection Phase Retarder

HUANG Jian-bing^{1,2}, ZHANG Da-wei^{1,2}, ZHANG Dong-ping^{1,2}, WANG Ying-jian¹,
SHAO Jian-da¹, FAN Zheng-xiu¹

(¹ R&D Center for Optical Thin Film Coatings, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,
The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China
² Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

Abstract When incoming light beams enter dielectric reflective mirror with certain incident angle, there is phase shift between the p-polarization and s-polarization. Based on optimizing design, when light is incident at 45° , the phase shift of $270^\circ\pm 0.15^\circ$ is got in the range of $1285\sim 1345\text{nm}$, at the same time, the reflectivity of dielectric mirror maintains over 99.5%. The phase retarder was prepared with dual ion beam sputter system and then annealed at different temperatures in atmosphere, the spectrum and the phase of the sample were gained by spectrometer and the Fourier transform infrared spectroscopic ellipsometer, respectively. The results revealed that the as-deposited samples gained phase shift of $267.5^\circ\pm 0.5^\circ$ and the reflectivity reached over 99.6%. It was found from the fitting analysis that the error of the outermost layer and deviation between refractive index and designed values play principal roles in decrease of phase shift, in addition, with the annealing temperature increasing, the refractive index of film decreases and physical thickness increases so that phase shift drops off.

Key words thin films; phase shift; reflection-induced; annealing

1 引 言

反射式相位延迟器能对入射偏振光的 p, s 分量的相位发生改变,从而产生一定的相移,但是并不影响其高的反射率。 $\lambda/4$ 相位延迟器(QWR)对每个波长在主角范围内均能获得 $\pm 90^\circ$ 相移,即对入射线偏振光产生 $\pm 90^\circ$ 相位变化,把线偏振光变成圆偏

振光,反之亦然,该器件分为外反射式和内反射式两种^[1~8]。该类器件在具有波片功能的同时,还可用作光束相移转向器件及光束相移平移器件等,这些功能是透射波片所不具备的^[9]。

本文对入射角为 45° 全介质层的相位延迟片进行设计和对相位特性进行层敏感性分析,用离子束

收稿日期: 2004-06-03; 收到修改稿日期: 2004-11-02

作者简介: 黄建兵(1976—),男,中国科学院上海光学精密机械研究所博士研究生,主要从事高功率低损耗激光薄膜的研究以及特殊薄膜的设计与制备。E-mail: laserhjb9@mail.siom.ac.cn

溅射沉积法制备并对样品进行退火,同时用分光光度计测试了光谱特性和用椭偏仪测试了相位特性,最后对相位特性进行误差分析。

2 设计要求与实例

通常,单片式相位延迟器是要求以一定的角度入射,在使用波长处,使得其反射率高于 99%和相移为 $\pm(90^\circ \pm 10^\circ)$ 。对于入射光源为 1315 nm 的氧碘激光器,设定其入射角为 45° ,选用折射率为 1.52 的基底,采用 Ta_2O_5 , SiO_2 材料。初始膜系采用常用的高反膜系,即 $\text{Sub}/\text{g1}(\text{HL})^{a1} \text{g2}(\text{HL})^{a2} \text{g3}(\text{HL})^{a3} \text{g4}(\text{HL})^{a4} \text{g5}(\text{HL})^{a5} \text{g6}(\text{H})^{a6}/\text{Air}$,其中 $\text{g1}, \text{g2}, \text{g3}, \text{g4}, \text{g5}, \text{g6}$ 代表的是 $\lambda/4$ 周期膜层前的系数,即这些 $\lambda/4$ 周期膜层的参考波长是不一样的; $a1, a2, a3, a4, a5, a6$ 代表的是 $\lambda/4$ 周期膜层的周期数, H 代表的是高折射率材料 Ta_2O_5 , L 代表的是低折射率材料 SiO_2 。选取的优化目标是在 1285~1345 nm 之间,其反射率大于 99.5%,相移为 270° 。设计结果如图 1 所示。

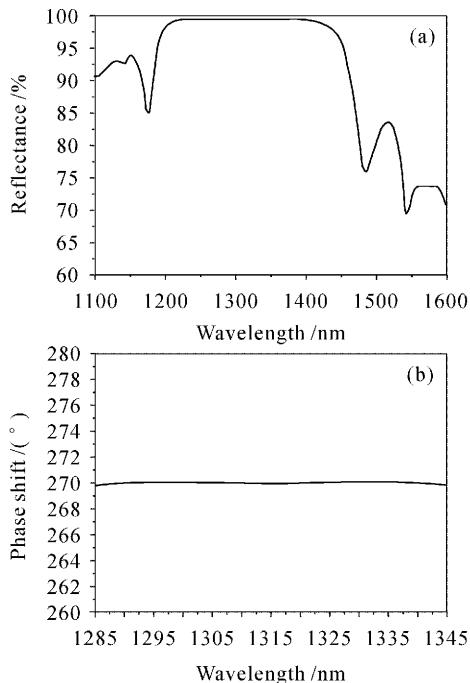


图 1 设计的反射率(a)和相移特性(b)
Fig. 1 Performance of reflectance (a) and phase shift (b) of design sample

3 膜层的敏感性分析

图 2 中横坐标代表膜的层数,纵坐标代表相移的变化。横坐标从右向左代表从基底向入射介质过渡,图中曲线每一个点说明只有该点处的膜层光学

厚度发生变化而其他膜层是不变的;上面的曲线代表每点处的光学厚度变化 3.6 nm,下面的曲线代表每点处的光学厚度变化 -3.6 nm。从图 2 可以看出,最外的 8 层(不包括第 2,3 层)对相移比较敏感,然后趋于平缓。由于越接近基底,膜层误差对相移影响越小^[10],故忽略对最后 21 层(该膜系总共 41 层,图中分析的是前 20 层)的敏感性分析。

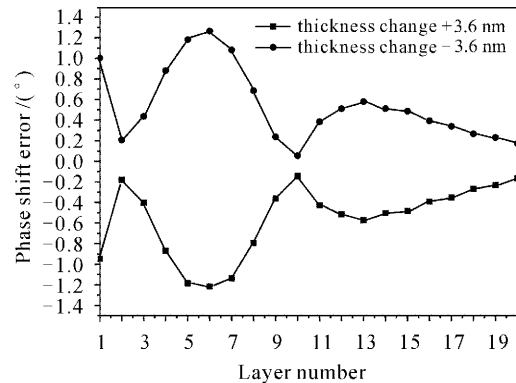


图 2 每一层膜厚增加和降低 3.6 nm 时的相移变化
Fig. 2 Phase shift error of layer position when the single layer is increased and decreased by 3.6 nm

4 制 备

样品制备前, K9 基底采用去离子水浸泡 10 min,然后用石油醚擦洗。采用双射频(RF)离子束溅射镀膜机制备,其中一个为 16 cm 的溅射源,另一个为 12 cm 的辅助源。Ar 和 O_2 供给射频离子源和靶材,溅射源的 Ar 流量是 48 mL/min,射频中和器的 Ar 流量是 5 mL/min,辅助源的 Ar 和 O_2 的流量比 1:4(3 mL/min:12 mL/min),吹向靶材的 O_2 的流量是 25 mL/min。其溅射靶材是纯度为 99.999% 的 SiO_2 和纯度为 99.999% 的 Ta, Ta_2O_5 是由 Ta 溅射后与纯度为 99.995% O_2 反应生成的。其本底真空为 4.0×10^{-5} Pa,制备过程中真空为 4.8×10^{-2} Pa,烘烤温度为 136°C 。

为了准确地实现所设计的膜系,分别对每种材料的薄膜的折射率和沉积速率进行定标。膜层的物理厚度是用时间控制法来实现的。首先用一定的时间做一定厚度的单层薄膜,然后测量出其光谱曲线,根据柯西公式准确地确定出折射率和物理厚度^[6]。最后分别算出沉积速率: Ta_2O_5 为 0.272 nm/s; SiO_2 为 0.225 nm/s,折射率在 1440 nm 波长处分别为 2.076 和 1.473。

样品在大气中进行退火,升温速度为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$, 1#, 3# 样品的退火温度分别为 300°C , 200°C , 恒

温 3 h,然后自然冷却到室温。

5 结果与分析

采用 PERKIN Elmer Lambda 900 分光光度计对同一次制备的 $\phi 30$ mm 1#,3#和 4#样品进行正入射测量(避免由于角度误差带来光谱曲线的漂移),测量波长范围为 1200~1700 nm, 波长间隔为 2 nm,测量温度恒为 24 $^{\circ}$ C,湿度为 50%左右,透过率曲线如图 3 所示。

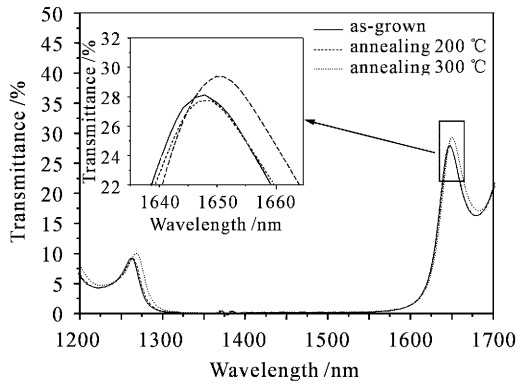


图 3 不同后处理的样品透过率
Fig. 3 Transmittance of different post treatments

由图 3 可见,随着退火温度的升高,光谱向长波方向移动,带宽逐渐变窄。退火温度为 200 $^{\circ}$ C,与未处理的相比,变化很小,而退火温度为 300 $^{\circ}$ C 则变化较大。由于相位延迟片是采用不同中心波长反射膜堆的叠加,退火会使不同膜堆发生不同变化,使得主反射带的带宽有所变化。

采用美国 J. A Woollam 公司生产的 V-VASE with Autoretarder 椭偏仪对 1#,3#和 4#样品进行测量,光斑直径为 200 μ m,测量波长范围为 1250~

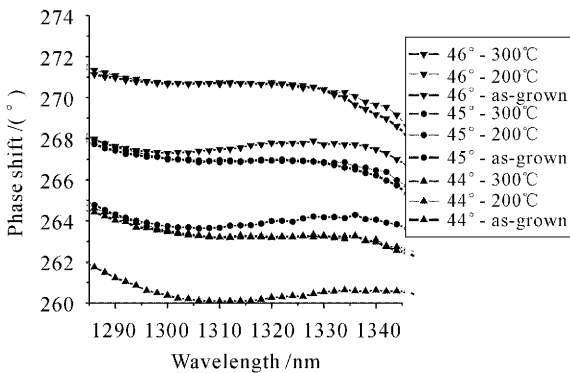


图 4 不同入射角和后处理的相移
Fig. 4 Phase shift at different incident angle and post treatment

1350 nm,波长间隔为 2 nm,结果如图 4 所示。

由图 4 可见,随着入射角的增大,其相移也增大,入射角每变化 1 $^{\circ}$ 对应的相移变化为 3.5 $^{\circ}$ 左右。随着退火温度的升高,相移逐渐变小,未退火与退火 200 $^{\circ}$ C 的样品相比,相移变化不大,只有在长波段有所差别,这是由于退火使整个膜堆的中心波长发生红移,长波段的相移有所变小;退火 300 $^{\circ}$ C 的样品的相移发生突变。

6 讨 论

透过率与相移相比,后者比前者对误差更为敏感,因此主要对相移进行拟合分析。由第 3 节膜层的敏感性分析可见,越靠近基底,膜层的敏感性就越小,可以忽略误差对它们的影响。图 5,图 6 是对实验测量结果的拟合分析,并得出了膜层厚度的变化和折射率的变化情况,其中的设计与没有退火处理的厚度误差与文献[11]类似,如表 1,表 2 所示。

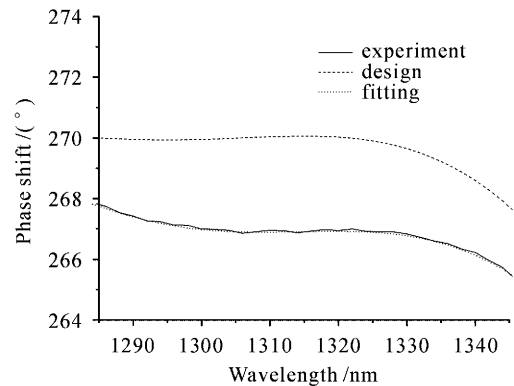


图 5 在入射角 45°时测量、拟合与设计的相移曲线
Fig. 5 Phase shift curves of experiment, fitting and design at incident angle of 45 $^{\circ}$

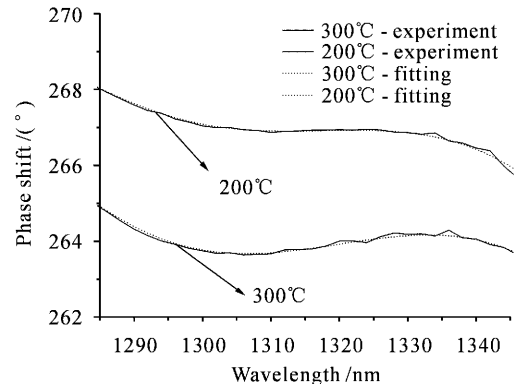


图 6 在入射角 45°时不同后处理的测量与拟合曲线
Fig. 6 Experimental and fitting curve of post treatment at incident angle of 45 $^{\circ}$

表 1 膜系中不同组的膜厚

Table 1 Physical thickness for different group of stack formula

	G3 /nm		G4 /nm		G5 /nm		G6 /nm
	H	L	H	L	H	L	H
Design	165.76	233.62	138.48	195.18	146.27	206.15	53.20
As-deposition	166.68	233.94	138.59	194.94	147.15	206.53	54.54
Annealing 200 °C	167.34	234.58	139.39	195.40	147.80	207.19	54.67
Annealing 300 °C	168.49	234.75	140.27	195.43	148.96	207.53	56.09

表 2 设计和实际的折射率

Table 2 Refractive index of design and experiment

	H	L
Design	2.0760	1.473
As-deposition	2.0702	1.475
Annealing 200 °C	2.0677	1.475
Annealing 300 °C	2.0550	1.475

由上述分析可见,实际制备的 Ta_2O_5 的折射率比设计值低 0.006,而比 SiO_2 的高 0.002;其参考波长也比设计值短了 20 nm。这是由于靶材使用较长时间后,其靶面的面型发生变化,导致膜料的分布规律发生变化所致。同时,发现最外层由于吸附杂质和真空室中大量的剩余膜料分子的堆积,使得其光学厚度比设计的要大,从而成为影响相移的主要因素。

离子束溅射制备的薄膜,具有很高的堆积密度,退火后折射率会变小^[12],同时光谱发生红移,则说明物理厚度会变大。由表 1,表 2 可见,退火 200 °C 与未退火相比,折射率和物理厚度基本未发生变化;而在退火 300 °C 时,折射率变小 0.74%,而且最外几层的物理厚度也有较大变化,说明在 200 °C 与 300 °C 之间,就本膜系而言,对相移存在一个突变点。

7 结 论

通过优化设计,多层介质反射镜入射角为 45°,在 1285~1345 nm 之间 p, s 波获得了 270°±0.15°的相移和 99.5% 以上的反射率。对使用的膜系进行每层光学厚度的误差分析,最外的 8 层(不包括第 2,3 层)对相移比较敏感,然后趋于平缓。未退火的样品在相应波段获得了 267.5°±0.5°的相移和 99.6% 以上的反射率;根据拟合分析,实际制备的 Ta_2O_5 折射率比设计值低 0.006,而比 SiO_2 要高 0.002;其参考波长也比设计值短了 20 nm;发现最外层由于吸附杂质和真空室中大量的剩余膜料分子的堆积,使得其光学厚度

比设计的要大,从而成为影响相移的主要因素。对样品在大气中进行 200 °C 和 300 °C 退火,随着退火温度的升高,其折射率变小和物理厚度变大,使得相移变小;在 200 °C 与 300 °C 之间,就本膜系而言,存在一个相移突变点。

参 考 文 献

- 1 W. H. Southwell. Multiplayer coatings producing 90° phase change [J]. *Appl. Opt.*, 1979, **18**(11): 1875~1878
- 2 W. H. Southwell. Multiplayer coating design achieving a broadband 90° phase shift [J]. *Appl. Opt.*, 1980, **19**(16): 2688~2692
- 3 Joseph H. Apfel. Phase retardance of periodic multiplayer mirrors [J]. *Appl. Opt.*, 1982, **21**(4): 733~738
- 4 Joseph H. Apfel. Graphical method to design multiplayer phase retarders [J]. *Appl. Opt.*, 1981, **20**(6): 1024~1029
- 5 R. M. A. Azzam, Bruce E. Perilloux. Constraint on the optical constants of a film-substrate system for operation as an external-reflection retarder at a given angle of incidence [J]. *Appl. Opt.*, 1985, **24**(8): 1171~1179
- 6 A. M. Kan'an, R. M. A. Azzam. In-line quarter-wave retarders for the infrared using total reflection and total internal reflection in a prism [J]. *Opt. Eng.*, 1994, **33**(6): 2029~2033
- 7 M. M. K. Howlader, R. M. A. Azzam. Periodic and quasiperiodic nonquarterwave multiplayer coatings for 90-deg reflection phase retardance at 45-deg angle of incidence [J]. *Opt. Eng.*, 1995, **34**(3): 869~875
- 8 Jian Liu, R. M. A. Azzam. Infrared quarter-wave reflection retarders designed with high-spatial-frequency dielectric surface-relief gratings on a gold substrate at oblique incidence [J]. *Appl. Opt.*, 1996, **35**(28): 5557~5562
- 9 Eberhard Spiller. Totally reflecting thin-film phase retarders [J]. *Appl. Opt.*, 1984, **23**(20): 3544~3549
- 10 Huang Jianbing, Wang Yingjian, Fang Ming *et al.*. Design of 90° reflection-induced phase retarder [J]. *Acta Optica Sinica*, 2004, **24**(9): 1169~1172
- 11 黄建兵,王英剑,方明等. 90°反射式相位延迟器的设计 [J]. *光学学报*, 2004, **24**(9): 1169~1172
- 12 Daniel Poitras, J. A. Dobrowolski, Tom Cassidy *et al.*. Ion-beam etching for the precise manufacture of optical coatings [J]. *Appl. Opt.*, 2003, **42**(19): 4037~4044
- 13 Shiuh Chao, Wen-Hsiang Wang, Cheng-Chung Lee. Low-loss dielectric mirror with ion-beam-sputtered TiO_2 - SiO_2 mixed films [J]. *Appl. Opt.*, 2001, **40**(13): 2177~2182