

红外 (10.6 μm) 增透膜抗激光性能的探索*

王敬蕊 刘继恩

(中国科学院电子学研究所)

(一) 引言 增透膜广泛应用于激光系统中,用以提高激光工作物质的自振阈值,提高输出功率,减小光学零件的插入损耗. 由于激光功率不断提高,对涂层抗激光性能提出了越来越高的要求. 涂层的破坏阈值也成为工作在强流脉冲高功率 CO_2 激光下的涂层的主要设计参数.

70年代以来,美国国家标准局创办专刊,报道各种光学材料的激光感应破坏. 美国 LOS Alamos 科学实验室的 B. E. Newnam 博士在这方面作了大量工作,特别是对 $10\mu\text{m}$ 增透膜的破坏尤有研究^[1]. 我们对 CO_2 激光增透膜破坏阈值的提高也作了一些探索. 对 Ge 基片的增透膜作了较细致的工作. 对基片的选择和加工、薄膜的制备工艺和激光器件的性能等对阈值的影响作了逐项分析. 我们制作的薄膜元件(基片+薄膜)机械牢固性较好,双面增透透过率 $>97\%$ (理论计算剩余反射约 2%),吸收 $<1\%$; 单面增透透过率为 $63-64\%$ (图1). 薄膜元件在脉宽为 100 ns . 能量密度大于 2 J/cm^2 的 TEA 激光作用下,闪击近万次而未损坏.

我们还试制了 KCl 窗片的增透膜,其透过率从 92% 提高到约 95% (图2),防潮性能也大大改善,适于在一般环境下使用.

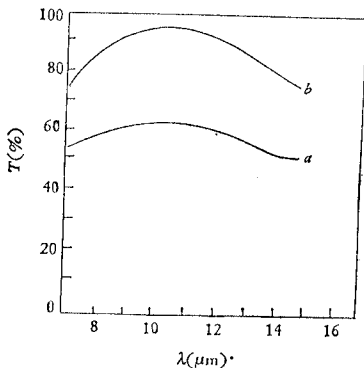


图1 Ge 基片上镀单面增透膜 (a) 和双面增透膜 (b) 后的透过率与波长的函数关系曲线

Fig. 1 The transmission vs. wavelength curve for Ge substrate with antireflection coatings on one side (a) and both sides (b)

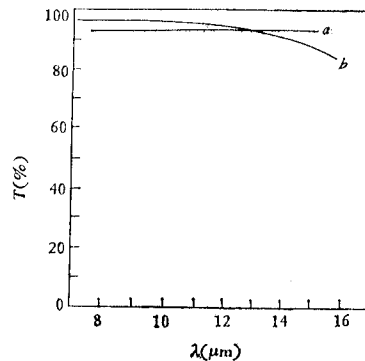


图2 KCl 基片 (a) 和它在镀双面增透膜后 (b) 的透过率与波长的函数关系曲线

Fig. 2 The transmission vs. wavelength curve for uncoated KCl substrate (a) and KCl substrate with antireflection coatings on both sides (b)

(二) 提高 Ge 增透膜抗激光性能的探索

Ge 的破坏阈值较低,因此,在红外波段,尤其

* 1983年4月27日收到.

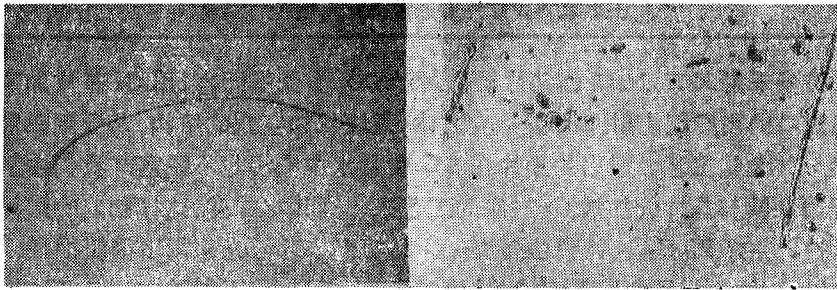
是在中红外多采用 KCl、NaCl 作基片。但对于 CO₂ 激光器而言,用 Ge 基片加镀 ZnS 增透膜作输出窗口仍在广泛使用。ZnS 膜是立方体,是柱状加空穴的结构,易受潮脱落。早先,国外研究出一种最佳工艺,镀出的膜片在 5% 食盐水中煮沸也不脱落。我们由于设备条件所限则采用在膜与基片间加镀 Ge 衬底的工艺来提高其牢固度。这样制成的膜片在开水中煮沸 5 分钟仍完好,但是,这种膜在强流脉冲高功率 CO₂ 激光作用下很快损坏。我们进行了分析和试验,认为损坏原因是 Ge 衬底膜对激光的吸收。不加衬底的 ZnS 膜与加衬底的相比在同样激光作用下阈值高约 10 倍。由此显见,薄膜机械牢固度的提高并不意味着破坏阈值的提高。破坏阈值主要取决于基片原材料及其加工缺陷和薄膜制备工艺缺陷导致的吸收热效应和作用激光的性能等等。对于增透膜而言,损伤往往发生在基片-膜层介面中,而主要影响破坏阈值的因素是基片^[2]。现就我们的工作,对影响破坏阈值的主要因素讨论如下:

1. 基片的影响

(1) 基片原材料性能的影响 大多数红外半导体材料的晶格振动吸收带均位于很长的波段上,在 10 μm 使用无问题,Ge 也是如此。限制 Ge 在长波使用的原因是控制工艺、原材料的杂质吸收和自由载流子吸收。杂质吸收一般在低温才显著,这里不予考虑。自由载流子吸收与波长的平方成正比,与载流子浓度的平方也成正比,而原材料的纯度和化学配比在很大程度上影响载流子浓度,因而也就影响吸收。控制控制时退火速度,造成不同的应力状况,可改变其耐激光性能^[1]。一般认为 Ge 片要有尽可能高的纯度和尽可能低的载流子浓度,所以多使用电阻率大于 25 Ω-cm 的 Ge 片。在实际工作中我们发现电阻率不是衡量 CO₂ 激光器窗片好坏的唯一指标,大于 25 Ω-cm 的电阻率也不一定是最佳电阻率。实验中发现在同样激光照射下,同样电阻率的 Ge 片承受脉冲闪击的能力能相差近千倍。我们认为,晶格的位错或缺陷不同会造成不同的载流子浓度,产生不同的吸收。不同的应力和结晶结构会产生不同的热导率,而 Ge 的抗破坏能力是与其热导率密切相关的。因此 Ge 作为 CO₂ 激光器窗片,其位错和控制工艺是不容忽视的。至于电阻率多少为佳,目前众说不一,为此,我们选用了 4 种不同电阻率的 Ge 片作破坏阈值试验。它们的电阻率分别为 2#: 5—5.5 Ω-cm; 3#: 9—10 Ω-cm; 4#: 18—20 Ω-cm; 5#: 50 Ω-cm。这 4 种 Ge 片原材料参数、抛光质量都基本一致,在同样激光脉冲(能量密度 > 1 J/cm², 脉宽 < 1 μs) 照射下,结果表明: 3# 片破坏最轻,4# 次之,2# 和 5# 则较严重,这与文献 [3] 所得结果一致,因为 3# Ge 片对 10 μm 光吸收最小。现将 4 种 Ge 片受激光照射前后光学显微照片示于图 3。

从照片看出,不同电阻率的 Ge 片在同样激光照射下会产生不同程度的破坏。

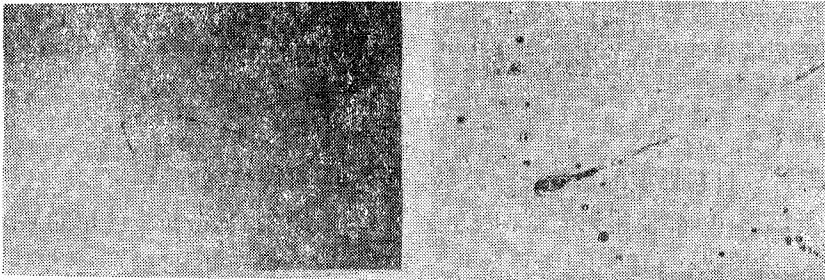
(2) 基片粗糙度和抛光缺陷的影响 基片加工中表面形成变态层,会产生应力。嵌入的抛光剂将使吸收增加。激光的辐射电场被这些加工缺陷显著地加强,尤其在窄而深的沟槽处辐射电场以基片折射率的平方提高,而电场的局部提高使破坏阈值以基片折射率的四次方下降^[1]。一般情况下,粗糙度与击穿电场强度关系式为: $E_{TH}\sigma^{0.61} = \text{常数}$, σ 为方均根粗糙度, E_{TH} 为击穿电场强度。由此可见,愈粗糙,击穿电场愈弱,即破坏阈值愈低。另外,从 5# 片的照射后照片可以看出,虽然激光并未直接照在沟槽上,破坏却沿着沟槽扩展开。基片上的灰尘也会使薄膜孔隙显著,结构疏松,从而影响其吸收特性,使阈



照射前
before radiation

(a) 2 μ

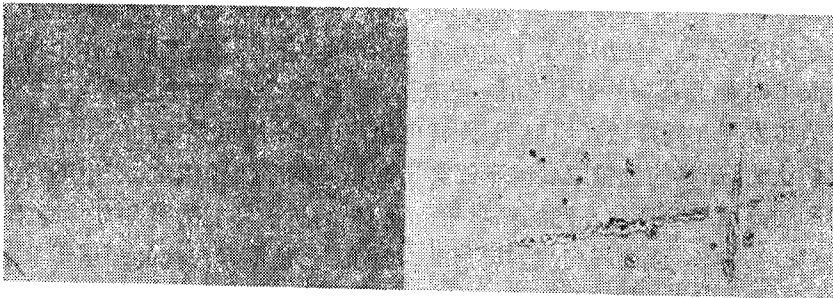
照射后
after radiation



照射前
before radiation

(b) 3 μ

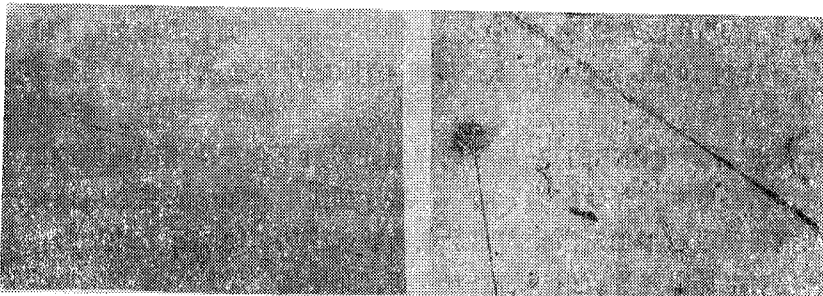
照射后
after radiation



照射前
before radiation

(c) 4 μ

照射后
after radiation



照射前
before radiation

(d) 5 μ

照射后
after radiation

图3 激光照射前后的光学显微照片 (25 \times) (d) 照片中黑斑为激光照射点
Fig. 3 Optical micrographs before and after radiation with laser (25 \times)

值下降.

2. 膜层质量的影响

增透膜质量对破坏阈值的影响情况较复杂. 严格地说, 需将薄膜剥离, 并将影响因素分别孤立开来, 逐一检测. 这里, 只提些粗浅看法.

增透膜材料要光学、机械性能均好, 又要与基片匹配, 膜系可根据不同要求分别选用单层、双层、三层等, 以达到最佳增透效率,

其次, 工艺条件也是影响阈值的重要因素, 我们试验了以下几个因素:

(1) 蒸镀时蒸气入射角的影响 材料分子在垂直方向的动能大, 所以垂直淀积的薄膜牢而致密, 阈值高. 而大入射角制得的薄膜应力大, 阈值低.

(2) 基片烘烤温度 对 Ge 片上镀 ZnS 而言, 基片烘烤温度以 150 $^{\circ}\text{C}$ 为好. 在此温度下, 蒸发速率可较高, 镀的膜密而牢阈值高. 烘烤温度过低, 镀的膜折射率偏高, 剩余反射增强. 烘烤温度过高, 镀的膜会发雾, 影响透射. 吸收大, 阈值低.

(3) 淀积速率 淀积速率低时, 薄膜结晶颗粒大, 吸收、散射均大. 速率高时, 凝结中心密度大, 颗粒细、膜牢固. 但速率过高时, 将使薄膜分子迁移率降低, 从而导致应力提高, 膜的波长稳定性变差. 适当的速率为 500—600 $\text{\AA}/\text{min}$.

(4) 残余气体 真空室中的残余气体, 特别是残余水份对膜的吸收影响很大, 从而影响阈值. 国外已实现自动监控. 美国休斯实验室在镀 ThF_4 膜时, 由于将残余水份减少到最少, 使吸收系数从 10—20 cm^{-1} 下降到 1 cm^{-1} . 水份对 ZnS 膜的影响会更大.

(5) 薄膜中驻波场分布 薄膜中驻波场分布及其极大、极小的大小直接影响破坏阈值. 例如, 在 B. E. Newnam 与 D. H. Gill 合作的 (Ge + 增透膜) 的破坏阈值试验中, 比较镀膜与不镀膜破坏阈值之比时发现, 这两种破坏阈值之比与两种情况下的电场的平方之比很接近^[1]. 这说明破坏阈值与场强密切相关, 这是进行膜系统设计的重要参考.

3. 激光性能的影响

目前的几个击穿过程的理论模型都涉及到激光器性能——如波长、脉冲持续时间、光斑直径等. 一般说来, 薄膜元件在短于 100 ns 的激光脉冲照射下, 电子雪崩是导致破坏的主要原因^[1], 因为短脉冲中的高电场能产生 $10^{18}/\text{cm}^3$ 的自由电子, 这是雪崩产生的条件. 因此, 工作在短脉冲下的薄膜元件要严格控制基片和膜中的缺陷. 对于长脉冲照射, 薄膜元件的破坏直接比例于吸收.

此外, 对于相等的功率密度而言, 大直径光束比小直径光束更易引起破坏, 因为大直径光束照射到缺陷的几率大.

(三) KCl、NaCl 窗片的红外增透膜 KCl、NaCl 的红外透明度高, 反射损失小, 破坏阈值高, 是很好的红外窗口材料, 特别宜于作强流脉冲红外激光器的窗口. 在 9—16 μm 范围, 透过率为 92%. 但它们极易潮解, 国外多采用在窗片周围通以微电流来防止潮解. 我们则采用镀膜的方法. 在 KCl 片的两面镀 CaF_2 膜 (CaF 的折射率为 1.3), 镀后剩余反射约为 1%, 透过率提高 2—3%. 还在膜与基片间镀 2/5 极值厚的 KCl 衬底, 以提高牢固度. 基片周围用防潮胶封边, 使全部 KCl 表面与空气隔绝, 这样处理后, 在湿度为 90%、温度大于 30 $^{\circ}\text{C}$ 下放置 10 天未坏.

KCl 还可镀 As_2S_3 保护膜. 国外有人作 $\text{Ge}_{45}\text{Se}_{55}/\text{As}_2\text{S}_3$ 双层增透膜, 破坏阈值可达 1—

2 J/cm². 文献 [1] 中报道的 As₂S₃/ThF₄/As₂S₃ 三层增透膜,既考虑了光学性能,又考虑了驻波场分布;既提高了阈值,又起到了防潮作用.

KCl、NaCl 的破坏机理国外研究很多,文献 [4] 认为破坏机理是这样的:在低强度 (250—800 MW/cm²) 的激光照射下,它们的吸收是可逆的变化.强度从 800 MW/cm² 到 3—5 GW/cm²,吸收保持不变.强度超过 3—5 GW/cm² 时,吸收变化变得不可逆,材料将出现永久性损伤.因此,把出现吸收的不可逆变化时的最低强度 I_F 定义为材料的破坏阈值,在此强度照射下,材料逐渐出现微破坏,随着激光强度的提高,这些微破坏与激光相互作用从光场中吸收更多的能量,微破坏便逐渐积累扩大;当强度达到 7—10 GW/cm² 时,就出现击穿.击穿发生时伴随一个可见的火花,传输的光被截断,并有宏观可检测的残余破坏.

一般说, KCl、NaCl 的理论线吸收是 10^{-5} cm⁻¹, 由于有杂质和缺陷,实际线吸收是 10^{-3} cm⁻¹. 它们的破坏阈值分别为 $I_{FNaCl} = 3.5$ GW/cm², $I_{FKCl} = 6$ GW/cm².

在实验过程中,有色金属研究总院 401 室、中国科学院力学研究所 14 室给予了大力协助,在此一并表示感谢.

参 考 文 献

- [1] B. E. Newnam, *Laser Focus*, 14(1978), 58.
- [2] R. Gibbs and R. M. Wood, NBS Spec. Pub., 1977, p. 182.
- [3] E. D. Capron, *Appl. Optics*, 12(1973), 569.
- [4] S. T. Wu and M. Bass, *Appl. Phys. Lett.*, 39(1981), 948.

INVESTIGATION ON THE ABILITY OF ANTIREFLECTION FILM TO WITHSTAND THE DESTRUCTIVE EFFECTS OF LASER RADIATION IN IR RANGE

Wang Jingrui Liu Jien

(*Institute of Electronics, Academia Sinica*)

In this paper the ability of antireflection film to withstand the destructive effect of Laser radiation in the neighborhood of $10\mu\text{m}$ is investigated. Some methods for improving the destructive threshold of the antireflection films are proposed.