

分类号_____

学校代码10487

学号 M201072900

密级_____

华中科技大学 硕士学位论文

射频板条CO₂激光器 电极表面镀膜及放电控制的研究

学位申请人：袁金坤

学 科 专 业：物理电子学

指 导 教 师：唐霞辉 教授

答 辩 日 期：2013.1.18

**A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering**

**Research on Surface Coating and Discharge Control of
Electrode for RF Slab CO₂ Laser**

Candidate : Yuan Jinkun

Major : Physical Electronics

Supervisor : Prof. Tang Xiahui

Huazhong University of Science & Technology

Wuhan 430074, P. R. China

January, 2013

独创性声明

本人声明所呈交的学位论文是我个人在导师指导下进行的研究工作及取得的研究成果。尽我所知，除文中已经标明引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的研究成果。对本文的研究做出贡献的个人和集体，均已在文中以明确方式标明。本人完全意识到本声明的法律结果由本人承担。

学位论文作者签名：

日期： 年 月 日

学位论文版权使用授权书

本学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，即：学校有权保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅和借阅。本人授权华中科技大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

本论文属于 ☐ 保密， 在_____年解密后适用本授权书。
☐ 不保密。

（请在以上方框内打“√”）

学位论文作者签名：

日期： 年 月 日

指导教师签名：

日期： 年 月 日

摘要

射频板条CO₂激光器采用非稳-波导混合腔结构，具有光束质量好、电光转换效率高、结构紧凑、热稳定性能好等特点，具有广泛的应用前景。本论文研究了射频板条CO₂激光器电极表面镀膜和放电控制技术。主要包括：

(1) 进行了溶胶-凝胶镀膜实验。采用以异丁醇铝为前驱物、水为溶剂、硝酸为胶溶剂的实验方案在铜表面制备氧化铝膜。物相测试结果表明，膜层为单一晶相的 α -Al₂O₃，光谱仪测试结果表明膜层表面反射率较低。

(2) 开展了化学气相沉积镀膜实验。以AlCl₃、H₂、CO₂为反应物、H₂S为催化剂，800℃下在铜表面制备氧化铝膜。光谱仪测试结果表明膜层对10.6μm入射光的反射率达85%，能谱仪和衍射仪测试结果表明，所制备的氧化铝膜为 α -Al₂O₃和 γ -Al₂O₃的混合体。

(3) 进行了磁控溅射镀膜实验。采用磁控溅射法在电极表面制备铝膜，之后铝膜在激光器工作中被放电氧化。所制备的膜层均匀致密，表面反射率基本达到激光器工作的要求。使用镀膜后的电极，激光器放电均匀稳定、输出功率较高。

(4) 开发了一套激光功率控制系统。采用单片机作为微处理器、CPLD作为PWM波产生器，模拟、数字、PLC和PC多路信号输入方式进行控制，通过产生占空比和频率可调、不同工作模式的PWM波，实时控制激光器的输出功率。

波导膜改善了电极表面特性，提高了激光器输出功率和工作稳定性，本论文的研究工作对于促进射频板条CO₂激光器的自主研发具有较为重要的理论意义和实践价值。

关键词：板条电极 光学波导膜 溶胶-凝胶法 化学气相沉积法
磁控溅射法 激光功率控制

Abstract

The RF slab has a broad application prospect with characteristics of good beam quality, high electro-optical conversion efficiency, compact structure and good thermal stability. The research of electrode coating technology and discharge control technology of the RF slab CO₂ laser has been carried out in this thesis. The main content includes:

(1) Sol-gel coating experiments have been carried out. Isobutanol aluminum is used as precursor, water as solvent and nitrate as peptizator. Phase tests show that the coating layer is of single crystal phase of α -Al₂O₃. Spectrometer tests show that the reflectance of the film is pretty low.

(2) CVD coating experiments have been conducted. The experimental program includes AlCl₃, H₂, CO₂ as reactants, H₂S as catalyst. Alumina film is obtained on the copper surface at 800°C. The reflection rate of incident light at the wavelength of 10.6 μ m is 85%, EDS and phase tests show that, the film is mixed crystals of α -Al₂O₃ and γ -Al₂O₃.

(3) Magnetron sputtering coating experiments have been conducted. Magnetron sputtering method is utilized to get alumina film on copper surface, and then the coating layer is oxidized in the discharge case. The reflection rate of the incident light can meet the requirement of CO₂ laser. Experiment has been carried out with the coated electrode, it shows that the laser can reach high output power with uniform and stable discharge.

(4) A set of power control system has been designed. MCU is used as the microprocessor, CPLD is used as PWM waves' generator. Input signals can be analog signals, digital signals, and signals from PLC and PC. By generating PWM waves which are tunable in duty cycle and frequency and changeable in operating mode, output power of laser can be controlled in real time.

Waveguide coatings can improve uniformity of RF discharge, reduce waveguide loss, thereby the laser's output power and its working stability can be enhanced. The research of this thesis is significant for promoting self-development of RF slab CO₂ lasers.

Key words: Slab electrode Optical waveguide films Sol-gel CVD
Magnetron sputtering Laser power control

目 录

摘 要.....	I
Abstract.....	II
1 绪 论	
1.1 高功率射频板条CO ₂ 激光器.....	(1)
1.2 氧化铝薄膜的制备技术	(3)
1.3 激光器功率控制技术	(4)
1.4 本论文的意义和研究内容	(4)
2 板条电极波导膜的光学特性分析	
2.1 电极表面镀膜的技术要求	(7)
2.2 氧化铝膜的反常色散效应	(8)
2.3 氧化铝膜对CO ₂ 激光折射率的测定方法	(10)
2.4 非稳-波导混合腔传输损耗的计算	(14)
2.5 本章小结.....	(16)
3 溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝膜	
3.1 溶胶-凝胶法的实验方案	(17)
3.2 氧化铝膜的制备实验	(17)
3.3 镀膜结果的检测与分析	(21)
3.4 本章小结.....	(28)
4 化学气相沉积法在铜表面制备氧化铝膜	
4.1 化学气相沉积法的实验方案	(29)
4.2 制备氧化铝膜的实验流程	(31)
4.3 实验结果测试与分析	(33)

4.4	本章小结.....	(37)
5	磁控溅射法在板条电极上制备铝膜	
5.1	铜样品上制备铝膜的实验	(38)
5.2	板条电极上制备铝膜的实验	(42)
5.3	本章小结.....	(44)
6	激光功率控制系统的硬件设计和软件开发	
6.1	激光功率控制系统的硬件设计	(45)
6.2	激光功率控制系统的软件开发	(50)
6.3	本章小结.....	(55)
7	总结与展望	(56)
	致 谢	(58)
	参考文献	(59)

1 绪论

高功率射频板条CO₂激光器具有光束质量好、电光转换效率高、结构紧凑、热稳定性能好等特点，在工业上具有广泛的应用前景。在激光器内部结构方面，非稳-波导混合腔是高功率射频板条CO₂激光器的核心部分，波导由板条电极构成，研究板条电极表面的光学波导膜制备技术对改善射频激励的放电均匀性和稳定性、提高激光器的输出功率具有重要意义；在外部控制方面，激光功率控制系统能够满足工业加工对于输出激光功率、频率和工作模式的不同要求。本章介绍了高功率射频板条CO₂激光器，综述了氧化铝薄膜的制备技术和激光功率控制技术。

1.1 高功率射频板条CO₂激光器

自1989年英国的K. M. Abramski首先提出面积放大(Area Scaling)的概念以来^[1]，高功率射频板条CO₂激光器的研究就引起了国内外学者的浓厚的兴趣。按照激光器的功率来划分，目前市场上存在的射频CO₂激光器主要包括百瓦级、千瓦级和万瓦级三大类别。其中，以千瓦级的射频板条CO₂激光器应用最为广泛，它的出现标志着工业激光技术新时代的到来^[2]。射频板条CO₂激光器具有诸多优势：光束质量好，品质因素M²因子低至1.2；不需要气体交换器^[3, 4]，结构非常紧凑；反应气体无毒无害，谐振腔光学器件不会被污染；光学损耗低，采用面积放大技术，电光转换效率高^[5]；采用扩散冷却方法，冷却效果好等，这些特点决定了它在激光切割和焊接等工业应用领域具有其它激光器不可比拟的优势。

国际上，千瓦级射频板条CO₂激光器目前只有德国Rofin-Sinar一家能够提供。该公司1993年率先设计出了第一台千瓦级的射频板条CO₂激光器，并于1995年将激光器的输出功率提升到2000W。随后的十年里，输出功率逐渐得到了提高，该公司在2004年获得了6000W的激光功率输出。如图1-1所示为Rofin-Sinar公司的DC系列射频板条CO₂激光器的实物图。国内对于射频板条CO₂激光器的研究则相对滞后，目前国内主要有华中科技大学、北京理工大学、浙江大学、哈尔滨工业大学、西南技术物理研究所等高校和研究所对射频板条CO₂激光器的整机和功能单元进行了研究^[6-10]。



图 1-1 Rofin-Sinar 公司 DC 系统射频板条 CO₂ 激光器

射频板条CO₂气体激光器主要组成如图1-2所示，它主要由射频电源、谐振腔、整形系统、冷却系统和功率检测与控制系统五个部分组成^[11, 12]。

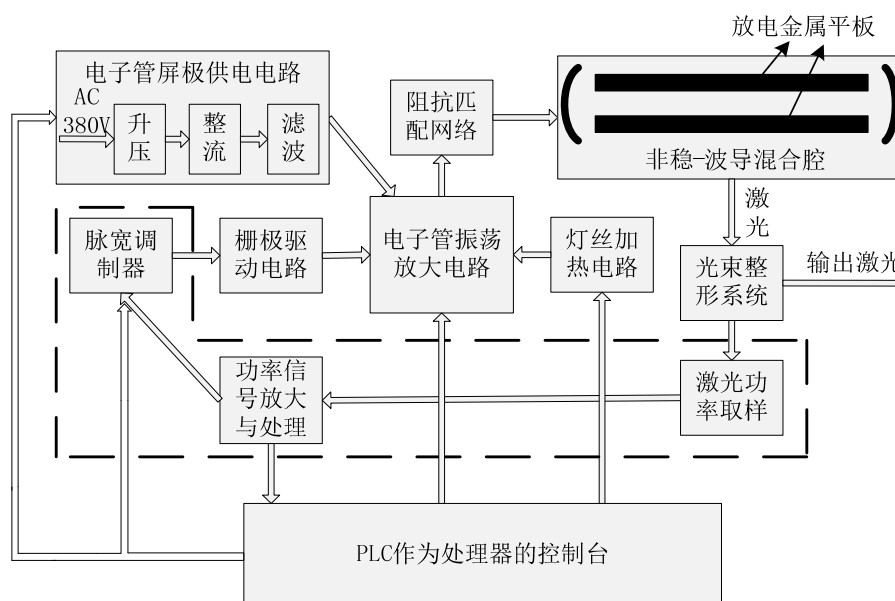


图 1-2 射频板条 CO₂ 气体激光器的主要组成

射频电源由电子管振荡放大电路及其外围的电子管屏极供电电路、栅极驱动电路、灯丝加热电路和阻抗匹配网络组成；谐振腔采用非稳-波导混合腔结构，板条电极作为光学波导；整形系统由一组球面镜、曲面镜、柱面镜和空间滤波器等组成；冷却系统采用在板条内部设计流道、水冷的方式进行冷却；功率检测与控制系统包

括功率检测和功率控制两部分，其中功率检测采用尾镜取样的方式，包括激光功率取样和功率信号放大与处理两部分，功率控制采用单片机作为微处理器、CPLD作为PWM产生器组成的脉宽调制器，通过PWM波来控制激光器的输出功率。

1.2 氧化铝薄膜的制备技术

氧化铝薄膜绝缘性好、硬度高、耐磨擦、抗腐蚀，具有优异的物理和化学性能，因而引起了人们对于制备氧化铝膜的极大兴趣。目前，氧化铝膜已经广泛应用于光学、机械和微电子等领域。氧化铝薄膜的制备方法主要有溶胶-凝胶法、化学气相沉积法和物理气相沉积法^[13]。

溶胶-凝胶法制备氧化铝膜采用铝的有机醇盐或无机盐进行水解的方法得到溶胶凝胶，采用一定的涂覆工艺将溶胶凝胶在基片上进行镀膜，再按照一定的高温热处理机制得到氧化铝薄膜。溶胶-凝胶法具有工艺设备简单、镀膜成本低、容易在大面积不同形状基片进行镀膜等优点。Harrington等和武汉理工大学采用溶胶-凝胶法，在传输CO₂激光的空芯光纤制备得到 α -Al₂O₃膜，利用 α -Al₂O₃膜的反常色散效应，CO₂激光器能够在 α -Al₂O₃膜表面发生全反射，因而极大地减小了CO₂激光的传输损耗^[14, 15]。

化学气相沉积法制备氧化铝膜有等离子体化学气相沉积(PECVD)、金属有机物化学气相沉积(MOCVD)等。等离子体化学气相沉积是通过蒸发加热将铝盐以气态的形式和其它气体通入等离子体反应室，在基片上沉积得到氧化铝膜。金属有机物化学气相沉积是将铝的有机物气化后，利用载气通入反应室与氧气发生化学反应，从而得到氧化铝薄膜。目前国内外使用化学气相沉积法制备的氧化铝膜主要是在刀具上进行涂层，氧化铝膜能较好地改善刀具的切削性能、延长刀具的使用寿命。德国B. Ljungberg、瑞典S. Ruppi、英国John L. Hodgkinson等人研究了使用化学气相沉积的方法在刀具上制备 α -Al₂O₃膜，反应温度可降到800°C以下^[16-18]。国内的成都工具研究所、北京市太阳能研究所、南京航空航天大学、中南大学、武汉科技大学等高校和研究所也都对氧化铝膜的制备工艺进行了研究^[19-23]。其中，成都工具研究所采用在氧化铝与基片之间设计复合过渡层的办法，在900°C下制备得到单一晶相的 α -Al₂O₃膜，同时过渡层的设计提高了膜层与基片之间的结合强度。

物理气相沉积法包括真空蒸镀、溅射镀膜等。真空蒸镀是将镀膜的材料通过加

热蒸发，气相的膜料在温度较低的基片上析出形成薄膜。溅射镀膜是采用辉光放电技术，通过氩离子轰击靶材，溅射下来的镀膜材料在基片上形成薄膜。国外有报道采用磁控溅射方法在700℃下，在刀具上制备得到 γ -Al₂O₃膜^[24]。

1.3 激光器功率控制技术

工业加工的快速发展对激光器的输出功率特性提出了越来越高的要求，表现在要求输出激光的功率、频率和工作模式可按加工要求进行控制。激光器功率控制系统的出现正是为了满足工业加工的这一要求。

按照控制电路的组成和采用芯片来分类，功率控制技术主要有三类^[25-30]：

(1) 模拟信号输入电路和PWM信号芯片结合的方式。这种功率控制器，只能实现模拟信号输入控制，不能实现数字信号输入控制，同时，电路的噪声很大、抗干扰能力差，它主要用在第一代激光器上；

(2) 微处理器的方式。这类微处理器通过接受外部控制信号，产生特定要求的PWM波。这类微处理器可以用DSP或FPGA芯片来实现；

(3) 控制芯片与PWM波产生芯片相结合的方式。控制芯片负责接收外部的控制信号，并对PWM波产生芯片进行控制；PWM波产生芯片则根据控制芯片发送过来的数据和信号，产生要求的PWM波信号。控制芯片常采用单片机、PWM波产生芯片常采用CPLD和FPGA来实现。

目前，微处理器的控制方式和控制芯片与PWM波产生芯片相结合的控制方式应用最为广泛。本论文采用控制芯片与PWM波产生芯片相结合的方式，其中控制芯片采用的是STC89C52RC型单片机，PWM波产生芯片采用的是EPM570T100C5N型CPLD，这种方式是将接受外部控制信号和产生PWM波的工作分别交给单片机和CPLD进行处理，这比只采用微处理器的方式能够更好地实现对激光器控制的实时性，同时，系统的开发成本更低、可维护性更好。

1.4 本论文的意义和研究内容

高功率射频板条CO₂激光器由于其具有出色的光束质量、结构紧凑小巧、热稳定

性能优越以及电光转换效率高等特点，在工业领域具有广泛的应用前景。在激光器的内部结构方面，板条电极的表面特性直接影响到板条电极的放电均匀性以及光波导模式的损耗，而光波导模式的损耗与激光器的输出功率直接相关，板条电极的材料为紫铜，它的表面特性需要通过镀一层光学波导膜来改善；在激光器的输出控制方面，功率控制系统能够满足工业加工对于激光功率、频率和工作模式等不同方面的要求。本论文的研究内容框图如图1-3所示。

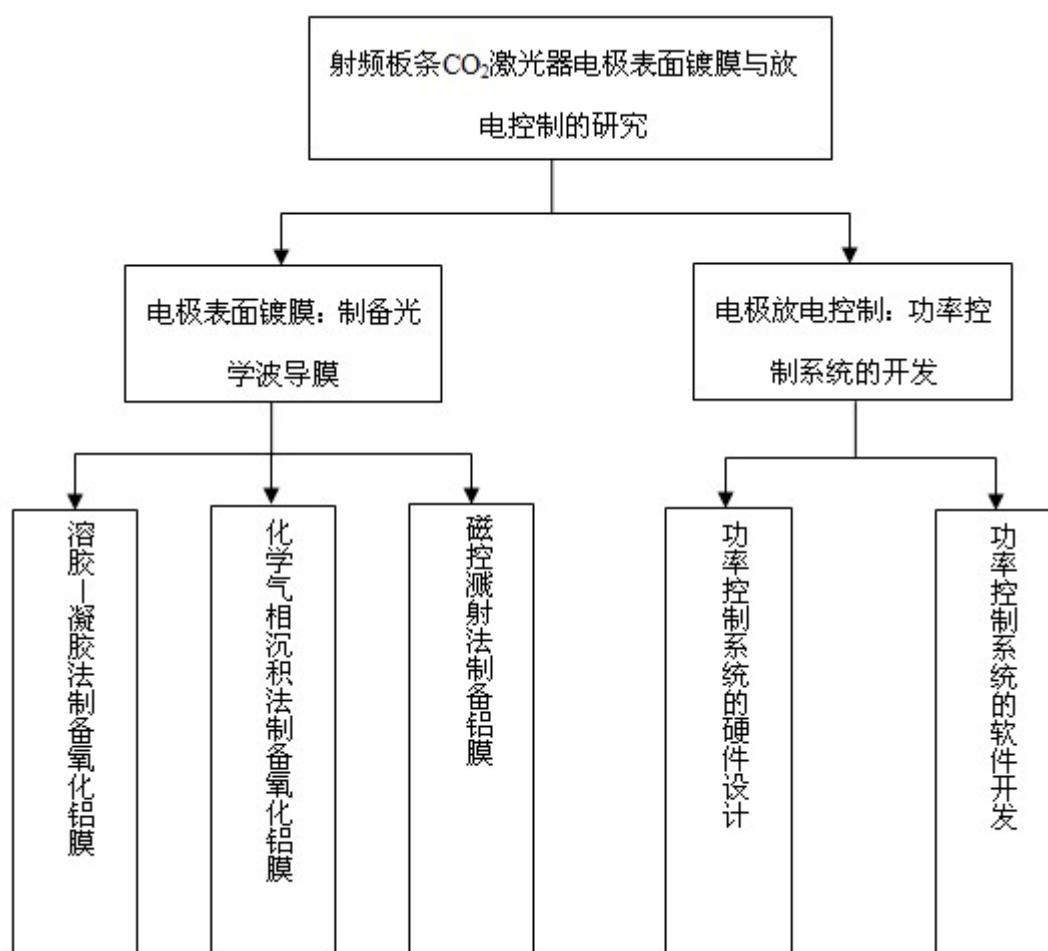


图 1-3 本论文的研究内容框图

围绕高功率射频板条CO₂激光器电极表面镀膜与放电控制的研究主题，结合实验室课题的实际需要，在电极表面制备一层氧化铝波导膜来改善电极的表面特性，设计一套功率控制系统来对电极的放电进行控制。

(1) 在板条电极表面制备一层光学波导膜。通过对比研究溶胶-凝胶法、化学气相沉积法和磁控溅射法在铜表面镀膜的效果，确定合适的方法在板条电极上进行镀

膜。溶胶-凝胶法采用以异丁醇铝为前驱物、水为溶剂、硝酸为胶溶剂的实验方案；化学气相沉积法以 AlCl_3 、 H_2 、 CO_2 为反应物、 H_2S 为催化剂， 800°C 下在铜表面制备氧化铝膜；磁控溅射法在板条电极表面制备一层铝膜，继而铝膜在激光器工作中被放电氧化。对每一种方法制备的膜层，重点测试膜层的反射率和对膜层进行物相分析。

(2) 开发一套激光功率控制系统。采用单片机作为微处理器、CPLD作PWM波产生器，模拟、数字、PLC和PC多路输入信号控制方式，产生占空比和频率可调、不同工作模式的PWM波，对电极放电进行控制，从而达到实时控制激光器输出功率的目的。

2 板条电极波导膜的光学特性分析

射频板条 CO₂ 激光器对板条电极提出了抗氧化、低损耗等要求，基于这些要求，本论文选择了在板条电极制备一层氧化铝膜的方案。在光学特性方面，选择氧化铝是由于它的反常色散效应，出现氧化铝对 CO₂ 激光折射率小于 1 的情况。本章提出了电极表面镀膜的技术要求，阐述了氧化铝的反常色散效应，提出了测定氧化铝对 CO₂ 激光的折射率和计算波导传输损耗的方法。

2.1 电极表面镀膜的技术要求

非稳-波导混合腔是射频板条 CO₂ 气体激光器的核心部分，图 2-1 是它的结构示意图，其基本的工作原理是：在两块板条状波导电极上加载射频激励，激光工作气体产生辉光放电，辉光放电导致粒子发生受激跃迁和受激辐射产生高能粒子，产生的高能粒子在由输出镜、后反射镜和两块板条状波导电极组成的波导混合腔内振荡输出条状激光束，条状激光束通过由一组球面镜、曲面镜、柱面镜和空间滤波器等组成的光束整形系统进行整形，得到圆形激光光束。通过在板条内部设置流道、采用水冷的方式进行冷却，这样只需把外部水冷系统从冷却水入口接入系统，从冷却水出口流出^[31, 32]。

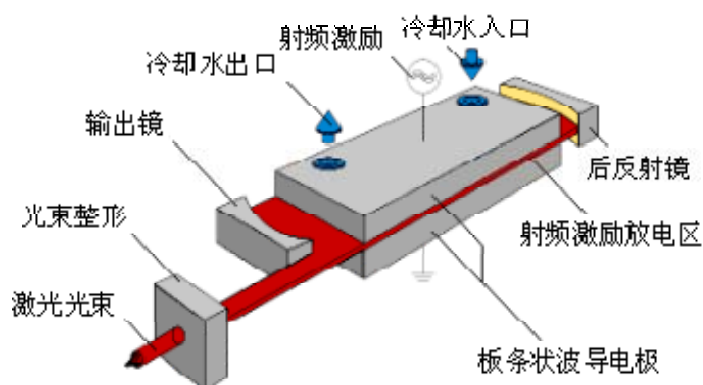


图 2-1 非稳-波导混合腔的结构示意图

板条电极在高功率射频板条 CO₂ 激光器中起的作用主要有三个：（1）作为射频放电的电极，射频板条 CO₂ 气体激光器采用的是面积放大的射频激励技术，其放电

均匀性受板条状波导电极表面均匀性的影响；（2）作为热交换器起散热作用，板条电极内部有冷却水道，在激光器工作时，通入冷却水将激光器工作产生的热量带走；（3）起光学波导作用，射频板条 CO_2 激光器的两个板条电极之间间距为 1.5mm，电极对通过的激光光束起到光学波导的作用，设法使波导损耗减小，就能提高激光器的输出功率。

射频板条 CO_2 气体激光器中表面未镀膜的纯铜电极在长时间使用时遇到的问题主要有：在初始阶段，功率输出能达到 2kW，但随着激光器使用了一年左右的时间后，激光器输出功率减弱了很多，只有 1.5kW 左右，同时也变得不稳定。这是因为铜电极表面被放电氧化、受射频放电的电子溅射电极表面不光滑，导致射频放电不均匀，进而气体的辉光放电不均匀，受激辐射产生的同一模式的粒子数减少，从而使激光器的输出功率减弱。因而必须在铜电极表面镀一层抗氧化、抗电子溅射的膜层，才能够保证激光器射频放电的均匀性，同时膜层对 CO_2 激光要有较小的波导损耗。

在板条电极表面镀膜需要考虑的问题有：（1）膜层对掠入射的 CO_2 激光有较高的反射率（80%以上），最好是当掠入射角满足一定大小后，膜层对入射光全反射，保证较低的波导损耗；（2）膜层要与电极有较好的结合强度，在放电过程中（电极表面温度约 600℃）不会出现脱落的现象；（3）膜层要比纯铜有更好的表面抗电子溅射、抗氧化的能力；（4）膜层厚度为 2 μm 左右，膜层太厚了会阻碍热量板条电极的散热。

结合以上镀膜要求，本论文选择了在板条电极表面制备一层氧化铝波导膜的方案。这是因为氧化铝膜具有较好的抗腐蚀能力，同时由于氧化铝膜的反常色散效应，出现对 CO_2 激光折射率小于 1 的情况。如果入射角大于临界角， CO_2 激光就能在波导间以全反射的形式向前传播。

2.2 氧化铝膜的反常色散效应

CO_2 激光波长为 10.6 μm ，它处在 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的反常色散区域，在这一区域， $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 对入射光的折射率随着入射光频率的增大而减小，甚至可能出现折射率小于 1 的情况。这就是 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 对 CO_2 激光的反常色散效应。与反常色散效应对应的是正常色散

效应^[33]。正常色散的特点是，介质对光的折射率随着入射光频率的增大而增大。正常色散与反常色散统称为光的色散。

根据材料的色散理论，在研究吸收区域的材料光学特性时，引入复折射率的概念： $N' = n - ik$ ，其中 n 为材料的实折射率，它决定于光在介质中传播的速度， k 为吸收或衰减系数，它决定于光在吸收性介质中传播时的衰减。由色散的经典理论，得到对于气体和固体介质的色散公式分别为：

$$\text{气体介质: } N'^2 = 1 + \frac{Nq^2}{\varepsilon_0 m(\omega_0 - \omega^2 - i\gamma\omega)} \quad (2-1)$$

$$\text{固体介质: } N'^2 = 1 + \frac{Nq^2}{\varepsilon_0 m(\omega_0 - \omega^2 - i\gamma\omega - \frac{Nq^2}{3\varepsilon_0})} \quad (2-2)$$

其中， N' 为介质复折射率， N 为单位体积介质内的电子数， m 是电子质量， q 是电子的电荷， ω_0 为电子固有振动的角频率， ω 为入射光的角频率， γ 为阻尼系数。

由于复折射率 $N' = n - ik$ ，因此：

$$N'^2 = n^2 - k^2 - 2nk \times i \quad (2-3)$$

令式(2-2)与式(2-3)的实部与虚部分别相等，可得：

$$n^2 - k^2 = 1 + \frac{Nq^2(\omega_0^2 - \omega^2)}{\varepsilon_0 m[(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\gamma\omega)^2]} \quad (2-4)$$

$$2nk = \frac{Nq^2\gamma\omega}{\varepsilon_0 m[(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\gamma\omega)^2]} \quad (2-5)$$

由式(2-4)、式(2-5)可解得 n 和 k 。从而可得到 n 和 k 随角频率 ω 变化的曲线如图2-2所示，其中a点为折射率 n 的极大值，b为折射率的极小值。图2-2中，在角频率远小于 ω_0 的范围属于正常色散区域，这一区域内，折射率 n 随角频率 ω 的增大而增大， k 值很小；当角频率接近于 ω_0 时，折射率 n 随角频率增大而减小，在 $\omega = \omega_0$ 时， $n=1$ ， k 也取得最大值。

以上的讨论，是假定介质的电子固有振动频率只有一个 ω_0 ，实际上，介质的电子可以有若干个不同的固有振动频率 ω_1 、 ω_2 、 ω_3 、...，假定这些固有频率对应的振动概率分别为 f_1 、 f_2 、 f_3 、...，因此，式(2-1)变为：

$$N'^2 = 1 + \frac{Nq^2}{\varepsilon_0 m} \sum_j \frac{f_j}{(\omega_j - \omega^2 - i\gamma\omega)} \quad (2-6)$$

这时，在每一个 $\omega = \omega_j$ 附近，都对应存在一个吸收峰和反常色散区。在这些区域外，是正常色散区。

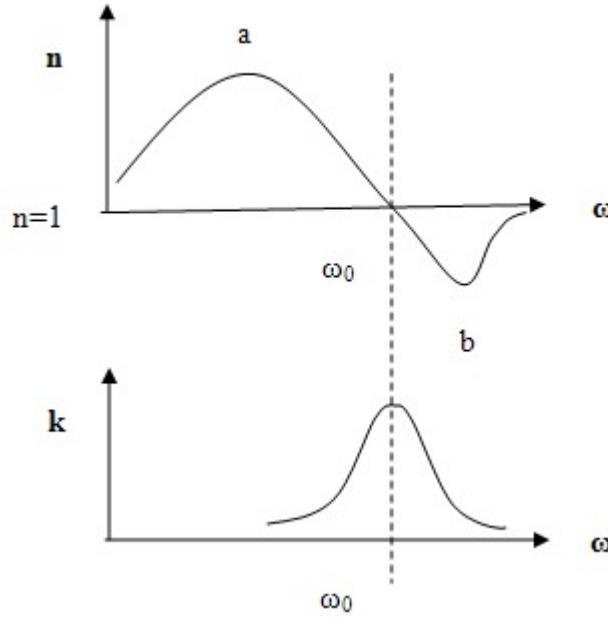


图 2-2 反常色散时复折射率与入射光角频率的关系曲线

在反常色散区，介质对入射光的折射率随着入射光频率的增大而减小，如图2-2中所示的折射率最小值b可能出现小于1的情况。射频板条激光器的CO₂激光波长为10.6μm，其频率处于α-Al₂O₃晶体的反常色散区。在查阅了国内外相关文献的基础上，了解到α-Al₂O₃晶体介质对CO₂激光的折射率为0.67。这样，当10.6μm波长的CO₂激光从空气中入射到α-Al₂O₃介质表面时，入射角只要大于发生全反射的临界角，就能够产生全反射现象。全反射现象避免了CO₂激光在介质内的折射损耗，从而降低波导对CO₂激光的损耗。

2.3 氧化铝膜对CO₂激光折射率的测定方法

测定α-Al₂O₃对CO₂激光的折射率主要有两种方法：斜入射法和垂直入射法。斜入射法通过测量偏振光在不同掠入射角下S和P偏振方向上的反射率，进而来确定介质的折射率；垂直入射法通过测定在近垂直入射条件下入射光的反射谱，利用K-K关系式

推导计算模型，进而计算介质折射率。本论文采用垂直入射法来确定折射率^[34-39]。

一束光从空气中垂直入射了介质表面，介质对入射光的反射系数可表示为：

$$r(\omega) = \frac{n(\omega) - ik(\omega) - 1}{n(\omega) - ik(\omega) + 1} = |r(\omega)| e^{-i\theta(\omega)} = \sqrt{\rho'(\omega)} \cos \theta(\omega) - i\sqrt{\rho'(\omega)} \sin \theta(\omega) \quad (2-7)$$

其中， ω 为入射光的角频率， $\theta(\omega)$ 是反射波的相位角， $n(\omega)$ 、 $k(\omega)$ 分别为介质对入射光复折射率的实部和虚部。反射系数 $r(\omega)$ 与反射率 $\rho'(\omega)$ 的关系为：

$$\rho'(\omega) = r(\omega) \times r^*(\omega), \text{ 其中 } r^*(\omega) \text{ 与 } r(\omega) \text{ 共轭。}$$

对式(2-7)两端取对数，可得：

$$\ln r(\omega) = \ln |r(\omega)| - i\theta(\omega) = \frac{1}{2} \ln \rho'(\omega) - i\theta(\omega) \quad (2-8)$$

由Kromers-Kroning (K-K)关系式，可得相位角的表达式：

$$\theta(\omega) = -\frac{\omega}{\pi} \times \int_0^\infty \frac{\ln \rho'(s)}{s^2 - \omega^2} ds \quad (2-9)$$

令式(2-7)两端的实部和虚部分别相等，则得到材料折射率实部 $n(\omega)$ 和虚部 $k(\omega)$ 的计算式：

$$n(\omega) = \frac{1 - \rho'(\omega)}{1 + \rho'(\omega) - 2\sqrt{\rho'(\omega)} \cos \theta(\omega)} \quad (2-10)$$

$$k(\omega) = \frac{-2\sqrt{\rho'(\omega)} \sin \theta(\omega)}{1 + \rho'(\omega) - 2\sqrt{\rho'(\omega)} \cos \theta(\omega)} \quad (2-11)$$

其中对相位角 $\theta(\omega)$ 有：

$$\theta(\omega) = \frac{2\omega}{\pi} \left[\int_0^\infty \frac{\ln \sqrt{\rho'(\omega_i)}}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i - \int_0^\infty \frac{\ln \sqrt{\rho'(\omega)}}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \right] \quad (2-12)$$

$$\text{因为: } \frac{2\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{\ln \sqrt{\rho'(\omega)}}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i = \frac{\ln \sqrt{\rho'(\omega)}}{\pi} \int_0^\infty \left[\frac{1}{\omega_i - \omega} - \frac{1}{\omega_i + \omega} \right] d\omega_i = 0$$

$$\text{所以: } \theta(\omega) = \frac{2\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{\ln \sqrt{\rho'(\omega_i)}}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i = \frac{\omega}{\pi} \int_0^\infty \frac{\ln \rho'(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \quad (2-13)$$

在全频率范围内测定介质对近垂直入射光的反射率，由测定的反射率曲线拟合

得到反射率与角频率的函数表达式，将函数表达式代入式(2-13)就可以确定反射光的相位角 $\theta(\omega)$ ，将相位角的表达式代入式(2-10)和式(2-11)，就可以得到角频率为 ω 的介质对入射光的复折射率实部 $n(\omega)$ 和虚部 $k(\omega)$ 。

根据式(2-13)，为了得到相位角 $\theta(\omega)$ ，必须测定介质对角频率从 $0 \rightarrow \infty$ rad/s，也就是波数从 $0 \rightarrow \infty$ cm^{-1} 的入射光的反射率，得出反射率与角频率的函数，然后再进行积分。但是在实际中，不可能测定波数从 $0 \rightarrow \infty$ cm^{-1} 的反射率，一般只能测定波数从 4000cm^{-1} 到 400cm^{-1} 范围内入射光的反射率。而且由于仪器的限制，不能够测定完全垂直入射光的反射率，只能测定近垂直入射条件下光的反射率。查阅了相关的文献了解到，材料对红外光的反射率在波数特高和特低的范围内几乎保持恒定，因而可以将波数低于 400cm^{-1} 入射光的反射率作为常数 ρ_1' ，将波数高于 4000cm^{-1} 的反射率当作常数 ρ_4' 。 4000cm^{-1} 到 400cm^{-1} 范围内的反射率，根据所测得的反射谱进行分段拟合，得到反射率与角频率的函数表达式，再代入式(2-13)进行积分运算得出相位角。如图2-3所示是一段典型的红外反射谱曲线。

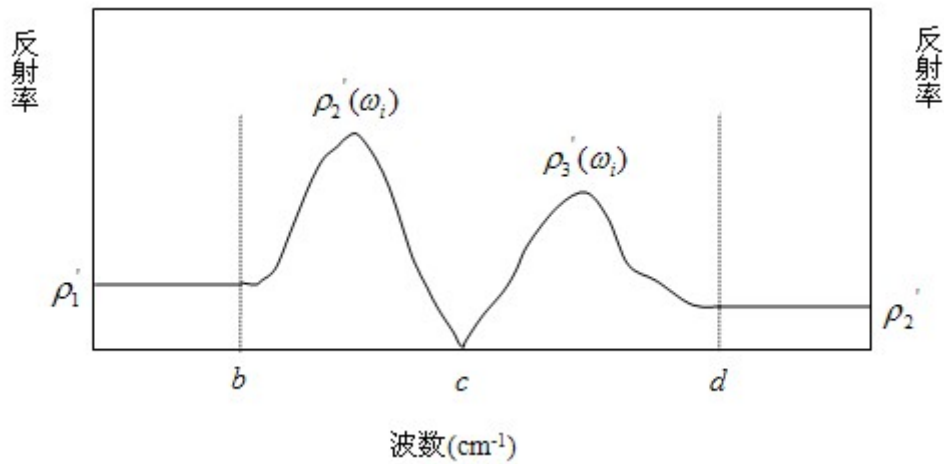


图 2-3 典型材料的红外反射光谱

根据曲线，得到介质对入射光的反射率为：

$$\rho'(\omega_i) = \begin{cases} \rho_1' & 0 \leq \omega_i < b \\ \rho_2'(\omega_i) & b \leq \omega_i < c \\ \rho_3'(\omega_i) & c \leq \omega_i < d \\ \rho_1' & d \leq \omega_i \end{cases} \quad (2-14)$$

将反射率 $\rho'(\omega_i)$ 的表达式(2-14)代入式(2-13)，即可得到相位角 $\theta(\omega)$ 的计算式：

$$\theta(\omega) = \frac{\omega}{\pi} \left[\int_0^b \frac{\ln \rho'_1}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_b^c \frac{\ln \rho'_2(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_c^d \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_d^\infty \frac{\ln \rho'_4}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \right] \quad (2-15)$$

从相位角 $\theta(\omega)$ 的计算式(2-15)可以看出，在进行函数积分运算时， $\omega = \omega_i$ 是积分式的一个断点，因而需要将函数式进行分段积分，可得：

$$\theta(\omega) = \begin{cases} \frac{\omega}{\pi} \left[\int_0^{\omega-\Delta} \frac{\ln \rho'_1}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_{\omega+\Delta}^b \frac{\ln \rho'_1}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_b^c \frac{\ln \rho'_2(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_c^d \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_d^\infty \frac{\ln \rho'_4}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \right] & (0 \leq \omega < b) \\ \frac{\omega}{\pi} \left[\int_0^b \frac{\ln \rho'_1}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_b^{\omega-\Delta} \frac{\ln \rho'_2(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_{\omega+\Delta}^c \frac{\ln \rho'_2(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_c^d \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_d^\infty \frac{\ln \rho'_4}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \right] & (b \leq \omega < c) \\ \frac{\omega}{\pi} \left[\int_0^b \frac{\ln \rho'_1}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_b^c \frac{\ln \rho'_2(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_c^{\omega-\Delta} \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_{\omega+\Delta}^d \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_d^\infty \frac{\ln \rho'_4}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \right] & (c \leq \omega < d) \\ \frac{\omega}{\pi} \left[\int_0^b \frac{\ln \rho'_1}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_b^c \frac{\ln \rho'_2(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_c^d \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_d^{\omega-\Delta} \frac{\ln \rho'_3(\omega_i)}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i + \int_{\omega+\Delta}^\infty \frac{\ln \rho'_4}{\omega_i^2 - \omega^2} d\omega_i \right] & (d \leq \omega) \end{cases} \quad (2-16)$$

要将相位角 $\theta(\omega)$ 按照式(2-16)进行积分运算，还需要确定 $\rho'_2(\omega_i)$ 和 $\rho'_3(\omega_i)$ 的具体表达式，这就需要测定出该范围内红外反射率光谱曲线，依据光谱曲线进行拟合，从而得到 $\rho'_2(\omega_i)$ 和 $\rho'_3(\omega_i)$ 的具体表达式。使用 Origin 软件对曲线进行拟合，根据拟合曲线与实际曲线的匹配程度和拟合均方差的大小，选择合适的拟合函数。

本论文将在3.3.3节具体计算氧化铝对CO₂激光的折射率。将测得的氧化铝红外反射率曲线进行分段拟合，得出反射率与角频率的拟合函数，代入式(2-16)通过积分计算得到相位角 $\theta(\omega)$ ，再通过式(2-10)和式(2-11)计算得到氧化铝对CO₂激光复折射率的实部 $n(\omega)$ 和虚部 $k(\omega)$ ，并对比实验值与理论值的差别。

2.4 非稳-波导混合腔传输损耗的计算

按照光波在波导内的模式传播，来推导计算波导内的光波模式损耗。图 2-4 为光波导示意图。两个板条电极构成矩形光波导，板条电极长度为 l ，所构成的矩形光波导长为 $2a$ ，宽 $2b$ ，波导膜折射率 n_z ，e、f 为波导的左右侧面。

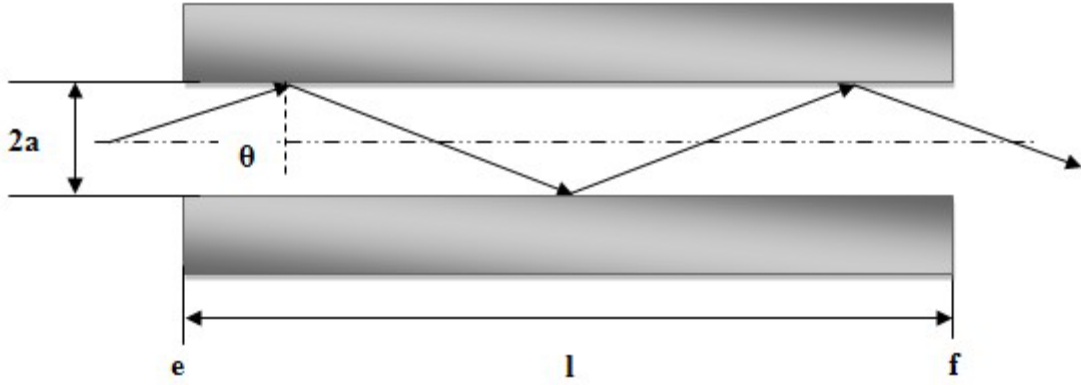


图 2-4 光波导示意图

假设初始场分布为 $U_{e1}(x, y)$ ，位于波导左侧面，且沿 y 向偏振，将 $U_{e1}(x, y)$ 分解为波导内的传播模式^[40-42]：

$$U_{e1}(x, y) = \sum_{m,n}^{+\infty} \left[\begin{aligned} &a_{e1m,n} \sin\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) + b_{e1m,n} \sin\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) \\ &+ c_{e1m,n} \cos\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) + d_{e1m,n} \cos\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) \end{aligned} \right] \quad (2-17)$$

其中各项系数为：

$$a_{e1m,n} = \frac{1}{s_1} \iint U_{e1}(x, y) \sin\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy$$

$$b_{e1m,n} = \frac{1}{s_2} \iint U_{e1}(x, y) \sin\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy$$

$$c_{e1m,n} = \frac{1}{s_3} \iint U_{e1}(x, y) \cos\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy$$

$$d_{e1m,n} = \frac{1}{s_4} \iint U_{e1}(x, y) \cos\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy$$

$$s_1 = \iint \sin^2\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin^2\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy = ab$$

$$s_2 = \iint \sin^2\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos^2\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy = ab$$

$$s_3 = \iint \cos^2\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin^2\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy = ab$$

$$s_4 = \iint \cos^2\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos^2\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) dx dy = ab$$

光从波导的左侧面传到波导的右侧面，则波导右侧面上光强分布为：

$$U_{f1}(x, y) = \sum_{m,n}^{+\infty} \left[\begin{aligned} &a_{e1m,n} \sin\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) + b_{e1m,n} \sin\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) \\ &+ c_{e1m,n} \cos\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \sin\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) + d_{e1m,n} \cos\left(\frac{m\pi x}{2a}\right) \cos\left(\frac{n\pi y}{2b}\right) \end{aligned} \right] \exp[i(r_{m,n}l - \omega t)] \quad (2-18)$$

式(2-18)中，当 $m+n=2s+1$ 时，系数为零，其余仍按上式计算。

其中， $\gamma_{m,n}$ 为： $\gamma_{m,n} = \beta_{m,n} + j\alpha_{m,n}$ (2-19)

对电场沿 y 方向振动的 $E^y H_{mn}^x$ 模有：

$$\beta_{m,n} = \frac{2\pi}{\lambda} \left[\begin{aligned} &1 - \frac{1}{2} \left(\frac{n\lambda}{4a} \right)^2 \left(1 - \frac{\lambda}{\pi a} \operatorname{Im} \left\{ \frac{1}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} \right) - \\ &\frac{1}{2} \left(\frac{m\lambda}{4b} \right)^2 \left(1 - \frac{\lambda}{\pi b} \operatorname{Im} \left\{ \frac{n_z^2}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} \right) \end{aligned} \right] \quad (2-20)$$

$$\alpha_{m,n} = \frac{n^2}{16} \cdot \frac{\lambda^2}{a^3} \operatorname{Re} \left\{ \frac{1}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} + \frac{m^2}{16} \cdot \frac{\lambda^2}{b^3} \operatorname{Re} \left\{ \frac{n_z^2}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} \quad (2-21)$$

对电场沿 x 方向振动的 $E^x H_{mn}^y$ 模有：

$$\beta_{m,n} = \frac{2\pi}{\lambda} \left[\begin{aligned} &1 - \frac{1}{2} \left(\frac{n\lambda}{4a} \right)^2 \left(1 - \frac{\lambda}{\pi a} \operatorname{Im} \left\{ \frac{n_z^2}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} \right) - \\ &-\frac{1}{2} \left(\frac{m\lambda}{4b} \right)^2 \left(1 - \frac{\lambda}{\pi b} \operatorname{Im} \left\{ \frac{1}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} \right) \end{aligned} \right] \quad (2-22)$$

$$\alpha_{m,n} = \frac{n^2}{16} \cdot \frac{\lambda^2}{a^3} \operatorname{Re} \left\{ \frac{n_z^2}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} + \frac{m^2}{16} \cdot \frac{\lambda^2}{b^3} \operatorname{Re} \left\{ \frac{1}{\sqrt{n_z^2 - 1}} \right\} \quad (2-23)$$

以上四个等式中, n_z 为介质的复折射率。 $n_z = n + ik$, 其中 n 为折射率的实部, k 为折射率的虚部。 $\alpha_{m,n}$ 描述振幅衰减的快慢, 因而作为损耗因子。 $\beta_{m,n}$ 描述场的相移特性。

从 $\alpha_{m,n}$ 的表达式可以看出, 矩形波导的传输损耗与波导的尺寸 a 、 b 有关, 也与入射光的波长 λ 和介质对入射光的复折射率 n_z 有关, 还与模的序数 m 、 n 有关。

2.5 本章小结

结合非稳-波导混合腔结构, 提出了板条电极对于光学波导膜的镀膜技术要求: 较高的反射率、较好的抗氧化和抗电子溅射能力、较好的结合强度等。本章阐述了氧化铝膜反常色散的光学特性, 推导了垂直入射测定氧化铝对 CO_2 折射率的方法, 对光波导模式波导损耗进行了分析与计算, 分析表明, 波导损耗与波导的尺寸、入射光的折射率、波导膜对入射光的折射率有关。

3 溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝膜

溶胶-凝胶制备氧化铝膜的实验方法已经在 CO_2 激光全反射型空芯光纤中得到了应用，全反射型空芯波导光纤在激光医疗、激光加工等领域应用广泛。但目前国内鲜有溶胶-凝胶法在铜基上制备氧化铝膜的研究，更没有在板条激光器电极上进行氧化铝涂覆层的研究。本章使用溶胶-凝胶法在铜表面进行了制备氧化铝膜的实验研究。

3.1 溶胶-凝胶法的实验方案

本论文溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝膜的实验方案为：以异丁醇为前驱物、水为溶剂、硝酸为胶溶剂，采用分散法制备得到溶胶，将溶胶水浴加热后得到凝胶，采用提拉法和旋涂法在铜表面反复进行镀膜，进而将膜层进行高温热处理，得到致密的氧化铝膜^[43-46]。

溶胶-凝胶法具有显著的优点：（1）反应温度较低。在 1000°C 以内就能够烧结制得 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 涂层，这比传统方法的温度要低很多。由于铜的熔点为 $1083.4\pm 0.2^\circ\text{C}$ ，所以可以在铜表面采用溶胶-凝胶法进行镀膜；（2）镀膜成本低。溶胶-凝胶镀膜实验无需昂贵的大型镀膜仪器和设备，只需要特定的前驱物和溶剂，以及常用的化学实验设备；（3）比较容易实现在大尺寸基片上镀膜。板条电极尺寸较大，其它镀膜方式很难满足这个要求，而溶胶-凝胶法因为不需要大容积的反应腔，因而能够在在大尺寸基片上镀膜。

但溶胶-凝胶法也存在一些缺点：（1）膜层颗粒比较大，膜层本身结构疏松多孔。这将导致膜层表面光滑度不够；（2）工艺周期长，在自然条件下，如果将溶胶自然聚合得到凝胶，需要一个多月的时间；（3）溶胶-凝胶法采用有机物作为反应物，部分有机物可能有毒，会危害实验者的身体健康；（4）在将凝胶烧结得到膜层的过程中，如果烧结工艺不完善，可能在膜层中残留细孔或碳，导致膜层呈黑色。

3.2 氧化铝膜的制备实验

按照镀膜的流程，整个实验过程分为三步：镀膜前期铜表面处理、氧化铝膜的

制备和氧化铝膜的检测与分析。

3.2.1 镀膜前期铜表面的处理

整个镀膜前期处理过程如图 3-1 所示。先用抛光机对铜板进行抛光处理，用细砂纸打磨，将铜板打磨光滑，去除表面的铜锈等；然后将铜板放在无水乙醇中用超声波进行清洗 10 分钟，利用超声波在液体中的空化作用、加速度作用使污物层被分散、剥离，从而达到清洗目的；然后将铜板放在丙酮溶液中进行清洗 10 分钟，彻底去除油污以及一些其它杂质；之后将铜板在洁净的干燥箱中进行热处理 1 小时后，冷却备用。

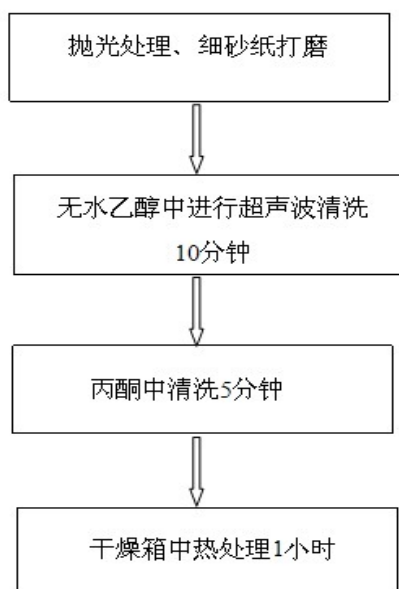


图 3-1 镀膜前期铜的表面处理流程

3.2.2 溶胶-凝胶法制备氧化铝膜

溶胶-凝胶法在铜上制备氧化铝膜的实验过程，主要有三个关键点：氧化铝溶胶凝胶的制备、凝胶在铜板上的镀膜过程和高温热处理过程。

制备氧化铝溶胶所用的实验药品如表 3-1 所示。

表 3-1 实验药品及有关物理参数

中文名称	分子式	分子量	密/浓度	纯度
异丁醇铝	$\text{Al} [\text{C}_4\text{H}_9\text{O}]_3$	204.24	0.96	分析纯
硝酸	HNO_3	63.01	1.46	分析纯
二次去离子水	H_2O	18.016	1.00	分析纯

实验所用到的仪器和器材：干燥箱、超声波清洗器、旋转镀膜机、提拉镀膜机、电阻炉等，紫铜板 5 块，尺寸为 $20\text{cm} \times 3\text{cm} \times 1\text{cm}$ 。

制备氧化铝溶胶的实验流程如图 3-2 所示，取 5ml 的异丁醇铝，将异丁醇铝、去离子水按摩尔比为 1:90 的比例进行混合，在 85°C 的水浴环境下进行加热，同时进行磁力搅拌 20 分钟。然后加入 1.5ml 的硝酸，继续在 85°C 的水浴环境下加热并进行磁力搅拌 20 分钟，目的是保证铝粒子充分水解。进而将水浴环境升温至 90°C 并静置 24 小时，将混合液过滤可得到透明的溶胶。

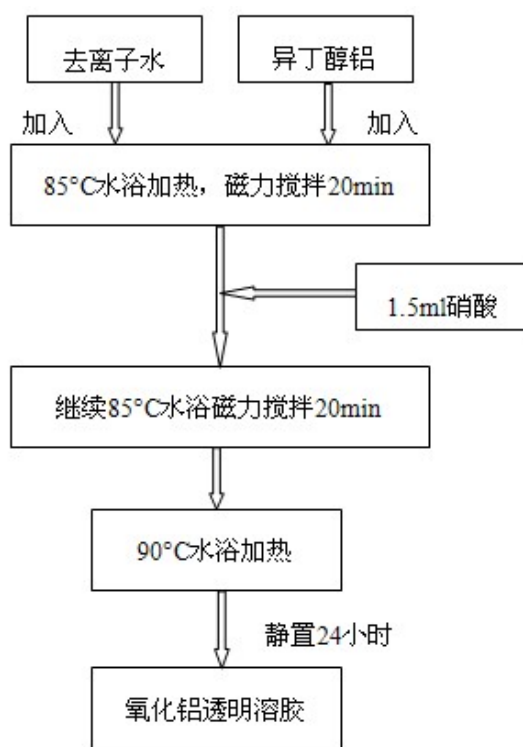


图 3-2 制备溶胶的流程图

过滤得到氧化铝溶胶后，下一步就是设法得到凝胶。如果在室温环境下，氧化铝溶胶很难凝胶，一般需要一到两个月时间。为了缩短凝胶时间，本论文将过滤得到的氧化铝溶胶在烘烤箱中进行 50°C 的热处理，这样可以明显缩短凝胶时间。

在得到氧化铝凝胶后，进而需要在铜板上制备氧化铝薄膜。平面铜板氧化铝膜的制备主要采取提拉法镀膜和旋涂法镀膜两种方法，如图 3-3 所示。提拉法和旋涂法的区别在于镀膜方法的采用上，提拉法是将铜板浸泡在氧化铝凝胶中，在将铜板提出氧化铝凝胶的过程中，氧化铝凝胶在其自身重力的作用下，在铜板上

形成膜层。旋涂法是利用离心机，使氧化铝凝胶在离心力和自身重力的作用下，在铜板上均匀分布得到膜层。两种方法都是以铜板为基片，将氧化铝凝胶在铜板上镀膜一次，然后使用烤胶机对镀膜后的铜板在 260°C 下热处理 5 分钟，自然冷却后多次重复镀膜并进行 260°C 的热处理，当膜层厚度达到约 $2\mu\text{m}$ 后，对所镀膜的铜板按照表 3-2 的温度机制进行高温热处理，即可在铜板上制备得到致密的氧化铝薄膜。

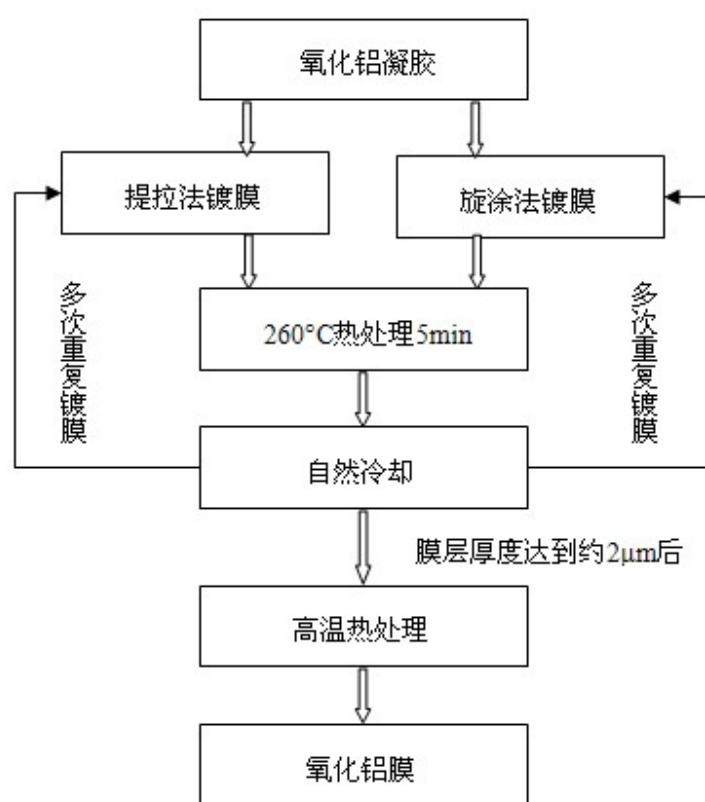


图 3-3 溶胶-凝胶法在铜上制备氧化铝膜的流程

表 3-2 氧化铝膜在高温电炉中的热处理温度制度

温度范围/ $^{\circ}\text{C}$	升温速率/ $(^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1})$	时间/min
室温 - 200	0.5	150
200 - 500	1.0	300
500 - 800	3.0	100
800 - 1000	2.0	100
1000 - 1000	--	700
1000 - 200	-1.0	800

3.3 镀膜结果的检测与分析

如图 3-4 所示为分别采用提拉和旋涂的溶胶-凝胶法在铜上制得到的实验样品。从表面特性来看,采用提拉法制备的氧化铝膜表面有些斑驳,其表面光滑度和表面反射特性不如用旋涂法制得的膜,而且采用旋涂法制备的氧化铝膜表面色泽更为均匀、膜层更为致密。



(a) 提拉法在铜板上制备氧化铝膜



(b) 旋涂法在铜板上制备氧化铝膜

图 3-4 溶胶-凝胶法在铜上制备氧化铝膜得到的样品

通过使用小刀在两块铜板表面进行简单的刮膜实验发现,氧化铝膜层与铜板的结合强度比较好,膜层的厚度也在要求范围之内。如果合理控制镀膜时间,膜层能够达到 $2\mu\text{m}$ 的厚度。

同时,本论文研究了镀膜之前对铜表面进行抛光处理的重要性。图 3-5 中的铜板在进行溶胶-凝胶法表面镀膜实验之前,以图中黑线为界,铜板的左侧按照图 3-1 的方法进行了表面处理,而右侧未进行任何处理。从镀膜的效果来看,经过表面处理的铜板膜层比未经表面处理的铜板膜层表面更加光滑、膜层更加致密匀称,反射率特性也更好,这主要是由于未经表面处理的铜板,表面有有较多的污渍和铜锈等,表面不够平滑,这样当进行溶胶-凝胶镀膜时,氧化铝膜与铜难以结合紧密,同时由

于膜层厚度只是微米级的，镀膜前铜表面的平整度对镀膜后膜层表面的光滑度和反射率影响很大。这个对比实验充分说明了在进行溶胶-凝胶法镀膜实验之前对铜表面进行良好处理的重要意义。

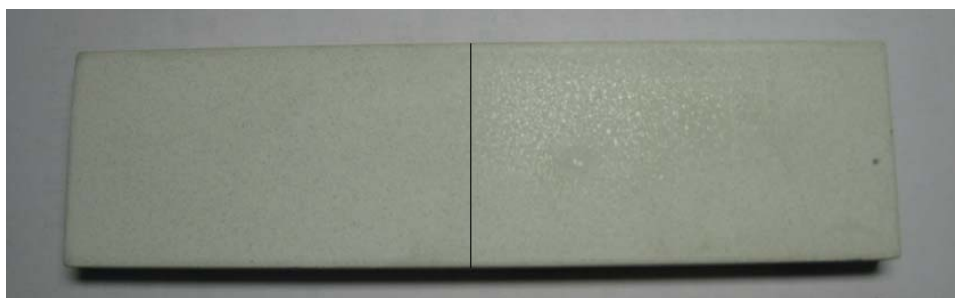


图 3-5 铜板表面进行抛光和未进行抛光的镀膜结果对比（左侧抛光，右侧未抛光）

本论文对所制备的氧化铝膜层利用傅里叶红外光谱仪进行了反射谱的测试，以确定所镀氧化铝膜的表面反射率状况，同时利用所测得的反射谱，通过 2.2 节中阐述的垂直入射法可以确定氧化铝膜层的折射率，这是为了确定氧化铝膜层对 CO_2 激光的折射率是否确实小于 1，只有小于 1，当入射角满足一定的条件下才能够发生全反射现象，这一点对于选择是否在板条电极上镀氧化铝膜极为关键。

3.3.1 氧化铝膜层的物相测试

对氧化铝膜层的 X 射线衍射测试所用的仪器是荷兰帕纳科公司(PANalytical B.V) 型号为 X'Pert PRO 的 X 射线衍射仪，如图 3-6 所示。



图 3-6 X 射线衍射仪 X'Pert PRO

X'Pert PRO 的预校准光路全模块化，在几分钟内可实现对不同光路系统和样品台等附件的高精度更换，同时它的探测器 X'Celerator 具有非常高的接受效率、稳定性和灵敏度。使用 X'Pert PRO 型 X 射线衍射仪来测定晶体物相的原理是：由于每一种物质都有其独特的化学组成和晶体结构，这样当 X 射线被晶体衍射时，不同的晶体将得到不同的衍射花样。将所测得的衍射花样与标准库里的衍射花样进行对比，就可以鉴定晶体的物相。X 射线衍射仪的测试结果如图 3-7 所示，其中横轴表示 2θ ， θ 为掠入射角，纵轴为谱线强度。

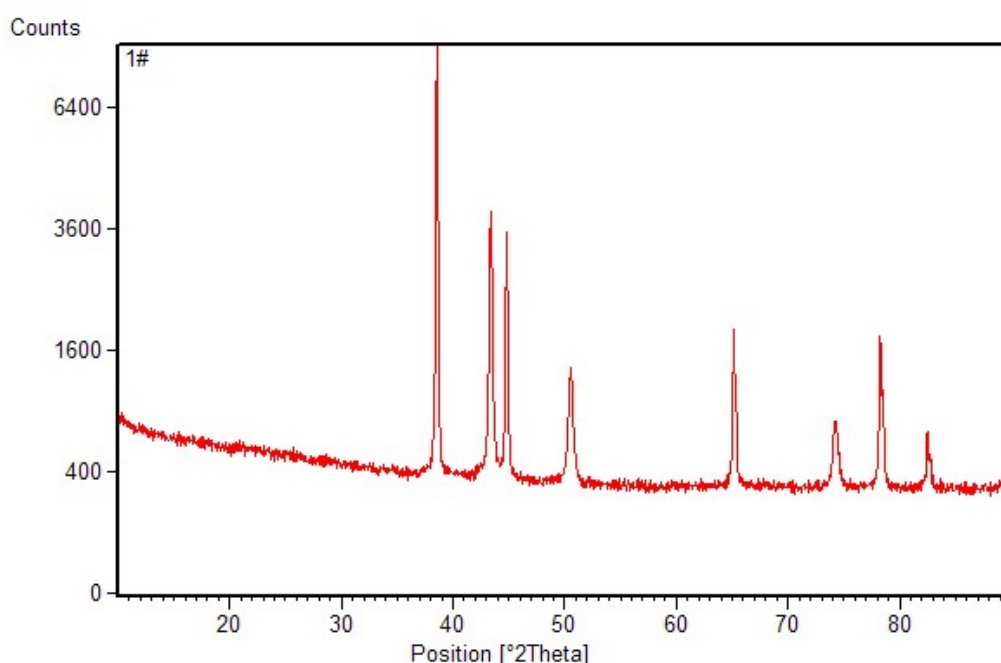


图 3-7 溶胶-凝胶法制备的氧化铝膜的 X 射线衍射谱

使用 X'Pert Highscoreplus 软件对所测得的 X 射线衍射谱进行物相分析，结果表明：氧化铝膜层的物相为纯 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ，这说明使用溶胶-凝胶法在铜表面制备的氧化铝晶体薄膜，其物相结构只含有 α 相。

3.3.2 氧化铝膜层表面反射率的测试

利用 NEXUS 670 型傅里叶红外光谱仪对氧化铝膜进行红外反射率的测试，确定氧化铝膜表面的反射率是否能够达到板条电极对于光学波导膜反射率的要求，同时得到在一定波长范围内的红外反射率光谱图。通过 2.3 节可知，确定合适的拟合函数

类型和拟合阶数，就能给出反射率 $\rho'(\omega_{i2})$ 和 $\rho'(\omega_{i3})$ 的拟合函数。将所得拟合函数代入到式(2-16)便可得出相位角 $\theta(\omega)$ ，再加 $\theta(\omega)$ 代入到式(2-10)和式(2-11)，便可得出折射率实部 $n(\omega)$ 和虚部 $k(\omega)$ ，即得材料的复折射率。为作对比研究，本论文分别测试了提拉法和旋涂法在铜表面制备氧化铝膜的反射谱，以确定得到溶胶凝胶后在铜表面最适合的镀膜方法。同时也测定了镀膜前经过表面处理的铜板与未经过表面处理的铜板的反射谱，目的是观察镀膜前对铜进行表面处理对镀膜结果的影响。将测试结果绘制成反射率与波长的曲线，纵轴为反射率，反射率是一个百分数，横轴为波长，单位为纳米(nm)，图 3-8 是采用提拉法在铜表面镀膜的反射谱，图 3-9 是采用旋涂法镀膜的反射谱。两种情况下都测试了 30° 、 45° 、 60° 和 80° 入射角下的反射谱，每一个固定的入射角下，都测定了铜表面经过抛光处理和未经抛光处理的反射谱，在每一个入射角的反射谱都过波长为 $10.6\mu\text{m}$ 处作了一条垂直线，以方便地看出氧化铝膜对 CO_2 激光的反射率。

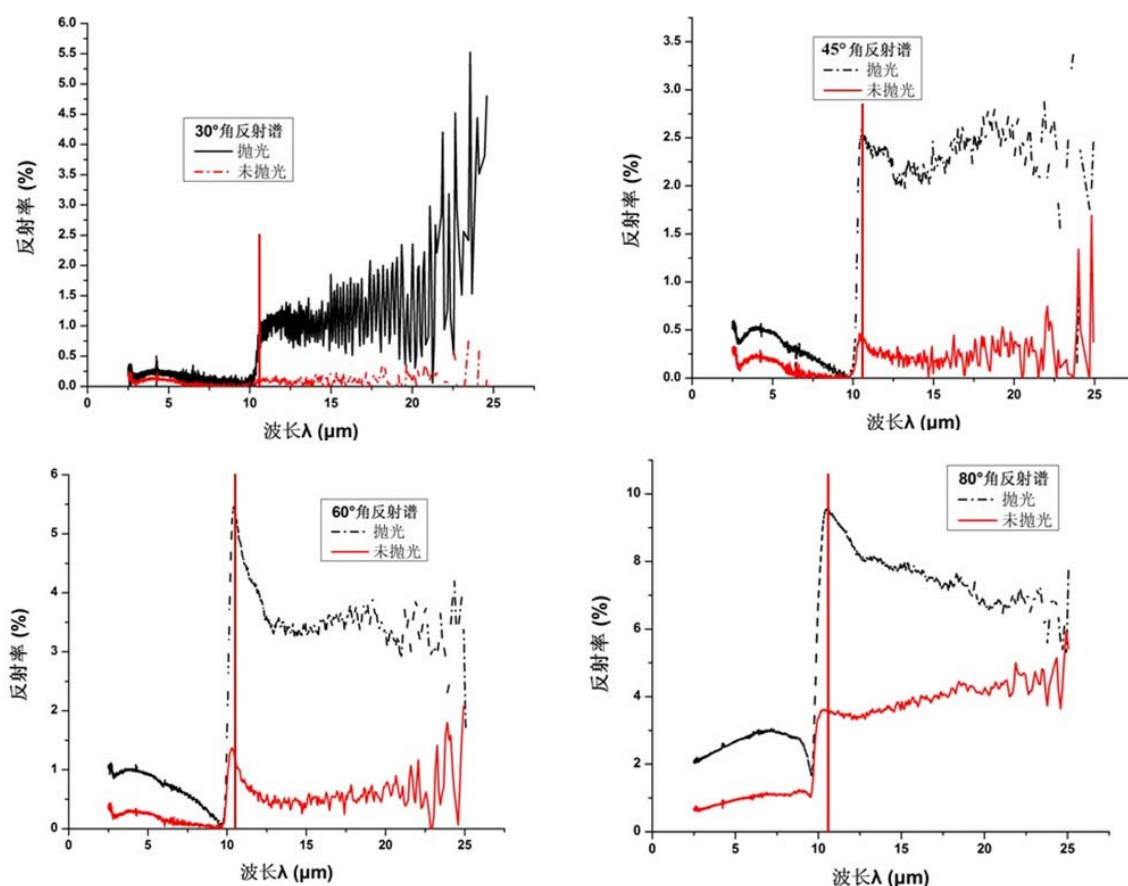


图 3-8 提拉法在铜表面制备的氧化铝膜层表面反射率测试(30° , 45° , 60° , 80°)

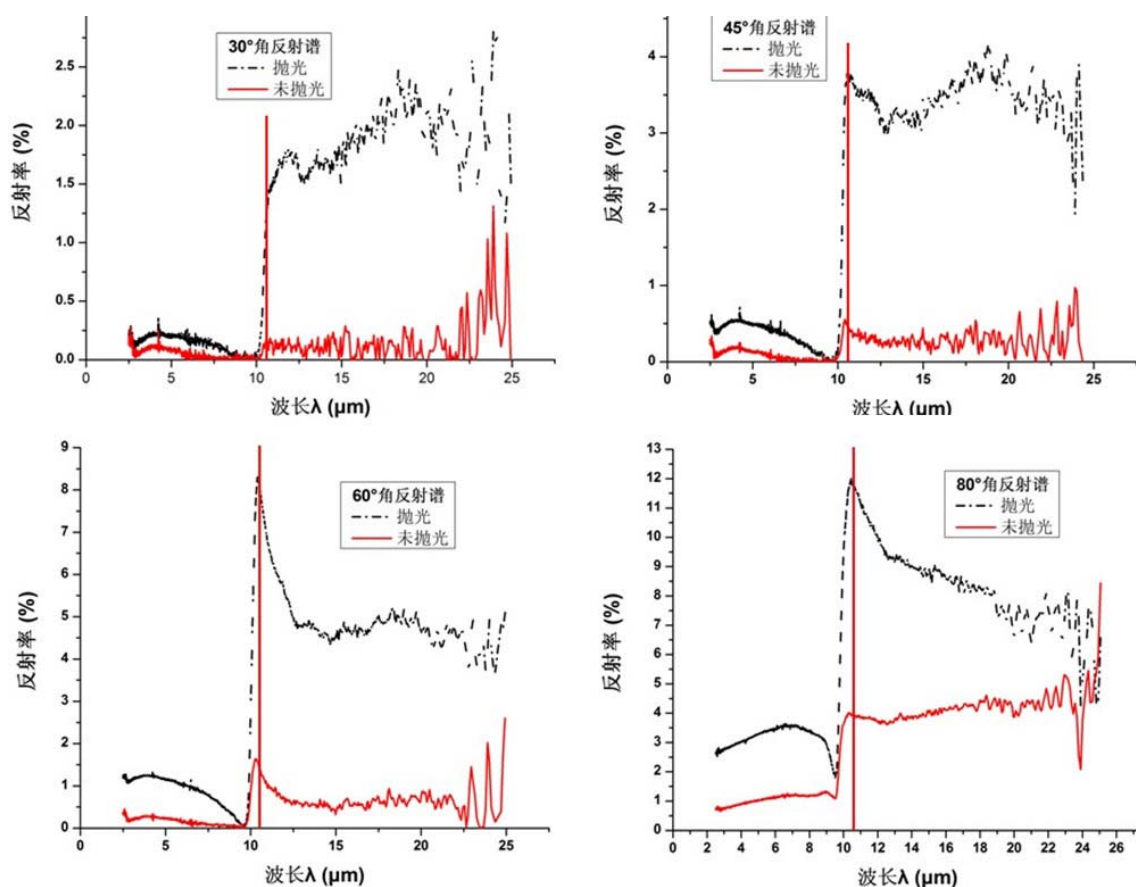


图 3-9 旋涂法在铜表面制备的氧化铝膜层表面反射率测试(30°, 45°, 60°, 80°)

对比图3-8和图3-9, 可以看出:

(1) 当入射角为45°、60°和80°时, 反射率曲线在波长为10000-11000nm波段出现一个反射率尖峰, 在入射角为30°时, 没有明显的反射率尖峰。这是因为当入射角大于45°时, 这一波段的入射光在氧化铝介质表面发生全反射的原因, 全反射减少了折射光的损耗, 从而反射率曲线在此波段出现一个尖峰。

(2) 在入射波长相同的情况下, 入射角为30°、45°、60°和80°的反射率整体上逐渐增大。这是因为当入射角逐渐增大时, 入射光能在氧化铝介质表面发生全反射的波段范围越来越大。

(3) 在同一入射角下, 未抛光铜板膜层反射率都远低于抛光铜板膜层反射率。这是因为未进行抛光处理的铜表面会有各种锈迹、油污以及表面磨损等, 导致铜板表面不够光滑和平整, 而所镀膜层厚度为微米级, 因而可能导致膜层表面凹凸不平, 这充分说明了在镀膜之前在对铜进行表面处理的重要性。

(4) 在入射角相同的情况下，旋涂法制备的膜层表面反射率明显高于提拉法制备膜层表面反射率。由于使用旋涂法制备氧化铝膜时，落到衬底上的氧化铝溶胶在重力和离心力的作用下，能够均匀地分布在整個衬底的表面，而提拉法是利用重力作用使溶胶在衬底表面均匀分布。由于旋转镀膜机离心力的作用，旋涂法制备的氧化铝膜更加均匀，表面反射率也更高。

(5) 所测得的反射率都较低。这主要是因为溶胶-凝胶法生成凝胶的粒径比较大，导致镀膜后的膜层表面不是非常光滑。使用凝胶在纯铜表面镀膜后，需要进行高温热处理，高温热处理会导致膜层存在大量微孔并产生局部收缩。

3.3.3 氧化铝膜对CO₂激光折射率的测定与计算

使用光谱仪测定近垂直入射条件下 400-4000cm⁻¹ 波数范围内氧化铝膜的反射谱，如图 3-10 所示，其中波数 $x = 1/\lambda$ ， λ 为波长。由于所需得到的反射率 $\rho_2'(\omega)$ 和 $\rho_3'(\omega)$ 是角频率的函数，角频率值偏大，而角频率与波数成正比，因而在进行拟合时将反射谱绘制成反射率与波数的曲线。

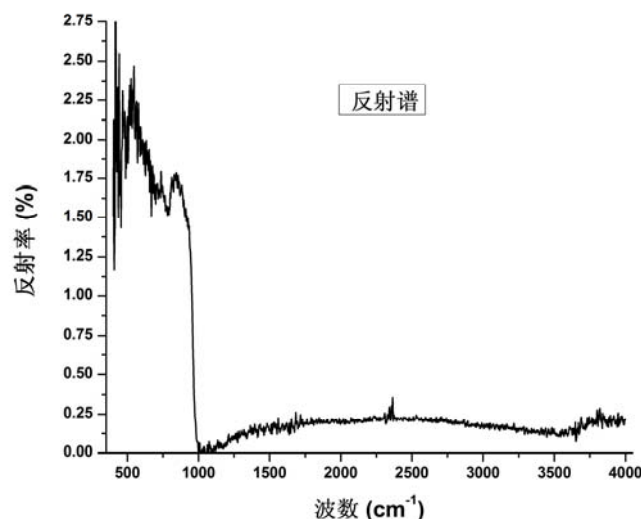


图 3-10 氧化铝在 400-4000cm⁻¹ 波数范围的反射率曲线

图 3-10 中反射率随波数变化的曲线在波数为 1055cm⁻¹ 处出现谷点，因而将反射率曲线按波数范围 400-1055cm⁻¹ 和 1055-4000cm⁻¹ 分为两段，将这两段曲线分别进行拟合。

由 2.3 节可知，需要测定在垂直入射条件下氧化铝的反射谱，根据反射谱确定合适的拟合函数 $\rho'_2(\omega)$ 和 $\rho'_3(\omega)$ ，将 $\rho'_2(\omega)$ 和 $\rho'_3(\omega)$ 代入式(2-16)，便可得出相位角 $\theta(\omega)$ ，再将 $\theta(\omega)$ 代入到式(2-10)和式(2-11)，便可得到复折射率实部 $n(\omega)$ 和虚部 $k(\omega)$ 。

采用 Origin 对波数范围为 $400\text{-}1055\text{cm}^{-1}$ 和 $1055\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ 的两段曲线分别进行拟合。在拟合的过程中发现，多项式的拟合结果与两曲线最为吻合。如图 3-11 和图 3-12 所示，波数范围为 $400\text{-}1055\text{cm}^{-1}$ 的拟合曲线级数为 7，式(3-1) 为其拟合多项式；波数范围为 $1055\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ 的拟合曲线级数为 5，式(3-2) 为其拟合多项式，其中， $\rho'_2(\omega)$ 和 $\rho'_3(\omega)$ 为反射率，它们是入射光角频率 ω 的函数， x 为入射光的波数，波数与角频率的关系为： $\omega = 2\pi c/x$ ，其中 c 为光速， $c=3.0\times 10^8\text{m/s}$ 。

$$\begin{aligned} \rho'_2(\omega) = & -525.20005 + 6.16289x - 0.03048x^2 + 8.26048\times 10^{-5}x^3 - 1.3119\times 10^{-7}x^4 \\ & + 1.22761\times 10^{-10}x^5 - 6.24652\times 10^{-14}x^6 + 1.33294\times 10^{-17}x^7 \end{aligned} \quad (3-1)$$

$$\begin{aligned} \rho'_3(\omega) = & -1.66957 + 0.0034x - 2.61541\times 10^{-6}x^2 + 1.07205\times 10^{-9}x^3 - 2.29151\times 10^{-13}x^4 \\ & + 1.97431\times 10^{-17}x^5 \end{aligned} \quad (3-2)$$

将拟合所得的 $\rho'_2(\omega)$ 和 $\rho'_3(\omega)$ 代入 2.3 节的式(2-16)，便可得出相位角 $\theta(\omega)$ ，再将 $\theta(\omega)$ 代入到式(2-10)和式(2-11)，便可得出折射率实部 $n(\omega)$ 和虚部 $k(\omega)$ 的值。

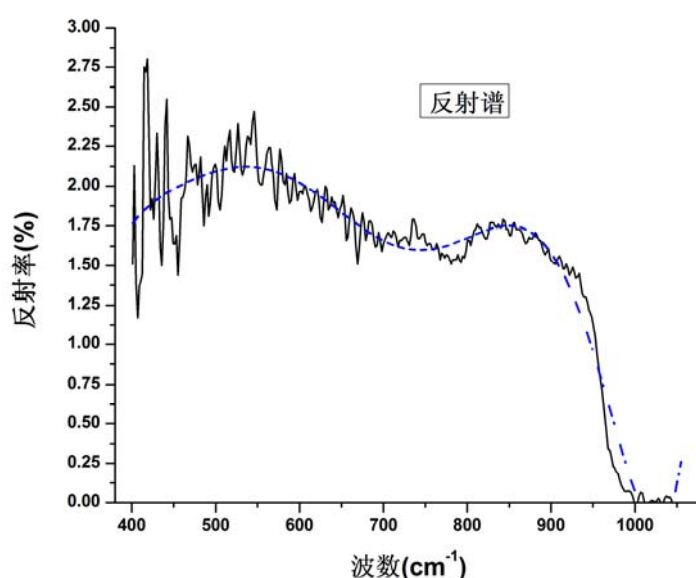


图 3-11 波数范围 $400\text{-}1055\text{cm}^{-1}$ 的反射谱曲线拟合

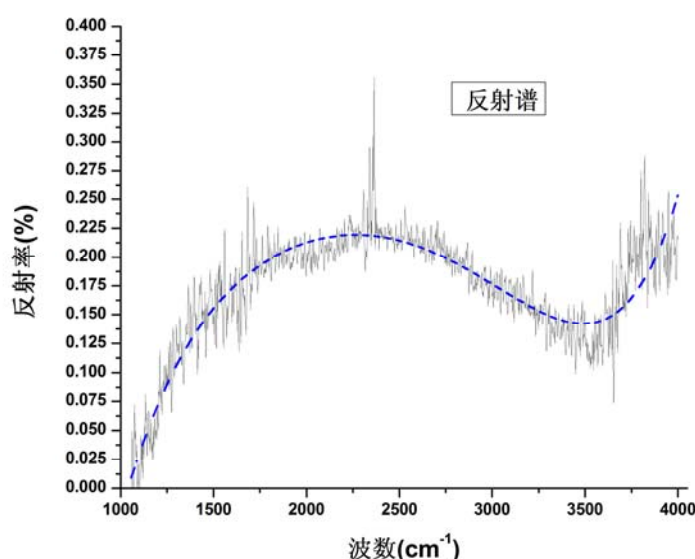


图 3-12 波数范围 1055-4000cm⁻¹ 的反射谱曲线拟合

令角频率 ω 值为 CO₂ 激光的角频率，即 $\omega=2\pi\times3\times10^8/(10.6\times10^{-6})$ 。使用 matlab 按以上的思路进行计算，可计算得复折射率： $N'=0.717381858952575-0.06284841082739i$ ，这个结果与 α -Al₂O₃ 晶体材料对 CO₂ 激光的折射率 $N'=0.67-0.04i$ 较为接近。误差主要是因为氧化铝膜层表面不够光滑导致了散射损耗和线性拟合不能做到十分精确。

3.4 本章小结

本章采用溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝薄膜。实验方案采用以异丁醇为前驱物、水为溶剂、硝酸为胶溶剂，采用分散法制备溶胶，通过在烘烤箱中进行 50℃ 的热处理得到凝胶，之后分别采用提拉法和旋涂法在铜表面进行镀膜，镀膜后进行高温热处理，得到致密的氧化铝薄膜。通过溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝膜的实验，可得出以下结论：

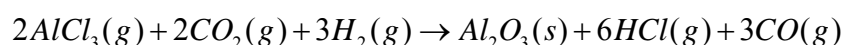
- (1) 溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝膜，能得到单一晶相的 α -Al₂O₃ 膜，膜层与铜表面的结合强度以及膜层的厚度能够达到板条电极对于膜层的要求；
- (2) 溶胶-凝胶法所制得的氧化铝膜表面反射率难以达到激光器工作的要求。这是由于工艺本身导致的，溶胶凝胶粒径较大，高温热处理过程中导致膜层表面有微孔并产生局部收缩。

4 化学气相沉积法在铜表面制备氧化铝膜

溶胶-凝胶法制备的氧化铝膜表面反射率难以达到高功率射频板条 CO₂ 激光器对于波导电极表面反射率的要求，暂时难以用在板条电极上进行制备氧化铝膜。本章研究了使用化学气相沉积法在铜表面制备氧化铝膜的镀膜实验，具体包括化学气相沉积法在铜表面制备氧化铝膜的实验方案、镀膜的实验过程以及对于膜层的检测与分析。

4.1 化学气相沉积法的实验方案

本论文采用以 AlCl₃、CO₂、H₂ 为反应物，H₂S 为催化剂的镀膜方案，反应式为：



所用的镀膜设备为泰科诺 HF-650 热丝化学气相沉积(HFCVD)镀膜仪，如图 4-1 所示。它常用来在切削刀具、钻头、丝锥等表面生长毫米级金刚石膜、类金刚石膜、氮化硅膜和氧化硅膜等。本实验使用该设备通过化学气相沉积的方法在铜表面制备氧化铝膜层^[47, 48]。



图 4-1 泰科诺 HF-650 热丝化学气相沉积设备

HF-650 热丝化学气相沉积设备的各项性能参数如表 4-1 所示，最大镀膜尺寸为

Φ200 mm，热丝温度 2000-2500℃，衬底温度可达 1000℃，真空度可达 1.3×10^{-3} Pa，基片台可旋转、可升降，控制及显示系统完善。

表 4-1 泰科诺 HF-650 热丝化学气相沉积设备各项性能指标

真空镀膜室尺寸	Φ650×H500 mm
基片台尺寸	Φ200 mm
基片台可升降范围	100 mm
热丝温度	2000-2500℃
衬底温度	600-1000℃
极限真空	1.3×10^{-3} Pa
基片台转速	0-3 转/分钟（可调）
真空腔室结构	立式前开门结构，后置抽气系统，双层水冷
真空系统	扩散泵+机械泵+维持泵
电源型式	热丝电源
真空控制方式	手动控制
工艺气体控制方式	4 路工艺气体流量控制及显示系统
报警及保护系统	对泵、靶等缺水、过流过压、断路等异常情况报警和相应保护

HF-650 热丝化学气相沉积设备的热丝为钨丝，该种材料的热丝具有耐高温的特点。实验过程中是通过加热热丝来控制反应温度的。将待镀膜的铜板放在钨丝正下方的衬底上，衬底置于热丝下方 4-8mm 处。实验中，通过气体流量计控制反应气体 H_2S 、 CO_2 的流量和流速。 $AlCl_3$ 采用外部油浴加热的方式，以气态的形式通入反应炉内，通过流量计来控制其流速。并将油浴锅与反应炉之间连接的管道保持 300℃ 恒温，以防 $AlCl_3$ 在油浴锅与反应腔室之间的管道中冷凝。在控制界面端，通过改变热丝的温度来控制反应温度。由于实验的尾气中含 HCl 、 CO 、 H_2S 等有毒气体，需要对尾气进行处理。将尾气通过硫酸铜溶液吸收掉 HCl 、 H_2S 以及未反应的 $AlCl_3$ ，再将尾气进行燃烧，处理反应生成的 CO ，之后将尾气排往比较空旷偏僻的空间，这样就能较好地处理尾气。

热丝化学气相沉积具体显著的特点：（1）在常压或者真空条件下均可以进行沉积镀膜，但通常真空沉积膜层质量更好；（2）改变反应物的气相组成就能够改变涂层的化学成分，同时不同的反应温度下也可以得到同一种材料不同晶相的膜层，从

而可获得混合镀层；(3)可在各种复杂形状的基体或颗粒工件上进行镀膜，可以在带有槽、沟、甚至盲孔的工件上镀膜；(4)可以通过各种各样的反应形成多种膜层，如金属、合金、陶瓷和化合物膜层等。

热丝化学气相沉积的最大缺点是沉积温度太高，一般需要在 900-1200℃ 的范围内。在这样的高温下，钢铁材料的工件晶粒长大会导致力学性能下降，故沉积后往往需要增加一道热处理工序。这就限制了 CVD 法在钢铁材料上的应用，而多用于硬质合金。因此 CVD 研究的一个重要方向就是设法降低工艺温度。此外，气源和反应后的尾气大多有一定的毒性，需要妥善处理好尾气。

4.2 制备氧化铝膜的实验流程

按照实验的过程，本实验也分为实验前期铜板表面处理、制备氧化铝膜、实验结果的测试与分析。实验前期，紫铜板按如 3.1 节中的图 3-1 所示的流程进行表面处理。本次镀膜实验，所用的实验药品如表 4-2 所示。

表 4-2 CVD 实验的反应物

反应物	分子式	纯度
无水氯化铝	AlCl_3	分析纯
高纯硫化氢 (99%)	H_2S	分析纯
二氧化碳	CO_2	高纯度
氢气	H_2	分析纯
硫酸铜	CuSO_4	无水硫酸铜
乙醇	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	高纯度
丙酮	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	高纯度

使用的仪器和器材包括：泰科诺热丝化学气相沉积设备 (HF-650)，恒温油浴锅，超声仪，红外灯，粗细砂纸各一份，50mm×50mm×5mm 的铜板 10 块。

实验以 $\text{AlCl}_3\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{S-H}_2$ 为先驱体气相体系。采用无水氯化铝，使用恒温油浴锅的方式进行加热，通过在管道处加一个气压阀控制气体流量。 AlCl_3 容器与热丝化学气相沉积设备之间的管道利用加热带保持 300℃ 的恒温，目的是防止 AlCl_3 在通往镀膜机的过程中发生冷凝。

实验过程中要严格控制 AlCl_3 的流量和流速，过量通入 AlCl_3 ，会导致两方面的问题：（1） AlCl_3 强烈吸水导致反应炉内充满积水、堵塞排气泵和排气管。因为 AlCl_3 极易水解，过量的 AlCl_3 在反应过程中将附着在反应炉的腔壁、排气泵和排气管上。实验结束后，这些 AlCl_3 吸收空气中的水分，发生强烈水解，将导致反应炉内大量积水、排气泵堵塞、排气管积水。（2） AlCl_3 过量将产生电离，导致钼丝因为短路而断裂。反应过程中，钼丝的温度高达 $2000\text{-}3000^\circ\text{C}$ 。过量的 AlCl_3 弥散在钼丝周围，由于钼丝温度极高，导致 AlCl_3 发生高温离解，产生带电离子，致使钼丝之间发生短路而崩断。

同时，实验中所用的 H_2S 气体要做到：（1）严格保证气密性。因为 H_2S 是有毒气体，如果 H_2S 发生泄露将产生严重的后果。气阀与排气管接口、排气管本身、排气管与反应炉接口这三处要做到严格的气密性。（2）由于 H_2S 具有腐蚀性，所以气阀、气管必须是不锈钢材料，同时实验中通过的 H_2S 一定不能过量，防止其腐蚀反应炉。

为了检测各反应物的比例和反应条件对膜层的生长速度和膜层效果的影响，以确定最佳的反应物比例和最佳的反应条件，本论文按照表 4-3 所示的方案反复进行了多次实验。本次实验所采用的温度有 800°C 和 700°C ，主要是测试反应温度对膜层晶相的影响；压力有 100mbar 和 50mbar，主要是观察气压对反应速度的影响；反应时间有 6h 和 8h，主要是确定合适的镀膜时间以制得要求厚度的膜层； H_2S 比重有 1% 和 1.6%，主要观察催化剂对反应速度的影响。实验中，为保证 AlCl_3 充分反应，要求 CO_2 与 AlCl_3 在反应物中的比重之比大于 2。实验中通过流量阀来严格控制气体的流量，气体的流量控制以 H_2 的流量为基准， H_2 的流量控制为 400ml/min 。

表 4-3 实验方案及各反应物的百分比

组序号	反应条件			各反应物的比例（摩尔比）			
	温度T	压力P	时间t	H_2S	AlCl_3	CO_2	H_2
1	800°C	100mbar	8h	1.5%	2.5%	7.0%	89%
2	700°C	100mbar	8h	1.5%	2.5%	7.0%	89%
3	800°C	50mbar	8h	1.5%	2.5%	7.0%	89%
4	800°C	100mbar	6h	1.5%	2.5%	7.0%	89%
5	800°C	100mbar	8h	1%	2.5%	7.0%	89.5%

实验的流程如图 4-2 所示：首先对铜进行表面处理，CVD 设备换上新钽丝，将表面处理好的铜板置于反应衬底上，各反应物与反应的管道接通。其次密闭反应炉，预热 2 小时，再将反应炉抽真空，当真空度达到 $1.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 时，停止抽真空，并按照表 4-3 的实验方案先后按比例通入反应物 H_2 、 CO_2 、 H_2S 和 AlCl_3 ，进行镀膜。镀膜过程中产生的尾气首先通入硫酸铜溶液，之后再进行点燃处理。经过一定时间后镀膜结束，待铜板在反应炉内冷却后，观察所镀膜层的情况，并对反应炉进行清洗。

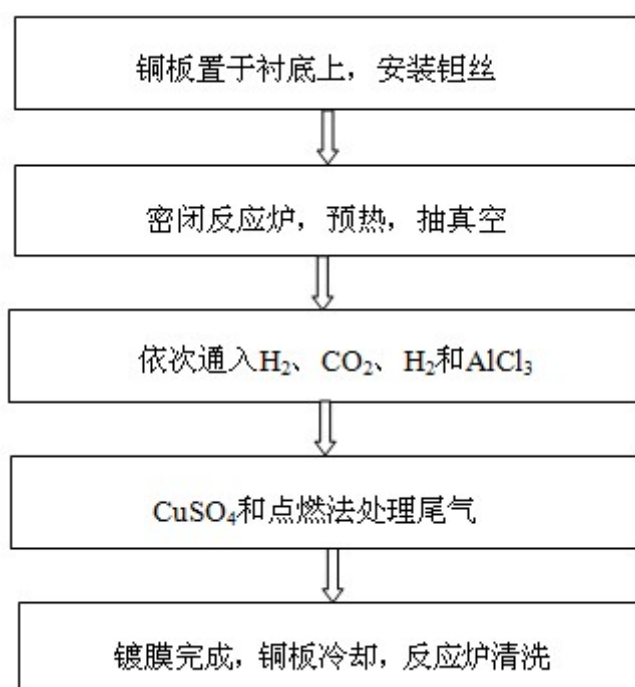


图 4-2 实验流程图

4.3 实验结果测试与分析

按照表 4-3 的实验方案进行了反复多次镀膜实验，实验结果表明：100mbar 的压力比 50mbar 的压力、1.5% 的 H_2S 比 1% 的 H_2S 、800°C 比 700°C 的条件下，在铜表面沉积膜层的速度都更快。这说明增大气压压力、提高 H_2S 含量和反应温度都能够促进镀膜速度。8 小时比 6 小时镀膜时间，所得膜层更厚更致密。经过多次实验，本论文确定了最佳应条件为：温度 800°C、气压 100mbar、 H_2S 摩尔比为 1.5%、8h 镀膜时间，也即是实验方案 1。

如图 4-3 所示为按照表 4-3 的实验方案 1 在铜表面制备氧化铝膜的实验结果。从

结果来看,氧化铝膜为透明状态、表面光洁度较好。采用简单的刮拭法证明膜层与铜的结合强度良好。

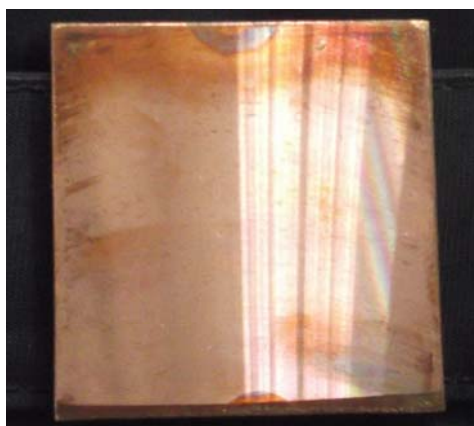


图 4-3 化学气相沉积法在铜板上制备氧化铝膜

使用 NEXUS 670 型傅里叶红外光谱仪对膜层进行测试,以确定膜层表面的反射率。为了测定膜层的成分和物相,刮取实验样品的粉末,首先进行 X 射线能谱测试确定膜层所含的元素成分,其次做了 X 射线衍射测试确定物质的晶相。

如图 4-4 所示为傅里叶红外光谱仪对膜层表面反射率的测试结果。入射角分别设定为 30° 和 60° ,横轴为波长,单位为 μm ,测试的波长范围为 $2.5\mu\text{m}$ - $25\mu\text{m}$,纵轴为反射率。从测试结果来看,化学气相沉积法在铜表面制备的氧化铝膜表面反射率良好,入射角 30° 时,表面反射率最高达到 70%,对 $10.6\mu\text{m}$ 波长入射光的反射率为 43%;入射角为 60° 时,表面发射率最高达到 95%,对 $10.6\mu\text{m}$ 波长入射光的反射率为 85%,这样的表面反射率基本能到满足板条电极对于光学波导膜反射率的要求。

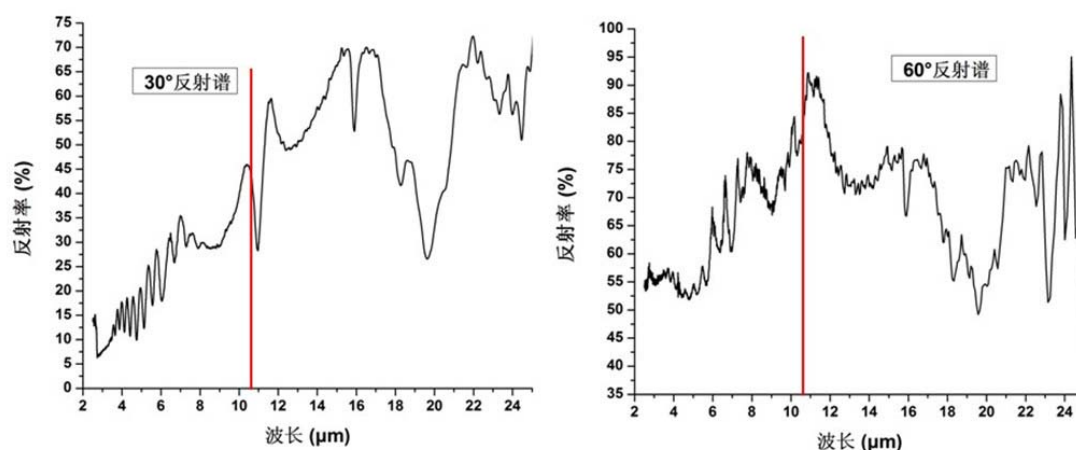


图 4-4 化学气相沉积法制备的氧化铝膜表面反射率测试结果

X 射线能谱测试,采用美国伊达克斯(EDAX)公司的 GENESIS 能谱仪,如图 4-5 所示。这款 X 射线能谱测试设备是高性能能谱仪的代表,它具有探头分辨率高、使用寿命长、检测元素范围广、操作界面集成化、专有技术软件分析精度高等特点。X 射线能谱仪检测元素的原理分定性和定量两个方面。在定性地确定元素种类方面,X 射线的能量 $E=h\nu$, 其中 h 为普朗克常数, ν 是光子的振动频率,不同的元素具有不同的 X 射线本征频率 ν ,即具有不同的能量值 E ,因而检测到不同光子的能量,即可定性地确定物质所含的元素种类。在定量地确定元素含量方面,在相同的条件下,同时测定标样和试样中所含元素的 X 射线强度,根据试样与标样的 X 射线的强度比,再经过修正后可得到元素的含量百分比。



图 4-5 X 射线能谱仪 GENESIS

X 射线能谱仪测试结果如图 4-6 所示,左侧的是能谱图,其横轴是所测得的 X 射线光子能量,单位是 keV,纵轴是采集的电子数。能谱图的测试结果表明:膜层所含的元素为 Al、Cu、C、O 和 S,其中 Al 元素含量最多,之后依次是 O、C、Cu、S。右侧是元素含量百分比,Wt%是质量百分比,At%是原子数百分比。其中 Al、C、O 三中元素的质量百分比和原子数百分比最高。测试中所测得的 Cu 来自于铜板,由于是用刀片刮取膜层表面的粉末,这个过程中必然会刮取下来部分的铜。C 元素主要来源于反应气体 CO_2 在反应过程中产生离解,并且盛装粉末用的是纸筒,这也带来了一些杂质 C 元素。S 元素来源于反应过程中所用到的催化剂 H_2S , H_2S 在反应过程中产生部分离解,产生的 S 沉积在膜层内。

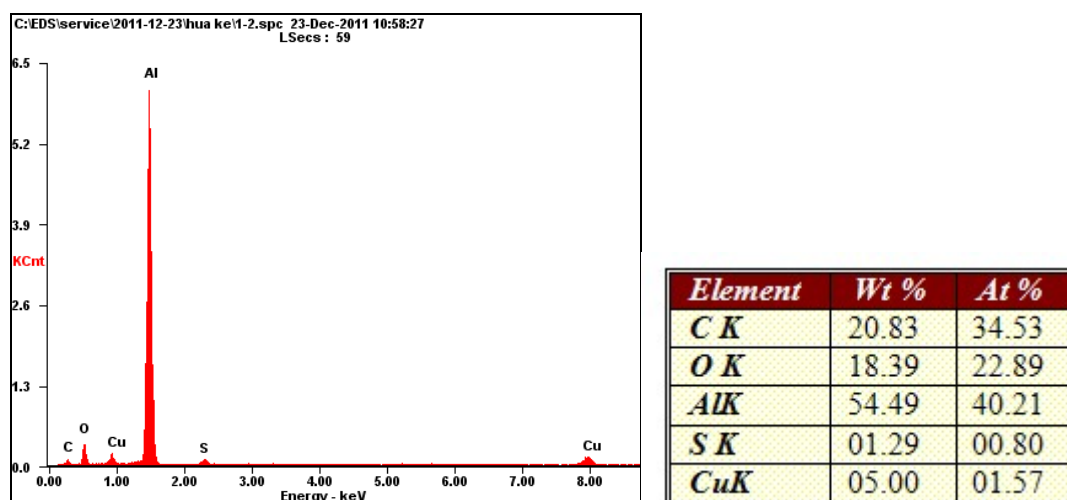


图 4-6 X 射线能谱仪测试结果：左侧是能谱图，右侧是元素的百分比结果

采用荷兰帕纳科公司(PANalytical B.V) X'Pert PRO 作 X 射线衍射测试。测试结果如图 4-7 所示，其中横轴 2θ ， θ 为掠入射角，纵轴为谱线强度。

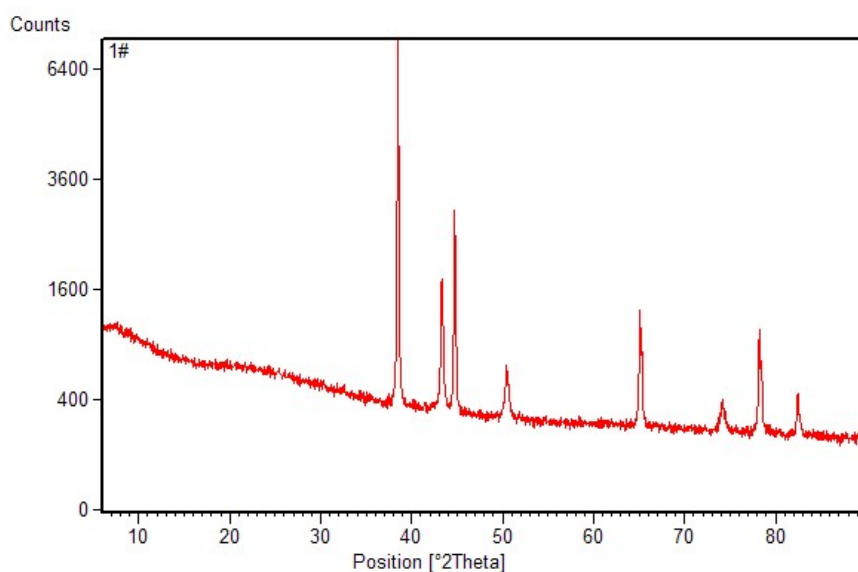


图 4-7 X 射线衍射仪测试所得的衍射谱

使用 X'Pert Highscoreplus 对图 4-7 的衍射谱进行分析，分析结果表明：膜层粉末中主要含铜和氧化铝，铜为刮取膜层粉末是刮下来的，所含的氧化铝为 α - Al_2O_3 和 γ - Al_2O_3 的混合晶相。这说明本实验化学气相沉积法在铜表面制备的氧化铝并非单一晶相的 α - Al_2O_3 ，而是 α - Al_2O_3 和 γ - Al_2O_3 的混合体。这可能由于在氧化铝晶相的转换过程中， γ - Al_2O_3 没有能够完全转化成 α - Al_2O_3 。

4.4 本章小结

本章采用化学气相沉积法，以 AlCl_3 、 H_2 、 CO_2 为反应物、 H_2S 为催化剂， 800°C 下在铜表面进行氧化铝膜的镀膜实验研究。制备得到了氧化铝薄膜后，对膜层进行了反射率、能谱和物相测试。傅里叶红外光谱仪的测试结果表明，所制备的氧化铝膜层表面对 $10.6\mu\text{m}$ 入射光的反射率达到 85%，这基本能够满足板条电极对于膜层表面反射率的要求。能谱仪的测试结果表明，膜层含 Al、C、O、Cu、S 五种元素，X 射线衍射仪的测试结果表明膜层为 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 和 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 混合晶相的氧化铝，这说明使用化学气相沉积法直接在铜表面镀膜，难以制备得到单一晶相的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。

5 磁控溅射法在板条电极上制备铝膜

溶胶-凝胶法制备的氧化铝膜表面反射率难以达到高反射率的要求，目前国内暂时又难以找到能做大尺寸（1000mm×200mm）镀膜的化学气相沉积设备，化学气相沉积制备的氧化铝膜也难以达到单一的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 晶相。而国内做磁控溅射镀膜的设备很多，且能够做大尺寸的镀膜，在参考了国外波导电极镀膜的基础上，本论文开展了在板条电极上用磁控溅射法镀铝膜的实验研究，所镀的铝膜在激光器工作中被放电氧化。本章首先在铜样品上做了镀膜实验并对结果进行测试，然后在板条电极上进行了镀膜实验，并测试了使用镀膜电极的射频板条 CO_2 激光器输出功率。

5.1 铜样品上制备铝膜的实验

本论文采用 TSU-1200 磁控溅射镀膜仪，这款磁控溅射镀膜设备具有可镀膜基片尺寸大、工件架可旋转、可实现 PLC 或 PC 自动控制、多弧离子和磁控溅射两种镀膜方式可供选择、配有矩形靶和柱状旋转靶等特点，其实物如图 5-1 所示。



图 5-1 TSU-1200 磁控溅射镀膜设备实物图

TSU-1200 型号磁控溅射镀膜仪各项性能指标如表 5-1 所示，其可镀膜空间达到 $\Phi 900 \times H 1000 \text{mm}$ ，因为板条电极的尺寸为 $1000 \text{mm} \times 200 \text{mm} \times 20 \text{mm}$ ，因而能够用此台

设备进行板条电极的镀膜。

表 5-1 TSU-1200 磁控溅射镀膜设备的主要技术指标

真空腔室尺寸	Φ1220×H1300mm
可镀膜空间	Φ900×H1000mm
极限真空度	$5.0 \times 10^{-4} \text{Pa}$
抽真空时间	从大气到 $5.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$ <20min
工件架	18 轴共/自转架，共/自转 0-20RPM
溅射电源	中频溅射电源
控制方式	PLC+PC 自动或手动控制方式可供选择
水冷系统	水压>4.0kg/cm ² ；水温应<25℃

5.1.1 实验原理

本论文采用磁控溅射的方法在铜样品上制备氧化铝膜，使用的是圆柱状铝靶材。磁控溅射制备铝膜的原理是：在反应炉腔内电场的作用下，电子从靶材加速飞向基片，在此过程中，电子与腔内的氩原子发生碰撞，使氩原子发生电离，产生带正电荷的氩离子和新的电子，氩离子在电场的作用下加速飞向靶材，轰击靶材，使靶材发生溅射。溅射产生的中性粒子沉积在基片上形成薄膜，溅射所产生的二次电子在腔内电场与磁场的共同作用下，围绕靶材作圆周运动，作圆周运动的二次电子又通过碰撞使更多的氩原子发生电离，更多的氩离子轰击靶材，产生更多的中性粒子在基片上形成薄膜，同时也产生更多的二次电子。这样，就能够在基片上高速沉积膜层。随着与氩原子碰撞次数增多，作圆周运动的二次电子能量逐渐降低，逐渐远离靶材表面，最后沉积在基片上。由于最后沉积在基片上的电子能量很低，从而基片的温度较低。因此，磁控溅射能实现低温高速溅射镀膜^[49, 50]。

5.1.2 实验过程

镀膜实验使用了 TSU-1200 型磁控溅射镀膜设备、圆柱状高纯铝靶材、高纯度氩气、八块紫铜板、抛光机、超声仪等。为了确定合适的镀膜时长以制备 2μm 厚的铝膜和确定在腔内和腔外冷却方式对最后膜层的影响，本论文设计了两条实验线路。如图 5-2 所示，将八块铜板中四块镀膜 3 小时，镀膜后两块取出放在空气中冷却，另两块在腔内冷却；剩下的四块进行 6 小时镀膜，镀膜后两块在腔内冷却，另两块在

空气中冷却。每次镀膜时设备的功率在前两个小时都加到最大，之后逐渐减小。在开始时都将偏压加到最大，之后逐渐减小，基片温度控制在 200°C - 300°C 。

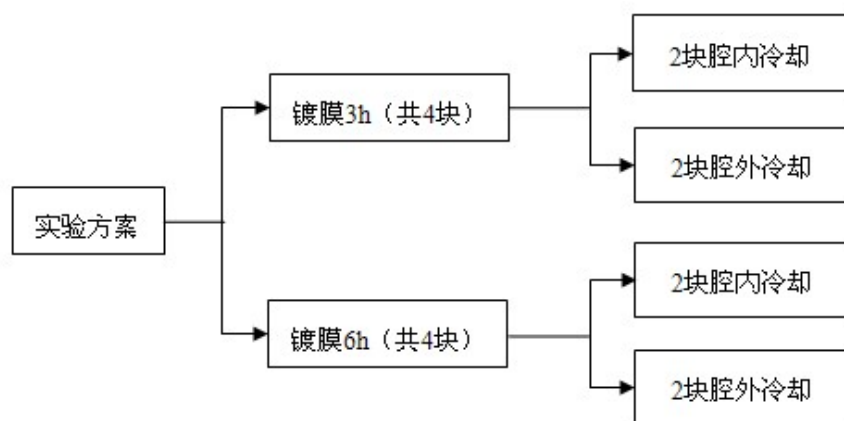


图 5-2 磁控溅射法制备铝膜的实验方案

磁控溅射法在铜板上制备铝膜的实验流程如图 5-3 所示，在镀膜之前要对铜板进行良好的表面处理，实验设备进行预热 2 小时。预热完成后，将铜板放入反应炉内。将反应炉抽真空，当真空度达到 $5.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 左右时，充入氩气，一段时间后，设备开始加偏压进行镀膜，并设定好工件架的转速，以使镀膜充分且均匀。在镀膜过程中，随时通过腔室旁边的观察镜观察铜表面的镀膜状况。在两次实验分别经过 3 小时和 6 小时的镀膜后，用坩埚钳取出两块铜板在腔外进行冷却，另两块铜板在腔内进行冷却。待铜板冷却下来后，对镀膜的情况观察分析。

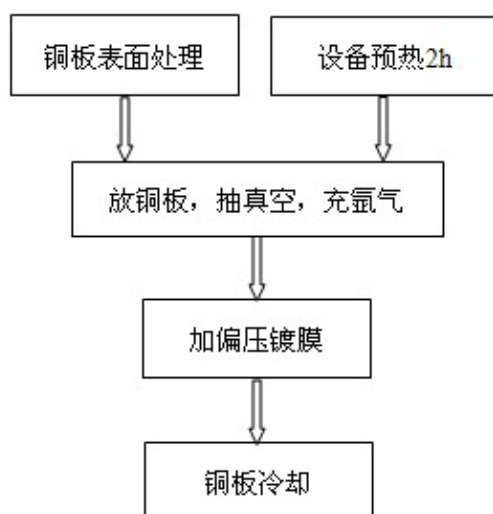


图 5-3 磁控溅射法制备铝膜的实验流程

5.1.3 实验结果与测试分析

实验发现，腔内冷却和腔外冷却方式对表面膜层的色泽、均匀度和光洁度等几乎没有影响。但镀膜时间为 6 小时的铜板和镀膜时间为 3 小时的铜板表面膜层相差很大，如图 5-4 所示。镀膜时间为 3 小时的膜层表面呈暗色，表面光洁度也不如镀膜时间为 6 小时的铜板。镀膜时间为 6 小时的铜板，表面膜层为银白色，色泽均匀，表面光洁度较好。同时，在使用小刀刮拭膜层时发现，膜层结合强度良好，膜层厚度明显大于镀膜为 3 小时的铜板。



(a) 镀膜时间为 3 小时



(b) 镀膜时间为 6 小时

图 5-4 磁控溅射法镀膜实验结果

对经过 6 小时镀膜的铜板使用 NEXUS 670 型傅里叶红外光谱仪进行表面反射率测试。分别测试了入射角为 30°、45°、60°、80°情况下波长范围 2.5 μm -25 μm 的入射光的反射率，测试结果如图 5-5 所示。从图中可以看出，入射角为 30°、45°、60°、80°情况下，铝膜对 10.6 μm 入射光的反射率分别为 15%、27%、48%、50%，如果进一步改进镀膜工艺，膜层表面的反射率还能够进一步提高。

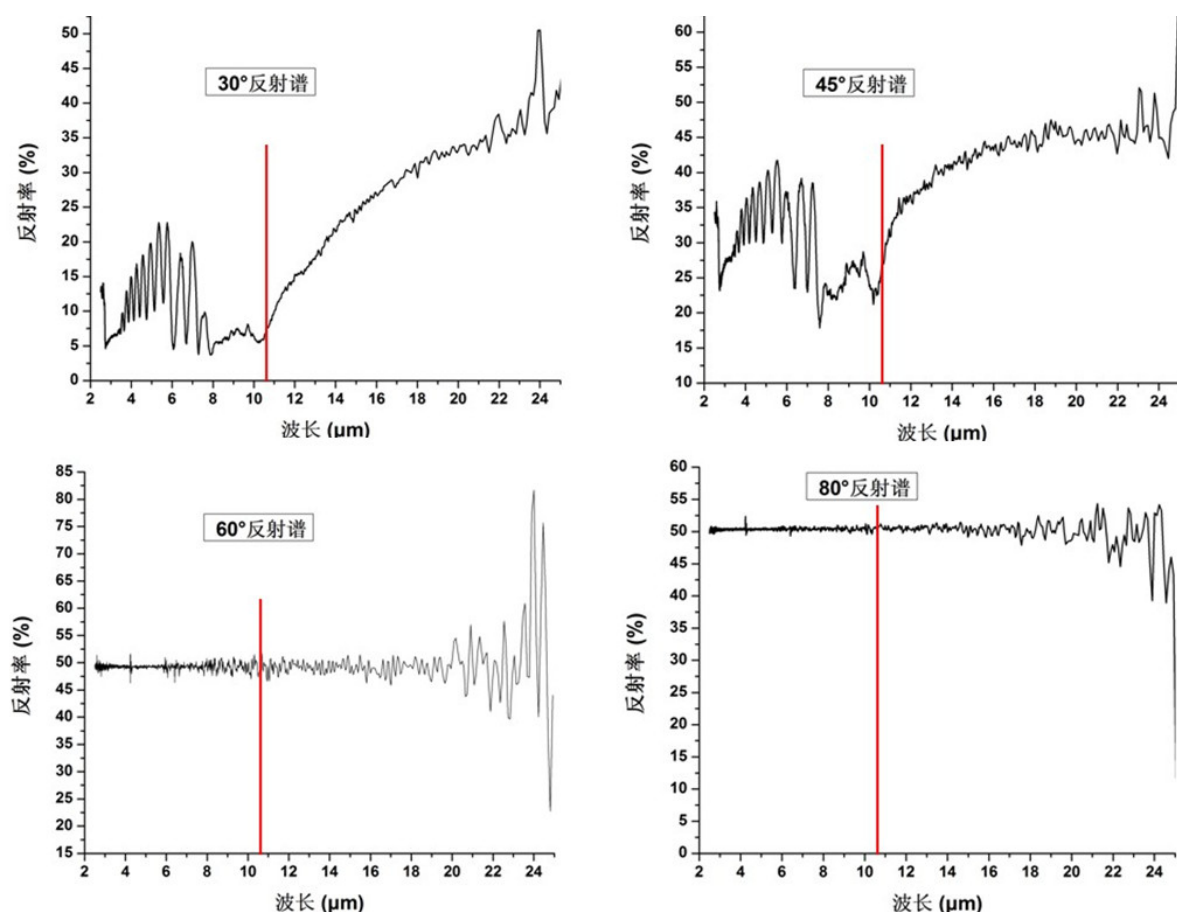


图 5-5 磁控溅射法在铜板表面镀铝膜的表面反射率测试结果

5.2 板条电极上制备铝膜的实验

在板条电极上制备铝膜的工艺流程为：将板条电极在反应炉内固定好，基片台转速设定为 5R/min，先将偏压加到最大 800V，之后逐渐减小到 210V，功率刚开始加到最大 14kW，之后逐渐减到 9.72kW，镀膜时间为 6h。按照这样的工艺，镀膜的结果如图 5-6 所示，在板条电极上所镀膜层比较均匀致密、表面反射率特性较好、膜层与铜板的结合强度高。将镀膜后的电极在射频板条 CO_2 激光器上使用，测定板条电极镀膜后对激光器输出功率的影响。实验中反应气体的气压设定为 166hPa，调节输出激光功率的占空比从 1%开始，之后从 5%开始并按 5%的间距一直增加到 60%，记录对应占空比下的激光器输出功率。实验数据如表 5-2 所示，并将实验所测得的激光器输出功率与占空比的曲线绘制成曲线如图 5-7 所示。从所测数据来看，电极镀膜后激光器输出功率在占空比为 30%时为 758W，在占空比 60%时达到了 1335W。由

于电极表面所镀膜层为铝膜，在激光器工作过程中铝膜被放电氧化，随着电极使用时间的增加，由于放电氧化在电极表面生成更多的氧化铝。氧化铝膜能减小波导损耗并保护板条电极，因此，激光器输出功率能得到进一步提高，输出功率也能更加稳定。



图 5-6 板条电极镀膜结果

表 5-2 板条电极未镀膜时的激光器输出功率

占空比(%)	功率 (W)
1	90
5	101
10	256
15	406
20	534
25	637
30	758
35	860
40	964
45	1069
50	1165
55	1243
60	1335

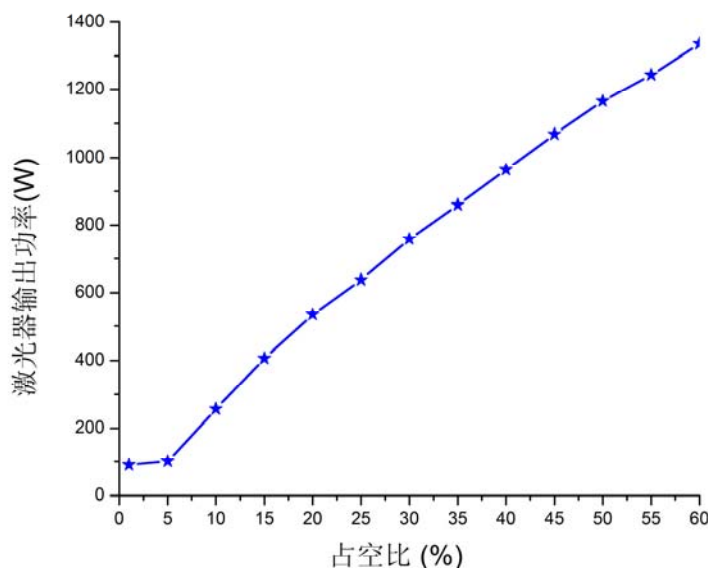


图 5-7 板条电极镀膜后激光器输出功率

5.3 本章小结

本章采用磁控溅射法分别在铜样品和板条电极上进行了制备铝膜的实验。

(1) 在铜样品表面制备铝膜，研究了镀膜时间对膜层厚度和镀膜效果的影响，以及腔内和腔外冷却方式对膜层的影响。实验结果表明，镀膜时间为 6 小时的膜层表面光洁度、均匀性明显好于镀膜时间为 3 小时的膜层，膜层厚度也更厚更致密，腔内、外冷却方式对镀膜结果无影响。傅里叶红外光谱仪的测试结果表明，膜层对 $10.6\mu\text{m}$ 波长入射光的反射率达到 50%，进一步改进镀膜工艺，反射率能够进一步提高；

(2) 在板条电极表面制备铝膜，铝膜在激光器工作中被放电氧化。将镀铝膜后的板条电极在 CO_2 激光器上使用，放电均与、输出功率较高，占空比为 60% 时，激光器输出功率达 1335W。而且随着电极使用时间的增加，电极表面由于被放电氧化生成的氧化铝膜增加，电极的表面特性能够进一步增强，激光器输出功率也能得到进一步提高。

6 激光功率控制系统的硬件设计和软件开发

高功率射频板条CO₂激光器功率控制系统能够满足工业加工对于激光功率强度和工作模式的不同要求。本论文采用单片机作为微处理器、CPLD作为PWM信号产生器的方式，产生占空比和频率可调、不同工作模式的PWM波，通过PWM波对板条电极的放电进行控制，达到实时控制激光器输出功率的目的。本章从激光器功率控制系统的硬件设计和软件开发两个方面进行阐述。

6.1 激光功率控制系统的硬件设计

激光功率控制系统的实物如图6-1所示，它采用单片机控制CPLD的方式，产生占空比、频率可调谐和工作模式可切换的脉冲宽度调制(PWM)波形，将产生的PWM波通过栅极驱动电路进行信号放大，将放大后的信号加载到射频电源电子管的栅极，控制射频信号的输出与否，从而达到控制激光功率的目的。



图 6-1 激光功率控制系统实物图

激光功率控制系统的框图如图 6-2 所示，它主要包括四个模块：（1）PWM 产生模块，包括作为微处理器的单片机与产生 PWM 波的 CPLD；（2）数字信号输入模块；（3）模拟信号输入模块；（4）通信模块，包括与 PC 机通讯的 RS232 接口、与 PLC 通讯的 RS485 接口。

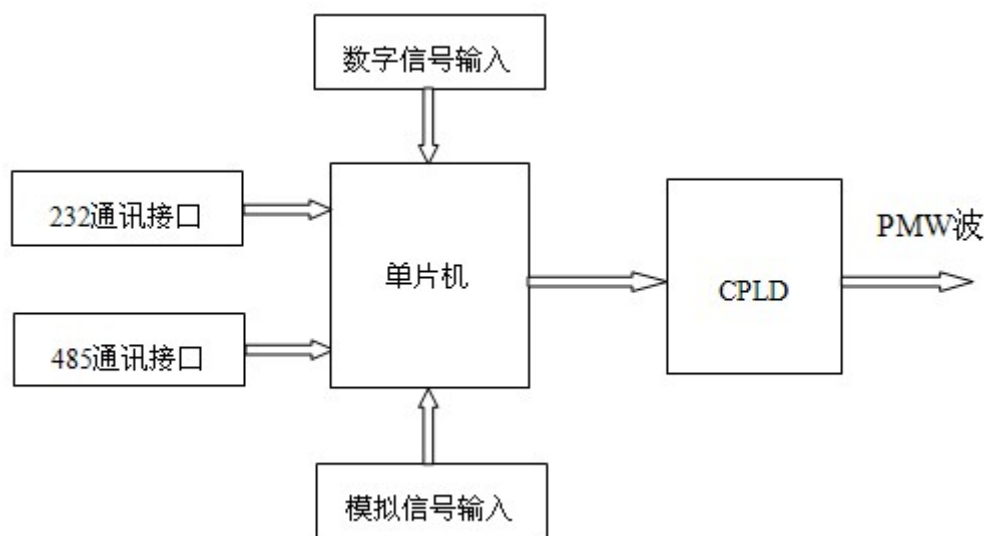


图 6-2 激光功率控制系统框图

6.1.1 PWM波产生模块

本论文的 PWM 波形产生模块采用单片机作为微处理器，CPLD 作为 PWM 波产生器。单片机接受外部多路控制信号，并将控制信号转化为对应的占空比、频率数据和模式信号。单片机将这些数据和信号传送给 CPLD，CPLD 根据所接受到的信号产生所要求的 PWM 波。

本论文选用的单片机型号是 STC89C52RC，它属于 MCS-51 系列单片机。之所以选择这款单片机，主要基于以下几点原因：（1）STC89C52RC 单片机的资源满足系统要求。该单片机拥有 8KB 的 flash 程序存储器、512B 的 RAM 数据存储器、1KB 的 E²PROM、3 个通用定时器，满足系统要求；（2）该单片机的抗干扰能力强。STC89C52RC 单片机的 I/O 口、内部时钟电路、内部电源供电系统等都进行特殊处理，具有很强的抗干扰能力；（3）MCS-51 系列单片机开发简单、购买成本低。

CPLD 选择的型号为 EPM570T100C5N，它是 Altera 公司 Max II 系列 CPLD。选择这款型号的 CPLD，主要是因为：（1）资源丰富，满足系统要求。这款 CPLD 具有

440 个等效宏单元、4 个全局时钟输入引脚、8KB 的非易失性存储器和 100 个 I/O 口资源；（2）I/O 口引脚为施密特触发方式，抗干扰能力强；（3）内核供电电压和 I/O 口供电电压有多重不同的选择，本论文选择为 3.3V。

6.1.2 数字信号输入电路

数字信号输入电路如图 6-3 所示。本系统共有四路数字信号输入，DIN1、DIN2、DIN3 和 DIN4。四路信号高电平时电压为 24V，低电平为电压为 0，由 PLC 供电。DIN1 接 CPLD 的 PWM 波形使能控制输出端，用于控制 PWM 波的输出与否。DIN4 用于控制 PWM 波信号驱动电路的工作与否。DIN2 和 DIN3 两路数字信号输入用来调节 PWM 波的占空比和频率、切换 PWM 波的工作模式。

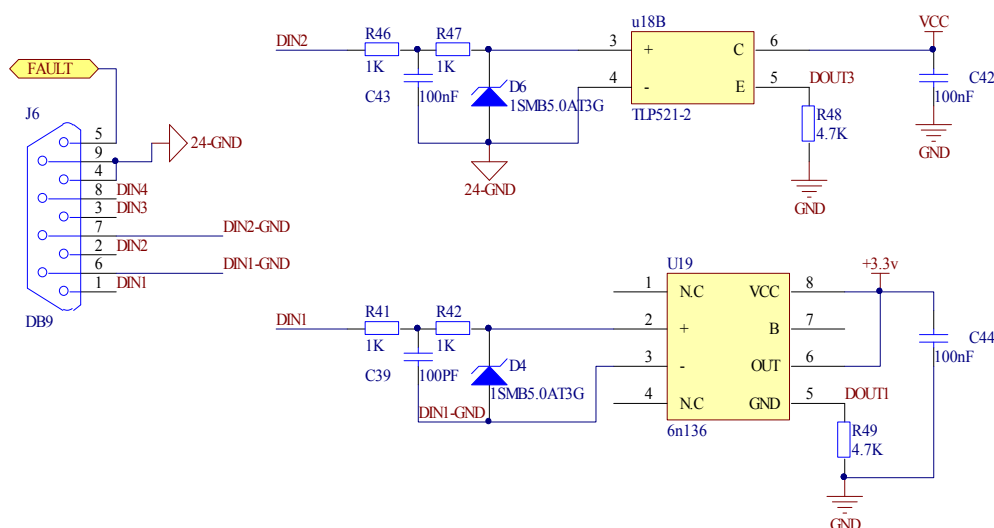


图 6-3 数字信号输入电路

光耦在电路中所起的作用主要是隔离输出级和输入级，输出级对输入级不产生影响。数字信号输入电路中采用了两个光耦 TLP521-2 和 6N136。由于在激光器工作过程中，要能够实现对 PWM 波的快速开与关，因而 DIN1 采用的是高速光耦 6N136 对输入的数字信号进行隔离，隔离后的信号直接送给 CPLD。高速光耦 6N136 两端的隔离电路之间的传输频率可达到 2MHz。DIN2 和 DIN3 两路数字信号用于控制占空比、频率和工作模式，对光耦的速度要求不高，使用光耦 TLP521-2 就可以满足要求。光耦 TLP521-2 的响应时间在微秒级，能够满足 DIN2 和 DIN3 两路数字信号的控制要求。

6.1.3 模拟信号输入电路

从 PLC 端加载的模拟控制信号有两路 AIN1 和 AIN2，输入的电压可以在 0-5V 和 0-10V 两个范围内进行调节。输入的模拟电压需要经过如图 6-4 所示的隔离放大电路。采用的是型号为 HCPL7520 的信号隔离放大器，这款隔离放大器具有低输入失调电压、低温漂和高线性度等特点，它的放大倍数为 $G=V_{ref}/0.512$ ，为保证放大倍数稳定，需要采用稳定的参考电压 V_{ref} 。本论文采用 A/D 转换芯片的精密输出参考电压源 V_{ref} 作为隔离放大器的参考电压输入。A/D 转换芯片的输出参考电压 V_{ref} 为 4.096V，因而放大倍数为 8。采用电压基准源 LM285D-1-2 的目的是对隔离放大器 HCPL7520 引入偏置电压。

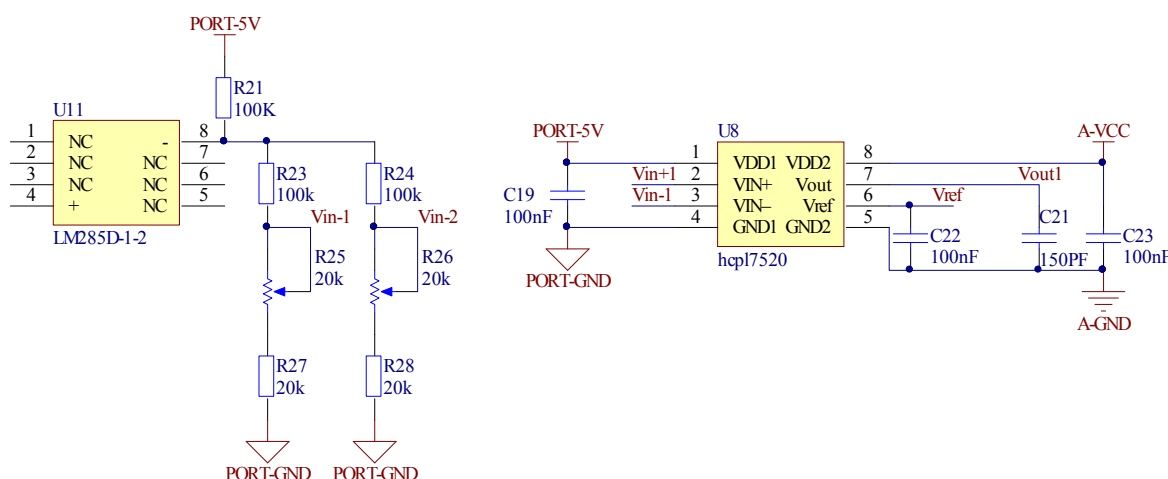


图 6-4 模拟信号隔离放大电路

A/D 转换电路如图 6-5 所示。

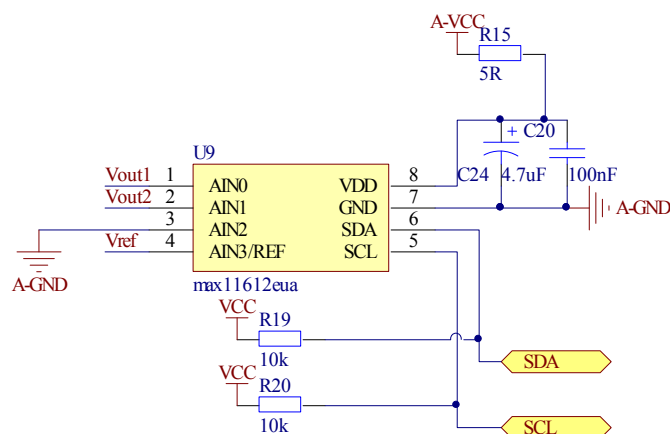


图 6-5 A/D 转换电路

A/D 转换芯片采用的是 MAX11612eua，这款 A/D 转换芯片是 12 位，转换精度达到 1.34mV,转换速率为 1.7MHz。能够达到高速转换的要求。同时它自带 I²C 通信接口，可支持与单片机串口通信

6.1.4 PLC和PC通信电路

本论文的功率控制系统采用 RS232 标准接口与 PC 机通信，采用 RS485 标准接口与 PLC 通信。这是由于 RS232 和 RS485 串口通信电路的主要区别是：

(1) 通信方式不同。RS232 标准采用单端输入的通信方式，在传输过程中容易混入干扰和噪声，抗干扰能力差，而 RS485 标准采用差分方式进行通信，因而抗共模干扰能力好；

(2) 通信距离不同。RS232 标准受电容允许值的约束，使用时的传输距离一般不能超过 15 米，而 RS485 标准因为它的阻抗低、无接地问题，传输距离可达 1200 米；

(3) 传输速率不同。RS232 标准最高传输速率为 20Kbps，而 RS485 标准的传输速率可达 1Mbps。

如图 6-6 所示为本论文的 RS232 接口电路^[51]。RS232 电路采用的收发器为 SP3232，采用 DB9 口与 PC 机进行通信。这款芯片具有从 3.0V 到 5.5V 的宽输入电压范围；具有良好的静电防护性能，对人体辐射小；当输出驱动和电源泵浦失效时，具有自动关断功能。

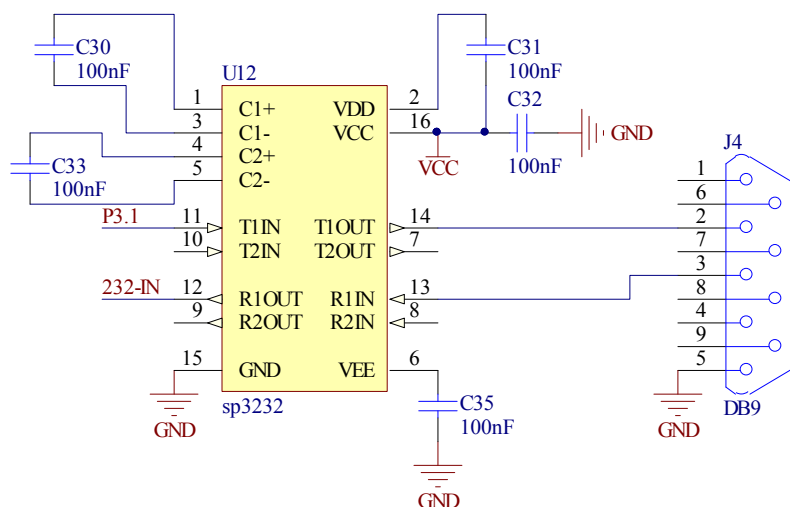


图 6-6 RS232 通信电路

RS485 通信电路如图 6-7 所示^[52]。选用 RS485 通信芯片的型号为 SN75LBC184，之所以选择这款芯片，主要是因为：（1）SN75LBC184 能承受高达 8kV 的静电释放冲击，这就能有效地防止芯片的接口因为静电的积累放点冲击而损坏；（2）SN75LBC184 采用限斜率驱动方式，因而输出信号边沿不会过陡，减小了传输线上的高频分量，这可以有效地降低信号在传输过程中受到了外部电磁信干扰；（3）射频板条激光器内部工作环境复杂，内部电磁干扰很强。为了有效减小外部电磁传导的干扰和防止本系统与其它系统之间产生串扰，采用了隔离光耦进行处理。

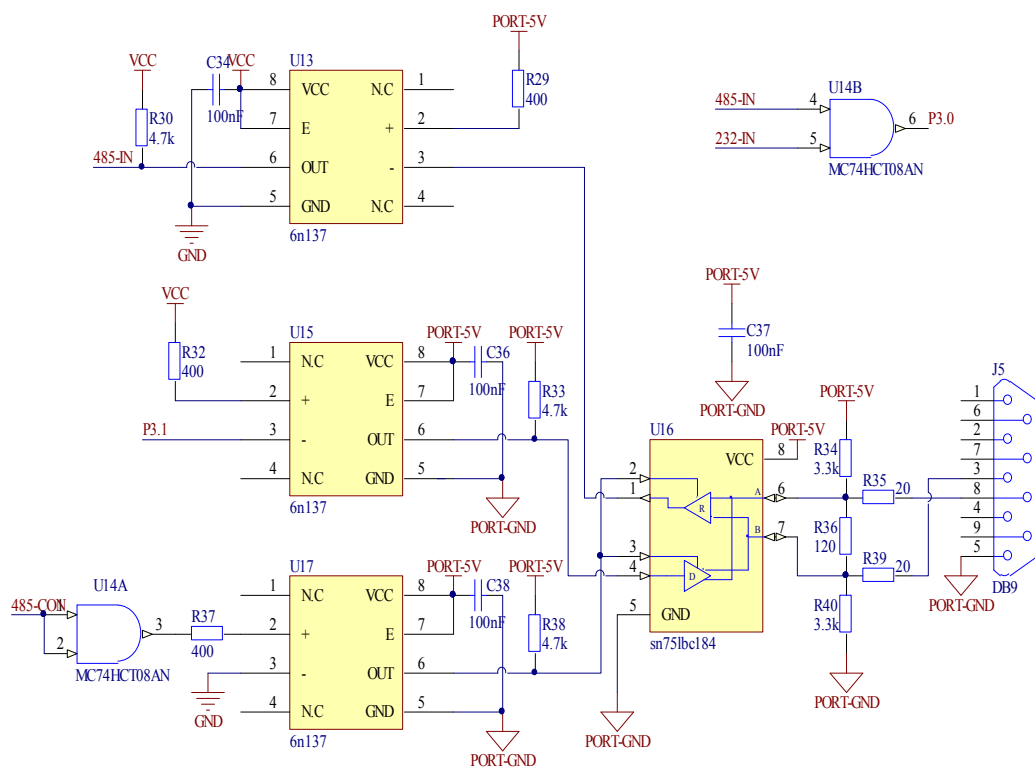


图 6-7 RS485 通信电路

6.2 激光功率控制系统的软件开发

激光功率控制系统的软件开发包括单片机的软件开发和 CPLD 的软件开发两部分。单片机作为微处理器，程序主要负责接收外部控制信号，并将接收到的信号处理为一定数据和控制信号；CPLD 作为 PWM 波产生器，主要根据单片机发送的数据和控制信号，产生一定占空比和频率、一定工作模式的 PWM 波。

单片机的开发语言主要有 C 语言和汇编语言，汇编语言是面向机器的程序设计

语言，具有直接和简捷的特点，但其可读性和可维护性差，而且由于不同的处理器有不同的汇编语法和处理器，汇编语言移植性差；C 语言作为一门被广泛使用的语言，C 程序具有可读性和可维护性好的特点，同时由于目前大部分器件都支持 C 语言编程，C 语言本身不依赖于硬件系统，因为具有很强的移植性。综上考虑，本论文的单片机采用 C 语言进行开发。

CPLD 的开发语言主要有 Verilog HDL 和 VHDL，它们都是硬件描述语言，可以用来描述硬件的结构和行为。在 IC 设计领域，90%以上的公司都采用 Verilog 语言进行程序设计，在嵌入式领域，两者可以通用。由于 Verilog HDL 是在应用最广泛的程序开发语言 C 语言的基础上开发而来的，因为得到了更广泛的应用。本论文的 CPLD 程序采用 Verilog 语言进行开发。

6.2.1 单片机程序设计

单片机程序主要实现两项功能：接收外部控制信号和产生 PWM 波数据信号。单片机系统的程序功能如图 6-8 所示。

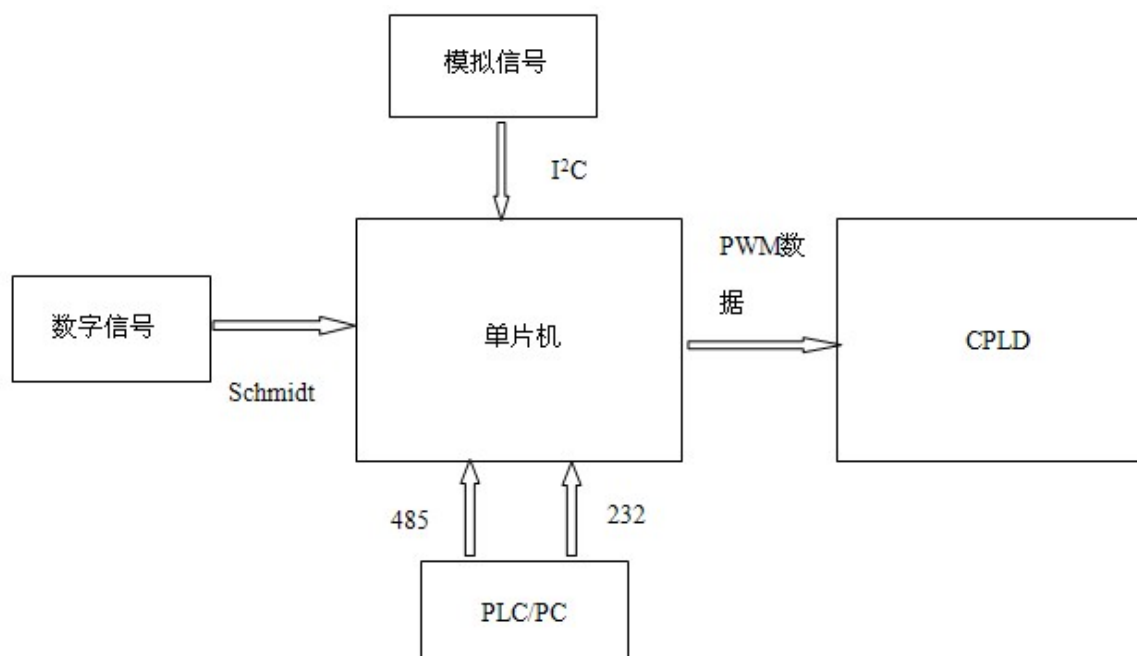


图 6-8 单片机的程序功能框图

接收的外部控制信号来自于外部的模拟控制信号、数字控制信号和 PLC/PC 的控制信号。其中模拟控制信号采用 I²C 方式与单片机进行通信，数字控制信号采用施密

特触发方式，PLC 采用 RS485 方式进行，而 PC 机采用 RS232 方式。单片机产生的 PWM 波数据信号控制 CPLD 产生相应工作模式的 PWM 波形。因而单片机产生的 PWM 波数据信号主要包括频率数据、占空比数据和模式数据。

模拟信号控制方式采用两路电压信号输入，在程序中将两路模拟量 AIN1 和 AIN2 的大小分别设计为与 PWM 波的占空比和频率成正比。通过改变输入两路 AIN1 和 AIN2 电压量的大小，来达到改变 PWM 波占空比和频率的目的。输入模拟电压的范围为 0-10V，A/D 转换芯片为 12 位，转换精度高达 2.4mV。

如图 6-9 所示，模拟信号控制方式下，两路模拟信号 AIN1 和 AIN2 通过 A/D 转换器后，经由频率处理器和占空比处理器，产生所需频率和占空比的 PWM 波。AIN1 和 AIN2 的变化范围为 0-10V，频率的变化范围为 10-50KHz,占空比的变化范围为 1%-80%，因为可以确定频率 f 与 AIN1 的关系： $f=4\times AIN1+10$,占空比 D 与 AIN2 的关系： $D=7.9\%\times AIN2+1\%$ 。由这两个关系，可根据输入的模拟电压 AIN1 和 AIN2 来确定所需 PWM 波的频率和占空比。

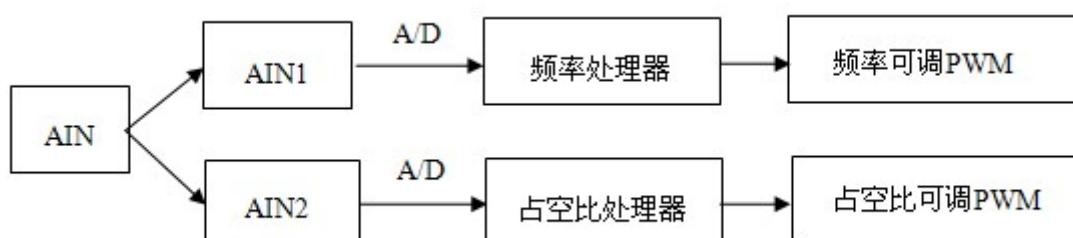


图 6-9 模拟信号调节频率和占空比的实现框图

本系统的数字信号共有四路信号：DIN1、DIN2、DIN3 和 DIN4，其中 DIN1 用于 PWM 波输出的使能控制，控制 CPLD 端 PWM 波的输出与否。DIN4 用于控制 PWM 信号驱动电路的供电。因而可用来调节 PWM 波的工作模式的数字信号只有 DIN2 和 DIN3 两路信号。所采用的数字电压信号为 0V 和 24V，0V 代表低电平，24V 表示高电平。通过改变加载在 DIN2 和 DIN3 的电平，来改变 PWM 波的工作模式。主要有四种工作模式：连续工作模式、脉冲工作模式、斜坡工作模式和锯齿波工作模式。连续工作模式下 CPLD 输出占空比和频率恒定的 PWM 波，激光器输出稳定的功率；脉冲工作模式下，在脉冲控制方波信号为高电平期间输出工作脉冲，使激光器输出

激光，在脉冲控制方波信号为低电平时输出维持脉冲，激光器处于维持放电状态；斜坡工作方式下开始阶段输出的 PWM 波占空比呈线性增加，当占空比增加到一定程度时，稳定一段时间，之后 PWM 波占空比呈线性减小；在锯齿波工作方式下，刚开始阶段 PWM 占空比线性增加，当占空比增加到一定阶段，开始线性减小。在程序中设置 DIN2、DIN3 的值与工作模式的对应关系如图 6-10 所示。

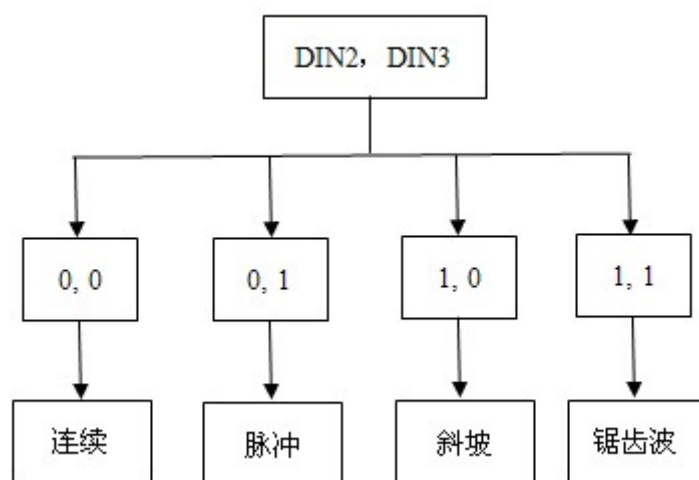


图 6-10 输入数字信号与工作模式的对应关系

PLC 和 PC 对单片机的控制方式分别采用 RS485 和 RS232 串口通信方式。RS485 和 RS232 通信方式采用普通的串口通信方式。

6.2.2 CPLD 程序设计

CPLD 和单片机之间采用施密特触发方式进行通信。CPLD 通过接受单片机发送的 PWM 波占空比、频率和模式数据，产生所要求的 PWM 波。相应的，CPLD 的程序设计主要包括 PWM 波占空比和频率可调谐、工作模式可切换模块^[53]。

如图 6-11 所示是频率可调谐程序模块实现的框图。单片机发送给 CPLD 一个频率预置值，这个预置值通过减 1 计数器对时钟信号 CLK0 进行分频，当减 1 计数器的值为 0 时，将时钟信号 CLK0 进行反转得到时钟信号 CLK1，CLK1 就是分频后所需得到的时钟信号。本论文正是通过改变单片机发送给 CPLD 的频率预置值，通过减 1 计数器将 CPLD 自带的时钟信号 CLK0 进行分频得到所需要的 PWM 波频率的。

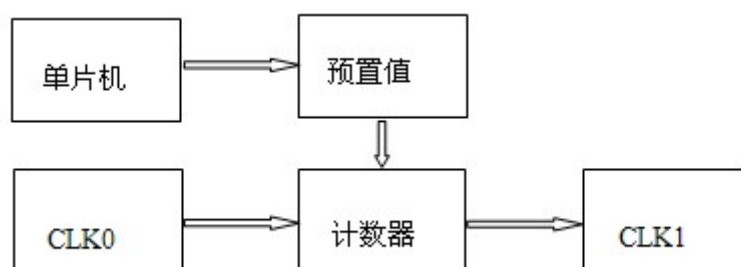


图 6-11 PWM 波频率可调谐模块的实现框图

PWM 波占空比可调谐模块的实现方式如图 6-12 所示，单片机发送给 CPLD 频率预置值和占空比预置值，频率预置值通过减 1 计算器将 CPLD 自带的时钟信号 CLK0 进行分频，占空比预置值装入占空比寄存器中，再将减 1 计数器的值与占空比寄存器中的值进行比较，当占空比寄存器中的值小于减 1 计数器中的值时，输出 PWM 信号为高电平，否则为低电平。这样，通过改变单片机发送给 CPLD 的占空比预置值，就能够实现改变 PWM 波占空比的目的。

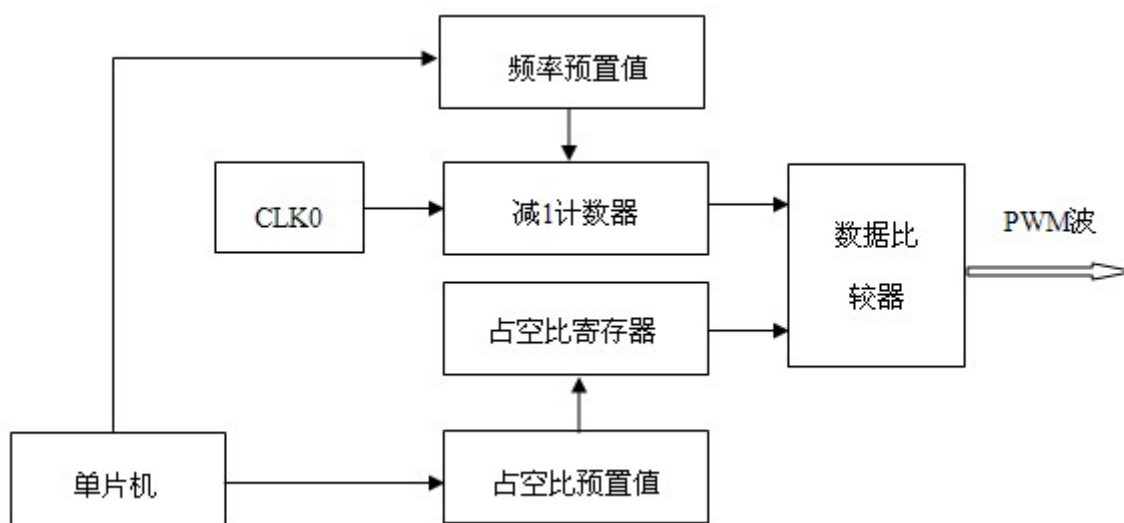


图 6-12 PWM 波占空比可调谐模块的实现框图

PWM 波工作模式的切换是按照如图 6-13 所示来实现的。预先在 CPLD 里编写不同的工作模式函数，这些模式包括脉冲工作模式、连续工作模式、斜坡工作模式、锯齿波工作模式等。通过设置一组模式控制变量，这组变量的不同值分别对应 PWM 波的不同工作模式。单片机发送给 CPLD 一组控制变量值，CPLD 根据这组控制变量值来调用不同的工作模式函数，从而产生要求的工作模式 PWM 波形。

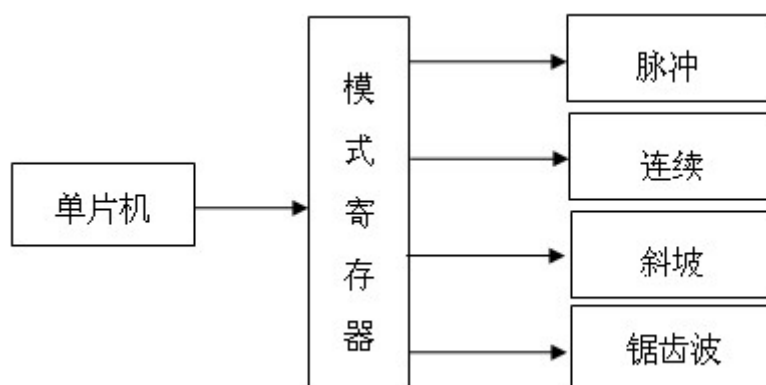


图 6-13 PWM 波工作模式切换的实现框图

6.3 本章小结

本章从硬件设计和软件开发两个方面来阐述了高功率射频板条 CO_2 气体激光器功率控制系统的设计。

硬件设计方面，激光功率控制系统主要包括 PWM 波产生模块、模拟信号输入模块、数字信号输入模块和通信模块。PWM 波产生模块采用单片机作为微处理器、CPLD 作为 PWM 波产生的方式，模拟信号输入模块信号首先进行 A/D 转换成数字信号，再采用 I^2C 方式与单片机通信。数字信号输入模块采用施密特触发方式与单片机进行通信。通信模块包括 PLC 采用 RS485 方式、PC 采用 RS232 方式与单片机进行通讯。

控制系统的程序设计主要根据框图来阐述单片机和 CPLD 程序的设计思路。单片机的程序设计主要分为模拟控制方式、数字控制方式、PLC 和 PC 控制方式三大类。CPLD 的程序设计主要包括频率可调谐、占空比可调谐和工作模式切换三个子模块。频率可调谐模块采用减 1 计数器将 CPLD 自带的时钟进行分频，占空比可调谐模块通过一个数据比较器来实现，工作模式切换模块通过在程序中设计一定的模式控制变量，当改变变量值时，则调用对应的函数。

7 总结与展望

本论文开展了射频板条CO₂激光器电极表面镀膜与放电控制的研究。从激光器的内部结构和外部控制两个方面开展了研究工作。在激光器内部结构方面，对板条电极光学波导膜镀膜实验进行了研究，光学波导膜能够改善板条电极的射频放电均匀性、减小光学波导损耗；在外部控制方面，开发了一套激光器功率控制系统，它能够满足工业加工对于激光器输出功率强度和工作模式的要求。本论文主要工作如下：

(1) 进行了溶胶-凝胶法在铜表面制备氧化铝膜的实验研究。采用异丁醇铝作为前驱物、水作为溶剂、硝酸作为胶溶剂，分散法制备溶胶凝胶，并分别采用提拉法和旋涂法将凝胶在铜上进行镀膜。实验发现，溶胶-凝胶法能够在铜表面制备得到单一晶相的 α -Al₂O₃膜层，膜层的结构强度和厚度能够达到要求，但是膜层表面反射率较低，这主要是溶胶-凝胶工艺本身的特点所导致的。

(2) 开展了化学气相沉积法在铜表面制备氧化铝膜的实验研究。采AlCl₃、CO₂和H₂作为反应物，H₂S作为催化剂，在800℃下制备氧化铝薄膜。实验结果表明，化学气相沉积法在铜表面制备的氧化铝薄膜表面反射率特性较好，对10.6μm入射光的反射率达到85%，X射线能谱仪和衍射仪的测试结果表明，所镀膜层不是单一晶相的 α -Al₂O₃膜。而且，目前国内几乎没有能够满足板条电极镀膜尺寸要求的化学气相沉积设备。

(3) 采用磁控溅射法在板条电极上进行了制备铝膜的实验研究。分别在铜样品和板条电极上进行了镀膜实验。光谱仪的测试结果表明，所制备的铝膜反射率基本达到激光器的要求。将镀膜后的板条电极在激光器上使用并测试输出功率，激光器放电稳定、输出功率较高。

(4) 开发了一套激光器功率控制系统。采用单片机作为微处理器、CPLD作为PWM波产生器，通过接受外部模拟、数字、PLC和PC控制信号，产生占空比和频率可调谐、工作模式可切换的PWM波，通过PWM波来控制激光器的输出功率。

本论文采用磁控溅射法在板条电极上进行镀膜后，激光器的输出功率有所提高。所开发的激光器功率控制系统能够满足工业加工对于输出不同工作模式和功率强度

激光的要求，但由于时间和精力限制，还有很多需要改进的地方：

（1）采用磁控溅射法在板条电极镀铝膜后，需要进一步研究板条电极表面铝膜的氧化工作，板条电极镀膜后是否能提高激光器工作的稳定性需要经过一段时间的使用后，得到进一步验证。

（2）激光器功率控制系统的PLC控制平台需要搭建起来，达到人机界面控制。功率控制程序需要更加完善。

致 谢

本论文是在我的导师唐霞辉教授的悉心指导下完成的。从论文选题、实验工作到论文审查，唐老师都给我层层把关。在我读研期间，唐老师不论是在学习工作还是在生活的各个方面，都给予了我很大的指导和帮助。他严谨的学术态度、雷厉风行的工作作风让我受益匪浅，他密切关心学生的学习和生活，让我深感温暖。

感谢秦应雄老师和彭浩老师。秦老师全程指导了我对板条电极光学波导膜的镀膜工作，在理论上给我详尽的指导、在实验上给我大力的支持，在我论文写作期间，更是认真细致地给我一遍又一遍审阅和修改论文，让我的论文工作得以顺利完成。彭老师在功率控制系统的开发方面给了我很多实验上的指导，推动着我实验工作的进展。

感谢实验室的邓前松老师、方汉生老师、朱国富老师、何建平老师、陈红霞老师等其他老师。他们在我的实验和工作上给予了很多帮助。

感谢杨卫红师姐一直以来和我一同研究板条电极光学波导膜的镀膜工作。感谢肖瑜、李根、黎庆光、杨宝钢等师兄，感谢李文芳、王炜、杨钊、钮靖、万文、钟理京、郁永明、王雪等实验室各位同门，感谢梁成华、江海军、王文进、许付才、吕永杰、王铮等各位同班同学，他们在我学习和生活中给予了我很大帮助。

感谢我亲爱的父母，他们千辛万苦培养了我，没有他们的含辛茹苦，就没有今天的我！

袁金坤

2013年1月

参考文献

- [1] K. M. Abramski, A. D. Colley, H. J. Baker, et al. Power scaling of large-area. Appl. Phys. Lett., 1989, 54(19): 1833~1835
- [2] A. Lapucci, G. Cangioli. Phase-locked operation of a compact three-slab-sections radiofrequency discharge CO₂ laser. IEEE. J. Quant Electron, 1993, 29(12): 2962~2971
- [3] D. Ehrlichmann, U. Habich, H. D. Plum, et al. Annular resonators for diffusion cooled CO₂ laser. IEEE. J. Quant. Electron, 1994, 30(6): 1441~1445
- [4] R. Nowack, H. Bochum. High power coaxial CO₂ waveguide laser. SPIE, 1997, 3092: 88~91
- [5] 彭浩. 高功率板条 CO₂ 激光器射频放电技术研究: [博士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2012
- [6] 辛建国, 方高瞻, 彭雪云. 射频激励扩散型冷却层叠式板条波导千瓦 CO₂ 激光器. 光学学报, 1996, 16(6): 877~880
- [7] 辛建国, 张旺, 焦文涛. 射频激励扩散型冷却板条波导千瓦 CO₂ 激光器. 光学学报, 2000, 20(15): 714~716
- [8] 高允贵, 朱永祥, 丁义国. 射频板条 CO₂ 激光器输出光束的光学变换. 光学学报, 2008, 28: 98~101
- [9] 周双全, 王智勇, 辛建国. 射频激励层叠式波导 CO₂ 激光器. 光学学报, 1996, 16(2): 240~243
- [10] 刘娟, 唐霞辉, 彭浩等. 高功率连续 CO₂ 激光器脉冲调制特性研究及特殊融覆应用. 中国激光, 2009, 7(56): 1575~1580
- [11] 谭明磊. 高功率 CO₂ 激光器射频电源分析与设计: [硕士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2008
- [12] 黎庆光. 射频板条 CO₂ 激光器的激光功率实时检测与控制: [硕士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2011
- [13] 刘永杰, 刘忆, 董闯等. Al₂O₃ 薄膜的应用于制备. 真空与低温, 2002, 8(4):

236~240

- [14] L. Kozodoy, A. Harrington. Sol-gel alumina for hollow waveguide delivery of CO₂ laser radiation. *Applied optics*, 1995, 34(34): 7840~7849
- [15] 韩建军. 传输 CO₂ 激光空芯光纤及器件的研制: [博士学位论文]. 武汉: 武汉理工大学, 2005
- [16] Ch. Taschner, B. Ljungberg, V. Alfredsson, et al. Deposition of hard crystalline Al₂O₃ coatings by bipolar pulsed D. C. PACVD. *Surface and coatings technology*, 1998, 10(10): 257~264
- [17] S. Rupp. Deposition, microstructure and properties of texture-controlled CVD α -Al₂O₃ coatings. *International journal of refractory materials and hard materials*, 2005, 23: 306~316
- [18] L. Hodgkinson, W. Sheel, M. Yates, et al. Atmospheric pressure glow discharge CVD of Al₂O₃ thin films. *Plasma processes and polymers*, 2003, 3: 597~605
- [19] 曾祥才, 宋洪刚, 吴春涛等. 复合化学气相沉积法制备厚膜 α -Al₂O₃ 涂层硬质合金刀具. *工具技术*, 2010, 44(2): 44~46
- [20] 赵玉文, H. Suhr. 用等离子化学气相沉积工艺制备 Al₂O₃ 薄膜. *硅酸盐学报*, 1994, 22(1): 102~106
- [21] 陈照峰, 成来飞, 张立同等. CVD Al₂O₃-SiO₂ 涂层的莫来石化行为. *航空材料学报*, 2005, 25(5): 34~37
- [22] 张静, 李昆, 陈响明. 硬质合金刀片 α -Al₂O₃ 涂层研究. *硬质合金*, 2007, 24(1): 9~12
- [23] 韩世忠, 庞庆, 严红等. 等离子体 MOCVD 法制备纳米 Al₂O₃ 粉末及其表征. *武汉科技大学学报 (自然科学版)*, 2008, 31(2): 183~185
- [24] Slegfried Schiller, Klaus Goedicke, Fred Fietzke, et al. Method of making a PVD Al₂O₃ coated cutting tool. U. S. Patent, US6451180B1, 2002
- [25] 彭登峰. 高功率 CO₂ 激光器功率实时检测与控制: [硕士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2006
- [26] 彭登峰, 王又青, 李波. 高功率激光实时检测与控制系统的研究. *激光技术*, 2006, 30(5): 483~485

- [27] 柳娟, 贺昌玉, 李家镭. 大功率 CO₂ 激光器尾镜取样功率测控的研究. 激光技术, 2003, 27(6): 588~590
- [28] 李林. 大功率射频激励 CO₂ 激光器的脉宽调制信号研究: [硕士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2009
- [29] 王程, 黄维玲. 射频激励 CO₂ 激光器功率的数字控制方法. 微计算机信息, 2003, 19(3): 29~30
- [30] A. M. Wu, Xiao Jinwen, D. Markovic, et al. Digital PWM control: application in voltage regulation modules. IEEE PESC' 99, 1999(1): 77~83
- [31] P. E. Jackson, H. J. Baker, D. R. Hall. CO₂ large-area discharge laser using an unstable-waveguide hybrid resonator. Appl. Phys. Lett., 1989, 54(20): 1950~1952
- [32] V. M. Cherezov, S. I. Mol'kov, E. F. Shishkanov, et al. Characteristics of a slab RF-excited CO₂ laser using unstable-waveguide resonator. SPIE, 2000, 4165: 157~168
- [33] 梁铨廷. 物理光学(第三版). 北京: 电子工业出版社, 2008: 42~45
- [34] M. Khelkal, F. Herlemont. Determination of effective optical constants of infrared CO₂ waveguide laser materials. Applied optics, 1992, 31(21) : 4175~4181
- [35] C. A. WORRELL. Infrared optical constants for CO₂ laser waveguide materials. Journal of materials science, 1981, 21: 781~787
- [36] Liu Jixiang, Han Jianjun, Zhao Xiujian. Calculation of infrared optical constants for CO₂ laser hollow waveguide materials. Journal of Wuhan university of technology, 1996, 11(2): 58~66
- [37] 敬承斌. Al₂O₃ 和 GeO₂ 基 CO₂ 激光空芯波导膜材料的合成与性质研究: [硕士学位论文]. 武汉: 武汉理工大学, 2009
- [38] T. Hidaka. Loss calculations of hollow-core, oxide-glass-cladding middle-infrared optical waveguide. J. Appl. Phys., 1982, 53(1): 93~97
- [39] T. Hidaka, T. Morikawa, J. Shinada. Hollow-core oxide-glass cladding optical fibers for middle-infrared region. J. Appl. Phys., 1981, 52(7): 4467~4471
- [40] 周炳琨, 高以智, 陈倜荣等. 激光原理(第五版). 北京: 国防工业出版社, 2007: 101~120
- [41] Norman Hodgson, Horst Weber. Laser resonators and beam propagation (Second

- Edition). New York: Springer Press, 2005: 606~646
- [42] 苏红新, 高允贵. 射频板条 CO₂ 激光器波导耦合损耗的理论研究. 量子电子学报, 2000, 17(3): 226~230
- [43] 王喜娜. 氧化铝溶胶的性质与致密氧化铝膜的制备工艺研究: [硕士学位论文]. 武汉: 武汉理工大学, 2004
- [44] 王瑞浩. 王金英, 张景林等. 溶胶-凝胶法制备纳米 α -Al₂O₃. 山西化工, 1997, 31(4): 13~15
- [45] 汪舟. Al₂O₃ 基 CO₂ 激光空芯波导材料的制备和研究: [硕士学位论文]. 武汉: 武汉理工大学, 2006
- [46] 张英. 多孔 Al₂O₃ 复合膜的研究: [硕士学位论文]. 武汉: 武汉理工大学, 2003
- [47] Bjorn Ljungberg, Enskede. Method for manufacturing an oxide cutting cool. U. S. Patent, US7531214B2, 2009
- [48] 华戟云. 钢基表面氧化铝薄膜制备的研究: [硕士学位论文]. 镇江: 江苏大学, 2003
- [49] 李兴鳌. 磁控溅射制备氮化铜薄膜研究: [博士学位论文]. 武汉: 华中科技大学, 2007
- [50] I. V. Svadkovski, D. A. Golosov, S. M. Zavatskiy. Characterisation parameters for unbalanced magnetron sputtering systems. Vacuum, 2003, 68: 283~290
- [51] Jan Axelson. Serial port complete: Programming and circuits for RS-232 and RS-485 links and networks. Independent Publishers Group, 1998
- [52] Jan Axelson. Designing RS-485 circuits. Circuit Cellar, 1999(107): 20~24
- [53] 夏宇闻. Verilog 数字系统设计教程(第一版). 北京: 北京航空航天大学出版社, 2005: 153~215