

文章编号: 1001-4322(2001)05-0529-04

HfO₂/SiO₂高反射膜的缺陷及其激光损伤*

胡建平, 陈梅, 付雄鹰, 柴林

(成都精密光学工程研究中心, 四川 成都 610041)

摘 要: 用原子力、Nomaski 和扫描电子显微镜等分析仪器, 对高损伤阈值薄膜常采用的 HfO₂/SiO₂ 薄膜进行了表面显微图象研究, 分析了薄膜常见的表面缺陷, 如节瘤、孔洞和划痕等。薄膜表面缺陷的激光损伤实验表明, 不同缺陷的抗激光损伤能力大不相同, 节瘤缺陷最低, 约为 15 J/cm², 薄膜的损伤阈值主要由其决定, 孔洞的激光损伤能力与节瘤相比较, 约为节瘤的 2~3 倍。节瘤缺陷在低能量密度的激光损伤所形成的孔洞, 与镀制过程中形成的孔洞形貌相似, 激光再损伤能力也相似。低能量密度的激光把节瘤缺陷变为孔洞缺陷是激光预处理提高薄膜损伤阈值的原因之一。

关键词: HfO₂/SiO₂ 高反射薄膜; 表面缺陷; 激光损伤

中图分类号: TN 24 **文献标识码:** A

薄膜的缺陷与薄膜的抗激光损伤能力密切相关, 是降低薄膜激光损伤阈值的主要原因, 薄膜在镀制过程中所造成的缺陷主要有应力缺陷, 结晶状态(单晶, 多晶等), 微结构(杂质颗粒, 节瘤, 孔洞等)缺陷等^[1~7]。HfO₂/SiO₂ 薄膜的不同缺陷对薄膜的激光损伤阈值有不同的影响, 并且所对应的激光损伤能量密度也不相同, 节瘤缺陷的激光损伤能量密度最低, 薄膜的激光损伤阈值基本由节瘤缺陷所决定。本文针对我们镀制的 HfO₂/SiO₂ 高反薄膜, 通过原子力显微镜(AFM), Nomaski 显微镜和扫描电镜(SEM)等, 分析了薄膜的节瘤、孔洞及划痕等缺陷的形貌特征, 及其激光损伤特性。

1 薄膜的缺陷

为了提高薄膜质量, 增强抗激光损伤能力, 应消除薄膜中的各种缺陷, 但在薄膜镀制过程中, 以现有技术不可能根除缺陷的产生, 只能采取适当的方式, 减少各种缺陷的产生。HfO₂/SiO₂ 薄膜常见的缺陷主要有膜表面上的节瘤、孔洞、裂痕、划痕和疤痕等。这些缺陷, 特别是节瘤, 大大降低了 HfO₂/SiO₂ 薄膜的抗激光损伤能力。

1.1 节瘤(nodular)缺陷

节瘤缺陷是影响 HfO₂/SiO₂ 薄膜激光损伤阈值较大的一种薄膜缺陷, 在薄膜中的形态如图 1 所示,

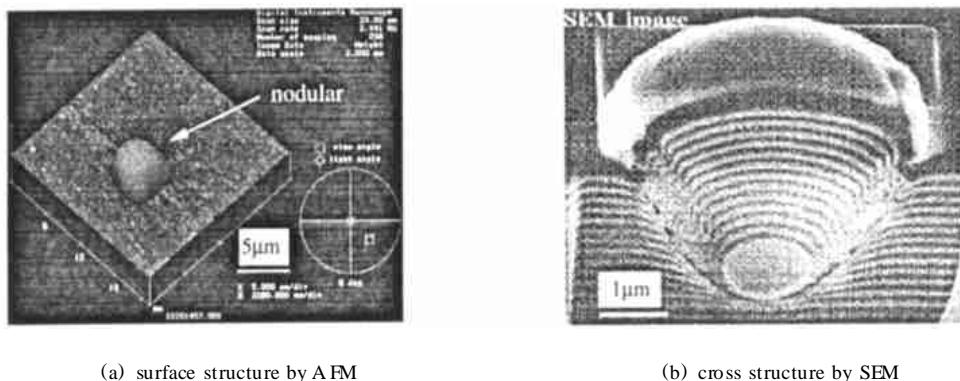


Fig 1 The nodular morphology of HfO₂/SiO₂ highly reflective coatings

图1 HfO₂/SiO₂高反射膜的节瘤缺陷

* 收稿日期: 2001-04-02; 修订日期: 2001-06-08

基金项目: 国家863惯性约束聚变领域资助课题(863-416-2)

作者简介: 胡建平(1964-), 男, 硕士, 副研, 主要从事光学元件激光损伤研究, 成都450信箱。

HfO_2 或 SiO_2 节瘤种子颗粒由膜层包裹,在薄膜表面形成节瘤突起。节瘤缺陷由薄膜镀制过程中引入,主要由膜材料经电子束加温后,材料的相变使膜料产生喷溅形成。喷溅过程中,膜材料颗粒(一般大小为 μm 量级)与膜材料蒸汽(一般为分子状态)被沉积到镀膜基片上,随后蒸镀的膜层依次覆盖在该种子颗粒上,形成薄膜的节瘤缺陷。

在 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 膜堆中,蒸镀 HfO_2 材料引入的节瘤缺陷比蒸镀 SiO_2 材料引入的密度要大的多。 HfO_2 膜材料由于热导低,电子束蒸发时融化温度高,可达2700,因而热融时难以除尽膜料深层中的气泡,未除尽的气泡在蒸镀过程中会引起膜料喷溅。另外,由于 HfO_2 热导低,膜料在蒸镀过程中易形成挖洞效应,而 HfO_2 膜料从单斜晶态相变到四方晶态,产生3.8%的体积膨胀,由此产生的应力也能引起 HfO_2 颗粒喷溅^[8]。

1.2 孔洞、划痕和疤痕缺陷

薄膜成膜过程中,由于各种原因易形成孔洞、划痕、疤痕等表面形貌缺陷,如图2所示,划痕主要由基片或薄膜擦伤所致,孔洞缺陷在薄膜表面较为常见,在薄膜镀制过程中产生,形成的具体机理不明,可能与镀膜基片表面抛光过程中形成的微缺陷及膜材料有关。在Nomaski显微镜下观察,镀膜基片表面有许多 μm 量级的坑状缺陷,另外,在相同的条件下,掺 Y_2O_3 的 ZrO_2 镀制的薄膜,孔洞密度明显降低^[9]。孔洞依大小可分为针孔及平底孔洞,针孔的大小一般为0.2~2.0 μm ,而平底孔洞的大小一般为5~10 μm ,深度一般在1 μm 左右,图3为一典型平底孔洞的原子力显微图貌。镀膜过程中形成的疤痕,很少见,形成原因不明,大小一般在500 μm 左右。疤痕表面粗糙,主要表现为孔洞等缺陷聚集,可能与基片表面及镀膜过程有关。

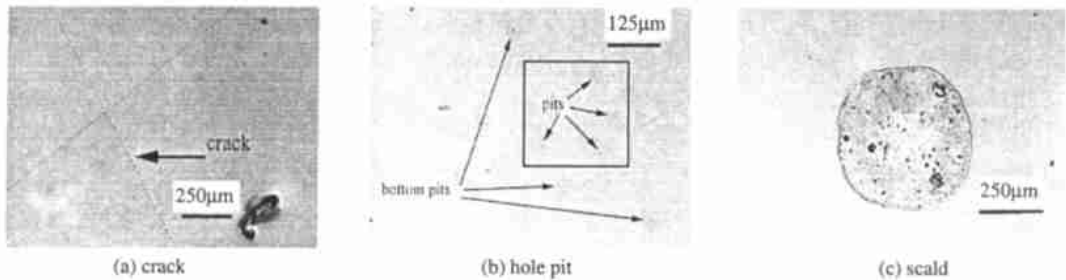


Fig 2 Defects of the surface of $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ highly reflective coatings took by Nomaski microscope
图2 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反射膜典型的表面缺陷的Nomaski显微图貌

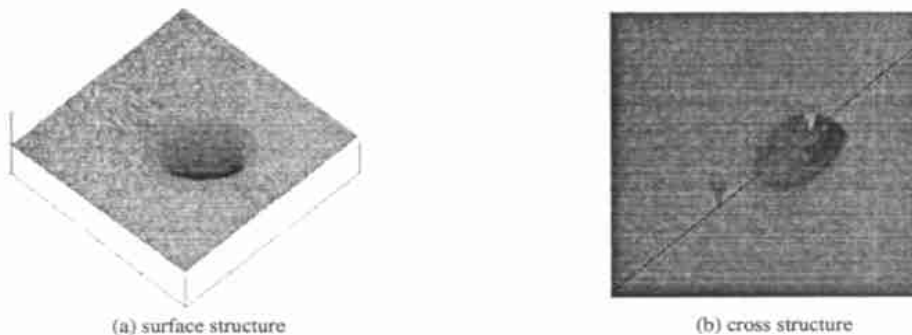


Fig 3 Typical morphologies of bottom pit of HR coatings took by AFM microscope
图3 平底孔洞的典型原子力显微图貌

2 薄膜缺陷的激光损伤

对 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反射膜进行了激光损伤实验,激光损伤阈值测量装置主要由单纵模Nd:YAG激光器,3m聚焦透镜,CCD光束测量仪,能量计及Nomaski显微镜组成。测试激光波长1064nm、脉宽10ns,样品处测试光束直径约1.5mm,光斑有效面积为1.045 mm^2 左右,激光损伤测试按1-ON-1方式进行。在

损伤测试过程中,发现薄膜缺陷与薄膜的激光损伤特性密切相关。孔洞的激光损伤如图4所示:薄膜较明显的孔洞有四处;在能量密度 $38\text{J}/\text{cm}^2$ 的激光脉冲辐照下,孔洞3处损伤,孔洞1,2处无损伤;三个脉冲后,孔洞1处损伤;七个激光脉冲后,孔洞3处损伤进一步扩大,孔洞2仍无任何损伤。由此推断,同一薄膜的孔洞缺陷之间损伤阈值也不相同,这可能与孔洞之间的细微结构与形状的差别有关。

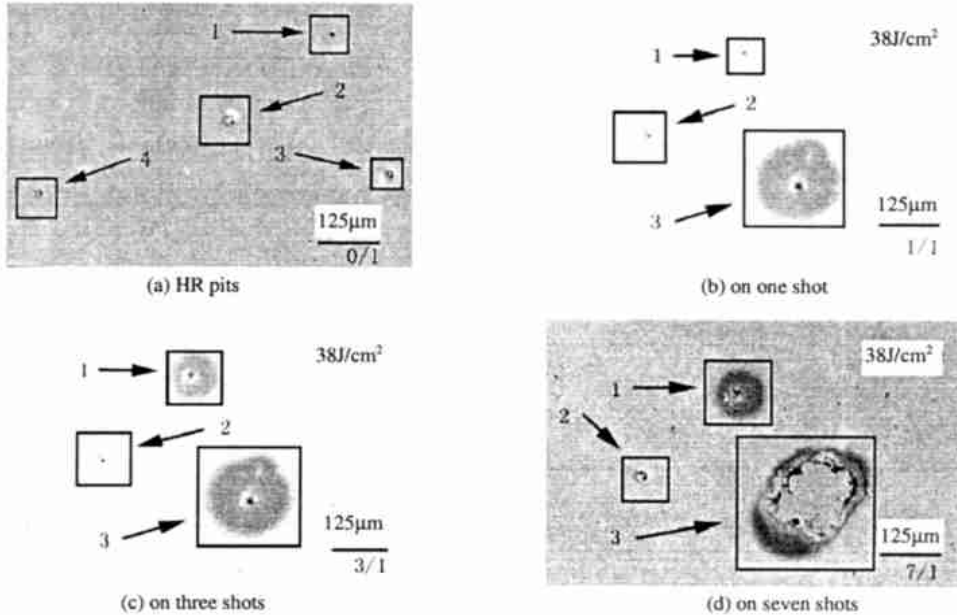


Fig 4 Morphologies of the HR pits and their laser damage took by Nomaski microscope

图4 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜的孔洞缺陷及孔洞缺陷经激光照射后损伤的Nomaski显微图貌

$\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 薄膜的节瘤缺陷,划痕和疤痕等缺陷的典型激光损伤图貌如图5所示。从图中可以看出,节瘤缺陷的激光损伤图貌中间有一 $1\sim 5\mu\text{m}$ 的圆形坑,为节瘤缺陷吸收激光能量形成高温等离子体喷溅造成,孔洞周围薄膜有表面烧蚀的痕迹,大小与激光能量有关,孔洞周围有三根裂纹,为节瘤颗粒形成的高温等离子体喷溅时,引起周围应力变化造成。薄膜划痕的激光损伤表现为划痕附近薄膜的等离子体烧伤,疤痕的损伤从图片上看,与孔洞损伤相似。

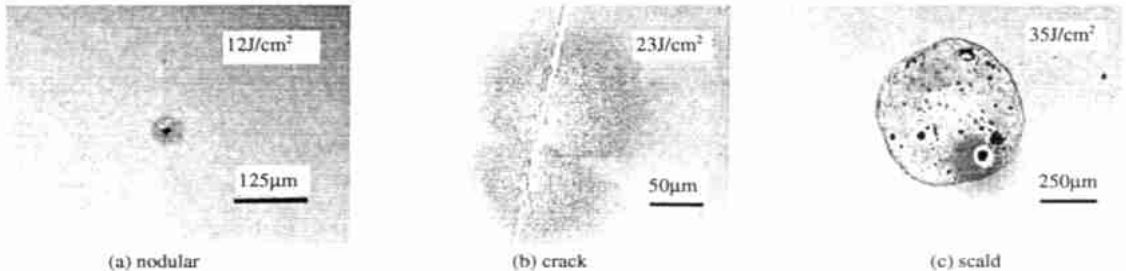


Fig 5 Typical damage morphologies of HR defects took by Nomaski microscope

图5 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜表面缺陷的典型激光损伤Nomaski显微图貌

对于同一种 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 薄膜的缺陷,节瘤缺陷的激光损伤阈值最低,在激光损伤阈值附近的能量密度下,节瘤缺陷几乎均损伤,能量密度偏差也不大,而孔洞缺陷之间的最低损伤能量密度和最高损伤能量密度差别较大,最低损伤能量密度比节瘤的高 $2\sim 3$ 倍。从激光损伤能量密度大小看,节瘤缺陷最低,划痕次之,而孔洞较高,因而薄膜的零概率损伤阈值主要由节瘤缺陷的激光损伤能量密度决定。

节瘤缺陷在低能量密度下损伤,图貌表现为孔洞和小块烧蚀,此等离子体喷溅形成的孔洞与镀膜形成的孔洞相似,其再损伤能力也与薄膜孔洞相似,大部分比孔洞的最低损伤能量密度高。在 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反膜激光损伤实验中,发现从低能量密度到高能量密度辐照,有的辐照点在低能量密度下如 $13\text{ J}/\text{cm}^2$

cm^2 损伤,可是在后续的激光辐射中,能量密度直到 $40\text{J}/\text{cm}^2$,薄膜辐射点不再发生进一步损伤扩大。这种效应可能是激光预处理提高薄膜抗激光损伤能力的原因之一,低能量密度激光损伤清除了薄膜的潜在损伤源,特别是节瘤缺陷,使其不致在高能量密度激光照射下发生灾难性的大尺寸损伤。

3 结 论

薄膜的激光损伤主要由薄膜的各种缺陷引起, $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反射膜缺陷的显微结构分析表明,薄膜的表面缺陷主要有节瘤、孔洞、划痕和裂纹等,节瘤缺陷由镀膜过程中膜材料喷溅形成,主要为 HfO_2 节瘤缺陷。 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 薄膜中的节瘤、孔洞、划痕等缺陷,其最低激光损伤能量密度不尽相同,其中节瘤缺陷的激光损伤能流密度最低,划痕次之,孔洞较高,因而 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 薄膜的零概率损伤阈值主要由节瘤缺陷决定。激光预处理增强激光损伤阈值的原因之一可能是在激光预处理中,低能量密度的激光清除了薄膜膜层中的节瘤缺陷,使其形成无害的孔洞,从而提高了薄膜的抗激光损伤能力。

参考文献:

- [1] Genin F Y, Stolz C J, Kozbowski M R. Growth of laser-induced damage during repetitive illumination of $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ multilayer mirror [R]. UCRL-JC-124871.
- [2] Ferris K F, Chich L A. Microstructural Size Effect on the Dielectric Response of Inhomogeneous Media [A]. Proc of SPIE [C]. 1998, 3244: 142—148.
- [3] Genin F Y, Stolz C J. Morphologies of Laser-induced damage in hafnia-silica multilayer mirror and polarizer coatings [R]. UCRL-JC-124879.
- [4] Kozbowski M R, Tench R J. Influence of defect shape on laser-induced damage in multilayer coatings [A]. Proc of SPIE [C]. 1994, 2253: 743—750.
- [5] Tench R J, Kozbowski M R, Chow R. Investigation of microstructure of coatings for high power lasers by non-optical techniques [A]. Proc of SPIE [C]. 1994, 2253: 596—602.
- [6] 付雄鹰,孔明东,胡建平. 波长1064nm 脉冲激光高阈值反射膜的研制[J]. 强激光与粒子束, 1999, 11(4): 413—417. (Fu X Y, Kong M D, Hu J P. The deposition of HR coating with high damage threshold for 1064nm laser. *High power laser and particle beams*, 1999, 11(4): 413—417)
- [7] 胡建平,邱服民,付雄鹰,等. SiO_2 半波覆盖层对 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 高反射膜激光损伤的影响[J]. 强激光与粒子束, 2001, 13(2): 137—141. (Hu J P, Qiu F M, Fu X Y, et al. Effect of $\lambda/2$ silica overcoat on laser damage of hafnia/silica HR coating. *High power laser and particle beams*, 2001, 13(2): 137—141)
- [8] Chow R, Falabella S, Loomis E G, et al. Reactive evaporation of low defect density hafnia [J]. *Appl Opt*, 1993, 32: 5567—5574.
- [9] 范正修,胡海洋,范瑞瑛,等. 高强度激光薄膜的研制[J]. 强激光与粒子束, 1999, 11(2): 195—200. (Fan Z X, Hu H Y, Fan R Y, et al. study and preparation of the high power laser coatings. *High power laser and particle beams*, 1999, 11(2): 195—200)

Relation between laser damage and defects of $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ HR coatings

HU Jian-ping, CHEN Mei, FU Xiong-ying, CA IL in

(Chengdu Fine Optical Engineering Research Center, P. O. Box 450, Chengdu 610041, China)

Abstract In the application of high-power lasers, damage of coating multilayers of laser systems mainly limits the laser performance, so there is great interest in reducing the susceptibility of optical coating damage. In this paper, defects of $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ high reflected coatings and their laser damage are studied in details. The coating samples were deposited by e-beam evaporation onto K9 glass substrates using hafnia-silica materials. The defects and damage morphologies of coating were observed and analyzed by AFM, Nomaski and SEM microscopes. In damage experiment, it was found that the coating onset damage is mainly caused by nodular defect. The laser energy density for damaging the pits (flat bottom pits for example) is 2—3 times as that (about $15\text{J}/\text{cm}^2$) for damaging nodular. The size and anti-damage ability of the pits formed from nodular damage is similar to that of the pits formed from the coatings deposition. The low energy density laser's turning nodulars into pits is one of the reasons that laser pretreatment improves the damage threshold of the hafnia/silica coatings.

Key words $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ HR coatings; defects of coatings; nodular and laser damage