

文章编号：1672-8785(2019)10-0014-06

2. 06 μm 激光偏振膜设计与工艺方法

张永久 刘连泽 张 阔 岳 威 崔 铖

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘要：介绍了近红外固体激光器中 2.06 μm 激光偏振膜的用途、设计与制备方法。基于薄膜光学的基本理论以及三种不同膜系结构的对比，确定了初始膜系结构。讨论了薄膜选材、通带波纹压缩、工艺制备等相关技术问题。利用计算机优化软件对膜系结构进行了反复优化。采用电子束真空蒸镀和离子源辅助沉积工艺完成了偏振膜的制备，并对其进行了光谱检测。然后根据测试结果对制备过程中的相关参数进行了优化，最终制备出了光学性能优异、膜层吸收少、均匀性好、稳定性高的激光偏振膜。

关键词：偏振膜；膜系设计；离子源辅助沉积；光谱检测

中图分类号：O484 文献标志码：A DOI：10.3969/j.issn.1672-8785.2019.10.003

Design and Processing Method of 2. 06 μm Laser Polarizing Film

ZHANG Yong-jiu, LIU Lian-ze, ZHANG Kuo, YUE We, CUI Cheng

(North China Research Institute of Electro-Optics, Beijing 100015, China)

Abstract: The application, design and preparation of a 2.06 μm laser polarizing film in the near-infrared solid-state laser are introduced. Based on the basic theory of thin-film optics and the comparison of three different membrane structures, the initial membrane structure is determined. Relevant technical issues such as film selection, pass-band ripple compression, and process preparation are discussed. The membrane structure is repeatedly optimized by computer optimization software. The polarizing film is prepared by electron beam vacuum evaporation and ion source assisted deposition, and its spectral detection is performed. Then, the relevant parameters in the preparation process are optimized according to the test results. Finally, the laser polarizing films with excellent optical properties, low film absorption, good uniformity and high stability are prepared.

Key words: polarizing film; membrane design; ion source assisted deposition; spectral detection

收稿日期：2019-09-04

作者简介：张永久(1973-)，男，北京人，工程师，主要从事光学元件技术研究。

E-mail: HBLY2018@sohu.com

0 引言

光学薄膜是指在元件或基板上镀制一层或多层介质膜或者金属膜以改变光波的传播特性, 其光学原理是基于薄膜层内部光的干涉改变透射光和反射光的强度、相位以及偏振状态^[1]。传统的光学薄膜可以分为高反膜、增透膜、偏振膜、滤光片和分光膜等。本文制备的 $2.06\text{ }\mu\text{m}$ 激光偏振膜主要应用于锁模固体激光器。这类波长在 $2\text{ }\mu\text{m}$ 左右的近红外固体激光器有其独特的优点, 包括对人眼睛损伤极小、在大气中散射损耗小、对战场硝烟穿透力强、照射目标时对比度高等, 因此在军事上具有极高的应用价值^[2]。另外, 该激光器还可用作中红外波段光学参量放大器和振荡器的泵浦源, 所以受到研究人员的高度重视。而光学薄膜在这类固体激光器中的地位又十分突出。偏振膜在固体激光器中既可作为线偏光起偏器, 又可作为检偏器。通过晶体退压操作, 可以达到调 Q 的作用。当单光路输出能量不足时, 还需利用偏振膜实现 P 光和 S 光的合成输出。这就对偏振膜的光学性能提出了很高的要求。另一方面, 探索如何提高薄膜应力和激光损伤阈值的方法也是当前激光与薄膜方向的重点研究课题。

1 偏振膜的基本理论

作为一种常见的光学薄膜元件, 偏振膜的主要功能是产生和检测线偏振光。一般情况下, 自然光在电介质界面上发生反射和折射时, 反射光和折射光都是部分偏振光。只有当入射角为布儒斯特角时, 反射光才是线偏振光, 其振动方向与入射面垂直, 如图 1 所示。而透射光既包含 S 分量又包含 P 分量。偏振膜的研制目的就是使光波以布儒斯特角入射时, 通过人为设计的膜系结构, 增加 S 分量的反射率, 并保持 P 分量的透射率为 1, 以达到 S 分量与 P 分量完全分离而产生线偏振光的效果^[3]。

本文讨论和制备的激光偏振膜是平板介质偏振膜。它是将膜层镀在透明平板基底上, 利

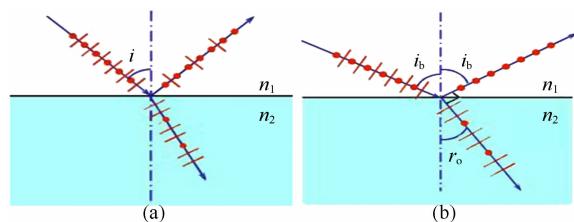


图 1 布儒斯特角的示意图: (a)一般情况; (b)布儒斯特角

用光以布儒斯特角入射介质膜时 S 分量与 P 分量反射带带宽的大小差异制成的。该偏振膜的工作原理是光的干涉。由于膜层 P 分量和 S 分量的有效折射率不同, 由此产生的偏振效应导致 P 分量和 S 分量的反射带宽不同, 进而在工作波段产生 P 分量高透、S 分量高反的偏振分光。

2 偏振膜的设计和优化

2.1 偏振膜结构设计理论

光学薄膜设计常用的膜系结构包括周期性对称膜系 $(\frac{H}{2}L\frac{H}{2})^S$ 或 $(\frac{L}{2}H\frac{L}{2})^S$ 、对称膜系 $(HL)^S H$ 或 $(LH)^S L$ 以及周期性膜系 $(HL)^S$ 或 $(LH)^S$ 。这三种膜系结构的共同特点如下: (1)随着周期数 S 的增大, 薄膜层数不断增加, 此时 S 分量的透过率会减小, 偏振消光比增大, 但是 P 分量的衰减也会逐渐增大, 因此通过适当增加膜层层数可以实现高偏振^[4]; (2)两种薄膜材料的折射率之差越大, P 分量和 S 分量的反射带宽度也越大, 由此可得到更高的 S 分量反射率和偏振消光比; (3)对于相同的膜系结构, 采用高折射率薄膜介质时所得的 S 分量反射率和偏振消光比更高。

$(\frac{H}{2}L\frac{H}{2})^S$ 、 $(HL)^S H$ 以及 $(HL)^S$ 的反射区

和透射区特性相似, 但周期性对称膜系的消光比较低, 其 P 分量透射率难以满足设计要求, 而周期性膜系的 P 分量衰减明显, 工作区域带宽难以展开。因此, 最终选择对称膜系 $(HL)^S H$ 作为初始膜系。

在工作点处的 P 分量和 S 分量的透射率及反射率满足设计要求的前提下, 由于制备过程

中的监控误差和膜层折射率变化会引起波长漂移，偏振膜应尽量展开带宽，所以 P 分量透射区的通带波纹应该尽量压缩^[5]。压缩通带波纹的一个简单方法是改变基本周期的膜层厚度，使其等效折射率接近预期。这就要求基片要有低折射率。另一种方法是在膜系最外层增加修正膜层，然后通过控制修正膜层的厚度变化来压缩通带波纹。但该方法的制备难度较大。更常用的方法是在膜系的每一侧都增加匹配层，且匹配层的修正导纳与基片和入射介质匹配。

激光入射膜层时会在多层膜内产生驻波电场。电场场强会使膜层界面容易产生激光损伤，而且高折射率膜层比低折射率膜层更容易产生激光损伤。鉴于驻波场分布的特点，可采用多种驻波场的设计方法使驻波电场的峰值从膜层界面和高折射率膜层移离，从而减小偏振膜损耗。常用方法包括增加低折射率膜层厚度、减小高折射率膜层厚度、适当减小最外几层高折射率膜层的厚度、使用非均匀或非 1/4 波长的薄膜等。

2.2 薄膜选材

激光偏振膜制备中的低折射率材料通常选择 SiO_2 ，而常用的高折射率材料包括 HfO_2 、 ZrO_2 、 TiO_2 、 Ta_2O_5 等。其中， ZrO_2 和 HfO_2 本身折射率偏低，因此消光比低，且所需膜层数多，造成制备难度过大； TiO_2 在沉积过程中极易分解或发生氧化还原； ZrO_2 在沉积过程中还容易产生杂质，导致应力过高，其与 SiO_2 组成的多层膜容易破裂^[5]； Ta_2O_5 的折射率高、吸收率小、稳定性好，尽管它在沉积过程中也容易产生杂质，进而影响成膜质量，但综合考虑材料的光学、力学、化学性能等多方面因素，还是选择 Ta_2O_5 作为偏振膜的高折射率材料。另外，选择氟化钙作为基底材料。它具有高透射率、低吸收系数和高激光损伤阈值，适合用作 2 μm 激光偏振膜的基底。

2.3 膜系设计及优化

表 1 列出了 2.06 μm 激光偏振膜的设计指标。选用的初始膜系结构为对称膜系

$\text{G} | (\text{HL})^{16} \text{H} | \text{A}$ 。其中，G 代表氟化钙基底，折射率为 1.4235；H 代表高折射率材料 Ta_2O_5 ，折射率为 2.1；L 代表低折射率材料 SiO_2 ，折射率为 1.43719；A 代表空气，折射率为 1。通过用 Essential Macleod 软件仿真得到 P 分量和 S 分量的透射率-波长曲线（见图 2）。

表 1 2.06 μm 激光偏振膜的技术指标要求

参数	指标
中心波长	2.06 μm
入射角	54.91°
P 光透射率	>98%
S 光反射率	≥99%

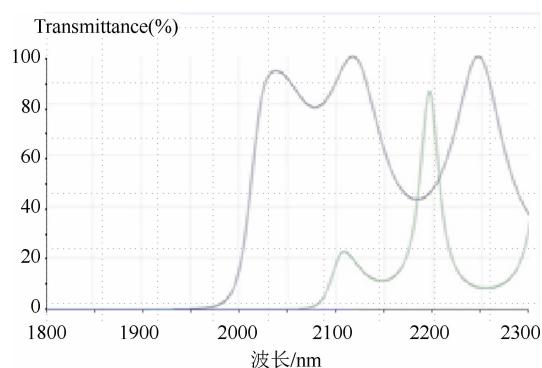


图 2 优化前的透射率-波长曲线

通过查看数据确认 2060 nm 处的 P 分量透射率远低于设计要求，且膜层仍存在带宽过窄的缺陷，因此需要对膜系结构进行优化以提高 P 分量的透射率，并对中心波长附近的工作带宽进行展宽。通过将薄膜最外几层的光学厚度修改为非 1/4 波长，并采用加镀匹配层的方法，压缩通带波纹，改善透射带的平坦度，提高消光比。通过将膜层厚度修改为非均匀周期并结合共轭迭代法对膜系结构进行优化，对工作区域进行一定的展宽，得到最终的膜系结构 $\text{G} | 1.836\text{H} \ 0.679\text{L} \ 0.926\text{H} \ 3.009\text{L} \ 1.022\text{H} \ 1.023\text{L} \ 1.023\text{H} \ 1.000\text{L} \ (1.000\text{H} \ 1.000\text{L})^{10} \ 1.079\text{H} \ 1.018\text{L} \ 0.999\text{H} \ 3.000\text{L} \ 1.460\text{H} \ 0.809\text{L} \ 0.610\text{H} | \text{A}$ 。图 3 所示为优化后 P 分量和 S 分量的透射率-波长曲线。

通过查看数据确认 2060 nm 处的 P 分量透射率为 98.72%，S 分量反射率为 99.73%，均

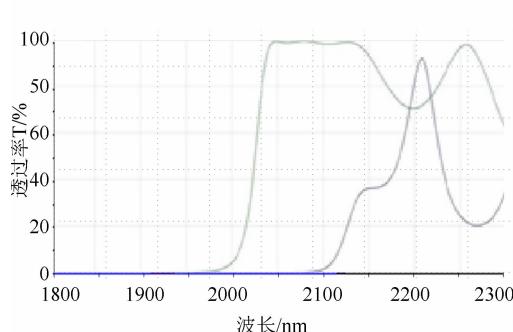


图 3 优化后的透射率-波长曲线

满足设计要求。

3 偏振膜的制备及工艺优化

3.1 偏振膜的制备

本文采用德国莱宝公司生产的 ARES 真空镀膜机(见图 4)。它主要由真空系统、热蒸发系统和膜层厚度控制系统等三部分组成。基于热蒸发真空镀膜和离子束辅助沉积的制备原理,该镀膜机使用钽舟作为蒸发源,配有行星夹具和 APS 离子源,并采用光电极值法主控、石英晶振法辅助控制的膜厚监控方式^[6-7]。依据工艺流程进行了偏振膜制备,最终得到了图 5 所示的偏振膜样品。



图 4 ARES 真空镀膜机

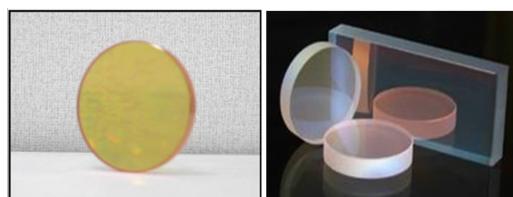


图 5 偏振膜制备样品

3.2 降低薄膜应力的方法

薄膜在单位面积截面上所承受的力称为薄膜应力。它能够反映薄膜内部的状态,是决定薄膜是否完整的重要因素。应力过大时会造成

薄膜损伤、破裂、脱落,使元件失去功能。影响应力大小的因素包括膜料自身情况、沉积过程和衬底情况等。采用数字波面干涉仪可以精确测量偏振膜应力。利用离子源辅助沉积和退火工艺可以有效减小薄膜应力。

离子源辅助沉积技术可消除由吸潮引起的波长漂移,提高膜层的稳定性,减小薄膜应力。离子源辅助沉积分为镀前和镀中轰击两个阶段。在镀前轰击基底表面时,高能离子可以清洁基板,创造高温条件,促进镀膜时材料的扩散、反应和注入效应^[8]。在镀中轰击阶段,高能离子源在基板与蒸发源之间建立稳定的等离子区,材料原子经等离子区时通过动量传递加速,持续入射膜与基底的界面。通过级联碰撞在初始界面周围形成原子混合过渡区,以提高膜与基底的结合力。图 6 所示为离子源辅助沉积状态。



图 6 离子源辅助沉积状态

退火工艺是指将材料在高温中暴露一定时间后再逐渐降温冷却的热处理工艺。该工艺具有释放薄膜应力,增加薄膜强度、延展性和韧性,减少吸收损耗的作用。

3.3 工艺优化

设定的 $2.06 \mu\text{m}$ 激光偏振膜初始制备工艺参数如下:离子源的偏置电压为 80 V,发射电流为 90 mA,环流为 1.0 A,充入 O_2 体积流为 18 sccm,充入 Ar 体积流为 14 sccm, Ta_2O_5 的蒸发速率为 0.7 nm/s , SiO_2 的蒸发速率为 0.5 nm/s ,基底温度为 150°C ,真空度为 $3 \times 10^{-5} \text{ Pa}$,冷却时间为 2.5 h。偏振膜制备后必须进行质量检测,因为在实际制备过程中,制备方法和相关工艺参数的差异会导致薄膜结

构存在一定的缺陷，使光谱特性发生一定变化^[9-10]。因此需要进行薄膜检测以保证实际使用环境下的光学和非光学特性符合要求。在光谱检测中，采用 Carry5000 型双光路分光光度计测量陪镀片在 2060 nm 处的光谱特性。图 7 所示为双光路分光光度计的测量原理图。

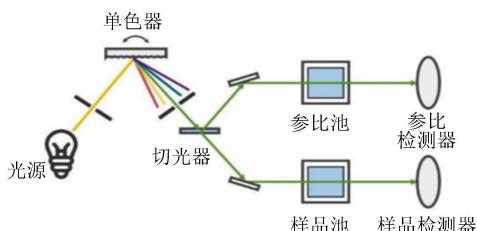


图 7 双光路分光光度计的原理图

测量结果显示，初始参数下偏振膜的光学特性与设计要求相差很大，且通带波纹较多，如图 8 所示。

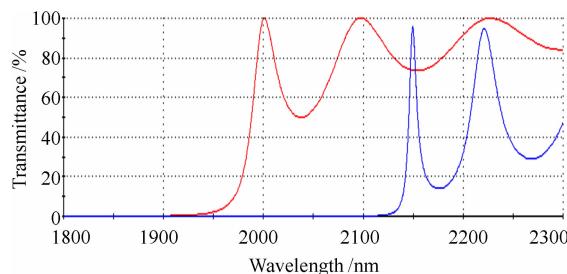


图 8 由初始测试获得的光谱图

经实验发现，一是基底温度过高导致 Ta_2O_5 部分晶化，正交或六方结构的晶体颗粒严重影响了光学性能；二是 Ta_2O_5 的蒸发速率过快，造成膜层均匀性和应力下降。通过反复实验可知，当基底温度降到 300℃ 而 Ta_2O_5 的蒸发速率降至 0.3 nm/s 时，所制备偏振膜的光学性能最优(透射率-波长曲线见图 9)。从图 9 中可以看出，在 2060 nm 附近，实际的 P 分量透射率为 99.0462%，S 分量反射率为 99.9300%。

我们再次对光学性能合格的偏振膜进行了膜层表面检测，未发现损伤、裂纹和针孔等破损；采用剥离法对薄膜力学特性进行了检测，未发现薄膜脱落现象。结果表明，该偏振膜的附着力优良、稳定性好，符合设计要求。本文成功研制出了 2.06 μm 激光偏振膜，并确定了

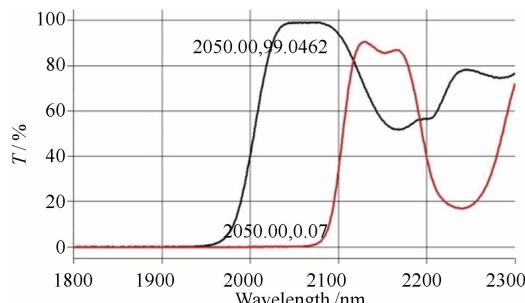


图 9 实测光谱曲线

制备这种偏振膜所需的工艺参数。

4 结束语

近红外激光偏振膜的研究工作十分复杂。膜系结构设计、制备工艺流程以及薄膜稳定性与应力的提高等方向都是难点和重点。目前，国内外的激光偏振膜相关研究工作开展得仍较少。本文对制备偏振膜所涉及的膜系结构设计、镀膜材料选择、真空制备流程和薄膜检测手段等多个方面进行了研究，并确定了以后继续改进的方向：

(1) 所制备偏振膜的激光损伤阈值仍然不高，在高功率激光器中使用时容易导致薄膜损伤，因此需要进一步研究可提高激光损伤阈值的技术手段。

(2) 本文仅在高折射率薄膜材料方面进行了对比研究，而在低折射率材料方面则选择了普遍使用的 SiO_2 ，因此未来可以研究不同高低折射率材料的组合。

(3) 偏振膜的环境检测还没有全面开展，因此可以进一步完善偏振膜检测体系。

参考文献

- [1] 唐晋发, 顾培夫. 现代光学薄膜技术 [M]. 浙江: 浙江大学出版社, 2006.
- [2] 刘华松, 姜承慧, 李士达, 等. 真空热处理对硫化锌薄膜光学与微结构特性的影响 [J]. 光学精密工程, 2017, 25(8): 2038–2045.
- [3] 刘永利, 张锦龙, 王占山. 一种大入射角容差宽带薄膜偏振器 [J]. 强激光与粒子束, 2014, 26(5): 052003.
- [4] 艾万君, 熊胜明. 离子束辅助沉积大口径光学薄膜

- [J]. 红外与激光工程, 2015, 44(12): 183–188.
- [5] 吴倩, 罗晋, 潘峰. 后处理对 HfO₂ 薄膜光学特性及抗激光损伤阈值的影响 [J]. 光学精密工程, 2016, 24(12): 3000–3004.
- [6] 铁坤, 赵丽, 郑权. 高损伤阈值激光反射镜的设计方法 [J]. 红外与激光工程, 2006, 35(2): 183–186.
- [7] 孙梦至, 王彤彤, 王延超, 等. 大口径反射镜高反射膜研究进展 [J]. 中国光学, 2016, 9 (2): 203–212.
- [8] 朱震. 光学薄膜在激光与红外技术中的应用 [J]. 激光与红外, 2006, 36(S): 792–796.
- [9] 刘志超, 郑轶, 潘峰, 等. 1064 nm 激光预处理对 HfO₂/SiO₂ 反射膜损伤形态转化影响研究 [J]. 红外与激光工程, 2017, 46(6): 56–62.
- [10] 陈淑妍, 齐立红, 陈波. 光学散射法表面特征的测量与分析 [J]. 红外与激光工程, 35(1): 82–85.