

文章编号: 1006-4710(2012)01-0045-04

激光场强分布对类金刚石薄膜激光损伤阈值的影响

吴慎将^{1,2}, 施卫¹, 苏俊宏²

(1. 西安理工大学 理学院, 陕西 西安 710054; 2. 西安工业大学 光电工程学院, 陕西 西安 710032)

摘要: 采用非平衡磁控溅射技术,在双面抛光的硅基底上沉积了 DLC 薄膜,基于 ISO11254-1 损伤测试平台对 DLC 薄膜进行了损伤阈值测试;计算了 DLC 薄膜激光场强及温度场分布,对比了激光场强与损伤阈值的关系。计算结果显示:薄膜表面激光场强增大,DLC 薄膜的激光损伤阈值变低;激光场强相等时,随着薄膜厚度增加,激光损伤阈值变小。分析认为:薄膜表面激光场强增大后,激光与 DLC 薄膜相互作用,产生的等离子体加剧薄膜对激光能量的吸收并产生热累积,激光场强诱导 sp^3 杂化向 sp^2 杂化转变,致使 DLC 薄膜发生石墨化,从而影响了 DLC 薄膜的激光损伤阈值。

关键词: 类金刚石薄膜;激光场强;损伤阈值;等离子体吸收

中图分类号: O484.5 文献标志码: A

The Influence of Laser Field to DLC Film's Damage Threshold

WU Shenjiang^{1,2}, SHI Wei¹, SU Junhong²

(1. Faculty of Science, Xi'an University of Technology, Xi'an 710054, China;

2. School of Optoelectronic Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, China)

Abstract: The un-balanced magnetron sputtering (UBMS) is used to deposit the diamond-like carbon (DLC) film. Based on ISO11254-1 damage testing platform, its laser-induced damage threshold (LIDT) is tested. Then the distribution of its laser and temperature field are calculated. The relationship between laser field and LIDT is contrasted. The calculated results indicate that when the laser on the film surface is intensified, the DLC film's LIDT decreases. When the laser field remains unchanged, the DLC film's LIDT decreases as it thickens. It is considered through the analysis that when the laser field is intensified on the film surface, the plasma produced in the interaction between the laser field and DLC film will catalyze the film's heat absorption and accumulation from the laser. At this time, the laser field is inducing sp^3 to sp^2 and this causes the graphitization of DLC film whose LIDT is finally altered.

Key words: diamond-like carbon(DLC) film; laser field; laser induced damage threshold(LIDT); plasma absorb

类金刚石(DLC)薄膜是一种性能十分优良的红外光学薄膜,因具有硬度高、透过率高和介电性能良好等优点而应用于红外探测、红外遥感及 Ge(Si)窗口材料表面的增透保护膜^[1-3];除此之外,DLC 还具有极高的电阻率、电绝缘强度、热导率,以及良好的化学稳定性和生物相容性^[4]。随着大功率激光武器的发展和应用,极易造成红外系统窗口表面 DLC 薄膜的损伤,进而导致整个系统失效;然而

DLC 薄膜抗激光损伤的机理十分复杂,既取决于激光特性和薄膜的材料特性,也与作用的外部因素有关^[5-7],薄膜的光学厚度、反射率、透过率、吸收系数、热传导率等因素都影响着其抗激光损伤能力。

本文基于非平衡磁控溅射技术,使用 1 064 nm Nd:YAG 激光器,对相同工艺下沉积的不同厚度 DLC 薄膜进行激光损伤实验,计算了薄膜表面的激光场强分布,对比分析了激光场强与激光损伤阈值

收稿日期: 2011-08-21

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(60978040,60878032)。

作者简介: 吴慎将(1979-),男,安徽宿州人,博士生,研究方向为薄膜技术,微电子学。E-mail: bxait@xatu.edu.cn。

施卫(1957-),男,浙江金华人,教授,博导,博士,研究方向为超快功率半导体器件及太赫兹技术。

E-mail: swshi@mail.xatu.edu.cn。

(LIDT)的关系。

1 样品制备

本实验基于非平衡磁控溅射(UBMS)技术,在双面抛光的单晶硅(P型,100晶向)上,使用自白俄罗斯进口的УВНІПА-1-001型非平衡磁控溅射镀膜机沉积DLC薄膜。该镀膜机配有条形气相清洗离子源以及纯度为99.99%的矩形石墨靶(4N)。

镀前清洗及薄膜沉积过程参见文献[2][8]。在相同的工艺下,根据不同沉积时间,获得了厚度不等的7组样片(38~300 nm)。采用UBMS制备的DLC薄膜均匀,颗粒缺陷较少,薄膜的缺陷形式为条状和丝状物;由于受到真空室的二次污染,薄膜下面的Si片上有极少量的瘤状凸起和坑状凹陷。

2 损伤实验

按照ISO11254-1标准搭建DLC薄膜抗激光损伤阈值测试系统^[2,9-10]。该系统由Nd:YAG 1.06调Q激光器,He-Ne激光准直光源,分光镜,聚焦镜,能量计,光束分析仪,样品夹具(可进行三维空间调整)等组成;实验中激光光斑直径大小为0.8 mm,输出光波1064 nm,输出脉冲宽度为10 ns,单脉冲能量400 mJ。

将样片固定在一个由步进电机驱动的二维平台上。从激光器发出的激光经过分光镜、衰减器、聚焦凸透镜最后照在测试样片上,CCD用来监测激光的时间和空间分布。使用He-Ne激光器进行系统光路准直,用可旋转半波片和偏振片进行能量衰减,用能量计实时测量入射到样品薄膜表面的激光能量;每个不同能级入射激光辐照薄膜表面10个点。实验中,测试点之间的间距为1.5 mm;损伤检测分别在1000倍显微镜和干涉显微镜下观测。样片的损伤形貌用五波长共聚焦显微镜(Laser Tec Optelics S130)放大10倍进行观测,损伤结果符合国标ISO11254的要求。

3 结果及讨论

3.1 测试结果

采用M-2000UI椭圆仪对DLC薄膜进行测试,计算了薄膜的厚度及相关光学参数。对相同制备工艺下获得的不同厚度DLC薄膜进行了损伤测试,损伤阈值测试结果见表1。实验结果显示:不同厚度DLC薄膜,其激光损伤阈值有较大差别。

样品1的损伤阈值最高,随着薄膜厚度增加,损伤阈值开始变小;但当薄膜厚度增大到一定程度,损

伤阈值又略有增加。

表1 不同厚度DLC薄膜损伤阈值

样品	膜厚/nm	损伤阈值/(J/cm ²)
1	38	0.6
2	65	0.4
3	85	0.3
4	110	0.2
5	175	0.2
6	261	0.4
7	300	0.3

3.2 DLC薄膜激光场强分布

根据光的干涉原理,两束光的合成可通过干涉迭加来完成。当激光照射薄膜时,反射光与入射光束相遇发生干涉,其作用的结果是在薄膜内部形成驻场波。

对单层光学厚度为 $\lambda/4$ 的膜层而言,设入射光为 E^+ ,反射光为 E^- ,膜层前后表面的反射系数为 r_0 、 r ,膜层后表面的透射系数为 t 时,薄膜中场强分布的合成可以通过电场的干涉迭加来实现。当薄膜处在激光场中,膜层内的电矢量是以矩阵方程式相联系的,因此,用矩阵法可以计算出膜层内的场强分布;由于薄膜的激光破坏一般由光强强处开始,当 $n < n_s$ 时,薄膜的激光电场前表面强度大,破坏由前表面开始;反之,薄膜损伤由后表面开始^[11]。使用计算机软件模拟计算了不同厚度DLC薄膜激光场强分布,如图1所示。

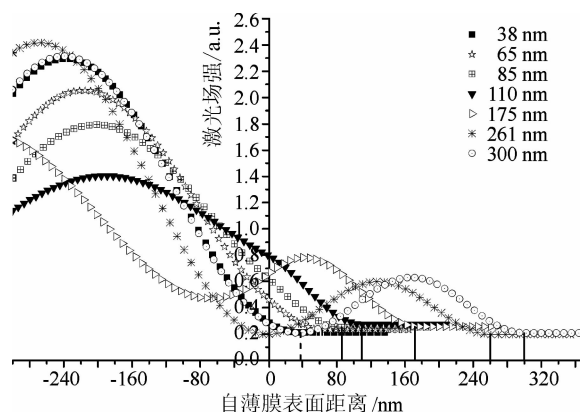


图1 激光场强随薄膜厚度变化

Fig.1 The laser field with DLC film thickness

对比不同厚度DLC薄膜激光场强与损伤阈值的关系,如图2所示。可以看出,随着薄膜前表面激光场强的增大,薄膜的损伤阈值逐渐减小;激光场强减小,薄膜的损伤阈值又开始增大。薄膜表面激光场强相同时,激光损伤阈值随厚度增大而减小。

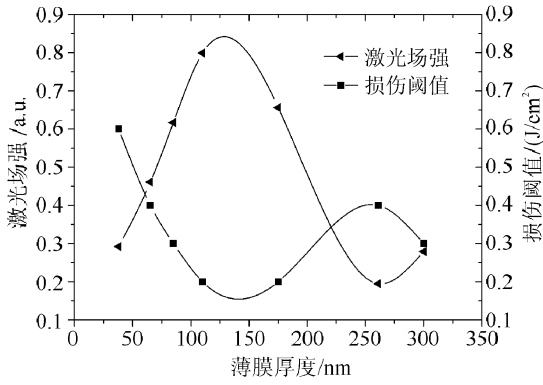


图2 不同膜厚激光场强与损伤阈值关系

Fig. 2 The relationship between film thickness and LIDT

3.3 机理分析

激光对薄膜的损伤机理很复杂,但概况起来,一般认为有两种^[11]:一是热,二是场。在激光与薄膜的实际作用过程中,这两种效应同时存在。在光频范围内,光(电磁波)与物质的相互作用主要是电子作用。激光场强越大,光与材料的相互作用越强^[12]。根据场效应理论:高强度的激光可以在薄膜内部形成高频强场。薄膜在这一强场下,产生电子雪崩离化概率大。激光辐照薄膜表面产生薄膜损伤会伴随着等离子体的产生,等离子体对激光能量具有强吸收。根据薄膜膜层吸收光能的表达式^[13],薄膜表面等离子体光吸收导致了薄膜的热累积。在 ns 级脉冲激光辐照期间,膜层中的热累积使温度和温度梯度不断增加。薄膜的界面温度分布计算参见文献[2]。

由于 DLC 薄膜是一种亚稳态结构,处于 sp^2 和 sp^3 杂化区域边缘的 sp^3 杂化在受到外部的扰动后很容易转变为 sp^2 杂化,这种扰动包括:激光场强或温度变化^[14-15]。假设 H_A 、 H_B 分别是 sp^3 和 sp^2 杂化所需能垒,且 $H_A \gg H_B$; 当激光加热 DLC 薄膜到 400 ~ 500°C, sp^3 和 sp^2 杂化相互转变过程可以表示为^[16]:



$$k_1 = c_1 \exp\left(-\frac{H_A - eEd_0}{kT}\right) \quad (2)$$

$$k_2 = c_2 \exp\left(-\frac{H_B}{kT}\right) \quad (3)$$

其中: e 是每个电子电荷, d_0 是碳原子间的有效直径, k_1 表示 sp^3 杂化转化为 sp^2 杂化的比率, k_2 表示 sp^2 杂化转化为 sp^3 杂化的比率,在转换过程中, sp^2 和 sp^3 团簇边缘区域的浓度可以由速率方程表示:

$$\frac{d[sp^2]}{dt} = k_1[sp^3] - k_2[sp^2] \quad (4)$$

$$[sp^3] + [sp^2] = 1 \quad (5)$$

激光辐照 DLC 薄膜时,激光场强越大, k_1 增大, sp^3 杂化不断向 sp^2 杂化转化,而 k_2 基本保持不变;方程(4)中 $d[sp^2]/dt$ 为正值,因此 sp^2 杂化的浓度随着时间增加而不断增加, sp^2 团簇开始不断生长,即 DLC 薄膜出现了场致石墨化。在吸收系数一定的情况下, DLC 薄膜表面激光场强越大, sp^2 杂化浓度越高,进而增强了 DLC 薄膜对激光的吸收,直接导致晶格的不稳定,造成了薄膜的激光损伤阈值减小。

对于 DLC 薄膜驻波场强度相同的情况下,由于薄膜厚度越大,薄膜沉积时在薄膜表面形成的杂质和缺陷相对较多,其对激光的吸收和散射损耗影响也较大,损伤阈值也会变低。

4 结论

对相同工艺条件下沉积的不同厚度 DLC 薄膜进行了激光损伤测试,计算和模拟了 DLC 薄膜激光场强分布,对比了薄膜激光场强与 DLC 薄膜 LIDT 值的关系,研究发现:随着薄膜前表面激光场强增大,薄膜的 LIDT 值降低;反之,薄膜的 LIDT 值提高;在激光场强相同的情况下, LIDT 值随薄膜的厚度增加而减小。分析认为:脉冲激光辐照薄膜并产生等离子体,等离子体对激光能量具有较强吸收而产生热累积;此时,薄膜表面的激光场强诱导 DLC 薄膜中的 sp^3 杂化向 sp^2 杂化转化,且场强越大转化速率越快, sp^2 团簇不断生长而产生 DLC 薄膜石墨化,这种变化又加剧 DLC 薄膜对激光的吸收,最终表现为 LIDT 降低。理论分析和实验结果都表明薄膜抗激光损伤能力的大小与薄膜激光场强的分布有着密切联系,说明可以借助驻波场修正技术或预处理技术(如激光预辐照或外加偏置电场^[17]),减小薄膜表面对激光的热吸收,减缓 sp^3 向 sp^2 转化的速率,以提高 DLC 薄膜的激光损伤阈值。

参考文献:

- [1] 杨玉卫,杨坚,古宏伟,等. 类金刚石膜的性能、制备及其应用[J]. 硅酸盐通报, 2008, 27(1): 119-126.
Yang Yuwei, Yang Jian, Gu Hongwei, et al. Properties, processing and application of diamond-like carbon film [J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2008, 27(1): 119-126.
- [2] Wu Shenjiang, Shi Wei, Su Junhong, et al. Experiment study on laser damage characteristics of diamond-like carbon films [C]//Processing of SPIE. 2010, 7995: 7995101-7995104.

- [3] 徐均琪,苏俊宏,谢松林,等. 不同技术制备 DLC 膜的激光损伤特性研究[J]. 真空科学与技术,2007, 27(3): 181-184.
Xu Junqi, Su Junhong, Xie Songlin, et al. Laser damages and two diamond-like carbon growth techniques [J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2007, 27(3):181-184.
- [4] 苏俊宏,谢松林,徐均琪. 非平衡磁控溅射类金刚石薄膜的激光损伤过程研究 [J]. 真空科学与技术, 2008, 28(4):337-340.
Su Junhong, Xie Songlin, Xu Junqi. Laser induced damages of diamond-like carbon films grown by unbalanced magnetron sputtering [J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2008, 28(4):337-340.
- [5] Xu Junqi, Su Junhong, Liu Weiguo, et al. Process optimization of DLC films by unbalanced magnetron sputtering for laser-induced damage threshold improvement [C]//Processing of SPIE, 2007, 6722:6722A01-04.
- [6] Xu Junqi, Fan Huiqing, Liu Weiguo, et al. Large-area uniform hydrogen-free diamond-like carbon films prepared by unbalanced magnetron sputtering for infrared anti-reflection coatings [J]. Diamond and Related Materials, 2008, 17(2): 194-198.
- [7] 谢松林,苏俊宏,徐均琪. 类金刚石薄膜的激光损伤特性测试与分析 [J]. 真空科学与技术, 2006, 26(6): 533-536.
Xie Songlin, Su Junhong Xu Junqi. Laser damage characteristics of diamond-like carbon film [J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2006, 26(6): 533-536.
- [8] 谢松林. 激光薄膜损伤特性研究[D]. 西安:西安工业大学, 2007.
Xie Songlin. Study on laser damage properties of optical thin films [D]. Xi'an: Xi'an Technological University, 2007.
- [9] 高巍,朱嘉琦,韩杰才. 激光辐照对类金刚石薄膜改性及损伤研究[J]. 功能材料, 2006, 37(4):519-523.
Gao Wei, Zhu Jiaqi, Han Jiecai. Laser modification and damage on diamond-like carbon films[J]. Journal of Functional Materials, 2006, 37(4):519-523.
- [10] ISO11254-1. Laser and laser-related equipment-determination of laser-induced damage threshold of optical surface [S]. Part1:1-on-1 test.
- [11] 倪晓武,陆建,贺安之. 激光场对光学薄膜的作用[J]. 强激光与粒子束,1992,4(4):509-512.
Ni Xiaowu, Lu Jian, He Anzhi. Laser field action on optical thin film [J]. High power laser and particle beams, 1992,4(4):509-512.
- [12] Vouagner D, Beleznaï C, Girardeau-Montaut J P, et al. Characterization of diamond-like carbon films before and after pulsed laser irradiation [J]. Applied Surface Science. 2000, 154-155:201-205.
- [13] Harold E B, Arthur H G, David M, et al. Laser-induced damage in optical materials: sixteenth ASTM symposium [J]. Applied Optics. 1987, 26:813.
- [14] Bai Suyuan, Tang Zhenan, Huang Zhengxing, et al. Preparation and thermal characterization of diamond-like carbon films [J]. Chinese Physics Letters. 2009, 26(7):076601
- [15] Junho C, Soji M, Setsuo N, et al. Thermal stability of diamond-like carbon films deposited by plasma based ion implantation technique with bipolar pulses [J]. Diamond and Related Materials, 2005, 15(4-8):948-951.
- [16] Liao Xing, Zhang Xiaozhong, Takai Kazuyuki, et al. Electric field induced sp^3 -to- sp^2 conversion and nonlinear electron transport in iron-doped diamond-like carbon thin film [J]. Journal of Applied Physics, 2010, 107: 0137091-0137097.
- [17] 吴慎将,苏俊宏,施卫,等. 外加偏置电场对无氢类金刚石薄膜激光损伤形貌的研究[J]. 真空科学与技术, 2012,32(01): 11-14.
Wu Shenjiang, Su Junhong, Shi Wei, et al. Reduction of laser induced damage of diamond-like carbon film with external field[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2012, 32(01): 11-14.

(责任编辑 杨小丽)