

文章编号: 0258-7025(2010)06-1626-05

激光预处理对 SiO₂ 单层膜中缺陷的影响

李 笑^{1,2} 刘晓凤^{1,2} 赵元安¹ 邵建达¹

(¹ 中国科学院上海光学精密机械研究所强激光材料重点实验室, 上海 201800)
² 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要 采用小光斑激光预处理扫描 SiO₂ 单层膜, 利用激光损伤阈值的光斑效应对预处理前后 SiO₂ 单层膜中缺陷的影响进行分析, 并引入缺陷阈值和缺陷密度来表征薄膜中引起损伤的缺陷。研究表明, 激光预处理可以使 SiO₂ 单层膜在采用最大光斑条件下的损伤阈值提高 1.6 倍左右, 并且激光预处理可清除薄膜中低阈值的缺陷。

关键词 薄膜; 激光预处理; SiO₂ 单层膜; 光斑效应; 缺陷

中图分类号 TN249; O484 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL20103706.1626

Influence of Laser-Conditioning on Defects of SiO₂ Mono-Layer Films

Li Xiao^{1,2} Liu Xiaofeng^{1,2} Zhao Yuan'an¹ Shao Jianda¹

(¹ Key Laboratory of High Power Laser Materials, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,
Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China
² Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract The influence of laser-conditioning on defects of SiO₂ mono-layer films, which is laser conditioned by small spot laser scanning process, is investigated by the spot-size effect of laser-induced damage. The threshold and the density of defect were introduced to characterize the initiating defects in the film. It is found that the laser-induced damage threshold can be increased by a factor of 1.6 under the largest spot-size used and the defects with low threshold can be removed by laser conditioning scanning process.

Key words thin films; laser-conditioning; SiO₂ mono-layer film; spot-size effect; defects

1 引 言

激光预处理是采用亚阈值能量的激光束辐照光学元件表面, 从而提高其激光诱导损伤阈值的一种技术手段。经过几十年的研究, 国外的许多研究者提出了许多理论模型来解释激光预处理的机理, 包括电子杂质缺陷抑制模型、缺陷清除模型、激光加热退火模型和表面微观结构变化模型等^[1~6]。

在薄膜的制备过程中, 由于制备薄膜的材料不纯, 造成薄膜中杂质缺陷的存在; 或者薄膜中某些区域的晶格中的原子的周期性排列遭到破坏, 从而在这些区域中产生吸收性的结构缺陷, 使得这些区域对辐照激光的吸收增强, 导致对薄膜产生破坏。

激光预处理是用亚阈值的激光辐照在元件表面, 处于强吸收区域的缺陷或杂质吸收激光能量, 使

杂质和缺陷消失或者转化成非吸收性的杂质或缺陷, 在进一步的激光辐照作用下, 难以吸收激光能量, 进而提高其损伤阈值。众所周知, 在长波长、宽脉宽的激光辐照下, 光学薄膜的激光损伤主要是薄膜中存在的杂质和缺陷引起的诱导激光损伤^[7~11], 那么研究光学薄膜在预处理前后缺陷和杂质的变化情况, 对理解和研究光学薄膜的激光预处理机理具有重要的意义。很多研究表明, 对于这种以缺陷作为损伤源的薄膜, 存在着明显的光斑尺寸效应, 即随着光斑尺寸的增大, 由于其包含的缺陷数目的增多, 激光光束碰到缺陷的几率就会增大, 那么在相同的激光能量密度条件下, 薄膜被损伤的几率就会增大, 则薄膜的损伤阈值就会减小。这种缺陷损伤的激光光斑尺寸效应, 简称为光斑效应。

收稿日期: 2009-09-07; 收到修改稿日期: 2009-10-26

基金项目: 国家 863 计划(2006AA804908)资助课题。

作者简介: 李 笑(1983—), 男, 博士研究生, 主要从事激光预处理机理等方面的研究。E-mail: sanxiaoli@siom.ac.cn

导师简介: 邵建达(1964—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要从事光学薄膜技术方面的研究。E-mail: jdsiao@opfilm.com

本文在小光斑激光预处理 SiO₂ 单层膜的基础上,以缺陷阈值和缺陷密度来表征薄膜中存在的缺陷,引入激光损伤阈值的光斑效应来模拟分析薄膜缺陷在预处理前后的变化情况,从而研究激光预处理对 SiO₂ 单层膜中缺陷的影响。

2 实验装置和实验过程

2.1 实验装置和样品

实验装置如图 1 所示,依照 ISO11254 标准建立^[11]。实验中使用的 Nd:YAG 脉冲激光器,其输出波长为 1064 nm,脉宽为 12 ns,TEM₀₀ 模式。样品安放在一个由步进电机控制的二维平台上。通过改变透镜的焦距来控制样品台面上的光束直径,光斑尺寸由刀口法测得。实验所用的 SiO₂ 单层膜样品是采用电子束蒸发方法在 K9 基底上制备的。

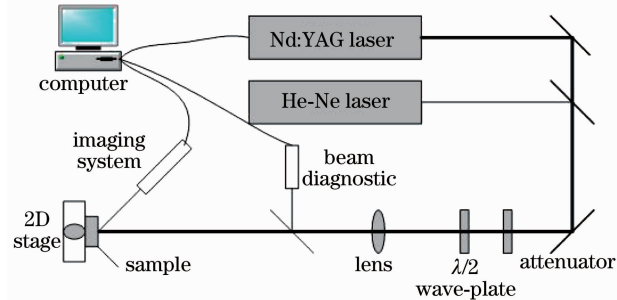


图 1 激光损伤和激光预处理实验装置

Fig. 1 Experimental setup for damage and laser-conditioning scanning

2.2 实验过程

首先对一组样品进行 1-on-1 损伤测试,测试所用的光斑尺寸分别为 650, 313 和 247 μm。采用激光损伤阈值的光斑效应对样品的测试结果拟合出薄膜中缺陷的特征:缺陷阈值 I_d 和缺陷密度。得到预处理前薄膜样品的缺陷特征后,对薄膜进行小光斑激光预处理扫描,其扫描过程如图 2 所示。扫描采用的能量密度为 $0.6I_d$,扫描步长为 300 μm。

样品预处理完之后,再进行多光斑下的 1-on-1

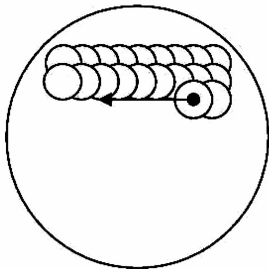


图 2 激光预处理扫描示意图

Fig. 2 Schematic of laser-conditioning scanning process

损伤测试,所采用的光斑尺寸和预处理前所采用的光斑尺寸相同。

3 结果分析与讨论

3.1 预处理前后的测试结果

预处理前后的 1-on-1 损伤测试结果如表 1 所示,可以看出, SiO₂ 薄膜在预处理前后,其损伤阈值是随着光斑直径的减小而增大的,说明在预处理前后,该薄膜都存在明显的光斑效应。同时也说明预处理前后,该薄膜的损伤都是由缺陷引起的。在测试的最大光斑尺寸下,预处理后薄膜的损伤阈值提高了 1.6 倍左右。在预处理过程中出现少量的缺陷损伤,表明预处理可以清除薄膜中的缺陷。研究发现,预处理过程中清除的是薄膜中存在的低阈值缺陷,正是由于低阈值缺陷的清除,提高了薄膜的抗激光损伤能力,提高了薄膜的损伤阈值。另一方面,预处理过程不仅是一个清除低阈值缺陷的过程,并且还会产生新的缺陷,而这些新产生的缺陷阈值要比被清除掉的缺陷阈值高得多,从而使薄膜的抗损伤能力也会得到相应的提高。

表 1 预处理前后的损伤阈值测试结果

Table 1 Results of laser induced damage threshold (LIDT) of 1-on-1 tests before and after laser-conditioning

Spot diameters / μm	650	313	247
LIDTs before laser-conditioning / (J/cm ²)	11.5	16.6	21.3
LIDTs after laser-conditioning / (J/cm ²)	18.4	28.8	39.2

3.2 预处理前后薄膜中的缺陷分析

3.2.1 理论基础

L. G. Deshazer 等^[12]的研究表明,薄膜的损伤阈值由两部分组成,即薄膜的本征损伤阈值 I_i 和薄膜中的缺陷损伤阈值 I_d ,损伤测试出的损伤阈值 I 可以表示成两者的函数

$$I = I_d P(\omega_0) + I_i P(\omega_0), \quad (1)$$

$$P(\omega_0) = 1 - \exp\left[-\frac{1}{8} \pi \ln 2 \left(\frac{\omega_0}{d}\right)^2\right], \quad (2)$$

式中 P 为激光光束辐照区域包含至少一个缺陷的几率, ω_0 为光斑的直径, d 为薄膜中缺陷的平均距离。

在用光斑效应拟合的过程中,采用理论损伤阈值和实验所测损伤阈值的标准偏差 σ^2 作为拟合目标函数,通过改变(1),(2)式中的拟合参数 I_i, I_d 和 d ,使之得到最小值,得到的拟合参数就是所需要的

薄膜中的缺陷参数。该目标函数表示为

$$\sigma^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (I_{fi} - I_{ei})^2}{n}, \quad (3)$$

式中 I_{fi} 为由光斑效应拟合出来的损伤阈值, I_{ei} 为实验中测试出来的 1-on-1 损伤阈值, n 为测试时所采用的光斑数目。由于实验是在多光斑下进行的, 引

入光斑的数目消除由光斑的数目引起的偏差。

3.2.2 拟合结果分析

由理论基础可对预处理前后的阈值测试结果进行拟合, 拟合结果如图 3 和图 4 所示。由 Leica-DMRXE 光学显微镜观察到的该薄膜预处理前后 50 μm 处典型的损伤形貌如图 5 所示。

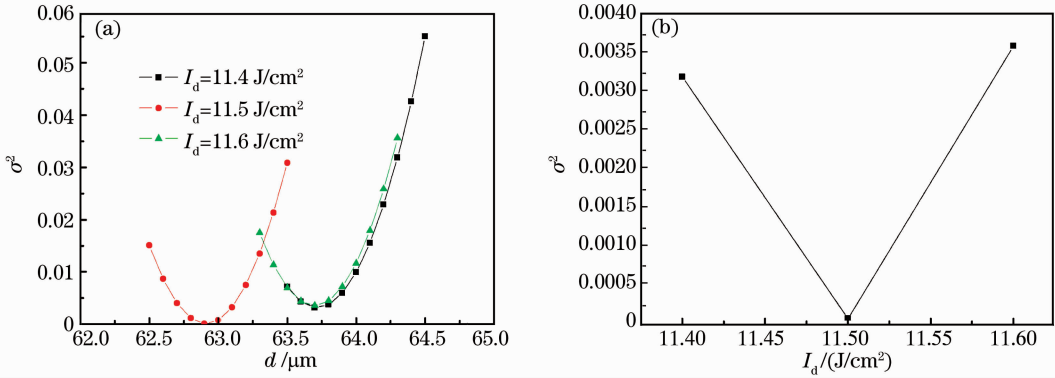


图 3 SiO₂ 单层膜预处理之前的拟合结果。(a) σ^2 和 d 之间的关系;(b) σ^2 和 I_d 之间的关系
Fig. 3 Fitting results of SiO₂ mono-layer films before laser-conditioning. (a) function of σ^2 and d ; (b) function of σ^2 and I_d

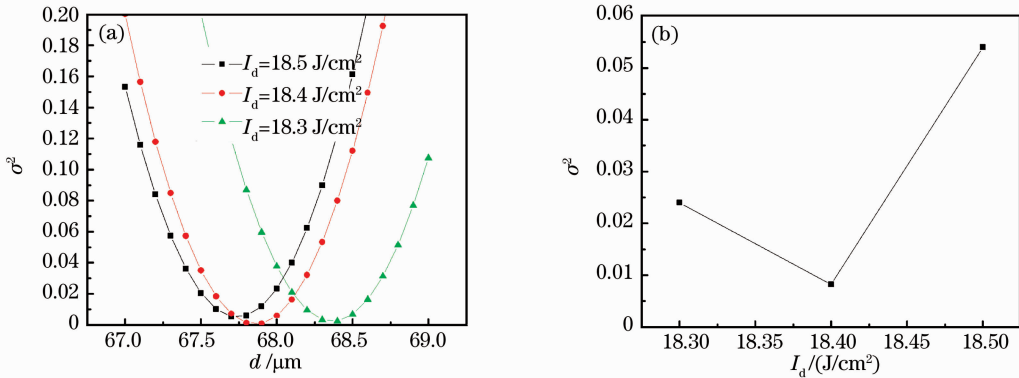


图 4 SiO₂ 单层膜预处理之后的拟合结果。(a) σ^2 和 d 之间的关系;(b) σ^2 和 I_d 之间的关系
Fig. 4 Fitting results of SiO₂ mono-layer films after laser-conditioning. (a) function of σ^2 and d ; (b) function of σ^2 and I_d

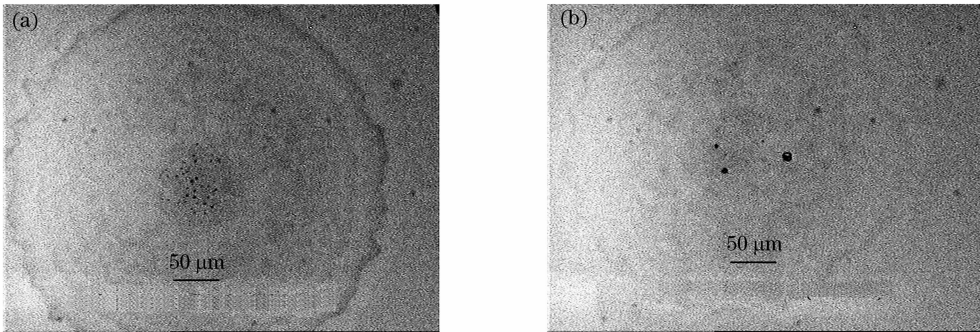


图 5 SiO₂ 单层膜预处理前后典型的损伤形貌。(a) 预处理之前的损伤形貌 (18.0 J/cm²); (b) 预处理之后的损伤形貌 (25.0 J/cm²)

Fig. 5 Typical damage morphology of SiO₂ mono-layer film before and after laser-conditioning (a) before laser-conditioning (18.0 J/cm²); (b) after laser-conditioning (25.0 J/cm²)

由图 3 可以得到预处理之前薄膜中引起损伤的缺陷的特征是:缺陷阈值为 11.5 J/cm^2 , 缺陷之间的平均距离为 $63.0 \mu\text{m}$ 。假设这些缺陷在薄膜中均匀分布且缺陷非常小, 则可以得到薄膜中这种缺陷的密度为 $2.52 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 。这种缺陷特征, 其实就是在拟合过程中所采用的拟合参数, 由于这些拟合参数使得 σ^2 最小, 所以认为这些参数就是预处理前薄膜中缺陷的特征参数。由图 4 可以得到预处理之后薄膜中引起损伤的缺陷的特征为: 缺陷阈值为 18.4 J/cm^2 , 缺陷之间的平均距离为 $67.9 \mu\text{m}$ 。同样, 假设这些缺陷在薄膜中均匀分布且缺陷非常小, 则这种缺陷的密度为 $1.47 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 。由图 5 所示的损伤形貌可以发现, 在预处理之前薄膜的损伤中心, 小的缺陷点的数目要比预处理之后的数目少, 直观地反映出预处理之后薄膜中的缺陷密度变小了, 同时也说明缺陷之间的平均距离增大了。由此可以看出, 薄膜中低阈值的缺陷在预处理之后不再对薄膜损伤起作用, 即低阈值的缺陷被清除或者使之转化成为高阈值的缺陷。

J. Capoulade 等^[13,14]的研究表明, 薄膜中引起损伤的缺陷的密度与其阈值之间遵循高斯分布规律, 为

$$g(T) = \frac{2\rho}{\Delta T_0 \sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{T-T_0}{\Delta T_0/2}\right)^2\right], \quad (4)$$

式中 $g(T)$ 为缺陷分布函数, ρ 为缺陷的密度, T_0 为缺陷的平均阈值, T 为缺陷阈值, ΔT_0 为缺陷阈值的标准偏差。由此得到引起损伤的缺陷的高斯分布如图 6 所示^[14]。由于预处理后薄膜中的缺陷阈值比预处理前的缺陷阈值高, 而其密度却比预处理前的密度低, 这种情况可以分成两种情况来考虑: 1) 如果预处理后的损伤阈值 T_{01} 大于薄膜中缺陷的平均阈值 T_0 , 且大于高斯分布与预处理之前的缺陷阈值和 T_0 的对称的阈值点 T'_0 , 则阈值小于 T_{01} 的缺陷被全

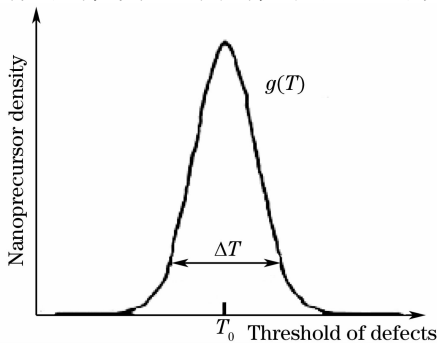


图 6 引起损伤的缺陷的高斯分布

Fig. 6 Gaussian distribution of initiating defects

部清除, 而阈值为 T_{01} 的缺陷不一定被清除。2) 如果 T_{01} 小于 T'_0 , 则阈值小于 T_{01} 的缺陷被全部清除, 并且阈值为 T_{01} 的缺陷也会被部分清除。即激光预处理可以完全清除低阈值缺陷, 高阈值的缺陷也可小部分被清除。

4 结 论

通过对 SiO₂ 单层膜的小光斑激光预处理扫描实验和光斑效应的拟合, 可以看出激光预处理可以使 SiO₂ 单层膜在采用最大光斑条件下的激光诱导损伤阈值提高 1.6 倍左右, 并且激光预处理可以清除薄膜中存在的低阈值的缺陷, 也可能清除部分的高阈值缺陷。

参 考 文 献

- H. Bercegol. What is laser conditioning: A review focused on dielectric multilayers [C]. *SPIE*, 1999, **3578**:421~426
- C. R. Wolfe, M. R. Kozlowski, J. H. Cambell *et al.*. Laser conditioning of optical thin films [C]. *SPIE*, 1989, **1438**:360~375
- M. R. Kozlowski, C. R. Wolfe, M. C. Staggs *et al.*. Large area laser conditioning of dielectric thin film mirrors [C]. *SPIE*, 1989, **1438**:376~392
- L. Sheehan, M. R. Kozlowski, F. Rainer *et al.*. Large-area conditioning of optics for high-power laser systems [C]. *SPIE*, 1994, **2114**:559~568
- E. Eva, K. Mann, N. Kaiser *et al.*. Laser conditioning of LaF₃/MgF₂ dielectric coatings at 248 nm [J]. *Appl. Opt.*, 1996, **35**(28):5613~5619
- Liu Xiaofeng, Li Dawei, Li Xiao *et al.*. 1064 nm laser conditioning effect of HfO₂/SiO₂ high reflectors deposited by e-beam [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(6):1545~1549
刘晓凤, 李大伟, 李 笑等. 电子束蒸发制备 HfO₂/SiO₂ 高反射 1064 nm 激光预处理效应 [J]. *中国激光*, 2009, **36**(6):1545~1549
- Wei Chaoyang, He Hongbo, Shao Jianda *et al.*. Thermodynamics damage of optical coatings induced by absorbing inclusion thermal irradiation [J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, **28**(4):809~812
魏朝阳, 贺洪波, 邵建达等. 吸收杂质热辐射诱导光学薄膜破坏的热力机制 [J]. *光学学报*, 2008, **28**(4):809~812
- Jianke Yao, Zhengxiu Fan, Hongbo He *et al.*. Influence of coating material on laser damage threshold of TiO₂ films [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2007, **5**(9):556~558
- Dawei Zhang, Shuhai Fan, Weidong Gao *et al.*. Study on absorbance and laser damage threshold of HfO₂ films prepared by ion-assisted reaction deposition [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2004, **2**(5):305~307
- Hu Jianping, Chen Mei, Fu Xiongying *et al.*. Relation between laser damage and defects of HfO₂/SiO₂ HR coatings [J]. *High Power Laser & Particle Beams*, 2001, **13**(5):529~532
胡建平, 陈 梅, 付雄鹰等. HfO₂/SiO₂ 高反射膜的缺陷及其激光损伤 [J]. *强激光与粒子束*, 2001, **13**(5):529~532
- ISO 11254-1. Lasers and laser-related equipment-determination of laser-induced damage threshold of optical surfaces — Part 1: 1-on-1 test [S]. 2002
- L. G. Deshazer, B. E. Newnam, K. M. Leung. Role of

coating defects in laser-induced damage to dielectric thin films [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1973, **23**(11):607~609

13 J. Capoulade, L. Gallais, J. Y. Natoli *et al.*. Multiscale analysis of the laser-induced damage threshold in optical coatings [J]. *Appl. Opt.*, 2008, **47**(29):5272~5280

14 H. Krol, L. Gallais, C. Grezes-Besset *et al.*. Investigation of nanoprecursors threshold distribution in laser-induced damage testing [J]. *Opt. Commun.*, 2005, **256**(1-3):184~189

230 MHz 重复频率锁模掺铒光纤激光器

飞秒超短脉冲激光器是产生激光频率梳(光梳)的核心。目前获得的光梳多采用钛宝石激光器,但由于其价格昂贵和长期稳定性差,光纤激光器显得更有竞争力。但是光纤激光器受光纤长度的限制,重复频率即光梳的梳齿频率间隔不能做得太高,一般在 100 MHz 以下。

Menlo System 基于光纤激光器的光梳系统是 250 MHz,但是其抽运激光功率超过 2 W,单管半导体激光器需要复杂的合束系统才能达到;麻省理工学院也报道了重复频率为 301 MHz 的掺铒光纤激光器,其抽运功率是 1.4 W,而输出功率仅有 61 mW,带宽为 21.5 nm,对应脉宽为 108 fs;在小功率抽运高重复频率激光器方面,台湾工业技术研究院的小组报道了重复频率为 300 MHz 的掺铒光纤激光器,输出功率为 60 mW,带宽约为 30 nm,对应脉宽为 93 fs。

北京大学研究组设计和实现了低抽运功率下在掺铒光纤激光器中的高重复频率锁模。为了提高脉冲的重复频率,即缩短腔长,本课题组采用高增益光纤(Liekki 110-4/250),将光纤式隔离器替换成厚度为 4 mm 的空间隔离器,采用小焦距的准直器以减小其尾纤长度,如图 1 所示。

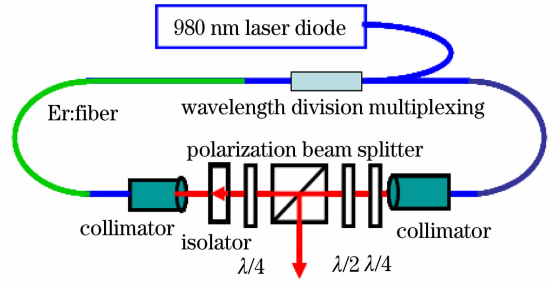


图 1 掺铒光纤激光器结构示意图

Fig. 1 Schematic of Er-doped fiber laser

在 600 mW 半导体激光器抽运下,此激光器的重复频率工作在 230 MHz,最高平均输出功率为 70 mW,其脉冲的重复频率和光谱图如图 2 所示,光谱范围为 1350~1700 nm (1700 nm 以外的光谱由于仪器测量范围限制未能显示),其半峰全宽(FWHM)约为 130 nm,相应的傅里叶变换受限脉冲宽度为 30 fs。初步的脉冲压缩实验已经将脉冲宽度压缩到 36 fs。本课题组今后的工作是进一步缩短光纤长度,力争达到 300 MHz 的重复频率。

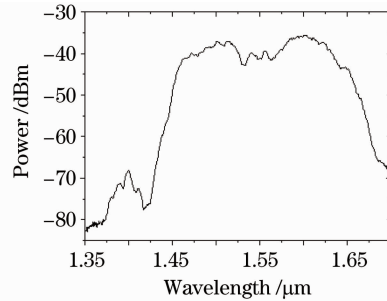
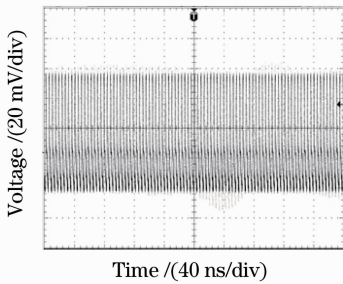


图 2 (a)锁模脉冲列示意图;(b)锁模脉冲光谱图

Fig. 2 (a) Mode locked pulses train; (b) output spectrum of the mode locked pulse

马 丁 宗伟健 蔡 岳 张志刚

(北京大学信息科学技术学院量子电子学研究所区域光纤通信网与新型光通信系统国家重点实验室,北京 100871)