

可见光波段及 1 064 nm 波长处用于 Glan-Taylor 棱镜减反射膜*

郝殿中, 苏富芳, 宋连科, 吴福全, 李国华

(曲阜师范大学 激光研究所, 山东 曲阜 273165)

摘要:为了提高 Glan-Taylor 棱镜的透射率,研究了 Glan-Taylor 棱镜在可见光波段及 1 064 nm 波长处减反射膜的设计和制备.为提高薄膜和冰洲石晶体的附着力,采用沉积 Al_2O_3 为过渡层, ZrO_2 作缓冲层的方法,用单纯形优化的方法进行膜系优化设计.用电子束沉积和离子束辅助沉积的方法制备了多层减反射膜,并采用石英晶体振荡法监控膜厚和沉积速率.测量结果表明,在可见光波段及 1 064 nm 波长处的剩余反射率均小于 0.5%经测试薄膜与冰洲石晶体的附着力性能良好.

关键词:光学薄膜;Glan-Taylor 棱镜;减反射膜;离子辅助电子束镀膜

中图分类号:O439;O436.3

文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2009)02-307-4

0 引言

Glan-Taylor 棱镜是偏光技术中的重要器件,广泛应用于线偏光获得及检验中^[1-2].这种棱镜消光比优于 10^{-5} ,抗激光损伤阈值高,使用光谱范围宽(280~1 064 nm),但是棱镜的每个通光面上有约 4%的剩余反射,使得棱镜的透射率不高,一般只有 85%左右,而且随波长的减小透射率在降低,为了拓展使用带宽和透射率,必需在棱镜的通光面上蒸镀宽带减反射膜^[3].但是由于冰洲石晶体热力学性质的各向异性以及较低的硬度使得膜层和晶体间的附着力差,容易脱膜.因此,在膜料的选择、蒸镀的工艺条件及膜系设计上和各向同性材料有较大的区别.

本文对此进行了探索,以获得牢固的膜层、理想的增透效果.经反复试验用 Al_2O_3 作过渡层,用 ZrO_2 作缓冲层,测试结果非常理想.

1 膜系设计

在可见光波段及 1 064 nm 波长处减反射膜的设计以 $\frac{\lambda_0}{4}/\frac{\lambda_0}{4}/\frac{\lambda_0}{2}/\frac{\lambda_0}{4}$ 为母膜系^[4],设计波长 λ_0 为 532 nm.母膜系结构为

$$\text{Sub} \left| \begin{array}{c|c|c|c} \text{SiO}_2 & \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{TiO}_2 & \text{MgF}_2 \\ \hline 0.25\lambda_0 & 0.25\lambda_0 & 0.5\lambda_0 & 0.25\lambda_0 \end{array} \right| \text{Air.}$$

靠近基片的为内层膜.由于该膜系最内层膜材料为 SiO_2 ,它和冰洲石的结合并不牢固.为了拓宽使用带宽和提高内层膜 SiO_2 和冰洲石附着性能,采用 $\frac{\lambda_0}{2}\text{Al}_2\text{O}_3$ 作过渡层^[6];修正后的膜系结构为

$$\text{Sub} \left| \begin{array}{c|c|c|c|c} \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{SiO}_2 & \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{TiO}_2 & \text{MgF}_2 \\ \hline 0.5\lambda_0 & 0.25\lambda_0 & 0.25\lambda_0 & 0.5\lambda_0 & 0.25\lambda_0 \end{array} \right| \text{Air.}$$

该膜系只在整个可见光波段起到减小反射率的作用,对于减小在 1 064 nm 波长处的反射率没有作用.为保持参考波长 532 nm 光谱特性不变,同时降低在 1 064 nm 波长处的反射率,需额外设计参量.从导纳轨迹图 1 看出,导纳轨迹和实轴交于 1.857 和 2.26.在这两个位置插入导纳为 1.857 和 2.26 的膜层,不论厚度多少,在导纳图上的轨迹只是一个没有大小的点,不改变整个膜系导纳轨迹.于是它的物理厚度可以作为额外设计参量,用于减小在 1 064 nm

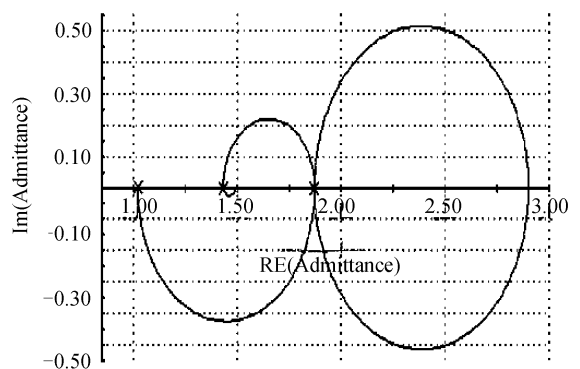


图 1 优化前的导纳轨迹

Fig. 1 The admittance of no refined

波长处的反射率.在可见光波段,薄膜材料的折射率很难做到 2.26,但 1.857 的材料可以用 ZrO_2 来代替,可以通过改变分氧压和沉积速率来获得 1.9 的折射率.所以缓冲层材料采用 ZrO_2 .采用单纯形优化的优化方法,优化后的膜系结构为

$$\text{Sub} \left| \begin{array}{c|c|c|c} \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{SiO}_2 & \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{ZrO}_2 \\ \hline 1.826\lambda_0 & 1.419\lambda_0 & 0.868\lambda_0 & 1.292\lambda_0 \end{array} \right| \cdot \left| \begin{array}{c|c|c} \text{TiO}_2 & \text{ZrO}_2 & \text{MgF}_2 \\ \hline 0.866\lambda_0 & 1.1861\lambda_0 & 1.003\lambda_0 \end{array} \right| \text{Air}$$

* 山东省教育厅科研基金(J05C04)资助

Tel:0537-4456493 Email:dzhhao2@163.com

收稿日期:2007-11-07

在波长 532 nm 处所对应的各层薄膜的物理厚度为: 149.6 nm、129.6 nm、71.1 nm、90.4 nm、58.3 nm、82.9 nm 和 96.4 nm. 其中在设计波长 532 nm 处 Al_2O_3 、 SiO_2 、 ZrO_2 、 TiO_2 和 MgF_2 相对应的折射率分别为 1.62、1.45、1.9、2.05 和 1.38. 冰洲石的折射率为 1.488 4. 可以看出没有很薄的膜层, 采用石英晶控仪就可以进行控制.

2 样品制备和测试

2.1 样品的制备

样品是在韩国 ML-EB900 型镀膜机上制作的, 用石英晶体仪控制薄膜的厚度和沉积速率. 在沉积前, 采用离子清洗减小表面缺陷, 在实验中充入高纯氧气(MgF_2 除外), 氧离子的掺杂提高了薄膜的化学计量比从而降低了吸收, 高能轰击增加了薄膜致密度从而增加光谱稳定性^[7-8]等. 用气体流量计控制氧和氩气的流量, 保证真空度的相对稳定. 薄膜材料成膜的折射率由于受蒸镀工艺因素的影响, 蒸镀过程中, 要保持蒸镀条件的相对稳定^[9].

2.2 样品光谱测试

利用岛津公司的 UV-3101PC 分光光度计的反射系统进行测试^[15], 测试光路如图 2.

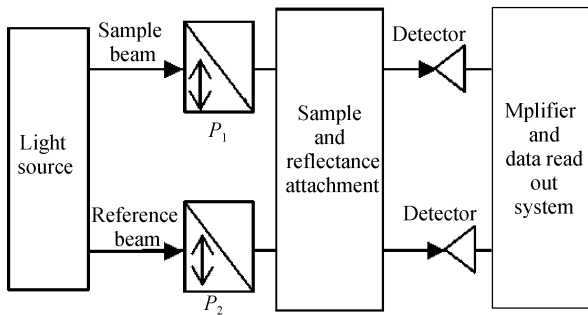


图 2 测试系统

Fig. 2 Testing device of sample

样品的测试曲线图 3. 测试结果为在可见光区和 1 064 nm 的平均剩余反射率均小于 0.5%.

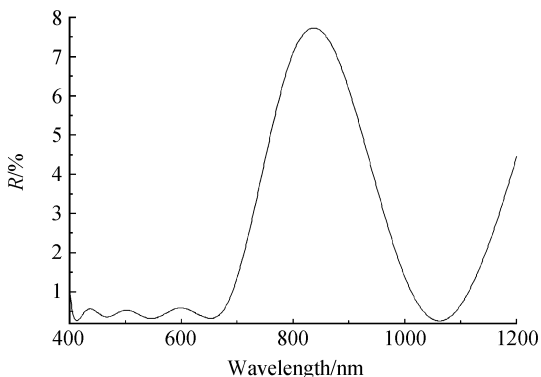


图 3 样品的反射光谱

Fig. 3 Reflectance spectrum of sample

2.3 样品的牢固性测试

薄膜与基片间之附着性强弱与薄膜本身应力和材料之间膨胀系数差及表面结合力有关^[4]. 表 1 是常用材料的线膨胀系数数据^[5]. 实验使用经过精细抛光冰洲石晶体(标准块)作为基体, 晶体光轴平行于抛光面. 用脱脂棉球蘸的酒精和乙醚的混合液仔细擦洗干净. 所有膜层都 2:1 是用电子束蒸发的方法制备, 镀制时间为 3 min, 镀制完成后经过自然冷却取出. 样品取出后先观察其牢固情况, 然后用脱脂棉球蘸酒精轻擦膜层表面, 如果不掉膜就加大力度重擦表面, 如果依然牢固, 就用胶带粘离^[4], 这些方法虽然只是定性测试, 但也能够较好地说明膜层的附着力. 实验中样品制备条件及测试结果如表 2. 从表 2 看出, 对于冰洲石晶体, 以 220 °C 的基体温度制备的 Al_2O_3 和 ZrO_2 附着力最好, 即使用胶带粘离也不脱膜.

表 1 材料的膨胀系数

材料名称	膨胀系数($10^{-6}/\text{K}$)
CaCO_3 (Calcite)	24.39(//光轴)
	-5.68(⊥光轴)
BK_7	7.5
ZrO_2	4.5
Al_2O_3	6.1
SiO_2	0.5
HfO_2	5.6
MgO	11.2

表 2 冰洲石附着力实验

膜料	制备条件		测试方法	
	真空度/ $\text{Pa} \times 10^{-3}$	温度/ $^{\circ}\text{C}$	观察	胶带粘离
MgO	3	180	掉膜	掉膜
MgO	3	220	掉膜	掉膜
SiO_2	3	180	不掉膜	掉膜
SiO_2	3	220	不掉膜	掉膜
Al_2O_3	3	180	不掉膜	不掉膜
Al_2O_3	3	220	不掉膜	不掉膜
ZrO_2	3	180	不掉膜	不掉膜
ZrO_2	3	220	不掉膜	不掉膜
ZrO_2	3	260	不掉膜	不掉膜
HfO_2	3	180	不掉膜	掉膜
HfO_2	3	220	不掉膜	不掉膜
HfO_2	3	260	不掉膜	不掉膜

180 °C 和 260 °C 温度, 膜料附着力稍差, 但也较为牢固. 因此, 这两种膜料可以作为内层膜使用. MgO 、 SiO_2 附着力较差, 当膜层较薄时轻擦即可脱落, 膜层较厚时会自然脱掉. 在 5% 的盐水中放置 24 h 后, 测试的光谱曲线变化很小, 膜层牢固^[4].

3 误差分析

样品的测试结果和理论结果有些区别. 晶体表

面增透膜的实际制备和性能涉及工艺参量、材料特性等诸多条件的影响. 由于各种材料的工具因子是在单独试验的条件下测试得到的, 因此为提高准确度对材料的工具因子要反复试验(最少 3 次), 最后取平均值, 提高制备准确度. 薄膜的光学厚度偏差是影响其剩余反射率的重要因素; 膜层折射率的变化也会引起整个光谱曲线的变形; 为了确定薄膜的制备准确度, 需要分析在制备时的膜厚误差控制和膜料折射率误差控制.

$$\text{Sub} \begin{array}{|c|c|c|c|} \hline \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{SiO}_2 & \text{Al}_2\text{O}_3 & \text{ZrO}_2 \\ \hline 1.826\lambda_0 & 1.419\lambda_0 & 0.868\lambda_0 & 1.292\lambda_0 \\ \hline \text{TiO}_2 & \text{ZrO}_2 & \text{MgF}_2 & \text{Air} \\ \hline 0.866\lambda_0 & 1.186\lambda_0 & 1.003\lambda_0 & \\ \hline \end{array} \cdot$$

3.1 膜厚误差对剩余反射率的影响

图 4 为薄膜物理厚度发生均匀变化时剩余反射率的变化情况. 图中的曲线从上向下代表膜厚依次从 -6% , -4% , -2% , 0 , $+2\%$, $+4\%$ 变化到 $+6\%$. 从图中可以看出, 当膜厚以均匀分布从 0% 变化 -6% 和从 0% 变化 $+6\%$ 时, $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处剩余反射分别从 0.2% 上升到 2% 和 0.53% . 可以看出当膜厚发生正变时, $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处的剩余反射率变化较小. 在 $400\sim 700\ \text{nm}$ 波长范围内, 平均剩余反射率分别从 0.3% 增加到 0.5% 和 0.49% . 薄膜厚度的变化主要影响 $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处的剩余反射率. 因此实际制备时应当把膜厚准确度控制在 3% 以内.

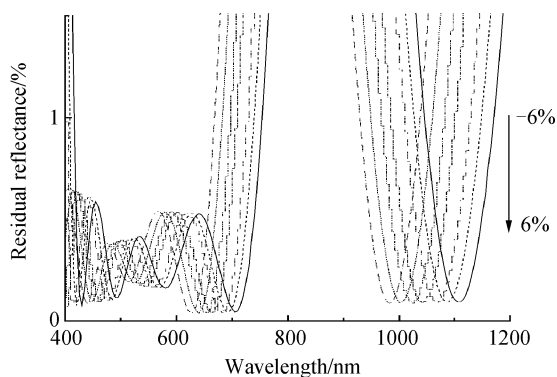


图 4 物理厚度以均匀分布变化 2% , 4% , 6% 和无变化时的结果

Fig. 4 Reflectance when layer physical thickness varies from $+6\%$ to -6% in a uniform distribution with interval of 2% and no deviation

3.2 折射率误差对剩余反射率的影响

图 5 为膜层折射率发生均匀变化时剩余反射率的变化情况. 图中的曲线. 代表折射率从 $+2\%$ 变化到 -2% , 其变化间隔为 1% . 从图中可以看出, 当折射率以均匀分布变化从 $+2\%$ 变化到 0% 时, $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处剩余反射率从 0.07% 增大到 0.2% ; 从 -2% 变化到 0% 时, $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处剩余反射率从

0.19% 变化到 0.2% . 因此实际制备时应当把折射率准确度控制在 $\pm 1\%$ 以内. 在 $400\sim 700\ \text{nm}$ 波段, 当折射率以均匀分布变化从 $+2\%$ 变化到 -2% 时, 平均剩余反射率从 0.41% 下降到 0.28% . 当折射率发生负变时, 不增大特定波长的剩余反射率.

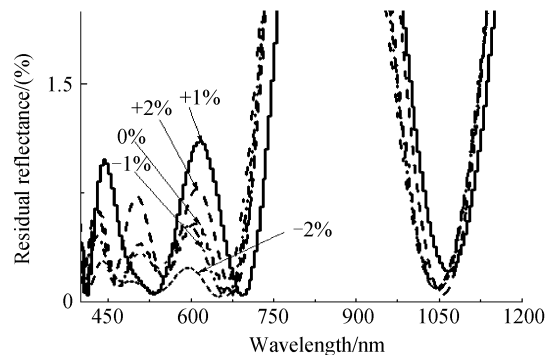


图 5 折射率以均匀分布变化 1% , 2% 和无变化时的结果
Fig. 5 Reflectance when refractive index varies from $+2\%$ to -2% in a uniform distribution with interval of 1% and no deviation

由分析可知: 薄膜厚度和折射率的变化对可见光波段的剩余反射率改变较小; 对 $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处的剩余反射率改变较大, 而且薄膜厚度变化对其的影响比折射率变化对其的影响要更加明显.

4 结论

为改善膜层和晶体之间的附着力, 选择 Al_2O_3 和 ZrO_2 作为过渡层和缓冲层, 在不影响光谱特性的条件下给出了相应的膜系匹配设计. 利用石英晶振仪控制薄膜物理厚度, 制备了 Glan-Taylor 棱镜用可见光波段及 $1\ 064\ \text{nm}$ 波长处的减反射薄膜, 测试结果表明: 1) 薄膜和棱镜的附着性强, 结合牢固; 2) 在设计波长处平均剩余反射率小于 0.5% .

参考文献

- [1] WANG Han-yan, YANG Ting-wu, AN Yu-ying. The usage of polarity character of under water laser beam in target image detection[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2003, **32**(1): 9-13.
王海宴, 杨廷梧, 安毓英. 激光水下偏振特性用于目标图象识别[J]. *光子学报*, 2003, **32**(1): 9-13.
- [2] ZHAO Pei, WU Fu-quan, HAO Dian-zhong, et al. The development of the Glan-Taylor prism AR film [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(5): 671-674.
赵培, 吴福全, 郝殿中, 等. Glan-Taylor 棱镜端面增透膜的研制[J]. *光子学报*, 2006, **35**(5): 671-674.
- [3] HUANG Guang-wei, TIAN Wei-jian, JIANG Ping. New design of super wide bandwidth antireflection film[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2007, **36**(9): 1694-1696.
黄光伟, 田维坚, 江萍. 超宽带增透膜新的设计方法[J]. *光子学报*, 2007, **36**(9): 1694-1696.
- [4] TANG Jin-fa, GU Pei-fu, LIU Xu, et al. Modern optical thin film technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 2006.

- 唐晋发,顾培夫,刘旭,等.现代光学薄膜技术[M].杭州:浙江大学出版社,2006.
- [5] LI Jing-zheng, CHEN Yuan, WANG Nuo, *et al.* Optic handbook [M]. Xi'an: Shaanxi Science & Technology Publishing House, 1986:1330-1338.
李景镇,陈沅,王诺,等.光学手册[M].西安:陕西科学技术出版社,1986:1330-1338.
- [6] TAN Tian-ya, HNAG Jian-bing, ZHAN Mei-qiong, *et al.* Design and error analysis of 1 064 nm, 532 nm frequency doubled antireflection coating for LBO[J]. *Chinese J Lasers*, 2006, **33**(2):242-247.
谭天亚,黄建兵,占美琼,等. LBO 晶体上 1 064 nm, 532 nm 二倍频增透膜的设计及误差分析[J]. 中国激光, 2006, **33**(2): 242-247.
- [7] LEE C C, CHEN H C, JAING C C. Investigation of thermal annealing on the optical properties and residual stress of ion-beam assisted TiO₂ thin films with different substrate temperature[J]. *Appl Opt*, 2006, **45**(13):3091-3096.
- [8] LEE C C, CHEN H C, JAING C C. Effect of thermal annealing on the optical properties and residual stress of TiO₂ films produced by ion-beam assisted deposition[J]. *Appl Opt*, 2005, **44**(15):2996-3000.
- [9] LI Cun-xia, WANG Zhan-shan, WANG Feng-li, *et al.* Design, fabrication and measurement of high reflection multilayer for the wavelength range 50~110 nm[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2007, **36**(10):1862-1866.
李存霞,王占山,王凤丽,等. 50~110 nm 波段高反射率多层膜的设计与制备[J]. 光子学报, 2007, **36**(10):1862-1866.

Development of Antireflection Thin Films Based on Glan-Taylor Prism in Visible Spectrum and 1 064 nm

HAO Dian-zhong, SU Fu-fang, SONG Lian-ke, WU Fu-quan, LI Guo-hua
(*Institute of Laser Research, Qufu Normal University, Qufu, Shandong 273165, China*)

Received date: 2007-11-07

Abstract: In order to improve increase the transmissivity of the Glan-Taylor prism, antireflection films for the visible spectrum and 1 064 nm were designed and evaporated on the Glan-Taylor prism. Al₂O₃ and ZrO₂ were selected as the transition layer and the buffer layer to improve the adhesion between the coating and the Iceland crystal. The simplex refinement method was used to optimize coatings. A multilayer antireflection coating was deposited using electron beam evaporation and ion assisted deposition. While coating thickness and deposition rate were monitored and demonstrated by quartz crystal oscillation. The testing results indicate that; the value of the average residual reflection is below 0.5% in visible spectrum and 1 064 nm, and the adhesive power between the coating and the Iceland crystal is good.

Key words: Optical film; Glan-Taylor prism; Antireflection coatings; Electron beam evaporation by ion assisted deposition



HAO Dian-zhong was born in 1963. He graduated from Shandong University of Industry and obtained the B. E. degree in 1990. Now he is working at Laser Research Institute of Qufu Normal University, and his research interests focus on polarized light technology, thin film optical technology and testing technology of photon electricity.