

# 基板材料对光学薄膜近红外激光 损伤阈值的影响

吴周令 范正修 高 扬\* 王之江

(中国科学院上海光机所, 上海)

(\*上海应用机械研究所, 上海)

**摘要:** 以电子束及电阻热蒸发镀制的 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{MgF}_2$ 、 $\text{ZnS}$ 等单层膜及 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ 多层膜为例, 实验研究了熔石英( $\text{SiO}_2$ )、蓝宝石( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )以及氟化钙( $\text{CaF}_2$ )等不同基板材料对光学薄膜近红外激光损伤阈值的影响, 结果发现, 对单层膜及增透膜, 基板材料对损伤阈值有较为显著的影响, 其一般规律是阈值随基板热导率的提高而提高, 而对高反膜, 基板材料则无甚影响。文章结合体/面吸收研究以及损伤瞬态行为分析, 用局部吸收导致热破坏这一机理, 较好地解释了上述现象。

## Damage threshold dependence of optical coatings on substrate materials

Wu Zhouling, Fan Zhengxiu, Gao Yang\*, Wang Zhijiang

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

(\*Shanghai Institute of Applied Mechanics)

**Abstract:** Damage threshold dependence on substrate materials was investigated of  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgF}_2$ ,  $\text{ZnS}$  single and  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  multilayers. The results show that the damage threshold increases with increasing substrate thermal conductivity for single layers and AR coatings and remains the same for HR coatings. With the help of localized absorption measurement and in-situ damage process analysis, these phenomena were well correlated with local-absorption-initiated thermal damage mechanism.

### 一、引 言

光学薄膜是激光系统中最易损伤的薄弱环节。在激光核聚变及激光防卫武器等强激光技术研究过程中, 薄膜损伤常常是限制激光器件规模和能量输出水平的一个主要因素。因此,

研究薄膜强激光损伤, 不断提高其抗激光强度, 对研制与发展战略防御武器, 改进强激光系统并扩展其在科研及生产中的应用, 具有非常重要的意义。

薄膜激光损伤是薄膜与激光相互作用的结果, 涉及薄膜与激光两个方面。薄膜方面的因素, 大体上可分为膜层因素与基板因素两大类, 它们对薄膜的光学特性都有着重要的影响。多年来, 为降低薄膜的光学损耗, 提高其损伤阈值, 人们在基板材料选择及基板制备技术上做了许多努力, 包括发展新的抛光工艺<sup>[1~5]</sup>、改进清洗技术<sup>[6~8]</sup>、镀前真空中烘烤基板<sup>[9,10]</sup>以及对基板进行激光辐照处理<sup>[11~14]</sup>等, 这些努力虽然在许多场合都显著改善了薄膜的光学质量, 但迄今为止, 人们尚未彻底认清基板特性与膜层损伤阈值之间的对应规律及其背后的机理。

本文以电子束及电阻热蒸发镀制的TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、SiO<sub>2</sub>、MgF<sub>2</sub>、ZnS等单层膜及TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>多层膜为例, 实验研究了熔石英(SiO<sub>2</sub>)、蓝宝石(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)以及氟化钙(CaF<sub>2</sub>)等不同基板材料对光学薄膜近红外激光损伤阈值的影响, 并结合体/面吸收研究以及损伤瞬态行为分析, 用局部吸收导致的热破坏机理较好地解释了有关现象。

## 二、实验方法

实验样品镀制在不同材料的基板上, 这些基板在镀膜前均采用统一的常规抛光工艺及清洗技术来进行抛光和清洗。样品膜系结构及镀制工艺如表1所示。表中所有膜料相同的样品都是在同一罩中镀制的, 以便排除基板材料以外的其它因素对膜层损伤阈值的影响。

阈值测试在我们自己建立的实验装置<sup>[15]</sup>上进行。激光系统由Nd:YAG振荡器和两级Nd:YAG放大器组成。振荡器采用LiF晶体调Q, 小孔光栏选模, 输出波长1.06μm, 脉宽(FWHM)10ns, 工作于单模状态。入射激光束由一消象差非球面透镜( $f \approx 80\text{mm}$ )会聚于样品表面, 光斑直径( $I_0/e^2$ )为44μm。损伤实验采用1-on-1方式, 即在样品表面同一位置只照射一次激光, 而不管这一点发生破坏与否。薄膜损伤阈值定义为对应零损伤几率的初始损伤阈值<sup>[16]</sup>。与传统的对应50%损伤几率的阈值定义相比, 这一定义可排除光斑效应<sup>[17]</sup>的影响, 具有明显的优越性。薄膜损伤定义为薄膜经激光辐照后发生了可观测的不可逆物理变化。本文中用连续调制光偏转技术观测损伤<sup>[15,18]</sup>, 损伤的含义是薄膜的调制光偏转信号发生了不可逆的转变。

吸收测量采用重复频率脉冲光热偏转技术<sup>[19,20]</sup>, 其实验装置与损伤系统耦合在一

表1 实验样品及其制备工艺 ( $\lambda_0 = 1.06\mu\text{m}$ )

膜层材料	膜系结构	基板材料	膜层沉积工艺
MgF <sub>2</sub> ZnS	单层膜 $n_d = \lambda_0/2$	熔石英(SiO <sub>2</sub> )	电阻热蒸发 $P = (2\sim3) \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}$
TiO <sub>2</sub> ZrO <sub>2</sub> SiO <sub>2</sub>		蓝宝石(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	电子束热蒸发 $T_s = 250 \text{ } ^\circ\text{C}$ $T_A = 200 \text{ } ^\circ\text{C}$
SiO <sub>2</sub> /TiO <sub>2</sub> TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	A(LH)G A(LH) <sup>10</sup> HG	氟化钙(CaF <sub>2</sub> )	

起<sup>[16]</sup>，可进行实时分析。

膜层体内吸收与界面吸收通过改变单层膜的膜层厚度或多层膜的膜系结构来实现，具体实验方法文献[21]、[22]已做详细介绍，这里不再重复。

损伤瞬态行为利用时间分辨脉冲光偏转技术来进行研究。通过分析临界破坏时脉冲光偏转信号峰值在时间轴上的位置，可精确测定损伤发生的地点——是在膜层表面，在膜层内部，还是在膜与基板的界面<sup>[16]</sup>。

### 三、实验结果

样品吸收及损伤阈值测试结果如表2及图1所示。

表2 样品吸收及损伤阈值测试结果 ( $\lambda_0 = 1.06\mu\text{m}$ )

膜层材料	吸收率 $A(10^{-4})$			阈值 $F_{th}(J\text{cm}^{-2})$		
	基板材料: $\text{SiO}_2$	$\text{CaF}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{CaF}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$
$\text{MgF}_2$	5.0	5.1	4.9	$12.8 \pm 2.1$	$16.8 \pm 2.3$	$24.8 \pm 1.9$
$\text{ZnS}$	15.7	14.9	16.2	$4.8 \pm 0.9$	—	$12.3 \pm 1.2$
$\text{TiO}_2$	12.5	12.6	13.1	$7.8 \pm 1.2$	$10.5 \pm 2.0$	$16.2 \pm 1.8$
$\text{ZrO}_2$	7.2	7.6	7.4	$11.3 \pm 2.3$	$16.3 \pm 1.9$	$20.3 \pm 2.1$
$\text{SiO}_2$	2.3	2.0	2.5	$18.8 \pm 1.0$	$19.8 \pm 1.3$	$27.5 \pm 2.0$
AR: $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$	11.3	12.1	11.6	$4.3 \pm 1.8$	$8.2 \pm 2.5$	$15.3 \pm 2.7$
HR: $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$	6.8	7.2	6.3	$8.8 \pm 2.1$	$8.6 \pm 2.7$	$8.4 \pm 2.6$

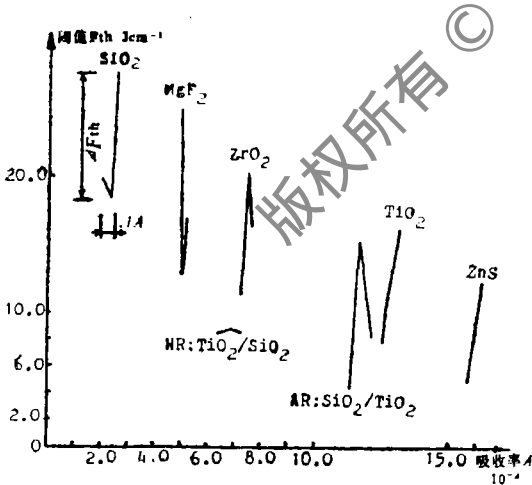


图1 表2中实验结果的图示：阈值对吸收的依赖关系

由表2及图1可以看出，在相同工艺条件下镀制在不同基底上的同一种薄膜样品，其吸收基本相同而阈值相差很大，表明影响膜层损伤阈值的主要因素在这里不是膜层的总吸收。

进一步考察表2的阈值测试结果，并把它们与基板热导率的对应关系绘于图2。由图2不难看出，除21层 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜外，所有样品的损伤阈值都随基板热导率的提高而提高，表明基板热导率在单层膜及增透膜损伤过程中起重要作用。

### 四、实验结果分析

薄膜的热导率通常较相应块状材料要低几个量级。在脉宽为10ns的脉冲激光作用下，膜层内的热扩散长度通常只有几埃至几十埃量级<sup>[23]</sup>。这样，如果膜层-基板界面处存在较大的局部吸收，其热量将主要向基板方向扩散，如图3所示。

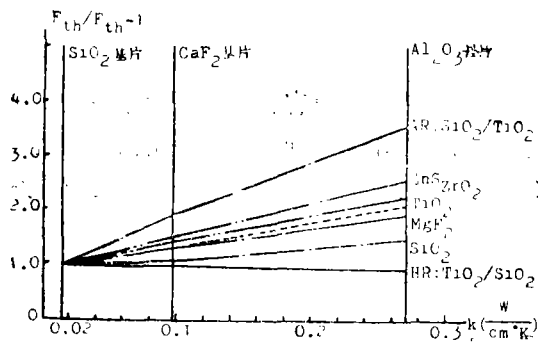


图2 膜层损伤阈值与基板热导率的对应关系  
 $K$ —基板热导率  $F_{th}/F_{th-1}$ —膜层损伤阈值  
 以对石英玻璃为基板的膜层归一化结果

对 $TiO_2$ 及 $SiO_2$ 单层膜,薄膜-基底界面吸收远大于空气-薄膜界面吸收以及薄膜体内吸收,是吸收损耗的主要来源<sup>[21]</sup>。考虑到膜层界面层很薄,有关样品与激光相互作用时,其界面处能量淀积密度是远高于膜层内部其它区域的。

2. 损伤瞬态行为分析表明,对单层膜与增透膜,其初始损伤多发生在膜-基板界面处,而对高反膜,损伤一般则发生在空气-膜界面处<sup>[14]</sup>。这一结果与本文对基板热导率的研究结果是一致的。

图4列出了二种典型的薄膜样品临界破坏时的时间分辨脉冲光偏转信号。

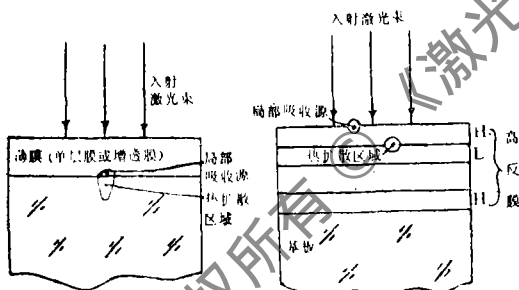


图3 膜层界面热扩散示意图:对单层膜与增透膜,膜-基板界面光场较强,界面吸收较大,因而基板特性对热扩散的影响较大;对高反膜,局部强吸收源通常存在于膜-空气界面或最外层H-L界面,而在膜-基板界面光场则基本为零,因此基板特性对热扩散基本没有影响

3. 保护膜能显著提高高反膜的激光损伤阈值,<sup>[24]</sup>但对增透膜,这种保护膜的效果相对差得多。说明保护膜对高反膜损伤阈值的提高主要是由于在薄膜-空气界面处的局部热保护(保护膜热导率远大于空气热导率),这种局部热保护机理与本文中基板热导率效应是一致的。

因此,如果局部吸收导致的热破坏是薄膜近红外激光损伤的主要机制,则基板热导率对膜层损伤阈值的影响就不难理解了。

为进一步确证局部吸收导致的热破坏机理,我们还进行了体/面吸收研究、损伤瞬态行为分析及高反膜、保护膜效应研究,结果可概括如下:

1. 对 $ZrO_2$ 、 $MgF_2$ 、 $ZnS$ 单层膜,薄膜-基板界面吸收、空气-薄膜界面吸收以及薄膜体内吸收三者处于同一量级,而

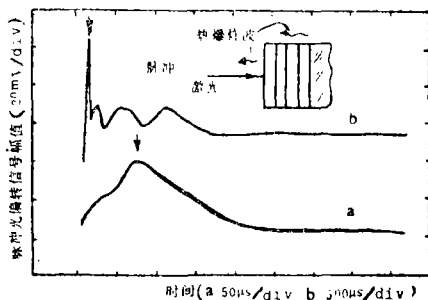


图4 薄膜样品临界破坏时的时间分辨脉冲光偏转信号

a—熔石英衬底上镀制的 $TiO_2$ 单层膜  
 b—熔石英衬底上镀制的 $TiO_2/SiO_2$ 高反膜

图中箭头所指峰值在时间轴上的位置对应临界面破坏时的热爆炸损伤在膜层内发生的位置<sup>[16]</sup>

## 五、结 论

基板材料对单层介质膜及双层增透膜的近红外激光损伤阈值有较为显著的影响。其一般规律是阈值随基板热导率的提高而提高。这一实验结果与作者前期工作——基板预处理工艺〔14〕及保护膜〔24〕对光学薄膜损伤行为的影响一起,较为有力地支持了“局部吸收导致热破坏”这一损伤机理。

作者感谢孙暘、苏星、史琰等同志的有益帮助和讨论。

## 参 考 文 献

- 〔1〕、〔2〕、〔8〕、〔16〕 NBS Spec. Publ., 1984, Vol. 669, P. 130; P. 138; P. 292; P. 386.
- 〔3〕、〔4〕、〔9〕 NBS Spec. Publ., 1988, Vol. 752, P. 259; P. 271; Vol. 746, P. 429.
- 〔5〕 A. F. Stewart, et al., Laser Induced Damage in Optical Materials, 1988, NIST Spec. Publ., to be Published.
- 〔6〕 NBS Spec. Publ., 1975, Vol. 435, P. 14.
- 〔7〕 Opt. Acta., 1981, Vol. 28, P. 1401.
- 〔10〕 《中国激光》, 1989年, 第16卷, 第8期, 第470页。
- 〔11〕 IEEE J. Q. E., 1981, Vol. QE-17, P. 1888.
- 〔12〕 Appl. Opt., 1982, Vol. 21, P. 3249.
- 〔13〕 Thin Solid Films, 1988, Vol. 162, P. 127.
- 〔14〕 吴周令 范正修 高扬 王之江, 《红外研究》, 1990年, 待发表。
- 〔15〕 吴周令 范正修 苏星 王之江, 《光学学报》, 1990年, 待发表。
- 〔17〕 《激光与红外》, 1989年, 第19卷, 第3期, 第23页。
- 〔18〕 Appl. Phys., A, 1983, Vol. 32, P. 141.
- 〔19〕 Appl. Phys., A, 1985, Vol. 38, P. 19.
- 〔20〕 J. A. P., 1986, Vol. 59, No. 2, P. 348.
- 〔21〕 《光学学报》, 1989年, 第9卷, 第8期, 第741页。
- 〔22〕 《光学学报》, 1989年, 第9卷, 第7期, 第630页。
- 〔23〕 A. H. Guentter, Private Communication.
- 〔24〕 Z. L. Wu, Z. X. Fan, Z. J. Wang, Laser Induced Damage in Optical Materials, 1988, NIST Spec. Publ., to be Published.

\*

\*

\*

作者简介: 吴周令, 男, 1964年11月2日出生。博士。现从事薄膜光学激光与材料相互作用、光声/光热光谱学以及光学信息处理等方面的研究工作。

收稿日期: 1989年11月6日。