

文章编号: 1001-4322(2004)01-0023-04

# 激光预处理对光学元件膜层性能的影响\*

黄祖鑫, 蒋晓东, 任 寰, 钟 伟, 叶 琳, 李 珂, 吕海兵

(中国工程物理研究院 激光聚变研究中心,四川 绵阳 621900)

**摘 要:** 激光预处理是使膜层提高损伤阈值的一种有效手段.现在流行的激光预处理机理模型之一是缺陷消除模型.实验从对元件膜层激光预处理前后各项参数的对比出发,分析了激光预处理对膜层的影响,说明了光学元件膜层激光预处理的过程,是对膜层去除缺陷、固化、洁净的过程.

**关键词:** 光学膜层; 激光预处理; 机理; 预处理过程

**中图分类号:** TN246 **文献标识码:** A

在高功率激光装置<sup>[1]</sup>的建立中,光学元件的损伤阈值限制是一个主要瓶颈,在目前的技术水平和经费状况下,通过改进光学元件加工工艺和增加光学元件口径来提高激光系统负载能力的方法已逐渐显得困难.对部分光学元件,激光预处理是一种有效的提高激光损伤阈值的方法.国外有关研究证明,经过激光预处理的光学元件其损伤阈值最高可提高到二至三倍<sup>[1]</sup>,国内目前已对此进行一些研究.在光学元件镀膜工艺的限制下,研究激光预处理对光学元件膜层的影响,并以此为依据探索激光预处理工艺,使激光预处理方法提高损伤阈值的效果达到最佳,这对建立工程化的激光预处理装置有重大的意义.

## 1 激光预处理原理

激光预处理过程是用强度逐渐增加的激光对待处理光学元件进行多次辐照,以提高其抗激光损伤阈值.要达到好的效果,必须精密控制激光辐照的初始能量、能量增幅和时间间隔,而且需要很多次照射(最多可达几百次),这使预处理较大口径的光学元件成为很耗时的工作.

光学薄膜激光预处理提高抗激光损伤阈值的机理还不十分清楚.经过多年的研究,国外提出了几种理论模型,分别是电子缺陷模型、缺陷消除模型、激光加热退火模型、表面微观结构变化模型等.目前国际流行的激光预处理机理之一是缺陷清除模型<sup>[2]</sup>.光学元件表面在镀物理膜或化学膜过程中,不可避免地会因为环境洁净度、元件表面洁净度和镀膜介质含有的杂质,带来一定数量的包容物等宏观的缺陷,这些缺陷以一定形式、一定的几率密度分布在光学元件膜层表面;此外,在  $\text{HfO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  薄膜的交界面处,存在的缺陷比薄膜内还多,主要是微观的缺陷,分别有空位(氧空位、硅空位、钽空位)、填隙原子(氧、钽、硅、杂质)、针孔、裂缝、空洞等.缺陷是相同类型光学膜层损伤差别的主要因素,减少和消除缺陷就可提高元件的损伤阈值.

对于宏观的缺陷,如薄膜包容物等,其熔点远远低于膜层材料,预处理过程可使缺陷逐渐消失或形成稳定、轻微的损伤,避免被激光辐照后瞬间加热爆发而使膜层发生大面积损坏.对于微观的缺陷,由于温度升高,使原子或分子的热振动和热扩散运动加剧,从而使  $\text{HfO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  薄膜交界面处的缺陷减少或消失,减少局域能级,使带隙宽度变宽,减少对激光的吸收,从而提高了薄膜抗激光损伤能力.

## 2 激光预处理装置

实验装置如图 1 所示.实验中使用 Nd:YAG 单横单纵模调 Q 激光器,输出激光为 1.064 $\mu\text{m}$  的近高斯光束,脉宽约 3ns,运行频率为 1Hz,输出单脉冲能量最大 1000mJ,光斑直径约 6mm.本系统采用 EPM2000

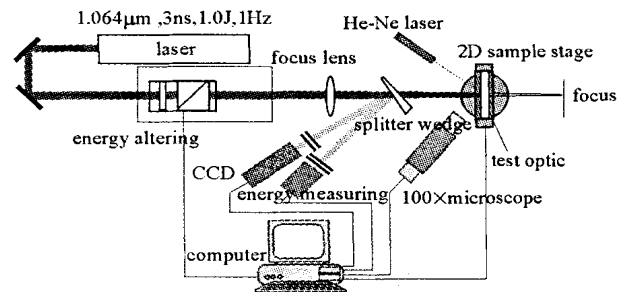


Fig. 1 Laser conditioning facility  
图 1 激光预处理装置示意图

\* 收稿日期:2003-05-12; 修订日期:2003-08-18

基金项目:国家自然科学基金重点项目资助课题(2013304);中国工程物理研究院基金资助课题(421020607)

作者简介:黄祖鑫(1976—),男,研究实习员,毕业于西北工业大学,从事光学元件膜层激光损伤阈值测试及预处理研究;绵阳 919-988 信箱。

型能量卡计 + J25 能量探头测量并记录激光脉冲能量,它具有实时测量并自动存储的能力;用快光电系统 (TDS644A 数字示波器 + 快光电管 (响应时间 250ps)) 测脉宽;用科学级 CCD 记录激光在靶面及近焦点光斑的空间分布,并测量测试光斑的有效面积。系统采用焦距为 1500mm 的透镜将激光聚焦,可以灵活地选择对元件预处理的光斑口径。待预处理元件放置于可精密程控、分辨率为 10 $\mu$ m 的二维移动平台上。

### 3 预处理过程

预处理过程中,元件采用扫描的方式进行处理,即元件在同一能量下,以足够慢的位移速度移动,使以固定 1 Hz 频率触发的激光束能相互重叠地辐照到元件表面上,激光束扫描示意图如图 2 所示。因为光斑的空间分布是近高斯分布,光斑中间的能量密度最高,离光斑中心越远,能量密度越低。在同一能量下,光斑相互重叠的辐照,则相对于膜层某一点,辐照于上的能量在逐渐升高,达到了对膜层的预处理要求。当第一遍扫描完成后,再提高一定能量进行第二遍扫描,以此类推。

由于测试样品的限制,实验中只分别测量了镀物理增透膜元件和镀 Sol-gel 单层增透化学膜元件,预处理前 1-1 测量方式的零几率损伤阈值和  $R_{1-1}$  平均损伤阈值,并在元件预处理后测量了元件 1-1 测量方式的零几率损伤阈值。预处理的初始能量密度选择元件 1-1 测量方式下零几率损伤阈值的 20%,对元件扫描第二遍的能量用 40% 的零几率损伤阈值能量,以后扫描能量逐渐升高为零几率损伤阈值能量的 60%, 80%, 100% 等。元件扫描的次数、能量递增的梯度以及最后一遍选择的能量,需要有大量的实验来确定,以达到最佳的预处理效果。实验中对于最后一遍能量的选择是依据元件表面激光辐照时偶有微弱等离子体火花发生而在 40 倍显微镜下观察不到明显损伤为限。为便于实验对比,损伤检验和预处理实验都在同一块元件上进行。

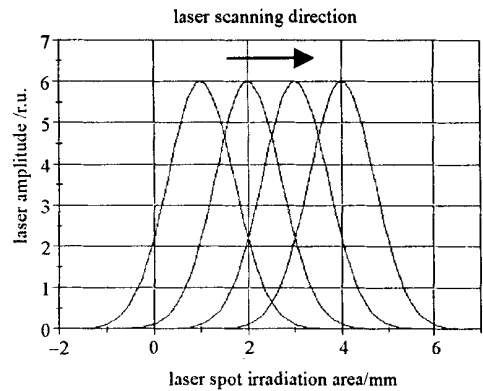


Fig. 2 Laser scanning delineation

图 2 激光束扫描示意图

### 4 预处理后元件阈值及表面变化

光学元件激光预处理的最终目的是提高其抗激光损伤的能力,但有一个前提,即不能影响元件的正常使用。研究元件预处理后表面参数的变化,对于优化激光预处理的参数设定,改善激光预处理效果有重要意义。

#### 4.1 元件阈值变化

对于镀物理增透膜的元件,其膜层都是  $\text{HfO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  的混合膜系,基片均是 K9 玻璃,但各自的镀膜工艺都有差异。实验结果如表 1 所示,本次测试的物理增透膜元件有一定的预处理效果,但不太理想。这是与预处理参数设置,以及镀膜材料本身的因素即膜系设计、镀膜工艺密切相关的。

表 1 元件预处理前后阈值变化表

Table 1 Variety of optical s damage threshold before and after laser conditioning

|             |     | I on I damage threshold                 | R on I damage threshold                 | damage threshold after conditioning     |
|-------------|-----|---|---|---|
|             |     | /( $\text{J}/\text{cm}^2, 3\text{ns}$ ) | /( $\text{J}/\text{cm}^2, 3\text{ns}$ ) | /( $\text{J}/\text{cm}^2, 3\text{ns}$ ) |
| physical AR | 1 # | 7.3                                     | 9.0                                     | 8.2                                     |
|             | 2 # | 5.4                                     | 8.6                                     | 7.7                                     |
|             | 3 # | 6.5                                     | 10.6                                    | 9.7                                     |
| chemical AR | 1 # | 31.4                                    | 57.1                                    | 50.0                                    |
|             | 2 # | 28.7                                    | 58.4                                    | 47.6                                    |
|             | 3 # | 29.5                                    | 50.4                                    | 43.8                                    |

对于镀化学增透膜的元件,所测试样品均为镀单层  $\text{SiO}_2$  的 Sol-gel 膜。从实验结果发现,对于该类元件有明显的预处理效果。究其原因,用氧化物悬浮胶体制备的多孔光学膜不仅有好的光学性能而且激光损伤阈值高,用二氧化硅胶体制备的  $1/4$  波长 AR 膜现在仍用在几个强激光系统<sup>[3-5]</sup>中就是一个很好的例子。这些膜通常是由有机溶剂中金属有机物来制备的,有机杂质因此被引进来。激光预处理时,由于这些有机杂质的熔点相对膜层来说较低,在激光照射下会快速蒸发,又因膜层足够薄,在蒸气挥发时对膜没有损坏作用。在杂质蒸发后,膜层得到加强,提高了膜层的抗激光损伤能力。

## 4.2 元件表面粗糙度变化

国标 GB3505-83 指出“光学元件表面粗糙度是指加工表面上具有较小间距和峰谷所组成的微观几何形状特性。一般由所采用的光学加工方法和(或)其它因素形成。”即在较小间距上元件加工处理和后处理过程中所产生的随机不平整度,其空间波长小于 0.12mm,对光学元件的工作性能有着重要的影响。元件膜层粗糙度的改变,不仅会造成激光的散射及能量吸收,影响到通过该元件的光束质量,还可能会对后续元件造成不可预见的破坏。

实验中采用了激光双焦干涉法对元件的粗糙度进行测试,表 2 中列出了物理膜样品和化学膜样品的粗糙度测试结果(测试数据均是 RMS 值)。可以看出,物理增透膜元件预处理后粗糙度稍微变大,而化学增透膜元件预处理后则降低了;两种膜层预处理前均发现有粗糙度较高的异常点,而预处理后并没有发现此类测试点,这也从一个方面验证了激光预处理过程是缺陷消除的过程。从测试结果看,光学元件表面粗糙度预处理前后的变化并不影响元件的使用粗糙度指标。

表 2 元件表面粗糙度变化

Table 2 Variety of optical s surface roughness

| testing spot | chemical AR films/ nm |                    | physical AR films/ nm |                    |
|--------------|-----------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|
|              | before conditioning   | after conditioning | before conditioning   | after conditioning |
| 1            | 5.700                 | 3.726              | 2.549                 | 2.091              |
| 2            | 8.517                 | 7.248              | 1.241                 | 2.912              |
| 3            | 24.303                | 6.613              | 1.582                 | 2.700              |
| 4            | 6.373                 | 5.080              | 7.181                 | 1.476              |
| 5            | 8.239                 | 6.511              | 1.581                 | 2.660              |
| 6            | 6.814                 | 6.339              | 1.517                 | 1.802              |

## 4.3 元件透过率变化

测量元件激光预处理后透过率的变化,也是对激光预处理效果评价的重要依据。在激光预处理过程中,高功率激光与薄膜发生相互作用,如薄膜表面烧蚀,热应力薄膜变形,薄膜气化变薄等都会引起元件透过率变化。当镀增透膜元件的透射率显著下降时认为损伤发生<sup>[6]</sup>。分别选用了物理膜元件和化学膜元件进行透过率变化测试。这两块样品只有约一半区域经过了预处理,而另一半未作丝毫处理。采用扫描的方式测试元件在某一条线上的透过率。为了区别预处理区域与未预处理区域,在其交界处故意有一损伤点,如图 3 和图 4 所示,该处透过率急剧下降。从测试结果看,元件预处理后,其透过率并没有发生显著的变化,有微弱的跳动也在测试设备误差范围内。可见,控制好元件激光预处理的参数,在提高元件膜层损伤阈值的基础上,是不会影响到元件透过率的。

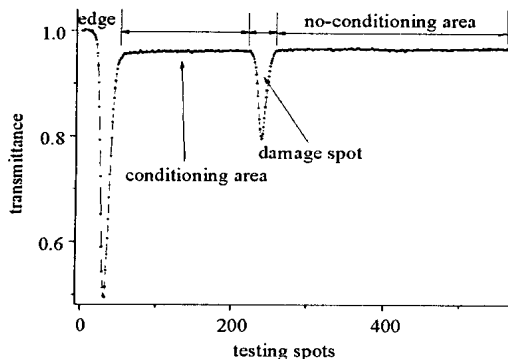


Fig. 3 Variety of chemical film's transmittance before and after laser conditioning

图 3 化学增透膜预处理前后透过率变化图

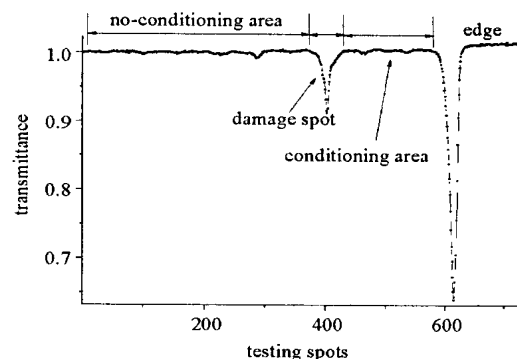


Fig. 4 Variety of physical film's transmittance before and after laser conditioning

图 4 物理增透膜预处理前后透过率变化图

## 4.4 膜层表面水蒸气凝结变化

实验中发现了有一个有趣的现象,即化学膜预处理区域与未预处理区域水蒸气凝结蒸发过程有较大的差异(见图 5 和图 6)。在物理膜上观察也同样有此差异,但不如化学膜明显。

膜层表面附着颗粒(膜层材料颗粒和各种杂质颗粒)的大小、颗粒的致密度和表面宏观的粗糙度发生变化后,会导致其表面水蒸气的凝结蒸发速度发生变化。在未预处理区域,膜层内部和表面含有各种杂质颗粒,宏

观看来颗粒分布较密集、均匀,疏水性较好,水蒸气凝结后,会比较均匀地附着在颗粒上,因此水蒸气凝结的水珠较小且分布很均匀(如图 5 所示);在预处理后的区域,经过预处理后,去除了粘附在表面的空气杂质和膜层的表面缺陷,在短时间内减小了膜层表面的粗糙度。此外,膜层表面经过激光辐照后,其某些分子链会发生变化,这些都造成膜层表面亲水性能变好,从而膜层表面凝结的水蒸气珠显得比较大块(如图 6(a)所示)。在图 6(a)的水珠挥发过程中发现有三个区域水蒸气粘附很密集(如图 6(b)所示),并不像其它区域的水珠显得不规则,而呈规则的圆形,说明该区域粘附的水珠的表面张力比较均匀,也表明该区域膜层疏水性能降低,而且比较均匀,从这个角度来说,这三个小区域的预处理效果比较理想。



Fig. 5 Figure of change procedure when water vapor freezing on the surface of chemical no-conditioning films

图 5 化学膜未预处理区域膜层表面水蒸气凝结变化图

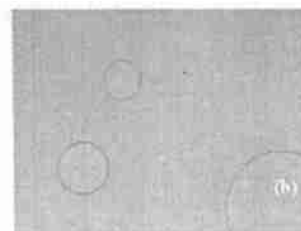
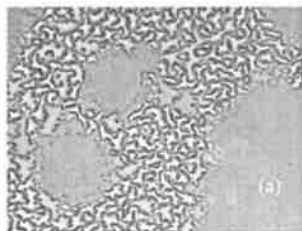


Fig. 6 Figure of change procedure when water

vapor freezing on the chemical films after laser conditioning

图 6 化学膜预处理区域膜层表面水蒸气凝结变化过程图

## 5 结论

光学元件膜层激光预处理,对于提高元件膜层的损伤阈值是一种有效的方法,但在实验中发现只对部分膜层的激光预处理效果比较理想。实验中还发现,激光预处理对于膜层的影响,从膜层的各个参数指标来看,是不影响元件正常使用的,相反,在膜层表面均匀性等方面还对膜层有改善的作用。从对膜层预处理前后各参数的对比看,光学元件膜层激光预处理的过程,是对膜层去除缺陷、固化、洁净的过程,也就是对膜层“美容”的过程。对光学元件膜层激光预处理过程参数(元件扫描的方式、初始能量、能量增幅、扫描次数等)合理选择,使光学元件膜层激光预处理达到最佳效果,是一项需要长期、深入研究的工作。

## 参考资料:

- [1] Wolfe C R, Kozłowski M R. Laser conditioning of optical thin films[A]. SPIE[C]. 1989, **1441**:360.
- [2] Kozłowski M R. Laser conditioning and electronic defects of  $\text{HfO}_2$  and  $\text{SiO}_2$  thin film[A]. SPIE[C]. 1991, **1441**:269.
- [3] Thomas I M. High laser damage threshold porous silica antireflective coating[J]. *Appl Optics*, 1986, **25**:1481.
- [4] Floch H G, Priotton J J, Thomas I M. Optical coating prepared from colloidal media[J]. *Thin Solid Films*, 1989, **175**:173.
- [5] O'Neil F, Ross I N, Evans D, et al. Colloidal silica coatings for KrF and Nd:glass laser applications[J]. *Appl Optics*, 1987, **26**:828.
- [6] 甘荣兵,林理彬,蒋晓东,等.用透射反射扫描法检测光学薄膜的激光损伤[J]. *强激光与粒子束*, 2002, **14**(1):45—48. (Can R B, Lin L B, Jiang X D, et al. Determination of laser-induced-damage of thin film by the scan of transmission and reflectance. *High Power Laser and Particle Beams*, 2002, **14**(1):45—48)

## Study of laser conditioning influence on properties of optical films

HUANG Zu-xin, JIANG Xiao-dong, REN Huan, ZHONG Wei, YE Lin, LI Ke, LU Hai-bing

(Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, P. O. Box 919-988, Mianyang 621900, China)

**Abstract:** For some optical films, laser conditioning is an effective way to improve their damage threshold. The one of popular theoretical model for laser conditioning mechanism is the defects-eliminated model. In this paper, the influence of laser conditioning on optical films are analyzed by optical parameters testing of the films before and after laser conditioning. It shows that the process of laser conditioning for optical films is the films defects-eliminated, solidified and cleaned process.

**Keywords:** Optical film; Laser conditioning; Mechanism; Laser conditioning process