# 278 nm 全固态激光系统倍频分离膜的研制

付秀华<sup>1</sup>,陈成<sup>1</sup>\*,胡章贵<sup>2,3</sup>,熊仕富<sup>2,3</sup>\*\*,张静<sup>1</sup>,王菲<sup>1</sup>,王晨鑫<sup>2,3</sup>

1长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022;

2天津理工大学功能晶体研究院,天津 300384;

3天津理工大学天津市功能晶体材料重点实验室,天津 300384

摘要 根据 278 nm 激光系统的技术要求,研制了一种倍频分离膜,用于二倍频激光和四倍频激光的分离。实验以 牌号为 JGS1 的石英玻璃作为基底,结合激光损伤热效应机理及材料的本征吸收,选择金属铪和 UV-SiO<sub>2</sub> 作为薄膜 材料。利用 Macleod 膜系设计软件分析电场强度分布随膜系周期的变化规律,依据薄膜设计理论和激光损伤场效 应机理,完成了倍频分离膜的设计。采用 X 射线光电子能谱仪、分光光度计和 ZYGO 干涉仪表征了薄膜的化学成 分、光学性能和表面粗糙度。对实验结果进行对比分析,优化薄膜的生长工艺,减小了外因吸收。测试结果表明, 当入射角为 45°时,278 nm 波长处的透过率为 98.82%,556 nm 波长处的反射率为 99.80%,在 40°~50°宽入射角范 围内,光谱性能均可达到技术指标,激光损伤阈值为 12.53 J/cm<sup>2</sup>,满足使用要求。

关键词 薄膜; 倍频分离膜; 热效应; 场效应; 激光损伤阈值 中图分类号 O484 文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201946.1203002

# Development of Separation Film for Frequency Doubling in 278 nm All-Solid-State Laser System

Fu Xiuhua<sup>1</sup>, Chen Cheng<sup>1\*</sup>, Hu Zhanggui<sup>2,3</sup>, Xiong Shifu<sup>2,3\*\*</sup>, Zhang Jing<sup>1</sup>, Wang Fei<sup>1</sup>, Wang Chenxin<sup>2,3</sup>

<sup>1</sup>Department of Optics and Electric Engineering, Changchun University of Science and Technology, Jilin, Changchun 130022, China;

<sup>2</sup> Institute of Functional Crystals, Tianjin University of Technology, Tianjin 300384, China;

<sup>3</sup> Tianjin Key Laboratory of Functional Crystal Materials, Tianjin University of Technology, Tianjin 300384, China

Abstract To meet the technical requirements of the 278-nm laser system, a separation film for frequency doubling is developed to separate the double frequency laser and quadruple frequency laser. Combined with the laser damage thermal effect and intrinsic absorption of the materials, Hafnium and UV-SiO<sub>2</sub> are chosen as film materials and the well-cleaned JGS1 quartz glass is used as the substrate. According to the thin film theory and laser damage field effect mechanism, the periodicity variation in electric field intensity distribution of the film is studied and design of the frequency separation film is completed by Macleod software. The chemical composition, optical properties, and surface roughness of the film are analyzed using X-ray photoelectron spectroscopy, spectrophotometer, and ZYGO interferometer, respectively. In comparison with experimental results, the deposition technology of the film is optimized to improve the film growth process and reduce external absorption. Experimental results show that the transmittance of films is 98.82% at 278 nm and reflectance is 99.80% at 556 nm when the incident angle is  $45^{\circ}$ . In the wide incident angle range of  $40^{\circ}$ - $50^{\circ}$ , spectral performance can meet the requirements of the target. The laser-induced damage threshold is  $12.53 \text{ J/cm}^2$ , which meets the needs of use.

Key words films; separation film for frequency doubling; thermal-effect; field-effect; laser induced damage threshold

OCIS codes 310.6845; 310.4165; 310.6860

收稿日期: 2019-07-29; 修回日期: 2019-08-20; 录用日期: 2019-09-03

基金项目:国家自然科学基金重大项目(51890865)、吉林省重大科技攻关专项(20190302095GX)

<sup>\*</sup> E-mail: cc\_optics@163.com; \*\* E-mail: xsf\_optics@126.com

# 1 引 言

紫外全固态激光器具有体积小、能量大、光束质 量高以及长时间工作稳定性好等优点<sup>[1-3]</sup>,在国防、 精密加工、医学医疗和科学研究等领域得到了广泛 应用<sup>[4-7]</sup>。2012年,杨峰等<sup>[8]</sup>通过全新的技术途径, 以新型高功率1112 nm Nd:YAG 近红外基频半导 体激光泵浦固体激光器(DPL)为泵浦源,利用紫外 非线性光学晶体 CBO(三硼酸铯,化学式为 CsB<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)<sup>[9]</sup>四倍频得到了 1.3 W 的278 nm激光。 278 nm激光的实现为日盲波段激光的发展注入了 新活力,有望成为一种可实用化的高功率新型短波 紫外全固态激光源。

激光器的输出功率一方面受限于晶体质量和尺 寸,另一方面依赖于激光系统中各光学元件表面薄 膜的质量,因此研制出高质量的光学薄膜<sup>[10]</sup>对于提 高激光器倍频转换效率、改善输出激光的光束质量 以及提高激光器输出功率具有重要作用。 目前,倍频分离膜的研究多集中在可见/近红 外波段高透射以及紫外波段高反射方面。2006 年,尚光强等<sup>[11]</sup>制备了 $T_{351 \text{ nm}} = 0.20\%$ 、 $T_{527 \text{ nm}} =$ 96.44%和 $T_{1053 \text{ nm}} = 96.08\%$ 的倍频分离膜(T为透过率),并对其性能进行了研究。2011年,王孝 东等<sup>[12]</sup>研制了 $R_{355 \text{ nm}} \ge 99\%$ 、 $T_{532 \text{ nm}} \ge 99\%$ 和 $T_{1064 \text{ nm}} \ge 99\%$ 的倍频分离膜(R为反射率),其在 355 nm激光辐照下的损伤阈值为 5.1 J/cm<sup>2</sup>。所 查资料显示,目前鲜有日盲波段高透射、可见光波 段高反射的倍频分离膜的研究报道。本文通过分 析镀膜材料,探究优化工艺参数,设计优化膜系等 工作,最终在 JGS1 基底上研制出一种倍频分离 膜,实现了 278 nm 全固态激光系统二倍频激光和 四倍频激光的有效分离。

### 2 膜系设计

278 nm 全固态激光系统倍频调制部分的光路 如图 1 所示,其中 FHG 为四倍频,SHG 为二倍频。



图 1 278 nm 全固态激光系统倍频调制部分光路图

Fig. 1 Optical path diagram of frequency doubling modulation of 278 nm all-solid-state laser system

1112 nm 基频激光经 LBO(三硼酸锂,化学式 为 LiB<sub>3</sub>O<sub>5</sub>)晶体二倍频后输出 556 nm 激光,然后经 分束镜 M1 分离、透镜 f1 准直、平面镜 M2 反射后 由透镜 f2 聚焦;然后,二倍频激光经过 CBO 晶体, 产生四倍频激光;最后,分束镜 M3 将二倍频激光和 四倍频激光分离,获得 278 nm 激光输出。本文将 对分束镜 M3 展开研究,其具体技术参数如表 1 所示。

Table 1 Technical p	parameters of be	am splitter			
Parameter	Specification				
Substrate	JGS1				
Incident angle /(°)	$45\pm5$				
Wavelength /nm	278	556			
Transmittance / %	≥98.5	≪0.5			

由于该分束镜被应用到激光系统中,其表面倍 频分离膜的抗激光损伤能力会直接影响输出激光的 光束质量和功率,因此在研制过程中需要结合薄膜 的激光损伤机理进行讨论。

激光对薄膜的损伤是一个相对复杂的过程<sup>[13]</sup>, 总体来说是热效应和场效应的叠加。热效应通常是 指薄膜吸收激光能量后产生热,这些吸收主要包括 薄膜的本征吸收和外因吸收。场效应主要源于激光 相干性使膜层内部产生驻波场<sup>[14]</sup>,电场强度越大, 光与材料的相互作用也越强。根据热效应和场效 应,可以从三个方面提高薄膜的激光损伤阈值:1)选 择本征吸收较小的薄膜材料;2)对薄膜的生长工艺 进行探究,降低薄膜的外因吸收;3)通过对膜系进行 优化设计来降低薄膜与空气界面处的电场强度<sup>[15]</sup>。

#### 2.1 膜料的选择

当光子能量大于材料的禁带宽度时,材料中的 电子由价带跃迁到导带,产生本征吸收。一般透明 材料的本征吸收较小,而透明区域覆盖的紫外波段 材料很少。常用的高折射率材料有 HfO<sub>2</sub>和 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 它们都具有较好的光学性能和力学性能,但 HfO<sub>2</sub> 的折射率较高,在满足同样的光谱要求下,折射率 *n* 越高,膜层数就越少,物理厚度 *d* 也就越小,因此选 择 HfO<sub>2</sub>作为高折射率材料。常用的低折射率材料 有 MgF<sub>2</sub>和 UV-SiO<sub>2</sub>。MgF<sub>2</sub>薄膜坚硬耐久,但具有 较大的张应力,蒸发时易发生喷溅。UV-SiO<sub>2</sub>薄膜 具有吸收小、膜层牢固和抗激光损伤能力强的特点, 可与 HfO<sub>2</sub>薄膜实现良好的应力匹配,故而选择 UV-SiO<sub>2</sub>作为低折射率材料。

2000年,Alvisi等<sup>[16]</sup>发现 HfO<sub>2</sub> 块料受热后晶 向会发生改变,导致应力释放和易产生喷溅,致使呈 半熔融状态的颗粒进入薄膜内而成为节瘤缺陷,从 而降低薄膜的激光损伤阈值。2005年,高卫东等<sup>[17]</sup> 分别用 HfO<sub>2</sub>和金属铪制备 HfO<sub>2</sub>薄膜,通过对两种 薄膜进行测试分析后发现,用金属铪充氧镀制的 HfO<sub>2</sub>薄膜具有结构均匀、缺陷密度低和激光损伤阈 值高的优点。因此,本文选择 Umicore 生产的纯度 为 99.95%金属铪作为原材料制备 HfO<sub>2</sub>薄膜。

#### 2.2 工艺探究

薄膜制备是一个复杂的过程,基板温度、本底真 空度、蒸发速率以及充氧量是影响薄膜质量的关键 因素。随着基板温度和真空度升高,沉积粒子能够 获得较大的迁移动能,进而在基板表面充分扩散,在 减少薄膜生长缺陷的同时能增大堆积密度,从而增 大材料的折射率,但过高的基板温度会使薄膜存在 较大的残余应力<sup>[18]</sup>。综合考虑后将本实验的本底 真空度设定为1×10<sup>-4</sup> Pa,基底温度为180℃。在 该条件下,进一步对金属铪和 UV-SiO<sub>2</sub>的沉积速率 和充氧量进行探究。

金属铪的蒸发速率和充氧量直接影响着铪与氧的结合程度,从而使得膜层的成分有所差异,在宏观上表现为薄膜的光学常数不同。为了保证铪与氧的结合不受沉积速率的影响,根据经验选择沉积速率为0.25 nm/s。实验所用设备在电子枪(HPE)处和离子源(APS)处各有一个工艺气体进气口。当氧气从不同的进气口充入时,会以不同的形态与铪反应,从电子枪处充入的氧气是氧气分子的形式,而从离子源处充入的氧气大部分会被氩离子碰撞而电离成氧离子。因此,充氧分配对薄膜光学常数的影响是一个更为复杂的过程,本节对充氧分配展开研究。为了维持真空度恒定,充氧流量设为 50 mL/min, 充氧分配方案如表 2 所示。

采用美国 Thermo Fisher Scientific 公司生产

的型号为 ESCALAB250Xi 的 X 射线光电子能谱仪 对在不同充氧分配方案下制备的 HfO<sub>2</sub> 薄膜进行测 试,图 2 所示为铪元素的 X 射线光电子能谱高分辨 率谱。

	表 2 充氧分配方案
Table 2	Scheme for oxygen distribution





从图 2 可以看出,在三种不同充氧分配方案下 制备的薄膜中的 Hf 元素的 X 射线光电子能谱形状 相似,Hf—O 主峰结合能重合,约为 17.1 eV,但方 案 1 在 14 eV 存在峰值。根据铪元素从金属变到 HfO<sub>2</sub>的过程中其结合能增大了约 3.0 eV<sup>[19]</sup>可以判 断,单质铪的 Hf—Hf 峰在 14.0 eV 附近,说明方案 1 的充氧分配方案不能使铪与氧气充分反应,薄膜 中有微量的铪单质存在。

基于在三种不同充氧分配方案下制备的 HfO<sub>2</sub> 薄膜的光谱,使用薄膜分析软件 Optilayer 的子模块 Optichar 计算出 HfO<sub>2</sub>薄膜的光学常数,结果如图 3 所示。

从图 3(a)可以看出,方案 2 制备的 HfO<sub>2</sub>薄膜的 折射率比方案 1、3 制备的 HfO<sub>2</sub>薄膜的折射率高;由 图 3(b)可知,在紫外日盲波段,方案 1 制备的 HfO<sub>2</sub>薄 膜的消光系数比方案 2、3 制备的 HfO<sub>2</sub>薄膜的消光系 数大。造成这一现象的原因有可能是电子枪处充入 的氧气对铪与氧结合程度的影响相对较大,离子源处 充入的氧气由于被电离成氧离子而具有更大的动能, 对薄膜致密度的影响更大,故而导致方案 1 制备的薄 膜的消光系数比较大,而方案 3 制备的薄膜的折射率 比较低。因此,在制备 HfO<sub>2</sub>薄膜时,充氧的分配方式 为离子源处出气口氧气流量为 35 mL/min,电子枪处 的氧气流量为 15 mL/min。

UV-SiO<sub>2</sub>薄膜的性能稳定,在沉积过程不易出 现失氧现象,而沉积速率对薄膜的成膜质量有较大 影响,因此保持离子源处氧气流量(5 mL/min)不







图 3 HfO<sub>2</sub>薄膜光学常数。(a)折射率;(b)消光系数

Fig. 3 Optical constants of HfO2 film. (a) Refractive index; (b) extinction coefficient



图 4 不同沉积速率下制备的 UV-SiO<sub>2</sub>薄膜的三维形貌。(a) 0.5 nm/s; (b) 0.7 nm/s; (c) 0.9 nm/s Fig. 4 Three-dimensional morphologies of UV-SiO<sub>2</sub> films at different deposition rates.

(a) 0.5 nm/s; (b) 0.7 nm/s; (c) 0.9 nm/s

从图 4 可以看出,随着沉积速率增大,薄膜更加 均匀致密,但表面缺陷也随之增多。在不同沉积速 率下制备的 UV-SiO<sub>2</sub> 薄膜上随机取 5 点测试薄膜 的表面粗糙度( $S_a$ , $S_q$ , $S_z$ ),取其算术平均值作为最 终的测量结果,如表 3 所示。

从表 3 可以看出,随着沉积速率增大,与粗糙度 相关的参数均呈先减小后增大的趋势。沉积速率的 增大使膜料粒子获得了更大的动能,增大了其在基 片表面的迁移率,薄膜生长得更加致密,从而提高了 薄膜质量;但沉积速率过大,会导致薄膜生长缺陷密 度增加,使得薄膜的质量降低。为了保证薄膜具有 较大的致密度和较小的粗糙度,选择 UV-SiO<sub>2</sub> 的沉积速率为 0.7 nm/s。

表 3 不同沉积速率下制备的 UV-SiO<sub>2</sub> 薄膜的表面粗糙度 Table 3 Surface roughness of UV-SiO<sub>2</sub> film at

different deposition rates

Deposition	S /m	S / um	S /m
rate /(nm•s <sup>-1</sup> )	$S_a/\mu m$	$S_q/\mu m$	$S_z/\mu m$
0.5	0.0022	0.0024	0.0582
0.7	0.0012	0.0012	0.0266
0.9	0.0018	0.0020	0.1364

综上分析,确定了能够获得具有最小外因吸收的 铪和 UV-SiO<sub>2</sub>薄膜的沉积工艺参数,如表 4 所示。

表 4	沉积铅和	UV-SiO2薄膜的上艺参数	

Cable 4Process parameters	of	deposition	of	Ηf	and	U	$V-SiO_2$	films
---------------------------	----	------------	----	----	-----	---	-----------	-------

Motoriala	Substrate	Degree of	Deposition	Flow rate of $O_2/(mL \cdot min^{-1})$		
waterials	temperature $/ \ {\   \mathbb{C}}$	vacuum /( $10^{-4}$ Pa)	rate $/(nm \cdot s^{-1})$	APS	HPE	
Hf	180	1	0.25	35	15	
UV-SiO <sub>2</sub>	180	1	0.70	5	0	

根据优化后的工艺参数,在熔融石英基底上分别制备单层 HfO<sub>2</sub>和 UV-SiO<sub>2</sub>薄膜,结合 Cauchy 公

式,利用 MCalc 软件拟合薄膜材料的光学常数,结果如图 5 所示。





#### 2.3 膜系设计

根据倍频分离膜的指标要求,本文采用 sub |(0.5LH0.5L)<sup>s</sup>|air 为初始膜系,sub 代表基底(牌 号为 JGS1 的石英玻璃),H 代表高折射率材料 HfO<sub>2</sub>,L 代表低折射率材料 UV-SiO<sub>2</sub>,S 代表周期 数,air 代表入射介质空气。多层薄膜特征矩阵的计 算公式为

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{j=1}^{K} \begin{bmatrix} \cos \delta_{j} & \frac{i}{\eta_{j}} \sin \delta_{j} \\ i\eta_{j} \sin \delta_{j} & \cos \delta_{j} \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_{\text{sub}} \end{bmatrix}, (1)$$

式中:K 为总膜层数; $\eta_j$  为第j 层等效折射率; $\delta_j$  为 第j 层的有效相位厚度; $\eta_{sub}$ 为基底等效折射率。

多膜层与基底的组合等效导纳为

$$Y = \frac{C}{B},$$
 (2)

则反射率为

$$R = \left(\frac{\eta_0 - Y}{\eta_0 + Y}\right) \left(\frac{\eta_0 - Y}{\eta_0 + Y}\right)^*, \qquad (3)$$

透过率为

$$T = \frac{4\eta_0 \eta_{sub}}{B^2 (\eta_0 + Y) (\eta_0 + Y)^*}, \qquad (4)$$

式中:ŋ。为入射介质导纳;\*表示共轭复数。

依据(3)、(4)式可以对倍频分离膜的反射率 和透过率进行计算。然而,与正入射不同,当光倾斜 入射时,薄膜的有效相位厚度和有效折射率都会发 生变化,p光和 s 光的有效折射率分别为  $\eta_p = n/\cos\theta$  ( $\theta$  为折射角),即出现偏振分离。

定义偏振分离 Δn 为

$$\Delta n = \frac{n_{\rm p}}{n_{\rm s}} = \frac{n/\cos\theta}{n\cos\theta} = \frac{1}{\cos^2\theta} = \frac{1}{1 - \frac{n_{\rm o}^2\sin^2\theta_{\rm o}}{n^2}},$$
(5)

式中: $\theta_0$ 为入射角; $n_0$ 和 n 分别为入射介质和膜层 的折射率。由(5)式可知,偏振分离随入射角度的增 大而增大,随膜层折射率的增大而减小。用多层膜 等效折射率替代单层膜折射率 n,也可以将(5)式推 广应用到多层膜中。基于此原理,尽可能提高多层 膜的等效折射率能够有效抑制偏振分离,减小偏振 效应给激光系统造成的光学性能劣变。

根据光谱要求,使用 Macleod 软件进行模拟, 当周期数 S=14 时得到了能满足光谱特性的膜 系。为了获得更高的激光损伤阈值,结合激光损 伤场效应机理对膜系进行进一步优化。模拟分析 电场强度分布随膜系周期变化的规律,薄膜与空 气界面处电场强度的大小与膜系周期的关系如 图 6所示。



图 6 薄膜/空气界面电场强度与膜系周期的关系

Fig. 6 Relationship between electric field intensity and film period at film/air interface

由图 6 可知,随着周期数增加,p 光的界面电场 强度一直不变,s 光的界面电场强度先减小后增大, 并在 S = 16 时出现最小值,故选定膜系周期为 16。 对膜系进行目标参数设定后,利用 Simplex 优化方 法对膜系进行优化,优化后的膜系为 sub | 0.93H 1.15L 0.82H 1.12L 0.92H 1.05L 0.92H 1.08L 0.87H 1.13L 0.86H 1.12L 0.89H 1.08L 0.92H 1.07L 0.84H 1.22L 0.75H 1.25L 0.83H 1.53L 0.58H 1.52L 0.57H 0.77L 0.63H 1.47L 0.27H 1.25L 1.18H 0.66L | air,前表面的理论光谱曲线如 图 7 所示。



图 7 前表面的理论光谱曲线 Fig. 7 Theoretically spectral curve of front surface

为了提高 278 nm 波长处的透过率,需要在背面镀制减反射膜,优化后的膜系为 sub | 0.65H 0.59L 2.84H 2.10L | air,后表面的理论光谱曲线如图 8 所示。

将前、后表面膜系数据导入膜系设计软件中,得到 了该倍频分离膜的理论光谱透过率曲线,如图 9 所示。 理论光谱曲线与波长、入射角的关系如图 10 所示。

3 薄膜的制备

采用 Leybold SYRUSpro1110 真空镀膜机制备 薄膜,该设备配有双"e型"电子枪、双阻蒸、离子源、 OMS5100 光学膜厚监控系统和六探头晶控系统。



图 8 后表面的理论光谱曲线





图 9 双面设计的理论透过率光谱曲线 Fig. 9 Theoretically transmittance spectral curve of

double-side design



图 10 不同波长处倍频分离膜的理论设计三维曲线。(a) 278 nm 波长处;(b) 556 nm 波长处

Fig. 10 Three-dimensional curves of theoretical design of separation film for frequency doubling at

different wavelengths. (a) At 278 nm; (b) at 556 nm

将清洁后的基片放入真空室的工件盘上。当真 空度达到 8×10<sup>-3</sup> Pa 时开始烘烤,当基片温度达到 180 ℃时维持 20 min,之后开启离子源清洗 180 s,当 表5 给和 UV-

上。当真 本底真空度达到 1×10<sup>-4</sup> Pa 开始蒸镀,具体工艺参数
 温度达到 如表 4 所示。采用离子辅助沉积(IAD)技术制备倍频
 180 s,当 分离膜,铪和 UV-SiO<sub>2</sub>离子源工艺参数如表 5 所示。
 铪和 UV-SiO<sub>2</sub>离子源工艺参数

Table 5	Ion	source	process	parameters	of	Ηf	and	UV-SiO <sub>2</sub>
rabic 0	TOT	Source	process.	parameters	01	1 1 1	ana	O V O O 2

Materials	Bias	Coil	Disch	Disch	Ar flow 1 /	Ar flow 2 /
	voltage /V	current /A	voltage /V	current /mA	$(mL \cdot min^{-1})$	$(mL \cdot min^{-1})$
Hf	95	1.45	83	50	5.3	6.5
$UV-SiO_2$	160	1.80	130	55	5.0	7.0

## 4 测试与分析

#### 4.1 光谱测试

使用安捷伦公司生产的 Cary 7000 分光光度计 对实验样片进行测试。前、后表面单面镀膜后,在



45°入射角下的透过率测试曲线如图 11 所示。可以 看到:前表面单面镀膜在 278 nm 处的透过率为 94.25%,在556 nm 处的透过率为 0.16%;后表面单 面镀膜在 266~355 nm 范围内的平均透过率为 94.22%。



图 11 单面镀膜的透过率测试曲线。(a)前表面;(b)后表面

Fig. 11 Transmission test curves of single-side coating. (a) Front surface; (b) back surface

双面镀膜后,45°入射角下的透过率和反射率测 试曲线如图 12 所示。可以看出,在45°入射时,倍频



分离膜在 278 nm 波长处的透过率为 98.82%,在 556 nm 波长处的反射率为 99.80%。



图 12 双面镀膜光谱测试曲线。(a)透过率;(b)反射率

Fig. 12 Spectral test curves of double-side coating. (a) Transmittance; (b) reflectivity

278 nm 处透过率与 556 nm 处反射率随入射角 度的变化如图 13 所示,在 40°~50°宽入射角范围 内,光谱性能均达到了技术指标,可以满足系统使用 要求。



图 13 实测光谱与入射角度的关系



#### 4.2 激光损伤阈值测试

采用 S-on-1 的测试方法,选用波长为 1064 nm 的脉冲激光器(脉宽为 20 ns),采用道口扫描法测 量得到靶光束的有效直径约为 1.03 mm。用不同 能量密度的激光对样品进行多脉冲辐照测量,每 个能量密度的激光辐照 10 个间距为 1 mm 的测试 点,每个测试点辐照 200 次。采用等离子闪光法 进行判读,若辐照次数未达到 200 次就已判定损 伤发生,则移动二维运动工作台,对下一个测试点 进行多脉冲辐照测量。不同能量密度的激光对应 的损伤概率如表 6 所示。

根据测试数据绘制激光能量密度与损伤概率分 布图,利用最小二乘法拟合,结果如图 14 所示,得到 该倍频分离膜的激光损伤阈值为 12.53 J/cm<sup>2</sup>。

	different energy densities						
-	No.	Energy density $/(J \cdot cm^{-2})$	Damage probability / ½				
-	1	7.0	0				
	2	9.0	0				
	3	11.0	0				
	4	13.0	2.5				
	5	15.0	30.5				
	6	17.0	46.0				
	7	19.0	61.5				
	8	21.0	89.5				
	9	23.0	100				
_	10	25.0	100				

表 6 不同能量密度的激光对应的损伤概率

Table 6 Damage probability corresponding to laser with



图 14 激光损伤阈值 Fig. 14 Laser induced damage threshold

Energy density /(J·cm<sup>-2</sup>)

5 结 论

根据倍频分离膜设计理论和激光损伤场效应机 理,并结合 Macleod 膜系设计软件对膜系进行优化, 采用电子束蒸发离子辅助沉积的方式制备薄膜。利 用 X 射线光电子能谱仪、分光光度计和 Optilayer 软件分析镀制金属铪时的充氧分配方式对 HfO<sub>2</sub> 薄 膜化学成分和光学常数的影响。借助 ZYGO 干涉 仪表征结果研究 UV-SiO<sub>2</sub>沉积速率与表面粗糙度 的关系,对比分析实验结果对薄膜的生长工艺进行 优化。制备的薄膜具有良好的抗激光损伤能力,在 40°~50°宽入射角范围内实现了二倍频激光和四倍 频激光的分离,可以满足使用要求。如何在保证光 学性能的同时进一步提高薄膜激光损伤阈值是下一 步研究的重点。

### 参考文献

- [1] Maiman T H. Stimulated optical radiation in ruby[J]. Nature, 1960, 187(4736): 493-494.
- [2] Niu N, Qu D P, Dou W, et al. 348.9 nm intracavity frequency-doubling ultraviolet laser in blue

laser diode pumped Pr: YLF crystal [J]. Chinese
Journal of Lasers, 2018, 45(12): 1201003.
牛娜,曲大鹏,窦微,等.蓝光二极管抽运掺镨氟化
钇锂晶体腔内倍频 348.9 nm 紫外激光器[J].中国
激光, 2018, 45(12): 1201003.

- [3] Zhang Y Y, Wang L R, Yang Y Y, et al. The highenergy all-solid-state 355 nm ultraviolet laser [J]. Laser Journal, 2015, 36(8): 11-13.
  张洋洋, 王丽荣, 杨盈莹, 等. 高能量全固态 355 nm 紫外激光器[J].激光杂志, 2015, 36(8): 11-13.
- Shin J. Investigation of the surface morphology in glass scribing with a UV picosecond laser[J]. Optics & Laser Technology, 2019, 111: 307-314.
- [5] Li Q S, Liang T, Lei C, *et al*. 355 nm all-solid-state ultraviolet laser direct writing and etching of micro-channels in borosilicate glass[J]. Chinese Journal of Lasers, 2018, 45(8): 0802003.
  李奇思,梁庭, 雷程,等. 355 nm 全固态紫外激光直 写刻蚀硼硅玻璃微通道[J]. 中国激光, 2018, 45 (8): 0802003.
- [6] Jipa F, Iosub S, Calin B, et al. High repetition rate UV versus VIS picosecond laser fabrication of 3D microfluidic channels embedded in photosensitive glass[J]. Nanomaterials, 2018, 8(8): 583.
- [7] Li X, Wu Y L, Huang X, et al. Comparison between 355 nm and 407 nm laser exciting Hochest 33342 in the detection of apoptosis[J]. West China Medical Journal, 2013, 28(6): 875-878.
  李雪,吴亚兰,黄鑫,等. 355 nm 和 407 nm 激光激 发 Hoechst 33342 检测细胞凋亡的比较研究[J]. 华 西医学, 2013, 28(6): 875-878.
- [8] Yang F, Wang Z C, Liu S S, et al. Investigation of all-solid-state short-ultraviolet 278 nm and 281 nm laser[J]. Infrared and Laser Engineering, 2012, 41 (12): 3209-3213.
  杨峰,王志超,刘珊珊,等.短波紫外 278 nm 和 281 nm全固态激光研究[J]. 红外与激光工程, 2012, 41(12): 3209-3213.
- [9] Xie S Y, Lu Y F, Zhang X F, et al. 28.3 W 355 nm laser generated by efficient third-harmonic in CsB<sub>3</sub>O<sub>5</sub> crystal [J]. Acta Physica Sinica, 2016, 65 (18): 184203.
  谢仕永,鲁远甫,张小富,等. CsB<sub>3</sub>O<sub>5</sub> 晶体高效三 倍频产生 28.3 W 355 nm 激光[J].物理学报, 2016, 65(18): 184203.
- [10] Bai Z C, Huang Z L, Hao L C, et al. Identifying defects in thin film of high power laser lens by using near field microimaging method [J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(1): 0103001.

白忠臣, 黄兆岭, 郝礼才, 等. 近场显微成像法识别 高功率激光镜片薄膜内部缺陷[J]. 中国激光, 2017, 44(1): 0103001.

Shang G Q, Zhan M Q, He H B, et al. Fabrication and properties of third harmonic beam splitter [J]. High Power Laser and Particle Beams, 2006, 18(4): 580-582.

尚光强,占美琼,贺洪波,等.1053,527,351 nm 倍 频分离膜的制备与性能研究[J].强激光与粒子束,2006,18(4):580-582.

[12] Wang X D, Zhang J L, Ma B, et al. Third harmonic separator with high laser-induced damage threshold
[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2011, 23
(7): 1882-1884.
王孝东,张锦龙,马彬,等. 高损伤阈值三倍频分离

膜[J]. 强激光与粒子束, 2011, 23(7): 1882-1884.

- [13] Li Y Y, Zhang W Y, Liu Z, et al. Cumulative effect of thin film laser damage under S-on-1 measurement mode[J]. Laser Technology, 2018, 42(1): 39-42.
  李玉瑶,张婉怡,刘喆,等. S-on-1测量方式下薄膜 激光损伤的累积效应[J].激光技术, 2018, 42(1): 39-42.
- [14] Cheng Y, Lu Y M, Guo Y L, et al. Development of function films prepared by pulsed laser deposition technology [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2015, 52(12): 120003.

程勇, 陆益敏, 郭延龙, 等. 脉冲激光沉积功能薄膜的研究进展 [J]. 激光与光电子学进展, 2015, 52 (12): 120003.

- [15] Xu J Q, Su J H, Hui Y X, et al. Laser damage properties of 1064 nm anti-reflective films with different electric field distributions [J]. Journal of Optoelectronics Laser, 2012, 23(7): 1268-1273.
  徐均琪,苏俊宏,惠迎雪,等.不同场强分布的 1064 nm激光减反膜损伤特性[J].光电子 激光, 2012, 23(7): 1268-1273.
- [16] Alvisi M, di Giulio M, Marrone S G, et al. HfO<sub>2</sub> films with high laser damage threshold [J]. Thin Solid Films, 2000, 358(1/2): 250-258.
- [17] Gao W D, Zhang W L, Fan S H, *et al*. Effects of the structure of HfO<sub>2</sub> thin films on its laser-induced damage threshold[J]. Acta Photonica Sinica, 2005, 34(2): 176-179.
  高卫东,张伟丽,范树海,等. HfO<sub>2</sub>薄膜的结构对抗激光损伤阈值的影响[J].光子学报, 2005, 34(2): 176-179.
- [18] Gu P F, Zheng Z R, Zhao Y J, et al. Study on the mechanism and measurement of stress of TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> thin-films [J]. Acta Physica Sinica, 2006, 55 (12): 6459-6463.
  顾培夫,郑臻荣,赵永江,等. TiO<sub>2</sub>和SiO<sub>2</sub>薄膜应力的产生机理及实验探索[J].物理学报, 2006, 55 (12): 6459-6463.
- [19] Maiti C K, Maikap S, Chatterjee S, et al. Hafnium oxide gate dielectric for strained-Si<sub>1-x</sub> Ge<sub>x</sub> [J]. Solid-State Electronics, 2003, 47(11): 1995-2000.