

• 光学设计 •

紫外激光双波段高反射镜的研制

陈恒¹, 熊仕富¹, 韩建², 孙鸿伟²

(1. 长春理工大学光电工程学院, 吉林 长春 130022; 2. 长春理工大学空间光电技术研究所, 吉林 长春 120022)

摘要: 通过非线性光学频率变换的方式, 1 064 nm YAG 激光可获得 355 nm、266 nm 波长的激光。在此系统中工作的反射镜必须同时满足两个波段的高反射。根据薄膜设计理论选择合适的镀膜材料, 采用电子束离子辅助沉积工艺, 经过参数优化和反复试验, 在石英基片上制备了 355 nm 反射率为 97.9%, 266 nm 反射率为 96.8% 的双波段反射镜, 且在紫外波段 355 nm 的激光损伤阈值为 1.76 J/cm², 266 nm 为 1.12 J/cm²。测试结果表明, 此反射镜的各项性能满足使用要求。

关键词: 紫外高反射镜; 激光损伤阈值(LIDT); 离子辅助沉积(IAD); 薄膜

中图分类号: O484

文献标识码: A

文章编号: 1673-1255(2014)-03-0001-04

Research on Dual-band Laser High Reflection Mirror in Ultraviolet Band

CHEN Heng¹, XIONG Shi-fu¹, HAN Jian², SUN Hong-wei²

(1. Changchun University of Science and Technology, School of Electro-optical Engineering, Changchun 130022, China; 2. Changchun University of Science and Technology, Institute of Space Electro-optical Technology, Changchun 130022, China)

Abstract: The laser in the band of 355 nm and 266 nm can be produced by 1 064 nm YAG laser through non-linear optical frequency conversion mode. High reflection from double bands must be met by the mirror operating in the system. According to film design theory, the appropriate coating material is chosen. Based on electron beam ion assisted deposition (IAD) technology, through optimizing parameters and repeating tests, the double band mirror is manufactured on quartz substrate, the reflectivity is 97.9% at 355 nm and 96.8% at 266 nm, the laser induce damage threshold (LIDT) is 1.76 J/cm² at 355 nm and 1.12 J/cm² at 266 nm ultraviolet band. Test results show that all the characteristics of the mirror accord with operation requirements.

Key words: high ultraviolet reflection mirror; laser induce damage threshold (LIDT); ion assisted deposition (IAD); thin film

紫外激光器具有光束质量好、波长短、单光子能量高、分辨率高、稳定性好及体积紧凑等诸多优点, 非常适合于科研、工业、OEM 系统集成开发。科研方面, 紫外激光器可以用于原子/分析光谱、化学动力学等方面的研究。工业方面, 基于紫外激光器生产的磁盘的数据存储盘空间比蓝光激光器高出 20 倍, 在半导体、聚合物、陶瓷及铜质合金等材料的加工方面具有明显的优势和广阔应用前景^[1]。近几年来, 国内外对紫外激光器进行了大量的研究, 高能紫外激光器已经成为研究的热点^[2-3]。而阻碍紫

外激光器向高能发展的技术难题之一正是薄膜技术。355 nm 和 266 nm 的紫外激光是由(YAG)1 064 nm 倍频获得。

1 材料选择

光学薄膜材料的选择, 主要从其透明度、折射率、机械牢固度、化学稳定性、吸收和散射性等方面考虑。紫外波段可用的材料非常少, 考虑到波长范围及镀膜材料的特性, 常用的高折射率材料为

HfO₂, 低折射率材料有 Al₂O₃、LaF₃、NdF₃、MgF₂、UV-SiO₂^[4-7]。

HfO₂薄膜具有良好的透光性、低的消光系数和高的折射率,其物理、化学性能稳定,耐腐蚀性强,有较高的激光损伤阈值。因此,在紫外激光薄膜设计与制备中,常采用HfO₂与低折射率材料组合进行薄膜的研制;UV-SiO₂薄层具有牢固的机械稳定性和良好的化学稳定性,无吸湿性;MgF₂透明区为0.11~10 μm,折射率低,在紫外波段吸收小。根据对材料的分析,选择HfO₂、UV-SiO₂和MgF₂作为薄膜材料。

2 工艺参数的确定

薄膜制备过程中,主要工艺参数如基片温度、蒸发速率、真空度、老化处理等之间相互作用、彼此制约,共同决定薄膜的性能。通过实验发现,蒸发速率和离子辅助沉积对HfO₂膜层影响较大。因此,着重对这两种工艺进行研究。

2.1 HfO₂工艺参数的研究

2.1.1 蒸发速率的研究

实验发现沉积速率对HfO₂成膜影响较为明显,分别采用不同蒸发速率制备厚度均为150 nm的HfO₂薄膜,测得其光谱透过率曲线如图1所示,将测试片在水中浸泡24 h后,测得水浸泡前后光谱曲线漂移量如表1所示。

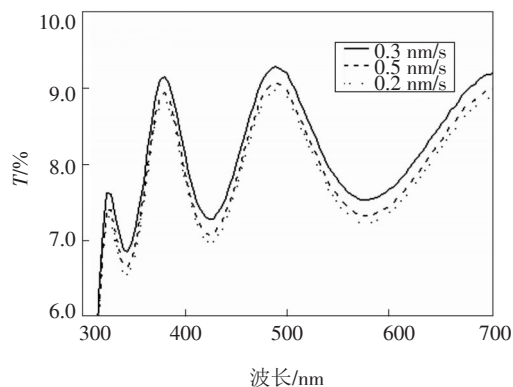


图1 不同沉积速率光谱曲线

由图1可以看出,当蒸发速率为0.5 nm/s时,光谱透过率曲线整体偏低,材料吸收相对较大,分析

是由于蒸发速率大,沉积过程中HfO₂材料失氧,有少量金属钪离子存在,造成光谱吸收大;当蒸发速率为0.2 nm/s时,光谱透过率最高,材料吸收较小,然而光谱漂移量大,膜层致密性差,原因是沉积速率较小,沉积粒子入射能量低,粒子在薄膜表面“迁移率”小造成膜层松散。当蒸发速率为0.3 nm/s时,材料吸收和光谱漂移量都较小。

表1 制备工艺参数

样品	真空度	电子束流	气体	离子源辅助沉积
A	4.0×10 ⁻³ Pa	150~160 mA	氧气	之前
B	9.0×10 ⁻³ Pa	150~160 mA	氧气	之后

2.1.2 离子源辅助工艺

在石英基片上制备厚度为150 nm的单层HfO₂薄膜,采用离子辅助前后薄膜性能对比,具体工艺参数如表2所示。

表2 离子源工艺参数

屏极电压/V	加速极电压/V	阳极电压/V	中和电流/A	阴极电流/mA	离子束流/mA
420	290	55	20	15	60

将样品A、B分别用355 nm和266 nm激光器测试激光损伤阈值,得到测试结果如表3所示。

表3 激光损伤阈值测试

	LIDT J/cm ² (355 nm)	LIDT J/cm ² (266 nm)
A	1.660	1.121
B	1.301	0.986

从表3中可以看出,采用离子辅助前A样品比采用离子辅助后B样品损伤阈值高,采用离子辅助沉积工艺并没有提高薄膜的激光损伤阈值,经分析激光损伤阈值下降的原因主要是:离子源灯丝在高温作用下释放出少量钨原子、氧化钨分子等杂质,掺杂在离子束中对沉积薄膜造成一定污染。

2.2 UV-SiO₂与MgF₂工艺参数的研究

通过研究可知,离子辅助沉积通常可以改善膜层结构和提高牢固度,但是对于紫外波段会降低膜层的激光损伤阈值。在制备MgF₂和HfO₂多层膜系时,由于MgF₂材料张应力较大,膜层结构差,需要预熔充分并采用离子辅助改善成膜质量。因此,还需

要对离子辅助沉积工艺做进一步的研究,在确保薄膜机械性能的同时减小对激光损伤阈值的影响。为了提高实验效率,采用正交矩阵法对离子源工艺参数进项优化,正交矩阵具体参数如表4所示。

表4-1 正交矩阵实验数据

实验数	离子束 /mA	阴极电流 /mA	加速电压 /V	改变量 /nm	LIDT /J/cm ²
1	-	-	+	4	1.671
2	+	-	-	10	1.522
3	-	+	-	15	1.510
4	+	+	+	6	1.421

表4-2 正交矩阵的具体参数

	电子束/mA	阴极电流/mA	加速电压/V
-	20	15	240
+	30	20	280

从表4中可见,随着离子束流和加速电压的升高,光谱漂移量小,膜层致密性良好,然而激光损伤阈值呈下降趋势;阴极电流变化对致密性影响小却对激光损伤阈值影响较大,随着阴极电流的增加膜层的激光损伤阈值随之下降,因此可以适当降低阴极电流。

综合考虑以上因素,最后优化得到的工艺参数如表5所示。

表5-1 离子源工艺参数

屏极电压 /V	加速极电压 e/V	阳极电压 /V	中和电流 /A	阴极电流 /mA	离子束 /mA
420	220	55	20	12	45

表5-2 其他工艺参数

材料	沉积速率 / nm/s	基底温度 / (°C)	Vacuum / Pa
HfO ₂	0.3	200	1.0×10 ⁻²
UV-SiO ₂	0.7	200	1.0×10 ⁻²
MgF ₂	0.8	200	1.0×10 ⁻²

3 膜系设计

3.1 薄膜材料折射率的确定

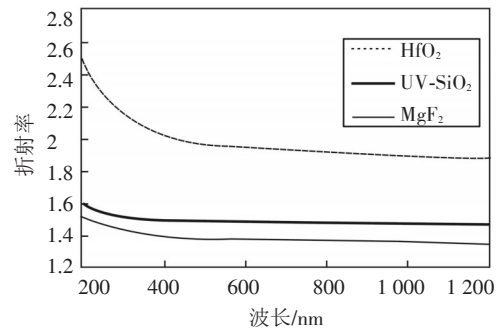
膜材的折射率和几何厚度影响着光学薄膜的光学性能。折射率是材料一个非常重要的参数。因为材料本身存在色散和吸收,即膜层折射率随波长而改变的情况。为了保证所得测试曲线和设计

曲线之间存在较小差异,需在膜系设计前确定材料的折射率。

在基片上分别镀制一定厚度的HfO₂、UV-SiO₂和MgF₂,测出其光谱曲线,利用Cauchy公式,可以得出材料折射率如下

$$n_{(\lambda)} = A_n + \frac{B_n}{\lambda^2} \quad (1)$$

式(1)是进行拟合得到材料折射率。其中,A_n和B_n代表拟合参数。材料的折射率色散分布曲线如图2所示。

图2 HfO₂、UV-SiO₂及MgF₂膜料折射率色散曲线

3.2 激光反射镜的设计

355 nm及266 nm高反膜系设计采用一个反射膜堆设计时反射带宽 $\Delta\lambda=70$ nm,而355 nm与266 nm间隔为89 nm,需采用两个反射膜堆。实验证明,MgF₂在紫外波段吸收比UV-SiO₂较小,但是呈现张应力较大、膜层偏软的特点。将最外两层低折射率材料换为UV-SiO₂,有利于提高膜层抗划伤性能。最终膜系为:Subl(HL2)¹¹0.77(HL2)¹⁰0.77(HL1)²1A,理论设计光谱反射率曲线如图3所示。其中,L₂代表MgF₂。图3中355 nm反射率为99.85%,266 nm反射率为99.83%。

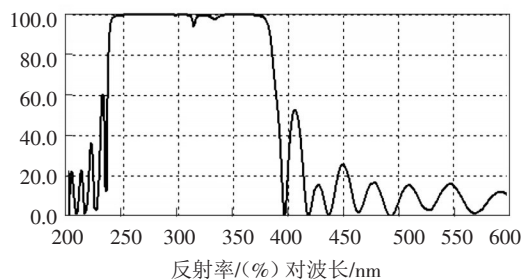


图3 理论设计光谱反射率曲线

由图3中1 064 nm反射率为99.99%,532 nm反射率为99.95%,355 nm反射率为99.86%,266 nm反

射率为99.84%,比单面设计的反射率在不同程度上略有提高。

4 制备工艺

薄膜制备过程是在TXX-700型真空镀膜机上完成的,该设备配有考夫曼离子源、两个e型电子枪、双探头的IC/5石英晶体膜厚控制仪和GM-X07型光学膜厚控制仪。

考虑到基片对激光损伤阈值的影响,镀膜前需对抛光后的基片用质量分数大于99.7%的无水乙醇和纯度大于99.5%的乙醚溶液进行3:1混合后进行擦拭处理,再用离子源进行清洗处理15 min,可有效去除二次污染,活化基地表面,同时可在基地表面形成伪扩散层,改善膜层和基片的结合力,提高薄膜的抗激光损伤能力^[8]。由于膜系设计时膜层厚度均是非规整的,故在镀膜过程中全部采用石英晶体振荡法进行膜厚控制。

5 测试结果与分析

5.1 光谱性能测试

图4为系统中反射镜实际摆放位置。利用UV-3150紫外可见近红外分光光度计测得光谱反射率曲线如图5所示。

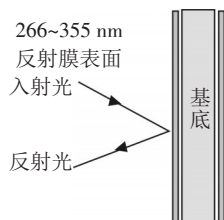


图4 反射镜摆放位置

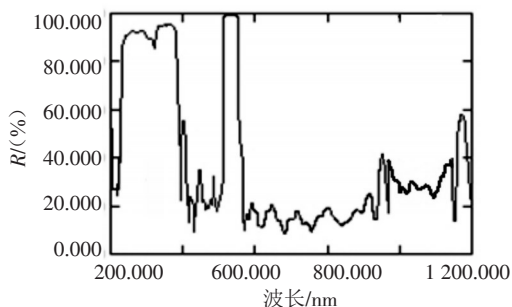


图5 反射率测试光谱曲线

图5中532 nm反射率为97.9%,266 nm反射

率为96.8%,光谱曲线位置相对于设计往短波漂移5 nm左右,均满足使用要求。但是波段反射率相对于设计的反射率均有所下降,特别是紫外波段,通过模拟分析造成反射率下降的原因主要有以下两点:(1)在沉积过程中,真空室内气体环境前后变化,引起膜层折射率发生变化,导致实际光谱曲线发生变化;(2)镀膜材料在紫外波段存在吸收。

5.2 激光损伤阈值测试

薄膜激光损伤阈值测试采用ISO1125421国际标准,运用1-on-1方式。激光损伤测试装置的激光源是分别选用Nd:YAG三倍频和四倍频激光器(激光波长分别为355 nm和266 nm,脉宽10 ns,频率为10 Hz,模式为TEM00)。测得激光损伤概率结果如图6所示。利用最小二乘法做直线拟合,可得到零激光损伤概率的激光损伤阈值。

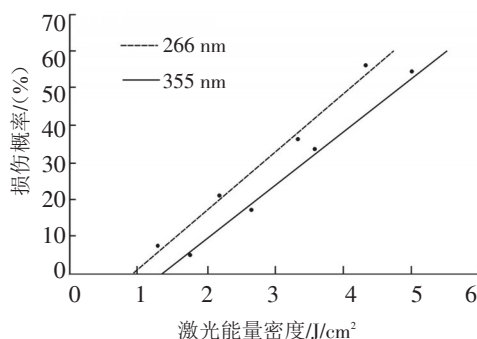


图6 355 nm/266 nm 激光损伤概率

从图6中可以看出,355 nm处激光损伤阈值为1.76 J/cm²,266 nm处激光损伤阈值为1.12 J/cm²,且激光损伤阈值随着波长减小而减低,是因为消光系数随波长减小而增大,从而导致膜层表面缺陷在短波作用下吸收更多能量转化成热能,膜层更容易遭到破坏^[9]。

5.3 附着力及耐环境测试

(1)附着力测试:用2 cm宽剥离强度不小于2.94 N/cm²的胶带纸粘牢胶带粘附在膜层表面,然后以垂直于表面的方向从边缘迅速拉起,重复实验20次,膜层无脱落现象。

(2)高低温试验:将样品放入低温箱,再将室温降至-40℃,保持2 h;将样品放入高温箱,将室温升

(下转第16页)

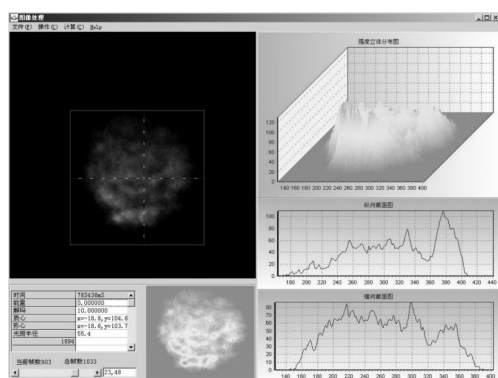


图5 图像处理软件数据处理显示

3 结束语

通过对远场激光光斑探测技术和图像三维显示技术研究,解决了在实际测量过程中漏散率高和经常丢失光斑的问题,也提高了激光光斑探测设备的测量精度。采用了二维和三维伪彩色图像处理方式更加形象地显示了光斑形状和能量分布情况。远场激光光斑探测和图像三维显示技术是在光斑图像采集方式控制、光斑图像三维伪彩色显示和一些参数解算上有所创新。

(上接第4页)

至 70 ℃,恒温 2 h,膜层没有明显变化。

(3)湿度测试:将样品放置在相对湿度为 95% 的常温环境下 24 h,光谱曲线没有明显变化。

6 结论

在石英基底上研制双波段激光高反射膜,采用膜堆展宽以减少膜层厚度,解决了因单面镀膜膜层过厚引起控制精度下降和易脱膜问题;在薄膜制备过程中,采用石英晶体控制法相结合,提高控制精度;采用离子辅助沉积并反复优化工艺参数,提高了膜层机械性能的同时又降低对膜层激光损伤阈值影响。通过各项测试表明,所制备的膜层在两个波段均满足使用要求。如何进一步提高紫外波段反射率和膜层的激光损伤阈值是今后研究的方向。

参考文献

[1] 陆婷婷,李小莉,臧华国,等.La₃Ga₅Si₃O₁₄晶体电光调Q高重复频率瓦级紫外激光器[J].中国激光,2011,38

参考文献

- [1] 张少迪,孙宏海.远距离激光光斑位置高精度测量方法[J].中国激光,2012,39(7):031-039.
- [2] 夏爱利,马彩文.基于图像处理技术的光斑质心高精度测量[J].光电子·激光,2011,22(10):1542-1545.
- [3] 孙仲康.数字图像处理及应用[M].北京:机械工业出版社,1999:21-35.
- [4] 方海涛,黄德双.激光光斑能量分布的三维伪彩色可视化方法[J].光电工程,2004,31(10):61-64.
- [5] 杨志文.光学测量[M].北京:北京理工大学出版社,1995:354-358.
- [6] 彭德权,周成平,丁明跃.海空背景长波红外大气透过率的仿真计算方法[J].红外与激光工程,2001,30(2):1122-117.
- [7] Castleman K R.数字图像处理[M].北京:清华大学出版社,1998:200-229.
- [8] 富荣国,常本康,刘淑荣.1.06 μm激光光斑中心的计算机分析[J].光电子技术与信息,2004,17(2):26-29.
- [9] 张秀华,杨坤涛.一种新的激光光斑参数快速计算方法[J].光学技术,2007,32(3):441-443.
- [10] 冯池,孟浩.双光斑中心识别算法比较[J].应用科技,2009,36(8):21-25.
- (4):04020051-04020055.
- [2] Ya X, Liu Q, Gong M, et al. High-repetition-rate high-beam-quality 43 W ultraviolet laser with extra-cavity third harmonic generation [J]. Appl. Phys. B, 2009, 95(2): 323-328.
- [3] Li B, Yao J, Ding X, et al. High efficiency generation of 355 nm radiation by extra-cavity frequency conversion [J]. Opt. Commun., 2010, 283(18): 3497-3499.
- [4] 薛春荣,易葵,齐红基,等.深紫外/紫外薄膜材料的光学材料[J].中国激光,2009,36(8):2135-2139.
- [5] 王正风,付秀华,张静,等.日盲紫外告警系统成像滤光片的研制[J].中国激光,2011,38(12):1207002-1-1207002-4.
- [6] 王营,赵元安,贺洪波,等.HfO₂薄膜的光致发光谱与激发谱[J].中国激光,2010,37(4):1104-1107.
- [7] 张大伟,吕玮阁,邵建达,等.氧离子束辅助沉积氧化铪薄膜光学属性的研究[J].激光杂志,2007,28(3):31-32.
- [8] 潘永刚,刘冬梅,张静,等.空间光通信系统三波段滤光膜的研究[J].激光与光电子学进展,2012,49:1-6.
- [9] 周明,赵元安,李大伟,等.1064 nm和532 nm激光共同辐照的损伤[J].中国激光,2009,36(11):3050-3054.