

脉宽压缩光栅用多层膜制备和性能测试*

孔伟金^{1,2} 沈 健¹ 沈自才¹ 邵建达¹ 范正修¹

(1 中国科学院上海光学精密机械研究所光学薄膜技术与研究发展中心, 上海 201800)

(2 中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘 要 给出了以 413 nm 作为写入波长, 1053 nm 作为使用波长的多层介质光栅膜的设计, 计算表明膜系 H3L(H2L)⁹H0.5L2.03H 满足光栅膜的要求. 最后给出了制备得到的样品光学特性测试, 结果表明在使用波长和曝光波长处满足设计要求, 其抗激光损伤阈值在光正入射和 51.2° 入射时分别为 14.14 J/cm² 和 9.32 J/cm², 膜系的应力表现为压应力.

关键词 多层电介质光栅; 膜系设计; 性能分析

中图分类号 O484 **文献标识码** A

0 引言

基于啁啾脉冲放大技术的超短、超快高功率激光器的发展很大程度上依赖于衍射光栅的衍射特性. 在典型的产生超短、超快高能量激光系统中, 需要四次用到反射式光栅对光束进行压缩和放大, 该系统要求脉宽压缩光栅必须同时具有高的衍射效率和高抗激光损伤阈值的提高, 同时也限制了衍射效率的提高. 而多层介质膜光栅具有低的吸收损耗和高的衍射效率以及其灵活的设计, 正逐步代替镀金光栅而应用于啁啾脉冲放大系统中^[4~8]. 多层电介质膜系作为制备脉宽压缩光栅的载体, 其光学特性和本身的抗激光损伤阈值特性对光栅的性能有至关重要的影响. 在光学薄膜材料中, 氧化铪(HfO₂)是一种常见的薄膜材料, 它具有从紫外(UV)到红外(IR)较宽的透明区域(0.22~12 μm), 易于蒸发; 同时 HfO₂ 还具有高的折射系数和较高的抗激光损伤阈值. 而 SiO₂ 具有稳定的蒸发特性和较低的折射率^[9,10], 现在对全电介质脉宽压缩光栅的研究中, HfO₂/SiO₂ 膜料的组合成为设计和制备脉宽压缩光栅用多层膜系的主流.

本文以 HfO₂/SiO₂ 作为高低折射率膜料组合, 给出了以 413 nm 作为写入波长, 1053 nm 作为使用波长的多层介质光栅膜的设计, 结果表明膜系 H3L(H2L)⁹H0.5L2.01H 不仅满足光栅膜的设计要求, 而且易于利用电子枪作为蒸发源来制备. 对制备得到的样品进行了光谱特性测试、抗激光损伤阈值测试和膜层的应力测试.

1 全电介质光栅膜的设计指标

多层介质膜光栅是由基底、高反射率介质膜系和周期性浮雕结构构成, 其基本结构如图 1. 样品的

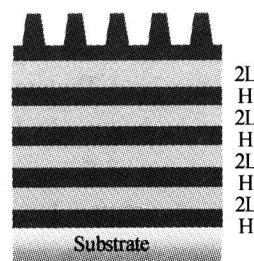


图 1 介质膜光栅的基本结构
Fig. 1 The structure of the gratings

制备大体分为两大部分: 一是反射膜(由 HfO₂ 和 SiO₂ 交替沉积而成)和顶层膜(HfO₂)的沉积; 二是在顶层 HfO₂ 膜上对光刻胶进行全息干涉曝光、显影, 然后利用离子束刻蚀将光栅槽形转移到顶层 HfO₂ 膜中去. 膜系的设计要求为: 1) 1053 nm, 51.2° (S光)入射时要有足够高的反射率. 2) 413 nm, 17.8° (S光)入射膜系要有足够高的透射率, 以减少全息干涉曝光时反射光形成的干涉的干扰. 3) 通过调整膜系结构, 使电场强度的最大值分布远离膜层的交界面.

在全息干涉中, 考虑到涂布光刻胶后其反射率要变化, 设计的膜系结构还要满足: 1) 在涂布光刻胶后, 进入到光刻胶和膜层的交界面上光的反射率要足够低. 2) 入射到光刻胶表面的光的反射率随光刻胶的厚度变化要不敏感.

2 光栅膜设计和性能分析

2.1 基础膜系设计

为抑制在 413 nm 附近出现的三级次高反射, 采用(H2L)ⁿ的基础膜系设计. 该基础膜系的膜层厚度为 $\sum nd = 3\lambda_0/4$, 在中心波长 λ_0 处不会出现

* 国家 863-804 主题专项资助项目

Tel: 021-69918478 Email: kwj@sjd@163.com

收稿日期: 2004-11-01

高反射区,只有在那些膜层厚度为 $\lambda_0/2$ 整数倍的波长处才会出现反射带. 根据干涉原理,波长为 λ 处的相位为

$$\delta = (2\pi/\lambda) * (3\lambda_0/4) = m\pi \quad (m=1,2,3,\dots) \quad (1)$$

可能出现反射带的波长处为: $\lambda_0/\lambda = q = 2m/3$, $q=2/3, 4/3, 6/3, 8/3, \dots$, 也即在波长为 $3\lambda_0/2, 3\lambda_0/4, 3\lambda_0/6, 3\lambda_0/8, \dots$ 等波长处,但是在波长为 $\lambda = \lambda_0/2, \lambda_0/4, \lambda_0/8$ 的位置处为虚设层. 用相对波数 $g = \lambda_0/\lambda$ 表示的话,则 $g = 2/3, 4/3, 8/3, \dots$ 处为反射带,在 $g = 1/2, 1/4, 1/8, \dots$ 处为透射带.

根据脉宽压缩光栅用多层膜系的要求,在 1053 nm 处实现一级次高反射区,即 $3\lambda_0/2 = 1200$ nm(使用波长在 51.2° 入射时为 1053 nm,而在写入波长处入射角为 17.8° ,该角度下的一级次反射带出现在 1170 nm 处),可以得到设计时的中心波长 $\lambda_0 = 780$ nm,则第二级次的反射区出现在 $3\lambda_0/4 = 585$ nm 波长处,而第三级次为透射区,波长为 $3\lambda_0/6 = 390$ nm,该透射区的带宽为 20 nm 左右,从而可以提高 413 nm 写入波长处的透射率.

2.2 多层光栅膜系的修正设计

用于脉宽压缩光栅的多层电介质膜系的设计的基础膜系是 $(H2L)^n$,但是为了优化膜系制备工艺,同时为了进一步提高写入波长的透过率,需要对基础膜系进行进一步的优化设计.

1)基础膜系在控制时使用的光学控制信号随着膜层厚度的增加会越来越弱,当达到 7 个周期以后,其信号几乎没有变化,从而限制了光学膜厚的控制准确度. 为扩大走值范围,采用在基础膜系前面预先制备 H3L 膜层,其作用是扩大光控信号的走值范围,而对膜系的光学性能没有影响. 图 2(a)表示修正前透射光控信号的走值范围,图 2(b)为修正后膜系的走值范围.

2)在写入波长 413 nm 处的高透射区比较窄,很容易使透射的峰值落在低谷,为此,在基础膜系的后面加入 H0.5L 的修正层,可以使写入波长的性能得到修正. 另外,根据对多层电介质膜脉宽压缩光栅的衍射效率影响因素的分析,其顶层的厚度取 205 nm 不论是对获取高衍射效率,还是对膜系制备、全息曝光和表面浮雕结构的离子束刻蚀都是合适的,其厚度取为 2.03H.

基于以上对膜系的设计要求和实际制备工艺,最终设计的膜系为 H3L(H2L)⁻9H0.5L2.03H,设计波长为 820 nm. 其中 H 表示高折射率材料 HfO_2 ($n=1.96$),L 表示低折射率材料 SiO_2 ($n=1.46$).

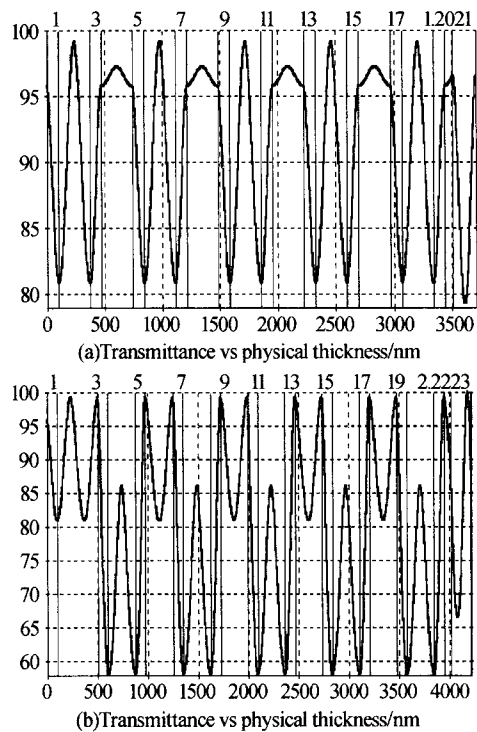


图 2 膜系 H3L(H2L)⁻9H0.5L2.03H 与 (H2L)⁻9H0.5L2.03H 厚度监控曲线比较

Fig. 2 The comparison of monitor chart of H3L(H2L)⁻9H0.5L2.03H and (H2L)⁻9H0.5L2.03H

3 膜系的制备和测试

3.1 样品的制备

SiO_2 膜料光学特性优良,蒸发特性稳定; HfO_2 膜料抗激光损伤阈值高. 实验中选用这两种膜料作为高低介质折射率. 在 ZZS-800F 真空镀膜机上采用电子枪热蒸发方式制备了该膜系. 厚度的控制采用极值法,第一个控制片用来控制 H3L(H2L)⁻9H0.5L 反射板,第二个控制片用来控制 2.03H 的顶层厚度. 膜系制备的工艺参量如表 1.

表 1 介质膜的制备工艺参量

本底真空	温度	烘烤	充气	充气压	HfO_2	SiO_2
2.6×10^{-3} Pa	$300^\circ C$	3 h	O_2	8×10^{-3} Pa	110 mA	50 mA

3.2 透射光谱的性能测试

样品透射图谱的测试是使用的 Lamab900 分光光度计,该设备的分辨率为 1 nm. 图 3(a)和(b)分别表示 51.2° 和 17.8° ,TE 偏振光入射的理论设计和测试得到的透射光谱. 可以看出在使用波长处(1053 nm, 51.2° 入射,TE 偏振光模式)和曝光波长处(413 nm, 17.8° 入射,TE 偏振光模式)完全满足脉宽压缩用光学薄膜的设计要求. 在 1053 nm 和 413 nm 处测得透射比分别为 0.29% 和 91.33%,在

1053 nm 附近 70 nm 的宽度范围内透射比均高于 99.95%，在 413 nm 附近的 20 nm 宽度范围内，透射比均优于 90%。这给光栅的使用和全息曝光提供了较大的容许范围。

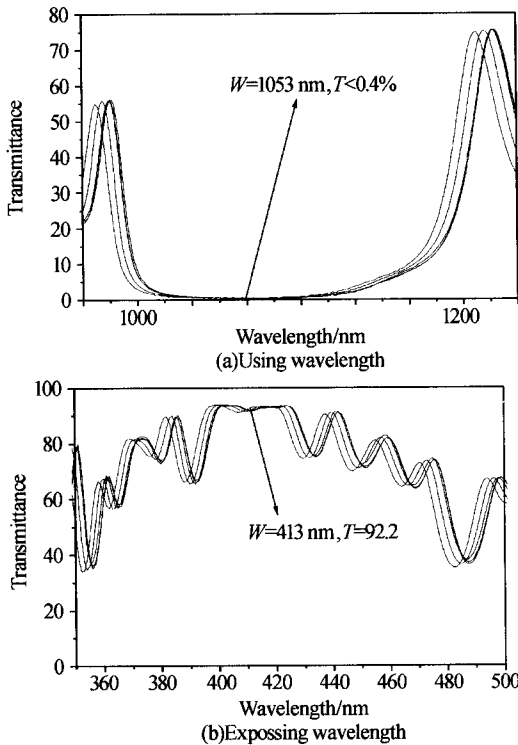


图 3 试验测试得到的在使用波长和写入波长处的光谱曲线
Fig. 3 The spectrum curve of using wavelength and exposing wavelength

3.3 激光损伤阈值测试

利用 YAG 基频激光对样品分别进行了 1-on-1 损伤阈值测试^[11]，阈值测试装置原理如图 4。激光经过高斯输出镜后调制成高斯光束，首先经过两个 45° 的 1064 nm 的全反射镜后进入主光路，然后经过 1/2 波片和偏光镜(两者构成连续可调的衰减器)，调节偏光镜使输出的光为 S 光(TE 波)，激光能量的调节可以通过旋转 1/2 波片来实现。光入射到一分光片上，靶面能量可以通过监视由分光片分出的激光能量得出。再经过焦距为 210 mm 的非球面透镜聚焦至样品表面，样品被放置在可精密调整的二维步进电机的调整架上，调节样品架，使光以 51.2° 入射样品。激光脉宽为 12 ns，靶面水平光斑半径为 0.8244 mm，竖直光斑半径为 0.632 mm。He-Ne 激光用来准直调节光路，并作为散射光判断损伤的辅助判别手段。在线的损伤判断主要由放大倍数为 5 倍的物镜和高分辨率 CCD 的组合系统完成，该成像系统的放大倍数大约为 100 倍。在实验中，通过对激光辐照前后 CCD 所拍图像的灰度相减来判断，这大大降低了人为因素的干扰。在实验中激光损伤阈值采用 0% 损伤阈值拟合方法。

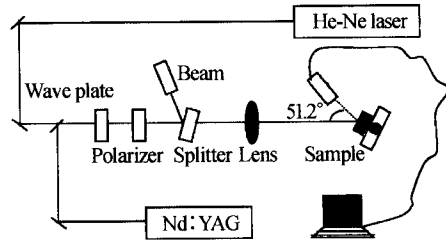


图 4 基频激光损伤阈值测试装置图, S 偏振, 51.2° 入射
Fig. 4 The setup of laser induced damage used at 1064, 51.2° incidents and TE mode

实验中使用的波长是 1064 nm，脉宽为 12 ns，频率为 1 Hz，激光模式为 TEM₀₀。光斑入射样品的人射角分别为 0° 和 51.2°，样品测试的拟合结果分别为 14.14 J/cm² 和 9.32 J/cm²，如图 5。

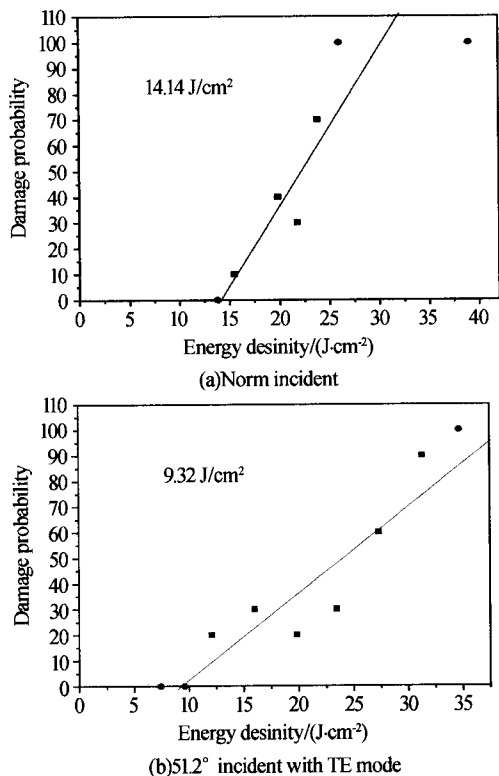


图 5 激光损伤拟合结果
Fig. 5 The fitting of laser induced damage

3.4 薄膜应力测试

薄膜应力的存在是薄膜制备过程中的普遍现象，所有薄膜几乎都处于某种应力状态之中。它的存在不仅会直接导致薄膜破裂、脱落，使薄膜损伤，而且会作用于基体，使基体发生形变，从而使通改变薄膜的光学特性、机械特性和力学特性等。通过对薄膜应力的研究，可以了解薄膜的破坏机理，进而达到改善薄膜抗损伤性能的目的。

当薄膜沉积在具有一定厚度和弹性的基片上时，由于应力的作用将发生弯曲，由弯曲的方向可以确定薄膜中的应力状态，压应力使基底向外侧弯曲，张应力使薄膜向内侧弯曲。通过对这个弯曲量的测

量可以得到薄膜应力的大小. 在已知膜厚和曲率半径的情况下, 应力可由斯托尼公式给出^[12]

$$\sigma = \frac{E_s t_s^2}{6(1-\gamma_s)t_f} \left(\frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right) \quad (2)$$

式中 t_s 和 t_f 分别为基底和薄膜的厚度, E_s (81 GPa) 和 γ_s (0.208) 分别为基底的弹性模量和泊松比, R_1 、 R_2 分别为镀膜前后基片的曲率半径. 当应力值为负时, 薄膜受到压应力; 当应力值为正时, 薄膜受到张应力.

所有样品曲率半径均利用 ZYGO Mark III-GPI

表 2 介质膜应力测试数据

样品 1		样品 2		样品 3		样品 4	
宽/MPa	长/MPa	宽/MPa	长/MPa	宽/MPa	长/MPa	宽/MPa	长/MPa
-463.46	-131.83	-427.21	-121.5	-315.88	-89.85	-349.54	-99.42

4 结论

本文对应用于脉宽压缩光栅用光学薄膜的设计和制备参量, 并对制备的样品进行了性能测试: 给出了基础膜系 (H2L)ⁿ 抑制三级次反射的干涉原理; 在控制片上沉积 H3L 层来扩大走值范围以提高控制准确度; 在基础膜系使用 H0.5L 修正层来改善写入波长处的光学性能. 给出了利用 ZS-800F 真空镀膜机制备的样品测试结果, 结果表明测试得到的光谱特性曲线完全满足脉宽压缩光栅用光学薄膜在使用波长和曝光波长处的设计要求. 同时测试了样品的激光损伤阈值, 正入射和 51.2° 入射样品测试结果分别为 14.14 J/cm² 和 9.32 J/cm². 两次制备的脉宽压缩用光学薄膜表现出压应力, 且在宽度方向上的压应力比长度方向上要大.

参考文献

- 1 位恒政, 张志刚, 王淮生, 等. 飞秒脉冲制作啁啾光纤光栅的理论研究. 光子学报, 2004, **33**(9): 1050~1053
Wei H Z, Zheng Z G, Wang H S, et al. *Acta Photonica Sinica*, 2004, **33**(9): 1050~1053
- 2 于连君, 程光华, 王屹山, 等. 无展宽器的高重复率钛宝石啁啾飞秒脉冲再生放大器的研究. 光子学报, 2004, **33**(1): 1~3
Yu L J, Cheng G H, Wang Y S, et al. *Acta Photonica Sinica*, 2004, **33**(1): 1~3
- 3 孔勇, 陆雨田, 王宁. 增益介质的色散对锁模激光器输出脉宽和啁啾的影响. 光子学报, 2003, **32**(9): 1035~1037
Kong Y, Lu Y T, Wang N. *Acta Photonica Sinica*, 2003,

数字波面干涉仪测量, 测量原理为: 样品在镀膜前后, 由于应力存在曲率半径会发生变化, 这一变化会引起干涉条纹的改变, 利用干涉仪可以测出这一变化, 然后根据式(2)计算出应力值. 对 4 块 150 mm × 80 mm × 20 mm (长 × 宽 × 高) 的基底进行了镀膜前后应力测试试验, 其中样品 1 和 2 是同一次制备, 3 和 4 是同一次制备. 得到的数据如表 2. 从表中可以看出脉宽压缩用光学薄膜表现出压应力, 并且在宽度方向上的应力比长度方向上的应力要大.

32(9): 1035~1037

- 4 Perry M D, Boyd R D, Britten J A, et al. High-efficiency multi-layer dielectric diffraction gratings. *Optics Letters*, 1995, **20**(8): 940~941
- 5 Li Lifeng, Jeffrey Hirsh. All-dielectric high-efficiency reflection gratings made with multi-layer thin-film coatings. *Optics Letters*, 1995, **20**(11): 1349~1351
- 6 Britten J A, Perry M D. High-efficiency, dielectric multi-layer gratings optimized for manufacturability and laser damage threshold. *Laser-induced Damage in Optical Materials (SPIE)*, 1996, **2714**: 511~520
- 7 Shore B W, Perry M D, Britten J A, et al. Design of high-efficiency dielectric reflection gratings. *J Opt Soc Am A*, 1997, **14**(5): 1124~1135
- 8 Karl Hehl, Joerg Bischoff. High-efficiency dielectric reflection gratings: design, fabrication, and analysis. *Applied Optics*, 1999, **38**(30): 6257~6271
- 9 Traylor Kruschwitz J D, Pawlewicz W T. Optical and durability prosperities of infrared transmitting thin films. *Appl Opt*, 1997, **36**(10): 2157~2159
- 10 Smith D, Baumeister P. Refractive index of some oxide and fluoride coating materials. *Appl Opt*, 1979, **18**(1): 111~115
- 11 ISO 11254-2:2000. Lasers and laser-related equipment -- Determination of laser-induced damage threshold of optical surfaces -- Part 1: 1-on-1 test
- 12 Tamulevicius S. Stress and strain in the vacuum deposited thin films. *Vacuum*, 1998, **51**(2): 127~138

Multi-layer Dielectric Film for Pulse Compressed Gratings

Kong Weijin^{1,2}, Shen Jian¹, Shen Zicai¹, Shao Jianda¹, Fan Zhengxiu¹

¹ Shanghai Institute of Fine Mechanics and Optics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800

² Graduate school of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039

Received date: 2004-11-01

Abstract Diffraction efficiency and laser induced damage threshold relay on the optical character, and the laser induced damage character and mechanical character of multiplayer dielectric gratings (MDG) are used in Chirped-pulse amplification. A multi-layer dielectric stack design used at 1053 nm and exposed at 413 nm is given. The analysis show that H3L(H2L)-9H0.5L2.03H meets the requirement of MDG. At last, the optical character of the sample is tested. There is a good agreement between the test of transmittance curve and the design. Laser induced damage thresholds are 14.14 J/cm² and 9.32 J/cm² respectively when laser incident vertically and 51.2°. The multi-layer dielectric used in MDG represents compression stress force.

Keywords Multi-layer dielectric gratings; Thin film stack design; Character analysis



Kong Weijin was born on December 12th, 1976 in Shandong. He graduated from physics department of Qufu Normal University and obtained the B. S. degree in 1999. He got the M. S. degree from Qufu Normal University in 2003. Now he is working for his Doctor degree in Shanghai Institute of Optics and Mechanics, Chinese Academy of Sciences. His research interests include polarized light technology and thin film optical technology.