

文章编号: 0258-7025(2006)06-0823-04

# 激光量热法测量光学薄膜微弱吸收

李斌成<sup>1</sup>, 熊胜明<sup>1</sup>, Holger Blaschke<sup>2</sup>, Detlev Ristau<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> 中国科学院光电技术研究所, 四川 成都 610041; <sup>2</sup> 汉诺威激光中心, 德国 汉诺威 30419)

**摘要** 按照国际标准 ISO 11551 研制了用于测量光学薄膜微弱吸收的激光量热装置。典型情况下吸收测量灵敏度优于  $10^{-6}$ , 测量误差估计为 10% 左右。在 1064 nm 波长测量 1 mm 厚石英玻璃基板的绝对吸收为  $3.4 \times 10^{-6}$ , 测量灵敏度达到  $1.5 \times 10^{-7}$ 。测量了不同膜层设计、不同使用角度、不同镀膜技术镀制的全介质高反膜样品; 使用离子束溅射 (IBS) 技术镀制的  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层  $0^\circ$  反射镜的吸收仅为  $1.08 \times 10^{-5}$ , 而使用离子束辅助沉积 (IAD) 技术镀制的  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  多层  $45^\circ$  反射镜的吸收测量值为  $6.83 \times 10^{-5}$ 。

**关键词** 测量技术; 微弱吸收; 激光量热法; 光学薄膜

**中图分类号** TN 247; O 484.5 **文献标识码** A

## Measuring Weak Absorptance of Optical Thin Films with Laser Calorimetric Technique

LI Bin-cheng<sup>1</sup>, XIONG Sheng-ming<sup>1</sup>, Holger Blaschke<sup>2</sup>, Detlev Ristau<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> Institute of Optics and Electronics, The Chinese Academy of Sciences, Chengdu, Sichuan 610041, China)

<sup>2</sup> Laser Zentrum Hannover e. V., Hannover 30419, Germany

**Abstract** A laser calorimeter in compliance with ISO 11551 was developed to measure the absolute absorptance of optical thin films. Under a typical condition the absorptance sensitivity of the calorimeter was better than  $10^{-6}$  and the measurement error was estimated to be  $\sim 10\%$ . For an uncoated fused silica substrate with 1-mm thickness, the measured absorptance was  $3.4 \times 10^{-6}$  and the sensitivity was  $\sim 1.5 \times 10^{-7}$ . The laser calorimeter was employed to measure the absorptance of highly reflective dielectric coatings prepared by two different coating techniques. The absolute absorptance of a  $0^\circ$   $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  multilayer mirror prepared by the ion beam sputtering (IBS) technique was as low as  $1.08 \times 10^{-5}$ , and the absorptance of a  $45^\circ$   $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  multilayer mirror prepared by the ion-assisted deposition (IAD) technique was  $6.83 \times 10^{-5}$ , respectively.

**Key words** measurement technique; weak absorptance; laser calorimetry; optical thin films

## 1 引言

高功率激光技术对发展抗激光诱导损伤的光学薄膜提出了越来越高的要求。随着激光功率的不断提高,要求激光系统中的光学薄膜(高反膜、分光膜以及增透膜等)有越来越高的损伤阈值和越来越低的热畸变。而光学薄膜的热畸变和损伤阈值是与其吸收直接相关的。吸收越低,热畸变越小,损伤阈值越高。现代的激光技术要求光学薄膜的吸收低于几个  $10^{-6}$ , 甚至更低。

要发展如此低吸收的激光光学薄膜,首先必须

要有测量如此低吸收的检测手段。目前常用的测量光学薄膜吸收的方法主要有光热法和量热法<sup>[1]</sup>。量热法是目前测量光学元件吸收的国际标准 (ISO 11551)<sup>[2]</sup>。其优点是能直接测量吸收绝对值(不需要定标),而且装置简单。吸收测量灵敏度与装置设计和制备中的诸多因素,如温度传感器的灵敏度、样品室的隔热性能、信号处理电路的噪声水平等密切相关。目前国际上先进的量热装置的测量灵敏度已达到  $10^{-6}$  量级<sup>[3~5]</sup>。本文报道一台基于国际标准 ISO 11551 研制的激光量热装置,其测量灵敏度优于  $10^{-6}$ 。对其性能进行了测试,并使用该测量装

收稿日期: 2005-11-10; 收到修改稿日期: 2005-12-05

作者简介: 李斌成(1966—),男,湖北天门人,中国科学院光电技术研究所研究员,博士,主要从事光热技术和光学薄膜检测技术研究。E-mail: bcli@ioe.ac.cn

置对自行设计和制备的全介质高反膜样品进行了测量,测得  $0^\circ$  反射镜的绝对吸光度仅为  $1.08 \times 10^{-5}$ 。

## 2 基本原理

激光量热法通过测量光学元件因吸收照射激光束能量而产生的温度上升来确定光学元件的吸收大小。ISO 11551 中规定,测量过程应包括照射前(至少 30 s),照射加热(5~300 s)和冷却(至少 200 s)三个过程。照射和冷却过程中被测样品的温度变化分别为<sup>[2]</sup>

$$T(t) = T(t_1) + \frac{\alpha P}{\gamma C_{\text{eff}}} \{1 - \exp[-\gamma(t - t_1)]\} = T(t_1) + A \{1 - \exp[-\gamma(t - t_1)]\}, \quad (1)$$

$$(t_1 \leq t \leq t_2)$$

$$T(t) = T(t_2) + B \{1 - \exp[-\gamma(t - t_2)]\}, \quad (2)$$

$$(t \geq t_2)$$

其中  $C_{\text{eff}}, \alpha, P, \gamma$  分别为样品及样品夹具的有效热容量、样品吸光度、照射激光束功率和热损失系数,  $t_1$  和  $t_2$  分别为激光束照射开始和结束时的时间,  $A, B$  为实验参数。从测量的温度变化曲线确定吸光度的方法有指数拟合法和脉冲法。在指数拟合法中,通过(1),(2)式拟合测量温度曲线得到  $A, B$  和  $\gamma$ , 从而得到被测样品的绝对吸光度

$$\alpha = \frac{f_c \gamma C_{\text{eff}} A}{P}, \quad (3)$$

式中的功率  $P$  由激光功率计测量,  $f_c$  为实验定标因子,通过测量已知吸收值的标准样品确定。有效热容量  $C_{\text{eff}}$  可表示为

$$C_{\text{eff}} = C_H + m \cdot c_p, \quad (4)$$

式中  $C_H$  为样品夹具的有效热容量,可通过实验测定。 $m$  和  $c_p$  分别为被测样品的质量和比热。

## 3 实验装置及性能

一套典型的激光量热装置主要包括加热激光器、光束整形及监视系统、样品夹具及温度测量元件(样品室)、数据处理电路及控制计算机等。图 1 为所研制的激光量热装置测量部分的示意图。加热激光器采用波长为 1064 nm 的连续 Nd:YAG 激光器。由激光器输出的光束经整形后聚焦到样品上。样品及温度测量元件置于绝热样品室内以减少环境温度漂移对测量的影响。激光照射时间由计算机控制的快门确定。激光束功率由激光功率计在照射样品前后测量。当快门打开时激光束照射到样品上,而当

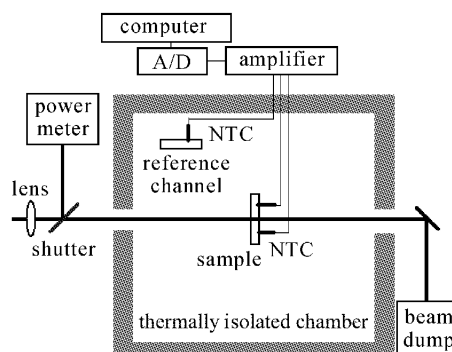


图 1 激光量热装置实验示意图

Fig. 1 Schematic diagram of the laser calorimetry setup

快门关闭时激光束照射到激光功率计上测量功率。样品的质量由精度为 0.01 g 的分析天平称量,比热使用所用基板材料的文献值。测量装置可对厚度 1~10 mm,直径 25~50 mm 的各种光学元件进行测量,测量入射角度可为  $0^\circ$  或  $45^\circ$ 。整个测量过程由计算机控制,自动完成。测量结束时温度测量结果及其指数法最优拟合以及被测样品的吸收值自动显示。

激光量热装置的研制是按 ISO 11551 完成的。装置中的关键部件是温度测量单元。使用了灵敏度极高的负温度系数温度传感元件(NTC),并采用第二套温度传感器测量样品室内环境温度漂移并使用桥式电路进行补偿,使温度测量灵敏度达到  $\mu\text{K}$  量级<sup>[6]</sup>。另外,在设计样品夹具时温度传感元件与照射光束的间距设置为 7 mm,有效消除了样品有限热导率对吸收测量结果的影响<sup>[2]</sup>。

在测量样品吸收之前,必须事先测定样品夹具的有效热容量  $C_H$ <sup>[7]</sup>。图 2 为测量结果。由于在设计样品夹具时使用了低热导率的材料支撑样品并且

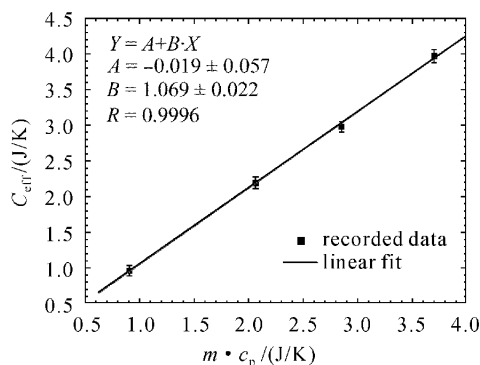


图 2 样品夹具有效热容量测量结果

Fig. 2 Measurement of the effective heat capacity of the sample holder

夹具和样品接触点很小,测量结果显示样品夹具的有效热容量很低,对测量的影响很小。考虑到实际测量中的误差,在计算样品吸光度值时假设样品夹具的有效热容量为 $0.05 \text{ J/K}$ 。然后,使用 $100\%$ 吸收的标准样品对量热装置进行了标定,多次测量的平均吸收值非常接近 $100\%$ ,测量误差为 $2\%$ 左右。因此设定(3)式中的实验定标因子 $f_s$ 为 $1.0$ 。

为了确定测量装置的吸收测量灵敏度,对直径为 $25 \text{ mm}$ ,厚度为 $1 \text{ mm}$ 的石英玻璃基板进行了测量,结果如图3所示。图中点为实测温度数据,曲线为指数拟合法的最小二乘法拟合结果。测量时使用的激光功率为 $7.0 \text{ W}$ ,照射和冷却时间分别为 $120 \text{ s}$ 和 $300 \text{ s}$ 。照射导致的最大温度上升约为 $2 \text{ mK}$ 。根据指数拟合法得到的吸光度值为 $3.4 \times 10^{-6}$ ,和文献[6]报道的石英玻璃基板测量结果一致。根据ISO 11551中的规定,在照射样品前 $120 \text{ s}$ 内记录了温度变化,用于消除环境温度漂移对吸光度测量的影响。图3中插图所示为激光照射前所记录的基线温度变化,其中样品室内环境温度的线性漂移已在数据处理中自动扣除。从插图中可以看出该测量装置的基线温度噪声峰-峰值为 $80 \mu\text{K}$ 左右,对应的吸光度值仅为 $1.5 \times 10^{-7}$ 左右。由此可见,激光量热法的吸收测量灵敏度和光热法相当<sup>[8,9]</sup>。需要说明的是,此灵敏度值是针对该石英玻璃样品(质量 $1.1 \text{ g}$ )和激光功率 $7.0 \text{ W}$ 得到的。假如使用质量轻(热容量低)的样品和高的激光功率可进一步提高激光量热法的测量灵敏度。考虑到典型样品的质量可能在 $1 \sim 5 \text{ g}$ ,可以认为该测量装置的灵敏度优于 $10^{-6}$ 。

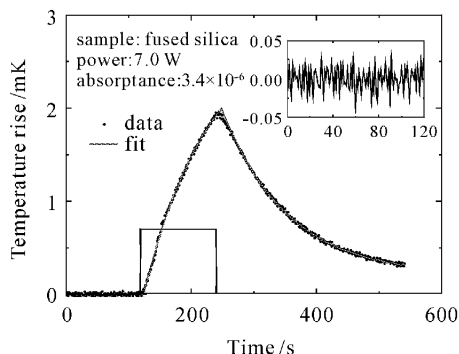


图3 1 mm厚石英基板的测量结果

Fig. 3 Measurement result for a fused silica substrate with thickness of 1 mm

#### 4 测量结果与讨论

使用所研制的激光量热装置,测量了不同膜层

设计、不同使用角度、不同镀膜技术镀制的中心波长为 $1064 \text{ nm}$ 的全介质高反膜样品。样品基板是直径为 $25 \text{ mm}$ ,厚度为 $3 \text{ mm}$ ,质量为 $3.65 \text{ g}$ 的石英玻璃材料。图4是使用离子束溅射(IBM)技术镀制的 $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ 多层 $0^\circ$ 高反镜的测试结果。测量时使用的激光照射功率为 $7.1 \text{ W}$ ,照射和冷却时间分别为 $180 \text{ s}$ 和 $500 \text{ s}$ 。测量显示该多层膜的吸收仅为 $1.08 \times 10^{-5}$ 。图5是使用离子束辅助沉积(IAD)镀膜机镀制的 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 多层 $45^\circ$ 高反镜的测试结果。测量时使用的激光功率为 $7.3 \text{ W}$ ,照射和冷却时间分别为 $180 \text{ s}$ 和 $400 \text{ s}$ 。该膜层的吸收测量值为 $6.83 \times 10^{-5}$ 。

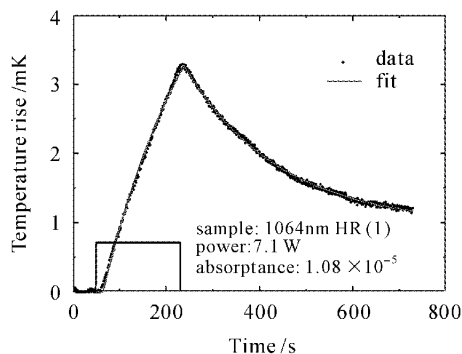


图4 离子束溅射镀制的 $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ 多层 $0^\circ$ 高反镜测试结果

Fig. 4 Measurement result of a highly reflective  $0^\circ$   $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  multilayer prepared by IBS technique

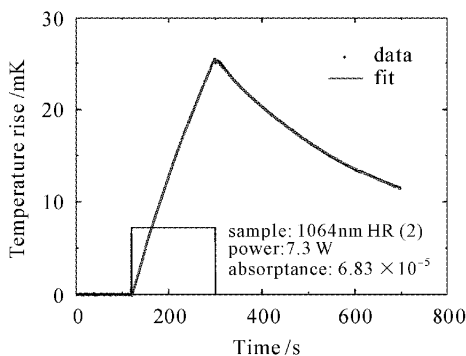


图5 离子束辅助沉积镀制的 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 多层 $45^\circ$ 高反镜测试结果

Fig. 5 Measurement result of a highly reflective  $45^\circ$   $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  multilayer prepared by IAD technique

实验中使用的薄膜样品均为高反射膜,在测量波长的反射率均在 $99.9\%$ 之上,因此测量的吸收值来自薄膜吸收。对其他非高反射薄膜样品,实际测量的吸收值为薄膜吸收和基底材料吸收之和。

由于激光量热法测量方法简单,影响因素相对

较少,因此有较高的绝对测量精度。量热装置主要的测量误差来源包括:温度测量元件的温度标定误差 $\pm 1.2\%$ ,质量称量误差 $\pm 0.1\%$ ,样品热容量文献值和夹具有效热容量误差 $\pm 5\%$ ,激光功率测量误差 $\pm 3\%$ ,标定因子 $f$ 。确定误差 $\pm 2\%$ ,测量过程中的非线性温度漂移和激光照射导致的各种预处理效应(表面清洁、色心形成等)等因素引起的信号畸变和信号处理中的拟合误差等数据处理综合误差 $\pm 6\%$ 。综合所有误差来源,估计绝对吸收值的测量误差为 $10\%$ 左右。对绝对值低于 $10^{-5}$ 的吸收,绝对测量误差为 $10^{-6}$ 。

## 5 结 论

按照国际标准 ISO 11551 研制了高灵敏激光量热装置,用于测量光学薄膜的绝对吸收值,吸收测量灵敏度优于 $10^{-6}$ ,在轻质量样品时达到 $1.5 \times 10^{-7}$ 左右,测量误差估计为 $10\%$ 左右。对不同膜层设计、不同使用角度、不同镀膜技术镀制的全介质高反膜样品进行了测量。测量结果显示使用离子束溅射技术镀制的 $0^\circ$ 高反镜的吸收仅为 $1.08 \times 10^{-5}$ ,而使用离子束辅助沉积技术镀制的 $45^\circ$ 高反镜的吸收值为 $6.83 \times 10^{-5}$ 。

## 参 考 文 献

- 1 E. Welsch, D. Ristau. Photothermal measurement on optical thin films [J]. *Appl. Opt.*, 1995, **34**(31):7239~7253
- 2 ISO 11551: 2003 (E), Test method for absorbance of optical laser components [S]. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 2003
- 3 Detlev Ristau, Johannes Ebert. Development of a thermographic laser calorimeter [J]. *Appl. Opt.*, 1986, **25**(24):4571~4578
- 4 U. Willamowski, T. Gross, D. Ristau *et al.*. Calorimetric measurement of optical absorption and transmissivity with sub-ppm sensitivity [C]. *SPIE*, 1996, **2775**:148~158
- 5 K. Mann, G. Eckert, C. Göerling *et al.*. Characterization of DUV and VUV optical components [C]. *SPIE*, 2002, **4691**:1742~1752
- 6 Uwe Willamowski, Detlev Ristau, E. Welsch. Measuring the absolute absorbance of optical laser components [J]. *Appl. Opt.*, 1998, **37**(36):8362~8370
- 7 H. Blaschke, M. Jupé, D. Ristau. Absorbance measurements for the DUV spectral range by laser calorimetry [C]. *SPIE*, 2003, **4932**:467~474
- 8 Hu Haiyang, Fan Zhengxiu, Zhao Qiang. Measuring weak absorbance of thin film coatings by surface thermal lensing technique [J]. *Acta Optica Sinica*, 2001, **21**(2):150~154  
胡海洋,范正修,赵强.表面热透镜技术探测光学薄膜的微弱吸收[J]. *光学学报*, 2001, **21**(2):150~154
- 9 Wang Yingjian, Hu Haiyang, Li Qingguo *et al.*. Study of weak absorption of the thin films coated on the Si plates [J]. *Chinese J. Lasers*, 2001, **A28**(10):937~940  
王英剑,胡海洋,李庆国等.高反射硅镜弱吸收研究[J]. *中国激光*, 2001, **A28**(10):937~940