

基于蓝宝石材料的微结构增透性能研究

张文妮^{1,2,3}, 曹红超^{1,3}, 孔钊宇^{1,3}, 张益彬^{1,3}, 汪瑞^{1,3}, 晋云霞^{1,3,4*}, 邵建达^{1,3,4}¹中国科学院上海光学精密机械研究所薄膜光学实验室, 上海 201800;²中国科学院大学材料与光电研究中心, 北京 100049;³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;⁴中国科学院超强激光科学卓越创新中心, 上海 201800

摘要 针对传统熔石英激光窗口在碱金属蒸气环境下易腐蚀的痛点问题,提出了在蓝宝石材料上制备增透微结构的方法,以实现耐高温、耐腐蚀的高透激光窗口。在理论仿真的基础上,采用干涉曝光与反应离子束刻蚀技术,在蓝宝石基底表面上制备了增透微结构,其对 795 nm 光的单面透过率达到 99.23%。在此基础上,制备了双面增透微结构和一面增透微结构一面增透膜的蓝宝石窗口片,相较于蓝宝石基底,它们对 795 nm 光的透过率分别提升了 12.13% 和 13.02%。高功率激光作用温升测试结果表明,当激光功率从 35 W 增加到 99.6 W 时,裸基板温度增加了 5.9 °C,但是双面增透样品的温升均为 3.8 °C,表明双面增透处理可以适当降低温升。同时,光束质量测试结果表明,当高功率激光作用下微结构窗口的温度控制在 200 °C 以内时,双面增透样品的光束质量因子在横向上的变化小于 0.05,在纵向上的变化小于 0.06,表明该增透窗口对入射光束质量的影响甚小。

关键词 薄膜; 增透微结构; 干涉曝光; 反应离子束刻蚀

中图分类号 O485; TN305

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL230515

1 引言

二极管泵浦碱金属激光器是一种利用碱金属原子的高能级实现粒子数反转的新型气体激光器,具有体积小、重量轻、量子效率高、光束质量好、大气吸收小等优势,是未来最有潜力的高能激光器之一。然而,随着输出功率的不断提高和长期存在的碱金属蒸气环境,窗口片的激光负载能力和耐腐蚀性能面临更高的要求^[1-7]。蓝宝石因其具有高硬度、高热导率、低膨胀系数以及耐高温、耐侵蚀的性能,成为了光学窗口的不二之选。但是,蓝宝石 1.76 的折射率导致空气和界面反射率相对较高,故蓝宝石表面增透技术显得尤为重要。同时,为了满足应用要求,入射激光通过蓝宝石窗口片的温升情况以及光束质量(M^2)也需要被关注。

常见的增透方法是在样品表面制备光学薄膜或者制备微结构。增透膜的制备技术目前比较成熟,2011年,杨永亮等^[8]采用电子束真空镀膜的方法并结合离子辅助沉积技术,在蓝宝石基底上镀膜,532、808、905、980、1064 nm 波长处的单面透过率大于

97%,中红外波段 3~5 μm 的平均透过率大于 92%。2017年,官庆等^[9]在蓝宝石基底上采用“氧化物组合+硬质保护层”膜系,450~800 nm 波长范围内的平均透过率接近 95%,1064 nm 处的透过率达到 97.5% 以上,且整个可见光与近红外波段上的透过率不低于 92%。2020年,张铮辉^[10]使用物理气相沉积法在蓝宝石基底上设计双层增透膜,1064 nm 附近的透过率约为 93.0%。2021年,孔晶等^[11]采用真空蒸发镀膜技术在蓝宝石基底的单面和双面上镀膜,可见光范围内单面的最大透过率为 91.1%,双面的最大透过率为 96.7%。

微结构是通过基底到空气的折射率渐变来实现增透。2017年,汪桂根等^[12]利用铝膜阳极氧化在蓝宝石上制备一维光栅,400~800 nm 波长范围内的单面平均透光率达 96.8%。2016年,赵耐丽^[13]在蓝宝石上仿真了纳米凸起结构、纳米孔洞结构及纳米光栅结构在 0.7~5.0 μm 波段的增透,同等参数下纳米光栅结构具有最优秀的增透特性,但并未进行实验。2018年,赵东东^[14]在蓝宝石上制备了倒锥形亚波长结构,单面和双面微结构在 400~800 nm 波长范围内的透过率分别

收稿日期: 2023-02-13; 修回日期: 2023-03-11; 录用日期: 2023-04-03; 网络首发日期: 2023-04-13

基金项目: 国家重点研发计划(2020YFA0714500)、国家自然科学基金(61875212, U1831211)、上海市战略性新兴产业发展专项基金(31011442501217020191D3101001)、中国科学院国际合作项目(181231KYSB20200040)、中国科学院战略性先导科技专项(A类)资助(XDA25020314)

通信作者: *yxjin@siom.ac.cn

为 91.7% 和 93%。

目前已有许多关于增透的研究,主要围绕 Si、Ge 等基底材料^[15-17],但关于 3~5 μm ^[18-22]蓝宝石基底近红外 795 nm 附近的研究较少。对于增透膜,常用镀膜材料存在特定折射率物质难以获得以及易被特殊气体腐蚀等问题,但实现技术比较成熟;对于增透微结构,其存在加工难度大等缺点,但由于它与基底是同一种材料,化学稳定性、机械性能以及抗激光损伤性能高。因此,本文结合二极管泵浦碱金属激光器的应用需求,以 795 nm 为中心波长,以 200 $^{\circ}\text{C}$ 为工作环境温度,将增透膜和增透微结构两种增透技术相结合,在蓝宝石上制备出双面微结构及一面微结构一面镀膜(微结构面在蒸汽室内,镀膜面在空气中)的既耐高温又耐腐蚀的增透窗口。

2 微结构的设计与仿真

仿真模型采用图 1 所示的一维梯形结构,周期为 d ,深度为 h ,底角为 θ ,顶部占宽比为 $f = a/d$ 。基于矢量衍射理论,利用 Comsol 仿真软件对梯形结构的深度、底角、周期以及顶部占宽比进行理论模拟分析,选择最优结构参数,以获得较好的增透效果。

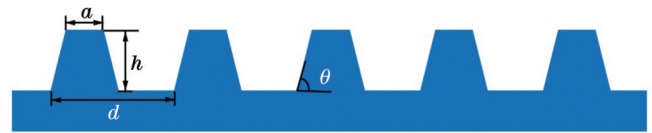
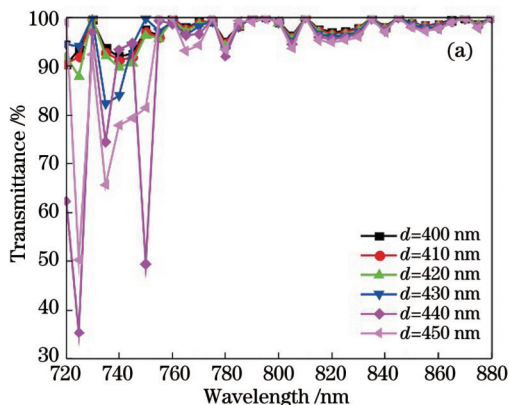


图 1 一维梯形结构切面示意图

Fig. 1 Schematic of one-dimensional trapezoidal structure section

2.1 微结构周期对透过率的影响

根据光栅方程,当光线从空气正入射到微结构表面时,为了使透射区域不存在高级次衍射而只存在 0 级衍射,微结构的周期须满足 $d < \lambda_0/n$ ^[23],其中 λ_0 为入射波长, n 为基底材料的折射率。蓝宝石基底材料在 795 nm 波长处的折射率约为 1.76,对应的微结构周期 d 应小于 450 nm。

为了控制单一变量,取顶部占宽比 f 为 0.25,深度 h 为 190 nm,底角 θ 为 78° ,模拟计算周期 d 为 400~450 nm、步距为 10 nm 时的双面透过率变化,结果如图 2(a) 所示,随着微结构周期的减小,在 795 nm 附近范围内透过率波动越小。图 2(b) 为目标波长 795 nm 下不同微结构周期的透过率曲线,可以看出,周期越小透过率越高,当周期为 400 nm 时,在不考虑蓝宝石基底吸收的情况下,其仿真透过率达到 100%,故选择周期为 400 nm。

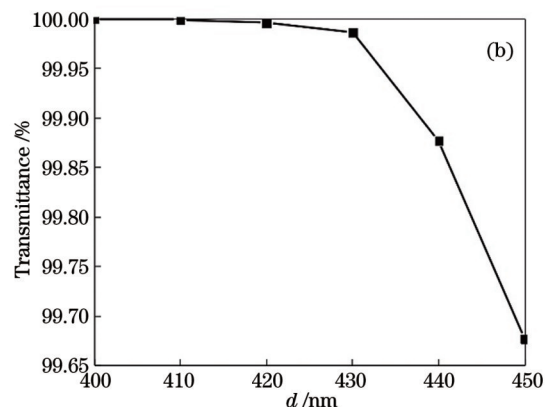


图 2 微结构周期对透过率的影响。(a) 不同微结构周期下透过率随波长的变化;(b) 795 nm 下透过率随微结构周期的变化

Fig. 2 Effect of microstructure period on transmittance. (a) Transmittance versus wavelength under different microstructure periods; (b) transmittance at 795 nm versus microstructure period

2.2 微结构的顶部占宽比对透过率的影响

取微结构周期 d 为 400 nm,底角 θ 为 78° ,模拟微结构顶部占宽比 f 为 0.1~0.3 时中心波长处的透过率随深度 h 的变化,结果如图 3 所示。可以看出,当顶部占宽比小于 0.18 时,如图 3(a) 所示,透过率随槽深变化的曲线只有一个峰值,相同槽深下透过率随着顶部占宽比的增大而增大,且高透过率对应的槽深范围变大。当顶部占宽比大于等于 0.18 时,如图 3(b) 所示,透过率随槽深变化的曲线出现两个峰值,一个在小深度区域,另一个在大深度区域。随着顶部占宽比的增大,小深度区域的波峰向深度更小的方向移动,且移动

范围较大;大深度区域的波峰向深度更大的方向移动且趋于稳定,中深度区域的谷值越来越小。当顶部占宽比大于等于 0.2 时,理论透过率达到 100% 时对应的槽深稳定在 187~190 nm。

2.3 微结构的深度对透过率的影响

取微结构周期 d 为 400 nm,底角 θ 为 78° ,模拟微结构深度 h 为 180~200 nm 时中心波长处的透过率随顶部占宽比 f 的变化,结果如图 4 所示。可以看出:当深度小于等于 190 nm 时,随着深度的增大,高透过率下顶部占宽比的范围变大,且相同占宽比下的透过率变大;当深度大于 190 nm 时,透过率开始下降;当顶部

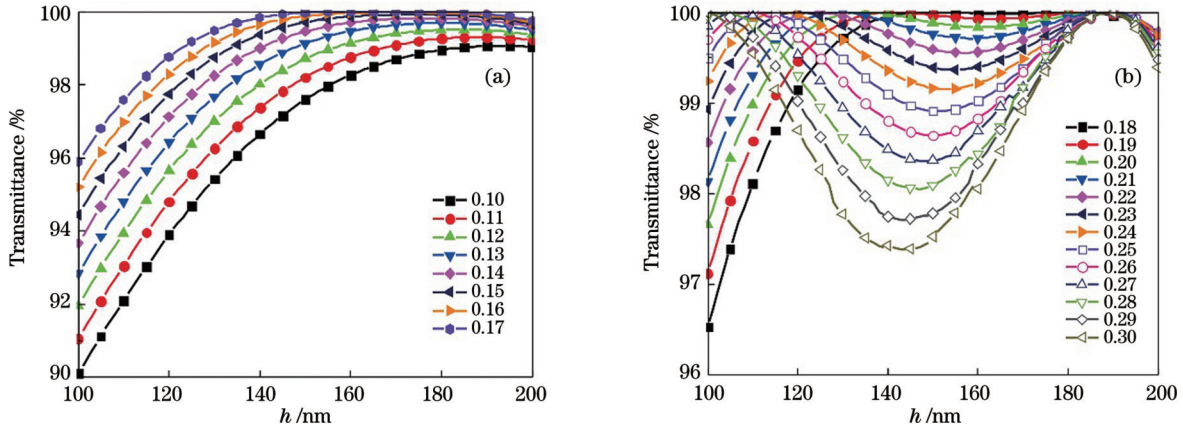


图 3 不同微结构顶部占宽比下中心波长处的透过率随深度的变化。(a) $f < 0.18$; (b) $f \geq 0.18$

Fig. 3 Transmittance at center wavelength versus depth under different f . (a) $f < 0.18$; (b) $f \geq 0.18$

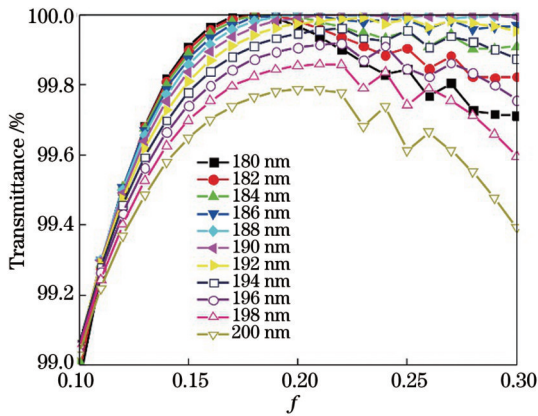


图 4 不同微结构深度下中心波长处的透过率随顶部占宽比的变化

Fig. 4 Transmittance at center wavelength versus f under different microstructure depths

占宽比大于 0.18、深度为 (190 ± 5) nm 时,透过率超过 99.90%。

2.4 微结构的底角对透过率的影响

取微结构周期 d 为 400 nm,深度 h 为 190 nm,模拟微结构底角 θ 为 $75^\circ \sim 81^\circ$ 时中心波长处的透过率随顶部占宽比 f 的变化,结果如图 5(a) 所示。可以看出:当底角小于等于 78° 时,随着底角的增大,透过率不断增大,且不受占宽比的影响;当底角大于 78° 时,随着底角的增大,透过率下降明显,且占宽比越小,下降越明显。取微结构周期 $d=400$ nm,顶部占宽比 $f=0.25$,模拟微结构底角为 $75^\circ \sim 81^\circ$ 时中心波长处的透过率随深度的变化,结果如图 5(b) 所示。结果表明,随着底角的增大,曲线峰向低深度方向移动, 78° 附近的曲线峰槽深为 190 nm,且透过率受深度的影响较小。

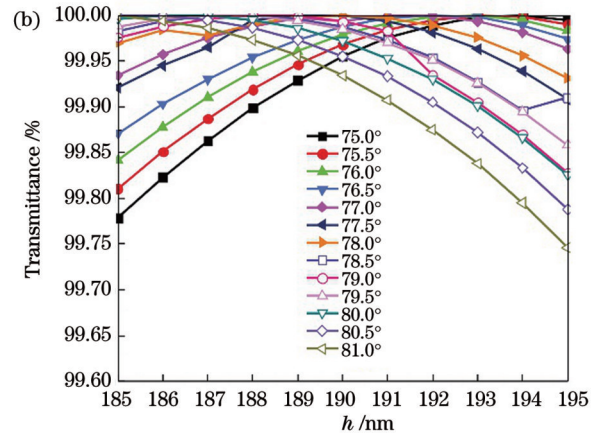
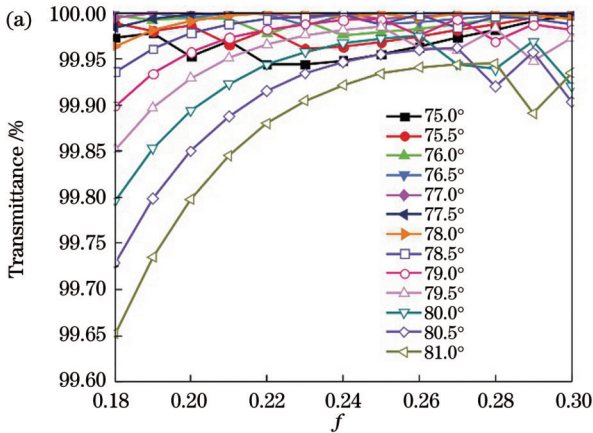


图 5 不同微结构底角下中心波长处的透过率变化。(a) 透过率随顶部占宽比的变化; (b) 透过率随深度的变化

Fig. 5 Variation of transmittance at center wavelength under different θ . (a) Transmittance versus f ; (b) transmittance versus h

2.5 微结构工艺容差仿真

根据以上分析可知,当底角 θ 为 $78^\circ \pm 2^\circ$ 、槽深 h 为 (190 ± 5) nm、顶部占宽比 f 为 0.25 ± 0.05 时,透过率达到 99.90% 以上,并且有较大容差,如图 6 所示。

2.6 蓝宝石基底上的增透膜设计

利用 TFCalc 软件进行增透膜系的仿真设计,选

用折射率为 1.46 的 SiO_2 膜作为低折射率材料,折射率为 2.06 的 Ta_2O_5 膜作为高折射率材料。在蓝宝石基底上依次镀制厚度为 825 nm 的 SiO_2 膜、厚度为 116 nm 的 Ta_2O_5 膜、厚度为 234 nm 的 SiO_2 膜,透过光谱曲线如图 7 所示,其在 795 nm 波长处的单面透过率为 99.99%。

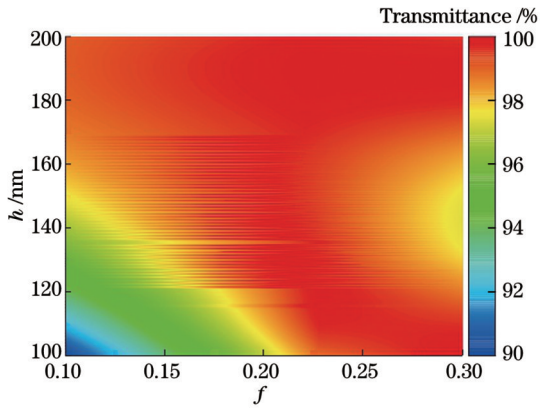


图 6 微结构工艺容差图

Fig. 6 Process tolerance diagram of microstructure

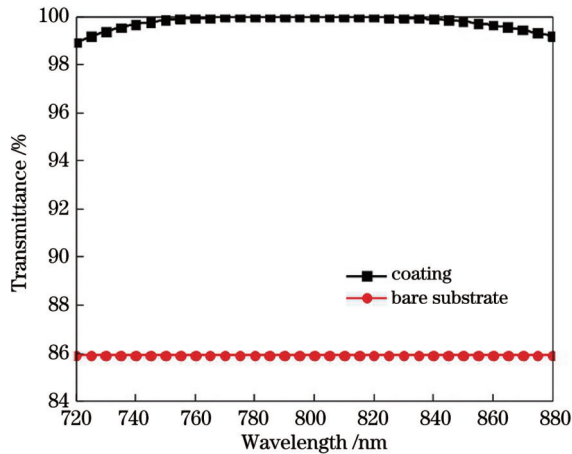


图 7 蓝宝石基底上设计的增透膜的透过率曲线

Fig. 7 Transmittance curve of designed anti-reflection film on sapphire substrate

3 样品制备

基于激光干涉曝光和反应离子束刻蚀技术在蓝宝石基底上制备微结构的工艺流程如图 8 所示,主要分为基片的清洗、涂胶、前烘、曝光、显影、刻蚀和去胶。首先,在蓝宝石基底上旋涂光刻胶,使用 325 nm 的 He-Cd 激光器和洛埃镜曝光系统对样品进行曝光后,用质量分数为 0.48% 的 NaOH 水溶液显影一定时间以形成掩模。然后将制作好的掩模置于反应离子刻蚀系统中进行刻蚀,采用三氯甲烷与氩气作为反应刻蚀

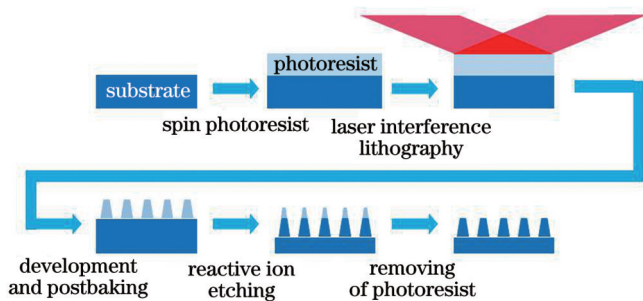


图 8 微结构制备流程图

Fig. 8 Flow diagram of microstructure preparation

气体,刻蚀 12 个周期,再用浓硫酸去除多余光刻胶,形成微结构。

4 实验结果与分析

实验制备出单面微结构样品 1#、单面镀膜样品 2#、双面微结构样品 3#和一面微结构一面镀膜的样品 4#,并与不同批次的未处理基板 1 和基板 2 作比较。

4.1 样品形貌测试

使用原子力显微镜观察样品微结构的形貌特征,如图 9 所示。

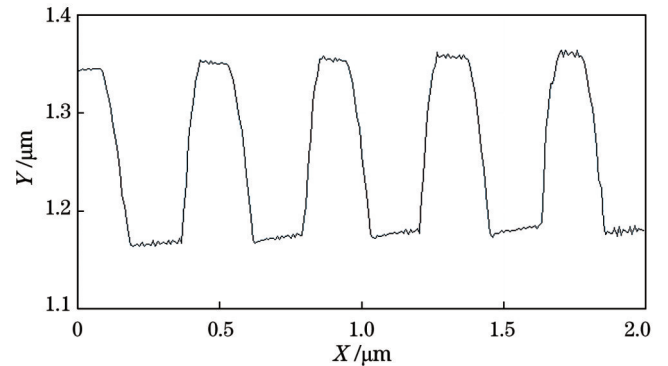


图 9 微结构的形貌图

Fig. 9 Topography of microstructure

微结构的形貌参数如表 1 所示,顶部占宽比在 0.22~0.31 范围内,与设计的结构参数基本一致,但是高度在 155~175 nm 范围内,与设计参数 190 nm 相比偏小,导致透过率暂未达到最佳。

表 1 微结构原子力显微镜测试数据

Table 1 Microstructure atomic force microscopy test data

Sample No.	Height /nm	Top width /nm	Duty cycle
1#	165	120	0.30
3#	155	124	0.31
3#	155	120	0.30
4#	175	85	0.22

4.2 样品透过率测试

使用分光光度计对制备的样品进行透过率测试,720~860 nm 范围内的结果如图 10 所示。对于目标波长 795 nm,单面微结构样品 1#的透过率为 91.80%,单面镀膜样品 2#的透过率为 92.33%。对于只有一个表面进行了增透处理的样品,实际测得的样品透过率和单个增透表面的透过率满足

$$T_m = \frac{2TT_s}{TT_s + 2T_s - T}, \quad (1)$$

式中: T 为测得的单面处理样品的总透过率; T_s 为双面未作任何处理的样品的总透过率。蓝宝石基底材料在 795 nm 波长处的透过率 T_s 约为 85.88%,则样品 1#的透过率为 99.23%,样品 2#的透过率为 99.91%。由于

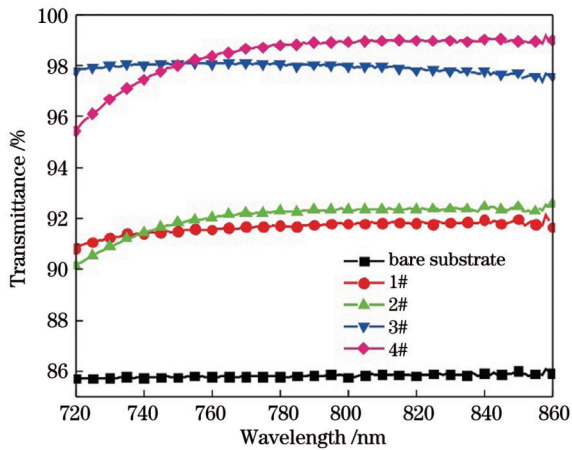


图 10 样品透过率曲线

Fig. 10 Sample transmittance curves

实验制备得到的微结构深度未达到设计值,故透过率与理论设计值略有差别。对于目标波长 795 nm,双面微结构样品 3# 的透过率为 98.01%,一面微结构一面镀膜样品 4# 的透过率为 98.90%,与双面抛光的蓝宝石基底相比,透过率分别提升了 12.13% 和 13.02%,具有良好的增透效果。

4.3 温升测试

为了测试增透样品在目标波长高功率激光作用下的温度变化情况,使用图 11 所示的温升测试光路。由于窗口片处 795 nm 和 780 nm 光的透过率与吸收率差别不大,在现有实验条件下选用 780 nm 的高功率激光器作为光源,当入射光照射到蓝宝石窗口上时,一部分能量损耗转化为热能,样品温度升高,实时温度由红外热像仪监测,通过样品后的出射光功率由功率计监测。

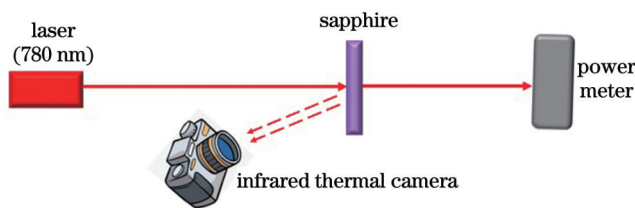


图 11 温升测试光路图

Fig. 11 Optical path for temperature rise test

双面增透处理样品与 780 nm 激光器的距离为 70 mm,待温度稳定后用红外热像仪测试温度,图 12 给出了不同激光功率下样品表面的温升情况。实验结果表明,当激光功率从 35 W 增加到 99.6 W 时,样品表面的最大温度增加,基板 1 的温度增加了 4.3 °C,基板 2 的温度增加了 5.9 °C,3# 和 4# 样品的温度增加了 3.8 °C。由于蓝宝石样品对 780 nm 激光的吸收率较小,当激光功率小于 50 W 时,样品温度受环境的影响较大,会出现温度下降的情况,当激光功率大于 50 W 时,样品温度逐步上升,虽然温升较小,但能看出双面增透处理可以适当降低温升。

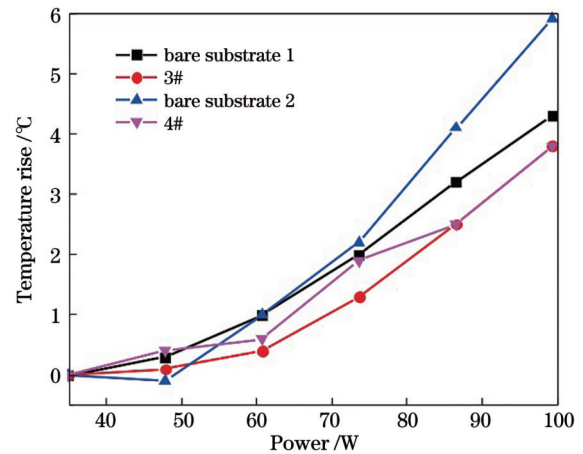


图 12 温升图

Fig. 12 Temperature rise diagram

4.4 光束质量测试

为了测试不同温度下探测光经过样品后的光束质量,搭建图 13 所示的光束质量测试光路。泵浦光的主要作用是使光栅表面的温度升高,由波长为 10.6 μm 的二氧化碳激光器输出,输出功率可根据电流调整;探测光主要用于测试光栅表面发生热畸变后光束质量的变化,由波长为 1064 nm 的半导体激光器输出,输出功率为 mW 量级;探测光的光束质量因子 M^2 由光束质量分析仪测得。测试时,当泵浦光辐照到蓝宝石样品上时,表面的最高温度在 1 min 内极速上升,1~10 min 稳定上升,15 min 时趋于稳定,因此在泵浦光辐照 15 min 后,使用红外热成像仪可测得样品表面的最高温度。

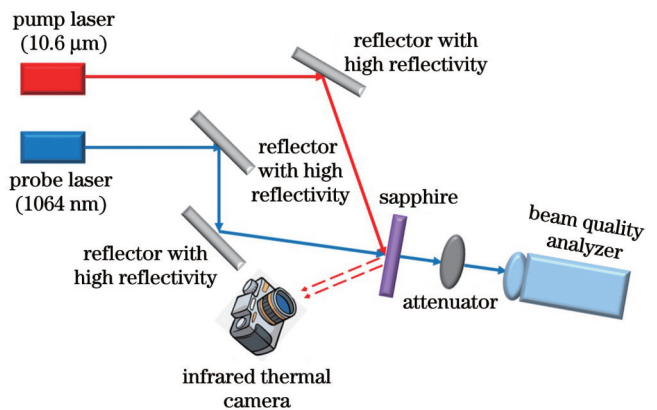


图 13 光束质量测试光路图

Fig. 13 Optical path for beam quality test

图 14 给出了双面增透处理样品的光束质量因子随温度的变化规律,虚线代表横向光束质量因子 M_x^2 ,实线代表纵向光束质量因子 M_y^2 。表 2 给出了当泵浦功率为 0 W 和 33.3 W 时不同样品的最高温度和光束质量因子。随着泵浦激光功率的增加,基板 1 的温度从 26.8 °C 上升到 282 °C,对应的 M_x^2 从 1.202 增加到 1.424、 M_y^2 从 1.204 增加到 1.627,基板 2 的温度从 26.1 °C 上升到 299 °C,对应的 M_x^2 从 1.149 增加到 1.22、 M_y^2 从 1.189 增加到 1.369,这表明不同批次的蓝宝石基

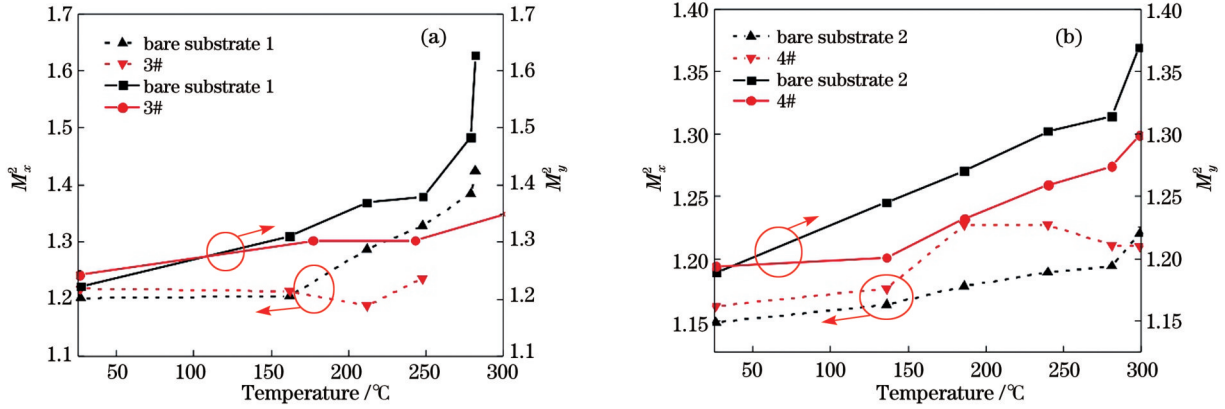


图 14 光束质量测试结果。(a)3#;(b)4#

Fig. 14 Beam quality test results. (a) 3#; (b) 4#

表 2 相同泵浦功率下的最大温度和光束质量因子

Table 2 Maximum temperatures and beam quality factors under same pump power

Sample No.	Pump power of 0 W			Pump power of 33.3 W		
	Maximum temperature /°C	M_x^2	M_y^2	Maximum temperature /°C	M_x^2	M_y^2
Bare substrate 1	26.8	1.202	1.204	282	1.424	1.627
3#	25.8	1.219	1.243	376	1.24	1.622
Bare substrate 2	26.1	1.149	1.189	299	1.22	1.369
4#	25.2	1.162	1.194	342	1.21	1.299

板对光束质量因子的影响很大。随着泵浦激光功率的增加,双面微结构样品 3# 的温度从 25.8 °C 上升到 376 °C,对应的 M_x^2 从 1.219 增加到 1.24、 M_y^2 从 1.243 增加到 1.622,一面微结构一面镀膜样品 4# 的温度从 25.2 °C 上升到 342 °C,对应的 M_x^2 从 1.162 增加到 1.21、 M_y^2 从 1.194 增加到 1.299,这表明温度对蓝宝石样品的 M_y^2 影响大,双面增透处理样品的 M_y^2 比基板好, M_x^2 与基板一致。

二极管泵浦碱金属激光器中增透窗口的工作温度为 200 °C,表 3 给出了双面增透处理样品在激光辐照温度达到 200 °C 时的探测光光束质量因子,双面微结构样品 3# 的 M_x^2 减小了 0.014、 M_y^2 增大了 0.06,一面微结构一面镀膜样品 4# 的 M_x^2 增大了 0.05、 M_y^2 增大了 0.029,在 200 °C 以内,双面增透处理样品的 M_x^2 和 M_y^2 基本不变,比蓝宝石裸基底效果好。

表 3 光束质量因子的变化

Table 3 Variation of beam quality factor

Sample number	M_x^2			M_y^2		
	25 °C	200 °C	Variation	25 °C	200 °C	Variation
Bare substrate 1	1.202	1.268	0.066	1.223	1.355	0.132
3#	1.219	1.205	-0.014	1.243	1.303	0.060
Bare substrate 2	1.149	1.181	0.032	1.189	1.278	0.089
4#	1.162	1.212	0.050	1.194	1.223	0.029

5 结 论

基于理论仿真优化得到的微结构参数,利用激光干涉曝光技术与反应离子束刻蚀技术,在蓝宝石基底表面上制备了增透微结构,795 nm 光的单面透过率达到 99.23%。利用离子束溅射技术,在蓝宝石基底表面

上制备了增透膜,795 nm 光的单面透过率达到 99.91%。在此基础上,制备了双面增透微结构和一面增透微结构一面增透膜的蓝宝石窗口片,795 nm 光的透过率分别为 98.01% 和 98.90%,相较于蓝宝石基底,795 nm 光的透过率分别提升了 12.13% 和 13.02%,实现了良好的增透效果。高功率激光作用温升测试实验

结果表明,当激光功率从 35 W 增加到 99.6 W 时,基板温度分别增加了 4.3 °C 和 5.9 °C,双面增透处理样品的温度均增加了 3.8 °C,温升较小,双面增透处理可以适当降低温升。光束质量测试实验结果表明,温度对蓝宝石样品 M_y^2 的影响比 M_x^2 大,200 °C 内双面增透处理样品的 M_x^2 变化小于 0.02、 M_y^2 变化小于 0.29,温度对入射光的光束质量影响甚小。

在蓝宝石基底上制备的双面增透微结构和一面增透微结构一面增透膜的窗口达到了耐高温、耐腐蚀且高透的效果,解决了传统熔石英激光窗口在碱金属蒸气环境下易腐蚀的痛点问题,为恶劣环境下的增透窗口制备提供了参考。

参 考 文 献

- [1] Biswal R, Mishra G K, Agrawal S K, et al. Studies on the design and parametric effects of a diode pump alkali (rubidium) laser[J]. *Pramana*, 2019, 93(4): 58.
- [2] Zhdanov B V, Rotondaro M D, Shaffer M K, et al. Potassium Diode Pumped Alkali Laser demonstration using a closed cycle flowing system[J]. *Optics Communications*, 2015, 354: 256-258.
- [3] Gao F, Chen F, Xie J J, et al. Review on diode-pumped alkali vapor laser[J]. *Optik*, 2013, 124(20): 4353-4358.
- [4] Quarrie L. Theoretical simulations of protective thin film Fabry-Pérot filters for integrated optical elements of diode pumped alkali lasers (DPAL)[J]. *AIP Advances*, 2014, 4(9): 097107.
- [5] Page R H, Beach R J, Kanz V K, et al. First demonstration of a diode-pumped gas (Alkali Vapor) laser[C]//Conference on Lasers and Electro-Optics 2005, May 22-27, 2005, Baltimore, Maryland, United States. Washington, D. C.: Optica Publishing Group, 2005: CMAA1.
- [6] Krupke W F, Beach R J, Kanz V K, et al. Resonance transition 795-nm rubidium laser[J]. *Optics Letters*, 2003, 28(23): 2336-2338.
- [7] 齐予, 易亨瑜, 黄吉金, 等. 高功率碱金属激光器的发展和技术挑战[J]. *激光与光电子学进展*, 2021, 58(7): 0700003.
Qi Y, Yi H Y, Huang J J, et al. Research development and technological challenge of alkali lasers with high power[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2021, 58(7): 0700003.
- [8] 杨永亮, 付秀华, 刘国军, 等. 采用新型混合材料的多波长激光减反射膜的研制[J]. *中国激光*, 2011, 38(10): 1007002.
Yang Y L, Fu X H, Liu G J, et al. Study and fabrication of multi-wavelength laser antireflection film using new mixed material[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2011, 38(10): 1007002.
- [9] 官庆, 廖林炜. 蓝宝石基底可见光/激光/中红外多光谱窗口薄膜研究[J]. *光学与光电技术*, 2017, 15(6): 66-72.
Guan Q, Liao L W. Research of VIS/NIR/MIR multispectral anti-reflective hard window coatings on the sapphire substrate[J]. *Optics & Optoelectronic Technology*, 2017, 15(6): 66-72.
- [10] 张铮辉. 红外反射镜和透镜膜系设计及其空间电离辐射效应研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2020.
Zhang Z H. Design of infrared mirror and lens film system and its spatial ionizing radiation effect[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2020.
- [11] 孔晶, 袁菊懋, 余明远, 等. 蓝宝石玻璃减反射膜的制备与性能[J]. *电镀与涂饰*, 2021, 40(1): 30-34.
Kong J, Yuan J M, Yu M Y, et al. Preparation and properties of antireflective films on sapphire glass[J]. *Electroplating & Finishing*, 2021, 40(1): 30-34.
- [12] 汪桂根, 韩杰才, 王立彦. 一种蓝宝石表面抗反射微纳结构及其制备方法: CN104846336A[P]. 2017-05-24.
Wang G G, Han J C, Wang L Y. A surface anti reflective micro/nano structure of sapphire and its preparation method: CN104846336A[P]. 2017-05-24.
- [13] 赵耐丽. 纳米结构对蓝宝石红外增透性能的影响研究[J]. *表面技术*, 2016, 45(9): 194-200.
Zhao N L. Influence of nanostructure on the antireflective performance of sapphire[J]. *Surface Technology*, 2016, 45(9): 194-200.
- [14] 赵东东. 基于简易模板的蓝宝石表面微纳结构的制备与性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2018.
Zhao D D. Preparation and properties of micro-nano structure on sapphire surface based on simple template[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2018.
- [15] 马子焯, 欧阳名钊, 付跃刚, 等. 中红外仿生复合微纳结构减反射表面研究[J]. *光学学报*, 2022, 42(10): 1031001.
Ma Z Y, Ouyang M Z, Fu Y G, et al. Anti-reflection surface of mid-infrared bionic composite micro-nano structure[J]. *Acta Optica Sinica*, 2022, 42(10): 1031001.
- [16] 陈佛奎, 丁江, 余明, 等. 凸面锗窗口亚波长抗反射结构的设计与制备[J]. *激光与光电子学进展*, 2023, 60(5): 0522001.
Chen F K, Ding J, Yu M, et al. Design and fabrication of the antireflection subwavelength structure of convex germanium optical window[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2023, 60(5): 0522001.
- [17] 刘卓, 杨晓京, 谢启明, 等. 硫系玻璃基底红外光学薄膜的研究进展[J]. *激光与光电子学进展*, 2022, 59(21): 2100003.
Liu Z, Yang X J, Xie Q M, et al. Research progress of infrared optical thin films on chalcogenide glass substrate[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2022, 59(21): 2100003.
- [18] Hobbs D S. Study of the environmental and optical durability of AR microstructures in sapphire, ALON, and diamond[J]. *Proceedings of SPIE*, 2009, 7302: 73020J.
- [19] 孙艳军, 冷雁冰, 董连和. 蓝宝石红外窗口抗反射浮雕结构研究[J]. *红外技术*, 2011, 33(2): 92-95.
Sun Y J, Leng Y B, Dong L H. Study on antireflective relief periodic structure of sapphire infrared window[J]. *Infrared Technology*, 2011, 33(2): 92-95.
- [20] Li Q K, Cao J J, Yu Y H, et al. Fabrication of an anti-reflective microstructure on sapphire by femtosecond laser direct writing[J]. *Optics Letters*, 2017, 42(3): 543-546.
- [21] Johnson L F, Moran M B. Compressive coatings for strengthened sapphire[J]. *Proceedings of SPIE*, 1999, 3705: 130-141.
- [22] 徐启远, 刘正堂, 李阳平, 等. 蓝宝石衬底上二维亚波长长增透结构的设计分析[J]. *微细加工技术*, 2007(6): 18-20.
Xu Q Y, Liu Z T, Li Y P, et al. Design and analysis of two-dimensional antireflective sub-wavelength structured surface on sapphire[J]. *Microfabrication Technology*, 2007(6): 18-20.
- [23] Raguin D H, Morris G M. Antireflection structured surfaces for the infrared spectral region[J]. *Applied Optics*, 1993, 32(7): 1154-1167.

Study on Microstructure Anti-reflection Performance Based on Sapphire Material

Zhang Wenni^{1,2,3}, Cao Hongchao^{1,3}, Kong Fanyu^{1,3}, Zhang Yibing^{1,3}, Wang Rui^{1,3},
Jin Yunxia^{1,3,4*}, Shao Jianda^{1,3,4}

¹Laboratory of Thin Film Optics, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;

²Center of Materials Science and Optoelectronics Engineering, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

³Key Laboratory of Materials for High Power Laser, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;

⁴CAS Center for Excellence in Ultra-Intense Laser Science, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China

Abstract

Objective Diode-pumped alkali lasers are a new type of gas lasers that utilize the high energy levels of alkali metal atoms to achieve particle number inversion. However, conventional fused-silica laser windows are easily subjected to corrosion in the alkali metal vapor environment. Therefore, in this study, we select sapphire as a window material, considering its high hardness and thermal conductivity, low expansion coefficient, and high temperature and erosion resistance. Owing to its large refractive index, the sapphire surface presents relevant anti-reflection properties, including high air and interface reflectivity. Anti-reflection surfaces are usually obtained by preparing optical films or microstructures. Anti-reflection films often require coating materials with specific refractive indices that are difficult to source. Moreover, they are susceptible to gaseous corrosion. However, their fabrication technology is relatively mature. Conversely, the production of anti-reflection microstructures requires complex processing. However, using the same substrate material to build the microstructure results in high chemical stability, mechanical properties, and resistance to laser damage. In this study, we implement a diode-pumped alkali metal laser with a 795 nm center wavelength and a working environment temperature of 200 °C by combining two different anti-reflection technologies to obtain a double-sided anti-reflection sapphire window. This is characterized by a microstructure on the side of the vapor chamber and a coating film on the side exposed to air, which enhances the temperature and corrosion resistance of the resulting laser window.

Methods Based on vector diffraction theory, the effects of depth, bottom angle, period, and duty cycle on the transmittance of a one-dimensional trapezoidal structure are analyzed using COMSOL software to obtain the process tolerance of the microstructure. We use laser interference exposure to prepare a photoresist mask on a sapphire surface, and then we transfer it using reactive ion beam etching to form microstructures. The ion-beam sputtering is used to prepare an anti-reflection film on the sapphire surface. To ensure that the microstructure satisfies the requirements of the application environment, we test the temperature increase in the sample under the action of a high-power laser. Moreover, we test the changes in the beam quality of the probe light passing through the sample at different temperatures.

Results and Discussions Our simulation results show that the transmittance can reach above 99.90% with a period of 400 nm, bottom angle of $78^\circ \pm 2^\circ$, depth of $(190 \pm 5)\text{nm}$, duty cycle of 0.25 ± 0.05 , and large margin of error (Figs. 2–6). Morphology test results show that the duty cycle of the experimentally prepared microstructure is in the range of 0.22–0.31, consistently with the designed parameters, whereas the height is in the range of 155–175 nm, thus failing to reach the designed value (Table 1). Transmittance test results show that the transmittances of the single-sided anti-reflection microstructure and film reach 99.23% and 99.91%, respectively. The transmittances of the double-sided anti-reflection sapphire window are 98.01% and 98.90% for the one-sided microstructure and anti-reflection film, respectively. The transmittances of these two samples increase by 12.13% and 13.02% compared to that of a bare sapphire substrate (Fig. 10). The temperature rise test results show that when the laser power is increased from 35 W to 99.6 W, the temperatures of substrates 1 and 2 increase by 4.3 °C and 5.9 °C, respectively, whereas the temperature of the double-sided anti-reflection sample increases only by 3.8 °C. Near the target wavelength, the temperature increase in the anti-reflection window is smaller than that in the bare substrate, and the temperature increase in the double-sided anti-reflection sample can be appropriately reduced (Fig. 12). The beam quality test results show that the temperature has a greater effect on the beam quality factor in the longitudinal direction of the sapphire samples compared to that in the transverse direction. Moreover, the sapphire batch significantly influences the associated beam quality factor (Fig. 14). When the temperature of the window is kept at 200 °C under the action of a high-power laser, the beam quality factor of the samples with the double-sided anti-reflection microstructure varies less than 0.05 and 0.06 in the transverse and longitudinal directions, respectively. Therefore, the anti-reflection window has a limited effect on the beam quality of the incident light (Table 2).

Conclusions Based on our theoretical simulation, in this study, we develop anti-reflection microstructures on the surface of a sapphire substrate by interference exposure and reactive ion beam etching, which can reach a single-sided transmittance of 99.23% at a

795 nm light wavelength. Using this technique, we prepare two sapphire windows: one characterized by a double-sided microstructure, and one presenting a microstructure on one side and a coating film on the opposite side. At a wavelength of 795 nm, the transmittance of these samples improves by 12.13% and 13.02%, respectively, compared with that of the bare sapphire substrate. The temperature rise test under high-power laser irradiation shows that when the laser power increases from 35.0 W to 99.6 W, the temperature of the bare substrate rises by 5.9 °C, whereas that of both samples obtained using the double-sided antireflective treatment increases only by 3.8 °C. These results indicate that our treatment can effectively reduce thermal effects by exploiting the higher transmittance rates of the double-sided samples. Moreover, beam quality test results indicate that when the microstructure window temperature is kept below 200 °C under high-power laser irradiation, the variation of the beam quality factor for double-sided anti-reflection samples remains below 0.05 and 0.06 along the transverse and longitudinal directions, respectively, indicating that the anti-reflection window has a negligible effect on the beam quality of the incident light. In this study, we successfully fabricate antireflective windows on a sapphire substrate characterized by either a double-sided antireflective microstructure or an antireflective microstructure and antireflective film on the opposite sides, achieving in both cases high temperature and corrosion resistance as well as high transmission performance. Our antireflective fabrication process solves the traditional performance issues of fused-quartz laser windows, which are prone to corrosion in alkali metal vapor environments, and provides a reference framework for fabricating antireflective windows that can be used effectively under harsh conditions.

Key words thin films; anti-reflection microstructure; interference exposure; reactive ion etching