

大尺寸宽带偏振薄膜的制备与测试

胡海洋 范正修 汤兆胜

(中国科学院上海光机所 上海 201800)

提要 用计算机辅助设计, 依靠膜系自身匹配原则, 压缩通带波纹, 以此提高偏振膜的带宽和稳定性; 同时对偏振膜的材料选择、膜系设计以及实际测量进行了研究, 并在此基础上设计并制备出以 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 为镀膜材料, 使用角度为 60° ; 工作波长为 1053 nm 的多层薄膜偏振片, 该偏振片具有良好的光学性能和比较高的抗激光损伤阈值。

关键词 带宽, 光谱性能, 激光损伤阈值, 通带波纹, 光学薄膜, 角谱

1 引 言

薄膜偏振片于 70 年代后期开始应用于强激光系统。为了获得尽可能高的效率和尽可能好的光学质量, 其性能必须具有以下特点: (1) 尽可能高的平行分量 (P 分量) 透过率 T_P 和尽可能低的垂直分量 (S 分量) 透过率 T_S ; (2) 足够高的消光比; (3) 尽可能高的抗激光强度。

虽然较简单的制备工艺就可以制出比较高的平行分量透过率 T_P 的偏振膜, 但由于其较好的性能只能出现在一个很窄的光谱范围, 而偏振膜的光谱曲线易受环境和使用条件的影响而产生漂移, 即使做得出好的偏振片, 其性能也很难在使用过程中保持稳定, 这就使其应用受到很大限制, 为此, 进行“宽带”偏振膜的研制是非常必要的^[1]。在此以前, 我们主要采用修正膜层的厚度以及等效折射率匹配两种方法, 通过抑制平行分量的第一个通带反射率以达到加宽偏振膜的工作带宽。但这两种方法或多或少都会影响偏振膜的本征带宽。虽然这对 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ 为主膜系的材料组合问题不大, 但对高低折射率比不高的材料组合就有不小的影响。为此我们采用非 $\lambda/4$ 膜系设计的新方法, 通过膜系设计自身匹配实现了更高性能的偏振膜制备。同时考虑到大型激光系统中较大尺寸以及高损伤阈值的偏振膜要求, 我们从薄膜材料的选择、膜系设计的改善、制膜工艺的改进以及大尺寸样品的检测技术上进行了一系列的改进工作, 并在此基础上, 成功地研制出了在 $1.06 \mu\text{m}$ 附近 20 nm 以上的波长范围内 $T_P \geq 97\%$, $T_S \leq 1\%$ 的偏振膜, 其尺寸在 $\phi 200 \text{ mm}$ 以上, 损伤阈值大于 15 J/cm^2 。

2 偏振膜材料的选择

从薄膜的设计和制备角度来说, 选择高低折射率差值越大的材料组合, 设计和制备的偏振膜的带宽就越宽^[2]。这一点的好处是能容许中心波长有较大范围的移动, 在层数相同的情况

下, 差值大的材料组合较差值小的材料组合能得到较高的反射率, 这可以减少材料的用量。这方面材料典型组合有 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, $\text{ZnO}_2/\text{SiO}_2$, $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 等。但从激光对薄膜的破坏这一角度来说, 薄膜的阈值也同样重要。作为一般减反射用途的增透膜即使被打坏, 只是对光强有一些减低, 对光路的影响并不太严重, 但偏振膜的损伤就会导致整个偏振的失效。因此, 对偏振膜来说, 高的抗激光损伤阈值尤为重要, 没有高的阈值, 再优良的光谱性能也没有实用价值。虽然影响薄膜阈值的因素很多, 不仅随激光波长的脉冲宽度、焦斑大小的不同而变化, 而且与薄膜本身的吸收、散射、热扩散、折射率及薄膜内的杂质和缺陷等有关^[2], 但在制备手段一定(一般采用电子束加热蒸发)的情况下, 薄膜阈值主要取决于镀膜材料本身的固有特性。由于 TiO_2 在制备时先产生分解, 后在充氧的条件下进行氧化还原, 因存在氧化还原不彻底性以及这种材料本身对激光能量有累积作用的缺点, 该法制备的薄膜吸收系数大, 损伤阈值较差。因此, 目前我们主要选用 ZnO_2 , HfO_2 等次高折射率材料, 这种材料具有较低的吸收系数, 承受的损伤阈值较高。虽然这种材料存在制备所需层数较多、膜面较粗、增加制备难度等缺点, 但为兼顾阈值和光性这两方面的要求, ZnO_2 , HfO_2 仍是首选材料。

3 膜系设计

3.1 工作区宽度与入射角的选择

图 1 为薄膜偏振片的理想模型图, 在相对波数坐标中, 两个分量(P 分量和 S 分量)的截止带的半宽(Δg_i) 与入射角度的关系可通过下式计算

$$\Delta g_i = 2/\pi \sin^{-1}[(\eta_h - \eta)/(\eta_h + \eta)], (i = S, P) \quad (1)$$

对 P 分量 $\eta_h = n_H/\cos\theta_t$, $\eta = n_L/\cos\theta$

对 S 分量 $\eta_h = n_H \cos\theta_t$, $\eta = n_L \cos\theta$

由此, 工作区的宽度

$$\Delta g_w = \Delta g_P - \Delta g_S \quad (2)$$

根据公式(1)和(2)可以得出, 随着入射角 θ 的增大, Δg_P 增大, 而 Δg_S 减小, 其结果是工作范围 Δg_w 就越大, 偏振效果越明显。但如果入射角过于加大, 光束面积就扩得很大, 需要的玻璃基板也相应增大, 这就给光学加工带来了困难, 因此常用的入射角是采用布儒斯特角, 从安

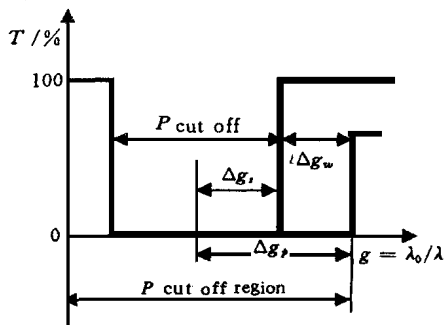


图 1 偏振膜片理想模型图

Fig 1 Ideal mode of polarizer

装考虑, θ 一般取 $55^\circ \sim 60^\circ$ 。

3.2 偏振薄膜的稳定性

理论上利用满足布儒斯特角的任何一个以四分之一波长为周期的全反膜^[3], 都可得到一个对单波长有效的偏振膜, 如图 2(a) 中 A 点所示。但这种膜的使用价值不大, 因为在受环境和使用条件的影响时, 偏振膜的光谱性能会产生漂移, 造成光路系统的不稳定, 图 2(a) 中 T_P 及 T_S 在通带中出现的波纹振荡将严重地影响偏振膜的带宽及稳定性。从制备工艺看, 这种不稳定性也造成难以重复及不利于装校的缺陷。因此, 必须对偏振膜通带波纹进行压缩修正, 使其在保持 A 点高透过率的同时, 提高 B 点的透过率, 从而获得较好的光学性能。

压缩通带波纹的方法很多, 首先, 比较常规的方法有修正膜层厚度的匹配方法。^[4]该方法是

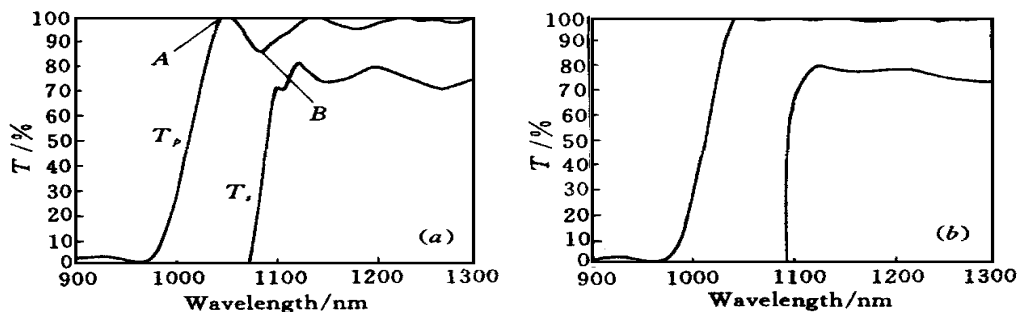


图 2 理论光谱曲线

(a) 未经修正处理; (b) 经修正处理

Fig 2 Theoretical curve of spectrum

(a) not modified; (b) modified

利用在膜表面靠近空气的外层增加修正膜层, 通过控制修正膜层的厚度来压缩通带波纹。这种方法制备的薄膜对膜的厚度过于敏感; 而且, 还必须采用调换比较片法严格控制修正层厚度; 其监控波长需采用多波长。由于上述的缺点, 造成了制备工艺的复杂与不稳定, 因此这种方法已逐渐被淘汰。

其次, 等效折射率匹配方法也是较为常用的方法之一。这种方法是在原有膜系的每一侧加镀另一种薄膜材料作匹配层, 以达到修正膜系的目的。该法变多波长控制为单波长控制, 省去了换比较片的麻烦。但是, 要想获得较好的匹配组合, 两种材料的折射率必须具有较大的差值。考虑到目前所能采用的高折射率材料很少, 而且它们之间的折射率差值极为有限, 同时受选择高损伤阈值薄膜材料的限制, 这种方法也不适合高功率偏振膜的设计。

考虑到上述问题, 我们避开常规, 将原先采用增加匹配层的思路转变为依靠膜系设计以求自身匹配, 同时在监控方法上采用倍频光监控, 即半波监控, 使膜层厚度都是倍频光 λ 的整数倍。对于以 $\lambda/4$ 膜系为初始膜系的偏振膜, 采用半波监控使得膜层厚度最小可达到 $\lambda/8$ 。也就是说, 变原来的 $\lambda/4$ 膜系为 $\lambda/8$ 膜系, 这种厚度的膜层本身就构成对膜系的修正匹配层。这种方法的优点有: (1) 自身修正, 不增加匹配膜层; (2) 采用单一材料, 克服材料选择限制; (3) 单波长控制, 无需更换比较片; (4) 工作区比较宽。

采用这种方法, 我们设计了如下的膜系

$$\text{基板} \left\| \begin{matrix} L & L & H & H & L \\ 2 & 2 & 2 & 2 & 2 \end{matrix} \right\| \left[\begin{matrix} H & H & L & L \\ 2 & 2 & 2 & 2 \end{matrix} \right]^8 \left\| \begin{matrix} H & H & 3L & H & 3L & H & 3L \\ 2 & 2 & 2 & 2 & 2 & 2 & 2 \end{matrix} \right\| \left[\begin{matrix} H & H & L & L \\ 2 & 2 & 2 & 2 \end{matrix} \right]^8 \left\| \begin{matrix} H & 3L & H \\ 2 & 2 & 2 \end{matrix} \right\| \text{空气}$$

其中 $n_H = 1.94$, $n_L = 1.48$, $\lambda = 1064 \text{ nm}$ 。

图 2 (a), (b) 显示了经过自身匹配法修正前后的偏振膜光谱的理论曲线。

4 镀膜工艺的改善

实验样品是在一米镀膜机上制备的, 为了制备大尺寸、高损伤阈值、更优光学性能的偏振膜, 在镀膜工艺上进行了以下有益的改进:

(1) 真空系统的改造: 采用分子泵获取高真空, 相对扩散泵而言实现了半无油状态, 高速

旋转的叶片大大地减少了返油污染,从而提高了薄膜的损伤阈值。

(2) 制备环境的改造: 杂质污染是降低薄膜损伤阈值的重要因素^[6], 在改造真空系统降低返油污染的同时, 也考虑到了其他可能引进污染的因素。其中, 电子枪灯丝的污染是改造的重点。电子束进行 180° 偏转轰击材料, 整个灯丝表面和蒸发材料的表面处在同一水平面, 灼热的灯丝随着镀膜材料的蒸发, 灯丝材料本身的钨原子也随着蒸发, 这个问题在比较长的一段时间里没有引起注意。目前, 我们采用通过在灯丝部位安装挡板使灯丝隐蔽和使用新的 270° 偏转的电子枪来加以解决。

(3) 超声清洗技术: 为了对大尺寸玻璃基底进行清洗, 使整个表面得到均匀的清洗能量, 需要采用超声清洗器。一般的超声清洗器的振子安装在超声波槽的底部, 起振时能量由下往上逐渐减弱。由此无论把玻璃表面与底面水平放置, 还是垂直放置, 对于大尺寸玻璃来说, 能量总是不均匀。为此我们对其进行了改造, 将其振子安装在清洗槽的侧面, 把大玻璃平行于侧面放置, 玻璃的两个表面将同时得到均匀清洗; 另外, 在超声频率的选择上, 我们选择较高频率的发生器, 使气泡较细和密度较大, 防止超声波可能对玻璃表面的损伤。

5 偏振膜特性测量

本次实验所用样品分别采用三种膜系结构设计方法制备。其中: 膜系⁻以 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 为材料以自身匹配法进行修正, 膜系⁻以 $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$ 为材料以厚度匹配法进行修正, 膜系⁻以 $\text{HfO}_2/\text{Tl}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ 为材料以等效折射率匹配法进行修正, 其入射角在 $55^\circ \sim 60^\circ$ 范围, 测试结果如下。

5.1 角谱测量

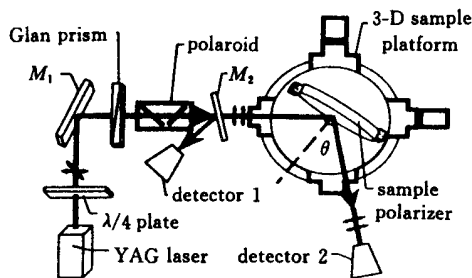


图3 偏振膜角谱测量装置

Fig 3 Angular spectrum measurement setup of polarizer

为直接测量大偏振膜片的光谱特性, 我们建立了如图3所示的装置, 通过直接测量大样品偏振膜反射率角谱来反映其光谱特性。

YAG 激光器输出 $1.064 \mu\text{m}$ 激光束, 经 $1/4$ 波片使线偏振光转为圆偏振光并由格兰棱镜和偏振片组成的偏振器转化为平行分量 (P 分量) 偏振光。取样板反射信号作为参考信号, 反射率为 R_1 , 被炭斗 D_1 接收, 透过取样板的光束入射偏振膜, 大尺寸偏振膜样品安装在一个可同时能调节俯仰和前后位置及方位的测量转盘上, 偏振膜可以在度盘上作大角度自由旋转并确定入射角。设参考信号为 I_1 , 样品信号为

I_2 , 则偏振膜反射率为

$$R_P = \frac{I_2 R_1}{I_1 (1 - R_1)}$$

在测量时应确保入射到样品表面的 P 分量偏振光的纯度, 由于偏振膜对 S 分量的强反射性能, 即使微弱的 S 光也会造成测量的失效。为此, 我们特意在格兰棱镜检偏器后又放置一对偏振膜片以增强偏振效果。表1是测量的三块偏振膜样品的 P 分量角谱特性, 由表可见, 三块样品在 $55^\circ \sim 60^\circ$ 大角度范围内 P 分量的反射率都在2%以下, 这说明带宽很大。通过比较不难

发现: 采用自身匹配法修正膜系的 S_1 样品在 $56^\circ \sim 58^\circ$ 的范围内其反射率 R_p 都小于 0.3% , 而其他两种膜系的样品只能在很小的角度内达到如此高的偏振效率, 表明了自身匹配法制备宽带偏振膜的优越性。

表 1 偏振膜角谱特性
Table 1 Angular spectrum data of polarizer

Sample	Coating design	Coating material	R_p					
			55°	56°	57°	58°	59°	60°
S_1	—	HfO_2/SiO_2	0.55%	0.3%	0.25%	0.2%	0.75%	0.5%
S_2	—	HfO_2/SiO_2	0.56%	0.3%	0.6%	0.64%	0.75%	0.8%
S_3	—	$HfO_2/TiO_2/SiO_2$	1.2%	0.85%	0.76%	0.74%	0.3%	0.2%

5.2 偏振膜损伤阈值的测量

偏振膜的损伤阈值测量采用 1-ON-1 激光损伤实验装置^[6], 如图 5 所示, 电光调 Q 振荡器组成 Nd:YAG 激光系统, 输出波长为 $1.06\ \mu\text{m}$, 脉宽为 5 ns, 工作模式为 TEM₀₀, 入射光经一焦距为 210 mm 消像差非球面透镜聚于样品靶面。大尺寸样品安装在一个四维可调精密调整架上, 为了满足偏振膜设计和使用要求, 激光束以 60° 斜入射到样品上。测量焦斑面积采用高斯拟和法^[6], 测量的是垂直入射的焦斑大小。斜入射时的焦斑面积为: $A = 1/4\pi d^2/\cos 60^\circ = 1/2\pi d^2$, 式中 d 为光强 $1/e^2$ 的焦斑半径。损伤阈值的定义见文献[7, 8]。

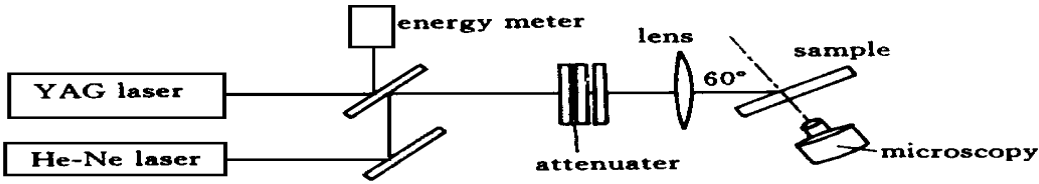


图 4 激光损伤测试装置
Fig. 4 Experimental setup for laser induced damages of polarizer

表 2 所示是测量的三块样品的损伤阈值, 其测量结果与偏振膜内的场强分布规律非常符合。由驻波场理论可知, 对 S 分量激光而言, 偏振膜就象一块普通的反射膜一样, 其场强最强区分布在靠介质的表面几层膜内, 最大场强小于入射光强, 并且场强随着层数的增加迅速衰减。 P 分量的光强分布在整个偏振膜, 最大强度落在中间几层膜上, 表面膜层因场强低, 对内部膜层起一定的保护作用, 所以偏振膜对 P 分量有较高的损伤阈值。同时样品 S_3 由于受膜系材料所限, 其损伤阈值较低, 因此不适宜高功率激光系统的应用。

表 2 偏振膜的激光损伤阈值
Table 2 Laser induced damage thresholds (LDT)

Sample	Coating design	Coating material	$LDT/J/cm^2$	$LDT/J/cm^2$	$LDT/J/cm^2$ Normal light
			Horizontal polarized light (P)	Vertical polarized light (S)	
S_1	—	HfO_2/SiO_2	20.2	16.3	18.23
S_2	—	HfO_2/SiO_2	16.6	12.5	15.52
S_3	—	$HfO_2/TiO_2/SiO_2$	9.60	7.54	9.07

致谢 中国科学院上海光机所黄日程、陆月妹工程师为本实验提供了优质的光学薄膜样品, 刘晔高工对样品的测量给予了极大的帮助, 在此, 作者特致以谢意。

参 考 文 献

- 1 Fan Zhengxiu, Fan Ruiying, Lu Yuemei Preparation of hard film polarizer with wide frequency-band near $1.06\ \mu\text{m}$. *Chinese Journal of Infrared Research*, 1982, (1): 121~ 130
- 2 Huang Richeng, Lu Yuemei Preparation of Film Polarizer with High Performance The 4th National Laser Science Academic Symposium, 1997, (5): 328~ 333
- 3 Shi Zhengrong, Fan Zhengxiu The developing and analyzing about film polarizer. *LF12 1987 Annual Report*, 1987, 292~ 300
- 4 Peifu Gu Technology of Thin Film Coating Zhejiang: Zhejiang University Publishing House, 1990 200 ~ 217 (in Chinese)
- 5 Hu Haiyang, Fan Zhengxiu, Liu Ye *et al.* Effect of impurities on laser induced damage to $1.06\ \mu\text{m}$ optical coatings *Chinese J. Lasers* (中国激光), 1999, **A26**(6): 489~ 492 (in Chinese)
- 6 Li Zhongya, Li Chengfu, Fan Zhengxiu Laser induced damage of polarizer *Chinese J. Lasers* (中国激光), 1990, **17**(Special Issue on Laser Devices): 167~ 169 (in Chinese)
- 7 J. O. Porteus, S. C. Seitel Absolute onset of optical surface damage using distributed defect ensembles *Appl Opt*, 1984, **23**(21): 3796~ 3805
- 8 Matthew Hooker, Stephane Wise, Milfred Thomas *et al.* Laser-induced damage threshold and certification procedures for optical materials *NASA Reference Publication* 1395, June 1997

Preparation and Testing of Large Size Wideband Film Polarizer

Hu Haiyang Fan Zhengxiu Tang Zhao sheng

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

Abstract Using computer aided designing and self-matching of coating system to compress the pass-band corrugation, large size film polarizer series with good qualities in a wide spectral range were developed to satisfy requirements for very high power laser. HfO_2 and SiO_2 were used as the material of the film. The work-angle of these multilayer film polarizers is 60° and the work-wavelength is $1053\ \text{nm}$. Some testing experiments and laser induced damage experiments were done to testify the optical performance and the damage thresholds of the film polarizers

Key words band width, optical spectral performance, laser induced damage threshold, pass-band corrugation, optical thin film coatings, angular spectrum