

测定红外透明材料中光吸收系数的激光卡计法研究

张守都 周良智 张克敏

(中国科学院上海光机所)

提要: 描述用来测量各种红外光学材料在 1.06 和 10.6 微米波长上表面和体吸收的激光卡计技术。测量结果表明, 在我们的实验装置上采用长棒状样品很容易获得 10^{-5} 厘米⁻¹ 范围内的吸收系数。

Investigation of laser calorimetry for determining optical absorption coefficients in infrared-transmission materials

Zhang Shoudu, Zhou Liangzhi, Zhang Kemin

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

Abstract: This paper describes the experimental investigation of laser calorimetric technique for measuring bulk and surface absorption of various infrared transmission materials at 1.06 μm and 10.6 μm . Measurements show that using long-rod samples and the above mentioned experimental arrangement we can obtain absorption coefficients in the range of 10^{-5}cm^{-1} .

一、引言

高平均功率(若干千瓦以上)激光系统的出现对各种光学元件、窗口和涂层材料提出了新的更高的要求。其中一项重要的要求是: 光束穿过介质时对激光辐照的吸收应当低于某一数值(一般来说 $<10^{-3}$ 厘米⁻¹), 在这个吸收值以上, 产生的温升将会使介质退化或损伤。现代纤维光学和集成光学的发展也要求提供极低吸收损耗的材料。因此,

测量作为评定这类材料性能的线吸收系数具有相当重要的意义。

最近十多年间发展了各种低吸收损耗测量的新技术^[1~3], 虽然都能测量出低至 10^{-5} 厘米⁻¹ 的吸收, 但在实际用于测量 10^{-3} 厘米⁻¹ 以下的吸收值时, 多少都会碰到一些困难。

我们用一台激光卡计装置在 10.6 微米和 1.06 微米激光波长上测量了 KCl、NaCl、ZnSe、Nd:YAG 和钽玻璃等材料的吸收系数,

收稿日期: 1983 年 7 月 20 日。

它们的吸收系数一般来说都在 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ 厘米⁻¹ 之间。通过长棒状样品的温升曲线和冷却曲线并采用单斜率和双斜率法进行计算, 我们能够区分体内和表面的吸收。考虑到我们所用器件的功率水平和毫微伏计的放大倍数, 我们的卡计装置对这类材料的测量灵敏度可在 10^{-5} 厘米⁻¹ 以上。

二、原理

热偶卡计法是利用辐照产生温升来测量吸收损耗的方法。在卡计法中, 样品要与周围环境绝热并维持热平衡状态。当激光束透过样品时, 光束的总衰减随穿透距离 L 而改变:

$$-\frac{dI}{dL} = \sum_n (\beta_n I^n) \quad (1)$$

式中 n 是吸收过程所含的光子数, I 是入射光强, β 是吸收系数。当只考虑线吸收时, $n=1$, $\beta=\beta_1$, 方程(1)可以写为

$$-\frac{dI}{dL} = \beta I \quad (2)$$

方程(2)也可写为

$$P = P_0 e^{-\beta L},$$

P 和 P_0 分别是透射和入射功率, 这就是我们所熟知的 Lambert 定律。

当入射功率为 P_0 的激光束穿过介质时, 介质所吸收的实际功率为

$$P_a = m C_p \frac{dT}{dt} \quad (3)$$

式中 m , C_p 和 $\frac{dT}{dt}$ 分别是样品的质量、比热和温升速率。

当 $\beta L \ll 1$ 时, 在一级近似下由 Lambert 定律可得到

$$\beta = P_a / P_0 L \quad (4)$$

考虑到材料的多重内反射, 用因子 $P_t(1 + n^2/2n)$ 代替入射功率 P_0 , 这个因子表示激光束在折射率为 n 的样品内激光强度的空间平均值, 式中 P_t 是透过功率。于是, (4) 可写为

$$\beta = \frac{m C_p}{P_t L} \frac{2n}{n^2 + 1} \frac{dT}{dt} \quad (5)$$

为了保证测量精度, 还需要对辐照期间同时出现的冷却损耗加以修正, 修正值可以从激光关闭之后冷却曲线的斜率得到, 这就是双斜率法。最后得到的吸收系数的表达式可写为

$$\beta = \frac{m C_p}{P_t L} \frac{2n}{n^2 + 1} \left\{ \left. \frac{dT}{dt} \right|_{\text{加热}} + \left. \frac{dT}{dt} \right|_{\text{冷却}} \right\} \quad (6)$$

我们采用长棒样品来区分体吸收和表面吸收。长棒系采用轴向照明并把热电偶放在棒中点的圆柱表面上。当激光束穿过样品时, 样品体内吸收的热到达热偶所需要的时间, 比二端面吸收的热到达热偶所需要的时间短得多。如果样品半径为 r , 长为 L , 热扩散率为 α , 在一级近似条件下, 体热传到热偶所需时间是^[4]

$$t_b = r^2 / 4\alpha \quad (7)$$

表面热传到热偶所需要的时间是

$$t_s = L^2 / 24\alpha \quad (8)$$

由于体热和表面热到达时间不同, 因此在绝热条件下, 样品温升曲线上将出现二个恒定的斜率区。首先出现的斜率表示体热产生的温升, 第二个斜率表示体热和表面热产生的总温升。用方程(6), 由第一斜率可以计算出体吸收系数 β_b , 由第二斜率可以计算出样品的总吸收 β_T , 表示为

$$\beta_T = \beta_b L + 2\beta_s \quad (9)$$

式中 $2\beta_s$ 为二端面的表面吸收。

在比较低的吸收水平上(例如, 低于 10^{-4} 厘米⁻¹), 当表面吸收和体吸收相差不多时, 用这种长棒测量法区分表面和体内的吸收是非常有效的。

三、实验

图 1 是我们用来测量吸收系数的实验装置示意图。它主要包括一台激光光源(在我

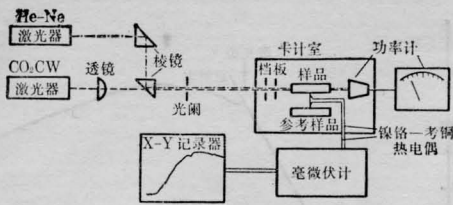


图1 实验装置示意图

们的实验中用了一台 CW CO₂ 激光器或一台 CW Nd:YAG 激光器); 一台调准用的 He-Ne 激光器; 一台卡计装置; 一台灵敏的功率计; 一台毫微伏放大器和一台 *x-y* 记录器。

本实验所用样品为直径几毫米, 长数厘米的两端面相互平行的细长棒, 样品放于卡计室中。为了使样品处于热绝缘状态, 我们用尼龙绳将其悬挂在卡计室中(或者用导热性差的塑料刀口支撑)。把一个校正过的镍铬-考铜(或铜-康铜)热偶固定在棒轴中部的圆周表面上。样品热偶要与参考样品的热偶串接起来, 使样品和参考样品在激光加热之前处于温差为零的状态。这种连接有助于抵消室内温度波动所造成的影响。在得到温度与时间的关系曲线中, 温度仅表示激光加热的样品对参考样品的相对温度(升)。

激光束由焦距为 500 毫米的透镜聚焦于样品, 样品由于吸收辐照能而产生温升, 并指示出一个电位差。这个电位差被输送到一个毫微伏放大器中进行放大; 经放大后的讯号再变换成与时间成函数关系的电位增(或温升), 在一台自动记录的 *x-y* 记录仪上画出温升与时间的关系曲线。与此同时, 用一台灵敏功率计测出透射的激光功率 P_t 。

为了减少杂散光的影响, 卡计室中加了二个挡板。使反射和散射光不致直射到样品上。将卡计涂成黑色并将功率探头直接放入卡计室中, 也有利于降低杂散辐射。而这种辐射(哪怕很小)都会产生附加(非样品温升的)的输出, 这是应当严格避免的。

由于激光卡计法系单波长测量, 所以我们用一台 10.6 微米的 CW CO₂ 激光器和一

台 1.06 微米的 CW Nd:YAG 激光器作为辐照光源。这两台器件均可得到 30~50 瓦的输出功率。限于我们所用材料的工艺现状, 目前, 在实验中我们实际使用的输出功率一般不超过 5 瓦。

四、结果分析

我们用 Nd:YAG 激光卡计测量了 Nd:YAG 和钽玻璃在 1.06 微米波长上的吸收, 用 CW CO₂ 激光卡计测量了 KCl、NaCl 和 ZnSe 在 10.6 微米波长上的吸收。测量结果列于表 1。

表 1 几种材料的吸收损耗

材 料	编 号	波长 (微米)	β_b (厘米 ⁻¹)	β_T	β_s /表面
化学料生长 KCl	KC-01	10.6	0.00135	0.0159	0.003
RAP 法生长 KCl	KR-48	10.6	0.00041	0.0037	0.0008
NaCl	N-01	10.6	0.00107	0.0098	0.0012
ZnSe	ZS-01	10.6	0.0118	—	—
Nd:YAG	G ₄₄ -21-3	1.06	0.00064	0.0082	0.0017
III 型钽玻 璃	76-25	1.06	0.00069	0.0132	0.0026

列在表 1 中的数值, 除 ZnSe 以外, 都是多次测量的平均值。图 2~5 中给出了其中一些材料的典型温升曲线。在这些曲线中, 当激光器打开时, 由于散射光的影响, 都有一个初始跃变; 接着便是表征材料体吸收大小的近乎线性温升; 再接下来是一个更陡的表征体吸收 β_b 和表面吸收 $2\beta_s$ 的组合效应温升, 其温升斜率表示总吸收的大小; 最后是激光关掉时的跃变和冷却曲线。

实验中由于采取了一系列降低散射辐射的措施, 激光打开和关闭时出现的跃变很小, 说明散射辐射的影响是相当小的。尤其是在 10.6 微米波长上对 KCl 和 NaCl 晶体进行

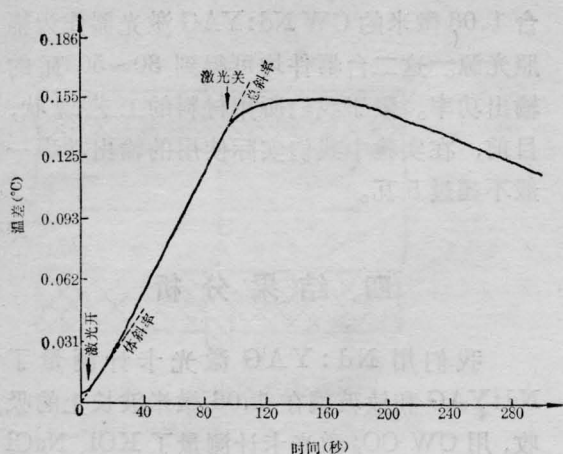


图2 一个用化学料生长的 KCl 单晶的温度与时间的关系曲线

KCl(化学料), $\phi 7 \times 72$ 毫米, $P_t = 0.4$ 瓦,
 $\beta_0 = 0.00138$ 厘米⁻¹

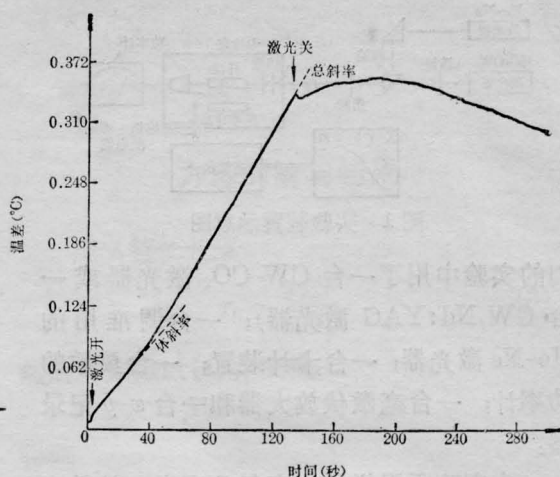


图4 Nd:YAG 晶体在 1.06 微米下的温度与时间关系曲线

Nd:YAG, $\phi 7 \times 61$ 毫米, $P_t = 1.25$ 瓦,
 $\beta_0 = 0.00143$ 厘米⁻¹

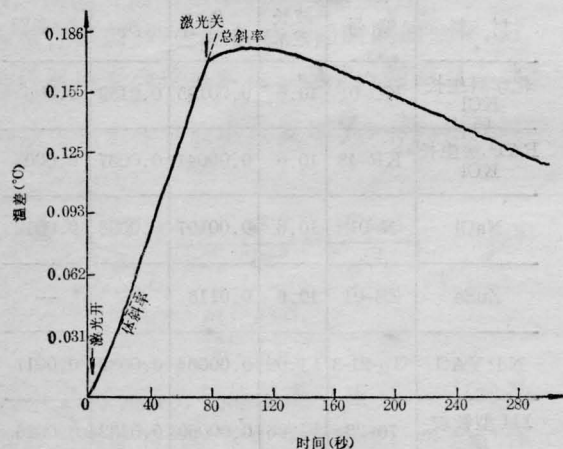


图3 NaCl 单晶中温度与时间的关系曲线

NaCl(化学料), $\phi 7 \times 69$ 毫米, $P_t = 1.2$ 瓦,
 $\beta_0 = 0.00107$ 厘米⁻¹

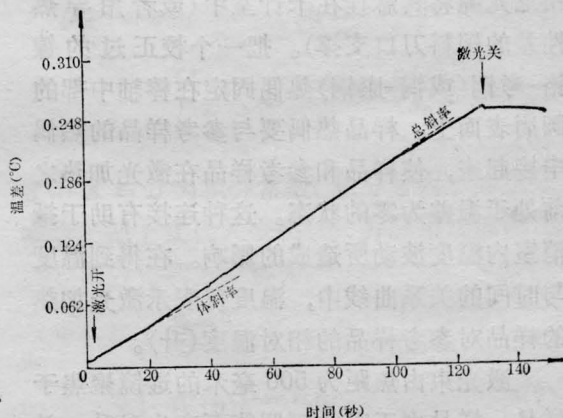


图5 III 型硅酸盐玻璃在 1.06 微米下的温度与时间关系曲线

III 型钽玻璃, $\phi 6 \times 121$ 毫米, $P_t = 1.4$ 瓦,
 $\beta_0 = 0.00074$ 厘米⁻¹

测量时, 几乎不出现跃变; 但在 1.06 微米波长上对 Nd:YAG 和钽玻璃进行测量时却稍有一点跃变, 这也许是由于散射辐射对短波长较敏感的缘故。

从图 2~图 5 中可以看到, 温升曲线皆有二个不同斜率的区域。这二个区域直线性都相当好, 几乎具有恒定的斜率。这二个斜率出现的时间与我们根据公式(7)和(8)计算的热到达时间基本吻合。虽然这些曲线是在空气卡计(不抽真空)的情况下测出的, 同时也未采用三维热流计算方法进行数据拟合,

但从我们得到的温升曲线的近乎直线的二个斜率区来判断, 实验曲线与考虑热损耗的理论曲线是接近的。

我们用 10.6 微米的 CO₂ 激光卡计对 KCl 激光窗材料进行了测量。所用 KCl 样品包括化学料生长的 KCl, RAP 法生长的 KCl 和 RAP 料热锻的 KCl。测试的初步结果列于表 2 之中。

由表 2 的结果看, RAP 法生长的单晶具有最低的吸收系数, 这说明杂质的残余吸收

(下转第 739 页)

脉冲变化,而不使脉冲激光波形有可观察到的失真。这种反常特性还具有可恢复性。只要不照射强激光,透过率即恢复常态。这种特性和某些物质在强激光作用下产生的非线性光学效应,例如“自感应双折射”、“自感应偏振变化”和“克尔效应”也不相同,因为透过H型PVA偏振片的强激光仍是很好的线偏振光,只是其透过率和照射强度有关。

众所周知,H型PVA偏振片的特性主要由定向排列的吸收二向色性分子决定。这类分子具有二个极化率 $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_{\perp}$, $\alpha_3 = \alpha_{\parallel}$,吸收主轴和其长轴方向平行。当强激光照射时,光场对二向色分子起作用,将使其极化率较大的轴平行于电场,从而使分子的位能在光场中趋向最小。光场对分子作用的力矩可写成:

$$M = -(\alpha_{\parallel} - \alpha_{\perp})E^2 \cos \theta \sin \theta \quad (3)$$

式中 E 是光频电场的振幅。当强激光的偏振方向和偏振片的偏振面正交或平行时, $M=0$,这时光场对二向色分子无作用,因而偏振片的透过特性不改变。当 θ 角为其他值时,由于H型PVA薄膜是固体,二向色分子在其中不可能转动,分子只可能通过其电子云和光频场的作用或其形变来改变极化率方向。这相应于偏振片偏振面的改变,从而使透过率和照射的光强有关。由于电子云和光场的相互作用或分子形变是可恢复的,它们具有 $10^{-9} \sim 10^{-13}$ 秒的快速时间响应。以上定性解释了实验现象。定量的分析可能要涉及二向色分子在光场作用下在PVA薄膜中的运动问题,目前尚未进行。

参 考 文 献

- [1] "American Institute of Physics Handbook", McGraw-Hill, New York, 1957.

(上接第746页)

表2 各种KCl在10.6微米的吸收系数

材 料	编 号	体吸收系数 β_0 (厘米 ⁻¹)
化学料生长的KCl单晶	KC-01	0.00135
RAP法生长的KCl单晶	KR-48	0.00041
RAP料热压的多晶KCl	KTR-18	0.0023

的确是使光吸收增加的主要原因。但是RAP单晶的吸收值还比KCl在10.6微米上的本征吸收值高半个量级以上^[5]($\sim 8 \times 10^{-5}$ 厘米⁻¹),说明材料的纯化还有待进一步提高。

用RAP料热压的多晶KCl吸收值却很

高,甚至高于化学料单晶。这可能是由于热锻过程中引入了杂质或者是由于热锻的RAP料既包含RAP头部单晶(具有较高的吸收)又包含了尾部单晶(吸收较低)的缘故。还可能是由于强化过程中材料的热性能发生了改变的缘故。

参 考 文 献

- [1] A. Hordvik; *Appl. Opt.*, 1977, **11**, 2827.
 [2] A. Rosenwaig, J. B. Willis; *J. Appl. Phys.*, 1980, **51**, 4361.
 [3] E. D. Palik, R. T. Holm; *Opt. Eng.*, 1978, **17**, 512.
 [4] H. B. Rosenstock *et al.*; *Appl. Opt.*, 1977, **16**, 2837.
 [5] S. D. Allen, J. A. Harrington; *Appl. Opt.*, 1978, **17**, 1679.