

激光预处理对 BaF₂ 薄膜损伤性能的影响

邹逢, 徐均琪, 苏俊宏, 马健波

(西安工业大学 光电学院, 西安 710032)

[摘要] 为了提高光学薄膜元件抗激光损伤的能力,除了寻找先进的镀膜方法及工艺外,还可采取后期处理,因为后期处理对激光损伤阈值(LIDT)也有重要影响。采用输出波长为 1064 nm 的调 Q Nd:YAG 激光器,对膜厚为 $\lambda/2$ ($\lambda=1064$ nm) 的单层 BaF₂ 薄膜进行激光预处理,研究了其激光损伤特性。在光斑大小一定的条件下,改变能量密度和脉冲次数,分别研究了它们对薄膜阈值的影响,得出最佳处理参数:能量密度为 9.9 J/cm²,脉冲次数为 3 次。处理后的 BaF₂ 薄膜,激光损伤阈值从未处理的 16.5 J/cm² 提高到了 29.9 J/cm²。

[关键词] 激光预处理; 薄膜; BaF₂; 激光损伤阈值

[中图分类号] TG156.99; O484

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2012)05-0004-03

Influence of Laser-conditioning on Laser Induced Damage Capability of BaF₂ Thin Films

ZOU Feng, XU Jun-qi, SU Jun-hong, MA Jian-bo

(School of Photoelectric Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, China)

[Abstract] In order to enhance the laser induced damage capability of optical films components, besides advanced methods and processes, post-treatment has significant influence on the laser induced damage threshold (LIDT) of thin films. Q switch Nd:YAG laser of the working wave length at 1064 nm, was used to post process on BaF₂ single layers with thickness of $\lambda/2$ ($\lambda=1064$ nm) deposited by electron beam evaporation, and the laser induced damage properties were investigated. By changing the energy density and pulse number under the spot size remained a fixed value, their effects on thin films damage threshold were studied respectively, the optimal processing parameters were obtained: energy density is 9.9 J/cm² and pulse number is 3 times. The LIDT of post processed BaF₂ films was improved from 16.5 J/cm² to 29.9 J/cm².

[Key words] laser-conditioning; thin films; BaF₂; laser induced damage threshold

薄膜元件的激光损伤能力是衡量系统性能优劣的重要指标之一,因此,越来越多的研究者致力于提高薄膜激光损伤能力的研究。他们的研究主要集中在薄膜的制备方面,如从沉积的手段以及膜系设计等方面入手^[1],也包括加镀保护膜层、缓冲层及驻波场和温度场的设计等^[2]。已有研究表明,薄膜制备的后期处理能够有效提高其激光损伤阈值^[3-8]。有报道称,激光预处理对薄膜损伤性能的永久性增强效果最高已经达到 10 余倍^[1]。激光预处理是采用亚阈值能量的激光束辐照光学元件表面,可在一定程度上减小薄膜中的缺陷,从而提高其激光损伤阈值^[4]。国内外关于激光预

处理的研究很多^[3,5-6],这些研究都表明,激光预处理提高薄膜损伤阈值的效果非常明显。

BaF₂ 的透明区域宽(0.25~15 μm),是红外低折射光学薄膜材料。虽然国内外都对薄膜损伤有大量研究,但还没看到专门针对 BaF₂ 薄膜损伤的相关报道。而且尽管有报道涉及到激光预处理的能量密度或者光斑大小对薄膜损伤性能的影响^[9],但关于激光预处理具体工艺参数的寻优也未见相关报道。

光学薄膜的激光损伤是一个重要而复杂的问题。它不仅涉及薄膜本身的结构、损耗、折射率、热物性、杂质和缺陷等,而且与激光的波长、脉宽、焦斑大小等密

[收稿日期] 2012-05-17; **[修回日期]** 2012-09-06

[基金项目] 西安市科技创新支撑计划 CXY1015(2); 陕西省国际科技合作项目(2008KW-12); 科技部国际合作项目(2007DFR70180)

[作者简介] 邹逢(1986—),男,湖北荆门人,硕士生,主攻薄膜激光损伤。

[通信作者] 徐均琪(1973—),男,陕西西安人,副教授,主要研究方向为光学薄膜。

切相关^[10]。基于激光损伤与激光参数的密切关系,文中研究了激光预处理对 BaF₂ 薄膜的影响。

1 实验

所用 BaF₂ 单层膜样片是采用电子束蒸发方法,用 ZZS500-2/G 型箱式镀膜机制备在 K9 基底上的,基底厚度为 2 mm,直径为 25 mm。为保证所有样片薄膜参数的一致性,样片均在相同工艺条件下,一次镀制完成。将镀后的样片分为 A,B 两组:A 组五片,其中一片不处理,以便与处理后的薄膜进行比较;B 组四片。镀膜工艺参数如下:本底真空度为 5×10^{-3} Pa,基底温度为 180 ℃,电子枪束流为 25 mA。膜层厚度为 $\lambda/2$ ($\lambda=1064$ nm),因为实验中测试激光损伤的激光器波长为 1064 nm,基于驻波场原理,在此厚度下,薄膜界面的驻波场强最小。厚度监控采用过正控制和高级次监控方法,监控波长为 530 nm,光控仪走 4 个极值。有研究者认为,在镀膜工艺参数最优的情况下,薄膜理论上抗激光损伤阈值最高,预处理能够使薄膜的损伤阈值得到有效提高^[11]。用 TFCALC 软件模拟了薄膜中的电场强度,如图 1 所示。

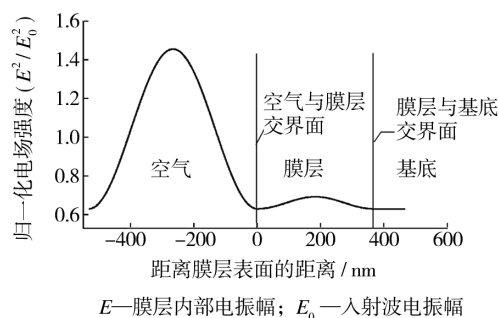


图 1 膜层内部场强分布

Fig. 1 Internal electric field distribution of the films

采用激光损伤测试系统对 BaF₂ 薄膜进行激光预处理,该系统的原理如图 2 所示,样片放置在一个由步进电机驱动的二维平台上。所用激光器为调 Q Nd:YAG 激光器,输出激光波长为 1064 nm,脉宽 10 ns。能量衰减系统由三组衰减片组成,用能量计测量入射到样品表面的激光能量。用 He-Ne 激光器对整个系

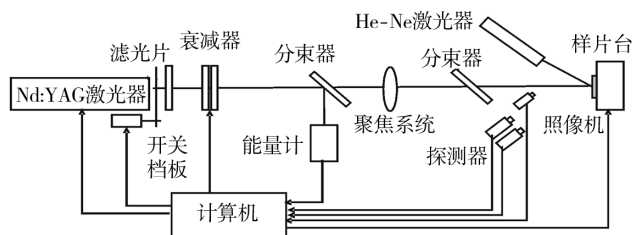


图 2 激光损伤测试系统示意

Fig. 2 The schematic diagram of laser damage test system

统的进行光路准直,损伤情况及表面形貌在 200 倍显微镜和 Taylor Hobson 干涉仪下进行观测。测试采用 1-ON-1 的方式,零几率损伤,每一能量级打 10 个点,测试点间距为 1.5 mm。实验中激光预处理采用小光斑扫描,光斑直径为 0.8 mm。

2 实验结果

2.1 激光能量密度对薄膜损伤阈值的影响

测得未处理薄膜的激光损伤阈值为 16.5 J/cm²。改变激光能量密度大小,对 A 组试片进行单脉冲激光辐照预处理。激光预处理时,要选择适合的激光能量密度,太小则达不到预处理效果,太大会直接破坏薄膜。通过实验摸索,选择薄膜激光损伤阈值 20%,40%,60%,80% 的激光能量密度,即分别为 3.3,6.6,9.9,13.2 J/cm²。处理后,测试薄膜的激光损伤阈值,结果见图 3。从图 3 中可知,当预处理的能量密度选择合适时,激光预处理能够有效提高薄膜的损伤阈值,激光能量密度为 9.9 J/cm² 时,薄膜损伤阈值达到最大(23.3 J/cm²)。

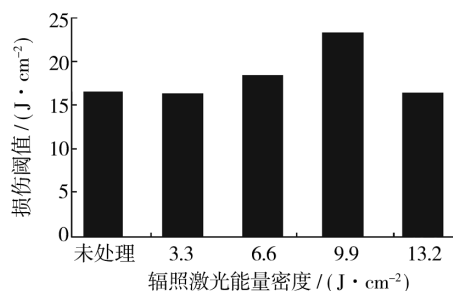


图 3 辐照激光能量密度对薄膜损伤阈值的影响

Fig. 3 Influence of preconditioning energy density on damage threshold of the films

2.2 激光脉冲对薄膜损伤阈值的影响

能量密度保持 9.9 J/cm² 不变,改变激光脉冲次数,对 B 组试片进行激光辐照预处理,研究辐照次数对 BaF₂ 薄膜损伤阈值的影响。处理后,测试薄膜的损伤阈值,结果见图 4。从图 4 中可知,增加预处理脉冲次

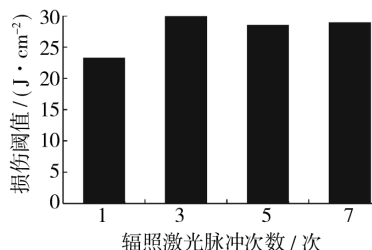


图 4 辐照激光脉冲次数对薄膜损伤阈值的影响

Fig. 4 Influence of preconditioning pulse number on damage threshold of the films

数,薄膜的损伤阈值也能得到提高,当处理脉冲次数为3次时,损伤阈值达到最大(29.9 J/cm²);再增加处理次数,薄膜损伤阈值无明显变化,趋于稳定。

2.3 薄膜表面形貌

在200倍显微镜下观察到的薄膜表面形貌如图5所示,Taylor Hobson干涉仪测得的薄膜表面粗糙度如图6所示。通过图5和图6可以发现,处理后,薄膜表面的缺陷有一定减少,粗糙度有一定改善(从处理前的1.72 nm降至1.37 nm)。这也从一方面证明,预处理能够消除表面部分缺陷。图7为在激光能量为130 mJ时,未处理和处理后薄膜的损伤形貌。可以看到,图7a几乎是一个完整的坑形,而7b呈蜂窝状,表明经

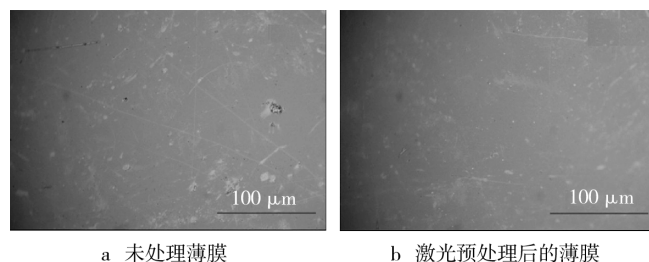


图5 薄膜表面形貌

Fig. 5 Surface morphology of the films

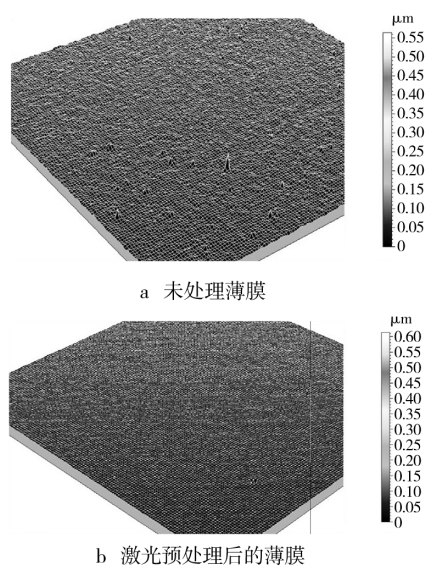


图6 薄膜表面粗糙度

Fig. 6 Roughness of the films

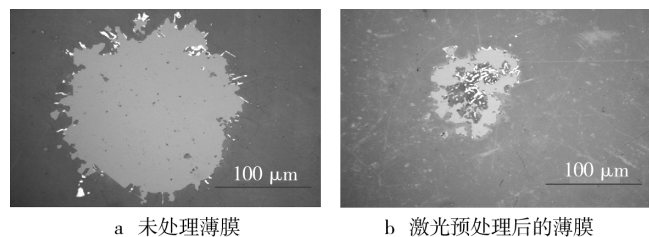


图7 薄膜损伤形貌

Fig. 7 Damage morphology of the film

过处理的薄膜的损伤斑较小。

3 分析

从图3可以看到,预处理能量密度小于6.6 J/cm²(约为损伤阈值的40%)时,不能有效提高薄膜的损伤阈值。当预处理的能量密度提高到13.2 J/cm²(约为损伤阈值的80%)时,薄膜的损伤阈值反而下降。分析发现,用80%能量密度处理后,在显微镜下观测到薄膜表面留下了激光斑,可以认为此时薄膜局部呈现了一些小的斑痕,但经损伤测试仪测试,并未发现损伤。可能这些斑痕对后面测试的激光敏感,从而诱导薄膜损坏,所以薄膜的激光损伤阈值反而下降。当能量选择合适时,增加脉冲次数,激光对薄膜的作用并非简单相加而破坏薄膜,相反会有复杂的累积效应,能够更好地改善薄膜。从图4中就可以看出,增加脉冲次数,薄膜损伤阈值明显增大。不过,并不是脉冲次数越多,就能无限提高薄膜的损伤阈值,3次、5次和7次脉冲处理后,薄膜的损伤阈值分别为29.9、28.5、28.9 J/cm²,无明显差异,可以认为经过3次脉冲预处理后,薄膜已得到最好的改善。由于采用小光斑,预处理效率低,而且当薄膜得到一定改善后,损伤阈值应趋于稳定,所以应采用最少的脉冲次数来达到最好的改善效果。

激光预处理应满足在损伤阈值得到提高的前提下,表面粗糙度不能变化太大的要求,以免影响薄膜用途。本实验中激光预处理能够消除薄膜表面的部分缺陷,符合微观结构变化模型^[12]。这种激光预处理方式不仅可以去除膜层表面吸附的H₂O、CO₂和灰尘,而且能对膜层表面起激光抛光作用,使表面变得光洁、均匀、细致,更重要的是,还可使表面微观结构发生变化,并对表面缺陷有修复作用,使薄膜的表面结构变得更加完整,因而能够提高薄膜抗激光损伤的能力。但从Taylor Hobson干涉仪测得的数据可以看出,这种表面缺陷及表面形貌的改善有限。而且这种表面粗糙度的微小差异在同一薄膜表面的不同区域都可能出现。通过对多个样片进行表面形貌检测,表明薄膜表面粗糙度确实有降低的趋势。

从图7中可以看到,在能量相同的情况下,未处理薄膜(图7a)损伤严重,且损伤尺寸也较预处理后薄膜(图7b)的大,这也说明激光预处理提高了薄膜的损伤阈值。

4 结论

1) 预处理 BaF₂薄膜的最佳工艺参数如下: 能量

(下转第24页)

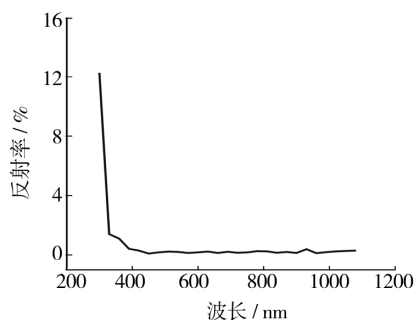


图6 硅纳米线反射谱

Fig. 6 Infrared spectroscopy of silicon nanowires

线的减反效果优于多孔硅。分析其主要原因,认为是由于两者形貌差异引起的,硅纳米线的表面粗糙度远远高于多孔硅,能更有效地减少可见光的反射,进而提高太阳能的转换效率。

3 结论

1) 多孔硅和硅纳米线的表面形貌相似,均呈粗糙状态,但硅纳米线的表面粗糙度比多孔硅更高。

2) 多孔硅和硅纳米线的组成元素不同,多孔硅表层多为 Si—O—H 和 Si—O—Si,硅纳米线表层主要为 Si 元素。

3) 多孔硅和硅纳米线的减反效果不同,硅纳米线

减反效果在可见光波长范围内优于多孔硅,原因是其表面粗糙度更高。

[参 考 文 献]

- [1] 刘东来,聂二勇,张云森,等. 电化学阳极氧化制备多孔硅及其发光性能研究[J]. 半导体光电,2011,32(3):375—379.
- [2] 郑亦庄,柯见洪,池贤兴,等. 多孔硅的制备与微结构分析[J]. 温州师范学院学报(自然科学版),2000,21(3):11—13.
- [3] 裴立宅,唐元洪,陈扬文,等. 硅纳米线纳米电子器件及其制备技术[J]. 电子元件与材料,2004,23(10):44—47.
- [4] SONG Huan-bing. Effect of Surface Modification by Thermally Oxidization and HF Etching on UV Photo Luminescence Emission of Porous Silicon [J]. Appl Surface Science,2008,254:5655—5659.
- [5] 李芳,林永昌,刘育梁,等. 新型减反膜的设计与制备[J]. 光学仪器,2004,26(2):115—117.
- [6] 房振乾,胡明,刘博,等. 多孔硅电学特性研究[J]. 材料工程,2008(2):9—13.
- [7] 解希玲,谭毅,李佳艳,等. 腐蚀时间对多孔硅层形貌及多晶硅性能的影响[J]. 机械工程材料,2011,35(9):58—60.
- [8] 黄小龙,崔海昱,邓菊莲,等. 硅基太阳能电池表面织构的研究进展[J]. 太阳能(技术与进展),2009(2):20—23.

(上接第6页)

密度 9.9 J/cm^2 ,脉冲次数为3次。处理后, BaF_2 的阈值从之前的 16.5 J/cm^2 提高到 29.9 J/cm^2 。

2) 通过实验发现,预处理激光能量密度越接近损伤阈值,处理的效果越明显,当为损伤阈值的60%时,能显著提高薄膜的损伤阈值。脉冲具有累计效应,次数越多,薄膜阈值提高越明显,最后趋于一个稳定值。

3) 激光预处理能够改善表面形貌,消除或减少部分表面缺陷。

[参 考 文 献]

- [1] 胡海洋,范瑞瑛,汤兆胜,等. $0.532 \mu\text{m}$ 激光小光斑扫描预处理光学薄膜的研究[J]. 中国激光,1999,26(8):763—767.
- [2] 占美琼. 提高光学薄膜激光损伤阈值的途径[J]. 上海第二工业大学学报,2010,27(4):304—308.
- [3] 王聪娟,晋云霞,邵建达,等. 三种不同后处理方式对 ZrO_2 薄膜性能的影响[J]. 中国激光,2008,35(10):1601—1604.
- [4] 李笑,刘晓凤,赵元安,等. 激光预处理对 SiO_2 单层膜中缺陷的影响[J]. 中国激光,2010,37(6):1626—1630.

- [5] ARENBERG J W, FRINK M E. On the Role of Water in the Laser Conditioning Effect [J]. Special Publication, 1989,801:430—439.
- [6] 刘宝安,孙绍涛,季来林,等. 不同波长三信频 DKDP 晶体的激光损伤[J]. 强激光与粒子束,2010,22(2):323—326.
- [7] KOZLOWSKI M R, STAGG M, RAINER F. Laser Conditioning of Electronic Defect Measurement of HfO_2 and SiO_2 Thin Films [J]. SPIE, 1991,1441:269—282.
- [8] DAI W, XIANG X, JIANG Y, et al. Surface Evolution and Laser Damage Resistance of CO_2 Laser Irradiated Area of Fused Silica [J]. Optics and Lasers in Engineering, 2011, 49(2):273—280.
- [9] 夏志林,赵元安,黄才华,等. 光学薄膜激光预处理能量密度选取[J]. 光学学报,2009,29(2):560—565.
- [10] 吴周令,范正修,李仲伢. 光学薄膜激光损伤的光斑效应研究[J]. 激光与红外,1989,19(3):23—25.
- [11] LI Yuan, XU Jun-qi, SU Jun-hong. Research on the Distribution of Electric Field Intensity and Laser Damage Characteristics of Thin Films [J]. SPIE, 2010(4L):1—5.
- [12] 李仲伢,李成富,龚辉. 激光处理对光学薄膜和激光玻璃损伤的影响[J]. 光学学报,1994,14(3):281—286.