

文章编号: 0258-7025(2005)06-0835-04

1064 nm 倍频波长分离膜的制备与性能研究

马小凤^{1,2}, 张东平^{1,2}, 王英剑¹, 范书海^{1,2}, 高卫东^{1,2}, 范正修¹, 邵建达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 通过对主膜系添加匹配层并借助计算机对膜系进行优化, 设计出结构规整、性能优良的 1064 nm 倍频波长分离膜。用电子束蒸发及光电极值监控技术在 K9 玻璃基底上沉积薄膜, 将样品置于空气中在 260 °C 温度下进行 3 h 热退火处理。然后用 Lambda 900 分光光度计测量了样品的光谱性能; 用表面热透镜(STL)技术测量了样品的弱吸收值; 用调 Q 脉冲激光装置测试了样品的抗激光损伤阈值(LIDT)。实验结果发现, 样品的实验光谱性能与理论光谱性能有很好的—致性, 退火前后其光谱性能几乎没有发生温漂, 说明薄膜的温度稳定性好; 同时退火使样品的弱吸收减小, 从而其激光损伤阈值提高。理论和实验结果均表明, 对主膜系添加匹配层的方法是 1064 nm 倍频波长分离膜设计的较好方法。

关键词 薄膜; 倍频波长分离膜; 弱吸收; 激光损伤阈值

中图分类号 O484 **文献标识码** A

Fabrication and Properties Study of Harmonic Beam Splitter at 1064 nm

MA Xiao-feng^{1,2}, ZHANG Dong-ping^{1,2}, WANG Ying-jian¹, FAN Shu-hai^{1,2},
GAO Wei-dong^{1,2}, FAN Zheng-xiu¹, SHAO Jian-da¹

(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 A harmonic beam splitter with a simply regular structure and good optical characteristics was designed by adding matching layers between the basic stack and its media and optimizing with a computed-aided film stack design procedure. Coatings were deposited on K9 glass substrates by electron beam evaporation and photoelectric maximum control method, and then annealed in air at 260 °C temperature for three hours. The optical properties of coatings were characterized with a Lambda 900 spectrophotometer, the weak absorption of coatings was measured by surface thermal lensing technique (STL), and laser-induced damage threshold (LIDT) was assessed using 1064 nm Q-switch pulsed laser at a pulse length of 12 ns. It was found that a good agreement between the theoretical and the experimental transmittance was obtained, there was almost no shift for the center wavelength after annealing at 260 °C, which showed the sample had a good temperature stability, the absorption of the coating decreased after annealing, and a remarkable increase of LIDT was found with the decrease of absorption. The experimental results as well as the theoretical ones indicated that it was a good method to add matching layers to the basic stack for a harmonic beam splitter at 1064 nm.

Key words thin films; harmonic beam splitter; weak absorption; laser-induced damage threshold

1 引言

在众多的激光器件中,全固态激光器由于其特有的优良性能以及近年来所取得的显著进展,已成为当前激光技术发展的主要方向^[1,2]。目前国际上的宽频

可调谐全固态激光器功率还比较低,其原因除了激光晶体以及其他元器件的性能有待改善外,能否研制出满足使用要求的高光学性能、高激光损伤阈值(LIDT)光学薄膜,已经成为限制全固态激光器整体

收稿日期: 2004-07-14; 收到修改稿日期: 2004-10-10

基金项目: 国家 863 项目(2003AA311040)资助。

作者简介: 马小凤(1978—),女,河南嵩县人,中国科学院上海光学精密机械研究所硕士研究生,主要从事全固态激光器用光学薄膜的研究。E-mail: mx407@sohu.com

性能的瓶颈^[3]。在倍频激光器中由于激光晶体的倍频作用,要求基频波与倍频波分离,所以倍频波长分离膜是全固态激光器的重要组成元件之一。然而由于其通带波纹较大使得所需波长处透过率明显降低,文献[4~6]利用等效折射率概念在基本膜堆与周围介质之间加镀对称周期匹配层来消除所需通带内的波纹,但该方法设计出的膜系通常为非规整结构,这对于常用的光电极值监控技术几乎无法实现,为广大薄膜工作者带来了极大不便,并且制备出的样品光学性能也不好。另外,国内外对该类薄膜的抗激光损伤阈值性能方面进行的报道很少。本文通过对主膜系添加匹配层并利用计算机对膜系进行优化,设计出结构简单的规整膜系,采用电子束蒸发及光学监控技术制备出光学性能良好的薄膜样品,并且对样品的弱吸收及抗激光破坏进行了测试和讨论。

2 膜系设计

设计的倍频波长分离膜要求在基频波长1064 nm处高透射而在倍频波长532 nm处高反射,具体要求指标为: $T_{1064} \geq 99.5\%$, $R_{532} \geq 99.5\%$,且隔离比 $S(T_{532}/T_{1064}) \leq 5 \times 10^{-3}$ 。倍频波长分离膜膜系可以用通常的长波通周期膜系来实现,其常规形式是

$$G/(H/2 L H/2)^N/A,$$

其中G代表基底,A为入射介质,N为重复周期数,H为高折射率材料,L为低折射率材料。这种膜系的基本特点是在整个波段内具有一系列的高透射带间隔以及高反射带,在透射带中存在着程度不同的波纹,其原因是在透射带波长处,多层膜的等效折射率与基底或入射介质匹配性差。针对这一原因,最主要的手段就是利用等效折射率概念在主膜系两侧加对称周期匹配层来使主膜系的等效折射率与基底及入射介质达到匹配^[7]。其形式为

$G/(aH bL aH)^{S1} (H/2 L H/2)^N (cH dL cH)^{S2} /A$, 基于这种方法设计出来的膜系通常为非规整膜系,即 a, b, c 和 d 为非整数。这对于最常用的光电极值监控技术来说是无法实现的;即使不加镀匹配层,由于靠近基底侧第一膜层厚度为 $1/8$ 中心波长,也为光电极值监控技术带来极大不便。

为了避免上述问题的出现,通过对主膜系添加匹配层并借助计算机对膜系进行优化,设计出结构简单的规整膜系,其结构如下

$$G/(HL)^{11} H2L5H3L/Air,$$

其中,H,L分别表示光学厚度为四分之一中心波长

的高低折射率膜层。以K9玻璃为衬底,采用ZrO₂(1.98),SiO₂(1.46)作为高低折射率膜料。该膜堆由两部分组成,即532 nm高反膜系(HL)¹¹H作为主膜系和1064 nm减反膜系2L5H3L作为主膜系与空气介质的匹配层。其理论光谱曲线如图1所示,由图1(a)可知该设计能够满足要求指标,并且532 nm处的反射带和1064 nm处的通带都足够宽,这可避免在实际镀膜过程中因工艺参量的不稳定带来的波长漂移问题。

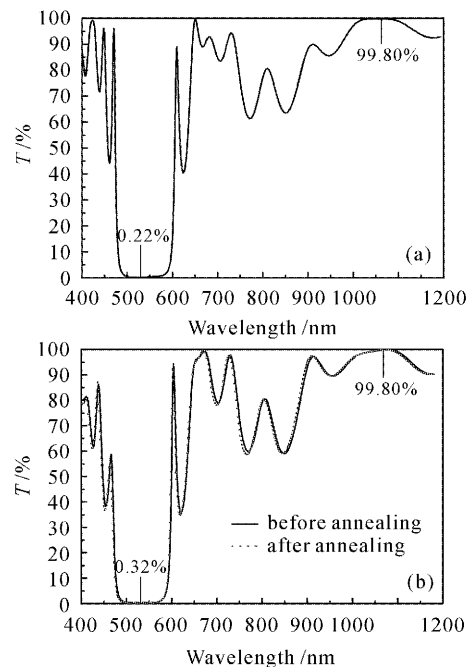


图1 镀于K9玻璃上的532 nm HR,1064 nm HT的设计曲线(a)和实验结果曲线(b)

Fig. 1 Design curve (a) and experimental curve (b) of 532 nm HR & 1064 nm HT coating deposited on K9 glass

3 实验方法

3.1 薄膜的制备

在镀膜之前,基底清洗干净。样品在北京真空仪器厂的ZZXS-800F型真空镀膜机上制备,采用电子束蒸发技术及光电极值监控手段沉积薄膜,监控波长 $\lambda_0 = 540$ nm,衬底温度为 200 °C,本底真空为 2.5×10^{-3} Pa,高低折射率膜料的蒸发真空分别为 4.0×10^{-3} Pa和 2.5×10^{-3} Pa,沉积速率为 0.3 nm/s。

样品的背面镀有基频波1064 nm减反膜。将部分样品置于空气中,在 260 °C温度下退火3 h。

3.2 薄膜光谱性能测试

用Perkin Elmer公司生产的Lambda 900分光光度计(仪器透射率测量精度 $\pm 0.08\%$)测量了样品

的透射谱,波长分辨率为 1 nm,测量范围为 400~1200 nm。主要观察退火对光谱特性的影响。

3.3 薄膜的弱吸收测量

采用表面热透镜技术(STL)对薄膜的弱吸收进行测量^[8,9]。表面热透镜测量装置如图 2 所示,抽运光为功率 50 W,波长 1064 nm 的连续激光束,由透镜聚焦至样品表面,光斑直径约为 60 μm 。探测光为功率 20 mW 的 He-Ne 激光。它经过透镜会聚至样品表面,光斑直径约为 400 μm 。实验中在每个样品表面的不同部位测量 10 点,然后取平均值作为该样品的弱吸收大小。

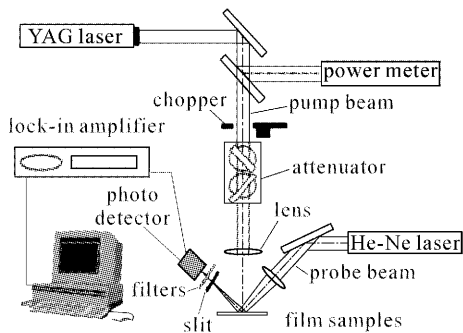


图 2 表面热透镜弱吸收测量实验装置

Fig. 2 Experimental setup of the surface thermal lensing technique for weak absorption measurement

3.4 薄膜激光损伤阈值的测量

采用波长为 1064 nm Nd:YAG 电光调 Q 单模激光对薄膜的激光损伤阈值进行测量,入射角为 0°,重复频率 1 Hz,脉冲宽度 12 ns。采用刀口扫描法测得样品表面光斑尺寸为 0.467 mm。激光在样品表面的辐照间隔为 1.5 mm,共计测量 10×10 点。采用 1-ON-1 方式,即在样品上每点激光只作用一次。实验中用 CCD 显微摄像头对损伤情况进行实时监测,并在实验后用 Leica-DMRXE 多功能光学显微镜进一步观察确认。对每次作用在样品上的激光能量通过计算机进行实时采集,然后根据在

表 1 样品的弱吸收大小

Table 1 Weak absorption of the samples

Samples	Values of measured dots / $\times 10^{-6}$										Average / $\times 10^{-6}$
As-deposited	140	202	210	147	157	166	186	164	124	206	170
Annealed	86.3	158	105	76	109	101	103	164	116	107	110

4.3 样品激光损伤阈值的确定

激光损伤阈值的测量结果如图 4 所示,退火前后样品的抗激光损伤阈值分别为 8.03 J/cm² 和 13.22 J/cm²,即退火后样品的激光损伤阈值较高。这

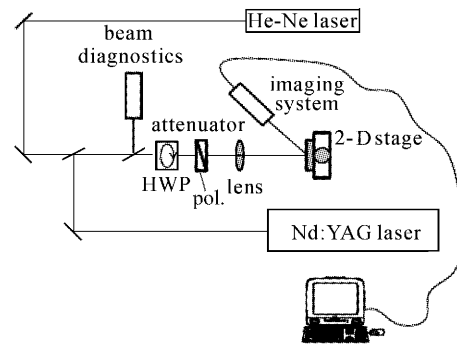


图 3 激光损伤阈值测量的实验装置示意图

Fig. 3 Experimental setup for LIDT measurement

每个能量段的损伤几率,通过作图线性拟合的方法得出零几率损伤时薄膜的激光损伤阈值。其实验装置如图 3 所示。

4 结果与讨论

4.1 光谱性能的测量结果

图 1(b)为实验制备样品退火前后的透过率光谱曲线,与图 1(a)理论设计光谱曲线比较可见,样品的光学性能良好, $T_{532} = 0.32\%$, $T_{1064} = 99.80\%$, $S = 3.2 \times 10^{-3}$,完全满足设计要求。260 °C 退火对样品的光谱性能几乎没有影响,样品的热稳定性非常好。

4.2 薄膜的弱吸收测量结果

光学薄膜的光吸收是影响薄膜光学性能和激光损伤阈值的重要因素,表 1 给出了退火前后样品的弱吸收值。光学薄膜的光吸收特性与薄膜的化学计量比紧密相关,对于氧化物薄膜,当氧的组份偏低时薄膜呈现大的光吸收^[10]。从测量结果可以看出退火后样品的吸收明显下降。这是因为作为高价氧化物的氧化锆在电子束高温蒸发时很容易因失氧而生成吸收较大的非化学计量比成分,而在空气中退火样品可以进一步氧化重组氧空位,从而使得其吸收降低。

与薄膜的吸收测量结果相对应。可以看出,氧空位导致的光吸收是影响激光损伤阈值的重要因素,即吸收越小的样品其损伤阈值越高。这是由于当强激光照射时,氧缺陷会导致薄膜内局部受热产生剧烈

温升,进而使得薄膜内部产生许多微裂纹,而这些微裂纹的产生会导致薄膜后继吸收的增加和内应力的增大,从而加速了薄膜的破裂,最后导致薄膜损伤阈值的降低。此外,由图4还可以看到,退火前后激光损伤阈值的拟合曲线斜率变化很大。退火前由于薄膜中缺陷较多,激光辐照在缺陷区域就会损伤,相反则不会损伤,所以其损伤特性表现出较强的几率性;经退火后,由于很多缺陷(如氧空位缺陷)得到修复,缺陷密度降低,所以此时其损伤主要表现为薄膜材料的本征损伤特性,反应在激光损伤阈值拟合曲线上其斜率变大。

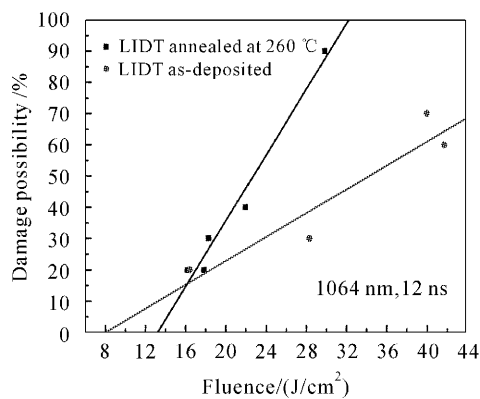


图4 样品的激光损伤阈值测量结果

Fig. 4 LIDT of the samples

5 结 论

通过对主膜系添加匹配层并借助计算机对膜系进行优化,设计出结构简单的1064 nm倍频波长分离膜规整膜系。用电子束蒸发及光电极值监控技术制备出光谱性能良好的薄膜样品。260 °C退火能使ZrO₂膜料进一步氧化来弥补膜层内非化学计量比缺陷,从而使样品的弱吸收降低。对于这里的薄膜

样品,由氧化物膜料的非化学计量比引起的弱吸收是导致其破坏的主要因素,所以随着弱吸收的降低其激光损伤阈值得到提高。

参 考 文 献

- 1 Yao Jianquan. All solid state laser and nonlinear optical frequency conversion technology [J]. *World's Research and Development of Science and Technology*, 2002, **24**(5): 1~10
姚建铨. 全固态激光及非线性光学频率变换技术 [J]. *世界科技研究与发展*, 2002, **24**(5): 1~10
- 2 Zhang Jian, Li Shiqun, Li Jiaqiang *et al.*. High power all-solid-state Nd:YVO₄ laser and its intracavity SHG [J]. *Chinese J. Lasers*, 1996, **B5**(3): 205~208
- 3 Liu Qiang, Lin Libin, Jiang Xiaodong *et al.*. Study on improving damage threshold of dielectric films [J]. *Chinese J. Lasers*, 2003, **30**(7): 637~641
刘 强,林理彬,蒋晓东等. 提高氧化物介质膜层损伤阈值的研究 [J]. *中国激光*, 2003, **30**(7): 637~641
- 4 Hong Dongmei, Zhu Zhen. Optical coatings for diode pumped Nd:YVO₄ frequency double laser [J]. *Laser and Infrared*, 2001, **31**(2): 118~120
洪冬梅,朱 震. 二极管泵浦 Nd:YVO₄倍频激光器使用的光学薄膜 [J]. *激光与红外*, 2001, **31**(2): 118~120
- 5 H. Niederwald, P. Greve, R. Eichinger. Dielectric coatings for diode pumped solid state laser devices [C]. *SPIE*, 1989, **1125**: 76~84
- 6 Elena A. Levchuk, Vladimir V. Novopashin, Alexander V. Shestakov. High quality low loss coatings for diode-pumped solid-state lasers [C]. *SPIE*, 1998, **3429**: 131~138
- 7 H. A. MacLeod. *Thin-film Optical Filters* [M]. London: Institute of Physics Publishing, 1986
- 8 Yuanan Zhao, Yingjian Wang, Hui Gong *et al.*. Annealing effects on structure and laser-induced damage threshold of Ta₂O₅/SiO₂ dielectric mirrors [J]. *Appl. Surface Sci.*, 2003, **210**(3~4): 353~358
- 9 Z. L. Wu, P. K. Kuo, Y. S. Lu *et al.*. Laser-induced surface thermal lensing for thin film characterizations [C]. *SPIE*, 1995, **2714**: 294~304
- 10 Tang Xuefei, Fan Zhengxiu, Wang Zhijiang. Laser-induced damage and optical properties of dual ion beam sputter deposited coatings [J]. *Acta Optica Sinica*, 1995, **15**(2): 217~224
汤雪飞,范正修,王之江. 双离子束溅射沉积薄膜的光学特性与激光损伤研究 [J]. *光学学报*, 1995, **15**(2): 217~224