

掺钕磷酸盐激光玻璃中铂微粒 夹杂物的检验

——铜蒸气激光(CVL)散射法

卓敦水 刘国平 张俊洲 毛涵芬 应雄信

(中国科学院上海光机所, 上海 201800)

提要 根据高亮度超显微法原理,研究应用铜蒸气激光(CVL)散射法检验掺钕磷酸盐激光玻璃中的铂微粒夹杂物。检测结果与YAG激光破坏几率测试法进行对照,两者结果吻合得很好。

关键词 磷酸盐玻璃,铂,夹杂物

1 引言

磷酸盐激光玻璃中存在能导致高功率激光系统放大器炸裂破坏的铂微粒夹杂物,尺寸在亚微观范围,直径通常为 $5\sim 0.1\ \mu\text{m}$ 以下。应用光学显微镜无法观察到,常规光学和激光玻璃缺陷检验法对此均无能为力。美国LLNL实验室为了检测NOVA核聚变激光系统所应用的激光玻璃中的铂微粒,从1985年开始,发展了一套复杂的激光破坏性检验系统^[1~4]。随之日本HOYA,西德Schott公司也建立了更完善的自动激光破坏检测系统。但此设备复杂、昂贵,检测费用大,且是破坏性的。检测速度也较慢,不太适用于研究工作。

我们从国情出发,研究了一套适应性强,非破坏性,高亮度铜蒸气激光(CVL)散射超显微镜装置和方法,应用于我们研制的掺钕磷酸盐激光玻璃中微米-亚微米级的铂微粒夹杂物的检验,取得了较好的结果。为了进一步验证CVL散射法检测结果的正确性,我们也应用现有的非自动扫描激光破坏试验设备对铂微粒夹杂物密度,含铂夹杂物与无铂夹杂物的激光玻璃材料激光破坏特性的区别进行了比较研究^[5],取得了较好的结果。

2 实验原理

当光线通过含固体微粒夹杂物的透明介质时,会发生反射、散射现象。当夹杂物粒径大于入射光波长时,发生反射;小于入射光波长时,发生散射。散射定律为

$$I = K' \left(\frac{n_1^2 - n_2^2}{n_1^2 + n_2^2} \right)^2 \cdot \frac{NV^2}{\lambda^4} \cdot I_0 \quad (1)$$

式中 I_0, I 为入射光与单位容积分散系统散射光强, n_1, n_2 为杂质粒子与介质的折射率, N 为单位介质中杂质粒子数, V 为单个分散粒子的体积, λ 为入射光波长, K' 为常数。当 n_1, n_2, λ 固定不变, $N = 1$ 时

$$I = K \cdot V^2 \cdot I_0 \quad (2)$$

式中 K 为一常数。即要求观察到单独的每个很小的微粒时, 唯一可行的办法是提高入射光强度 I_0 。根据前人的研究结果^[6], 用暗视场超显微法, 当粒子直径为波长的 $1/5 \sim 1/10$ 时, 就会发生强烈的 Tyndal 散射。我们应用高频 CVL 510.6nm 为入射光检验玻璃中铂微粒夹杂物, 其观察限估计可达 $0.1 \sim 0.2 \mu\text{m}$, 从理论上可以确定检测限仅由 I_0 和视场对比度决定, 与观察显微镜分辨率无关。

3 实 验

3.1 样品制备

根据作者等人对掺钕磷酸盐激光玻璃中铂微粒的产生与消除机理的研究结果, 用无铂污染钕磷酸盐玻璃熟料, 在不同工艺条件下再次熔炼, 得到一系列不同铂微粒密度的样品, 取其中 $P_{65}, P_{79}, P_{92}, P_{50}$ 及 P_{28} 作试验样品。

3.2 CVL 散射实验

用美国 Plasma-Kinetics 公司 CVL-151 型 10 W 激光器及自配监测, 调光系统和 X11-3 型双目实体显微镜等。实验装置如图 1 所示。

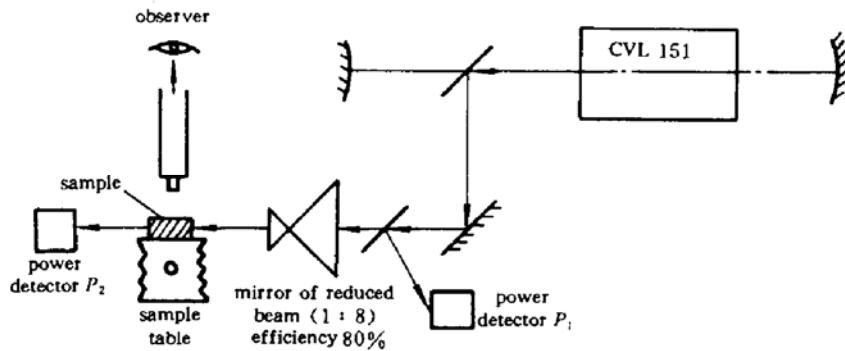


Fig. 1 Schematic diagrams of experiments used to inspect platinum inclusions in phosphate laser glass by means of CVL Scattering

用铜蒸气激光作样品入射源, 其输出波长为 510.6 nm。图 2 为掺钕磷酸盐玻璃中 Nd^{3+} 的吸收光谱。从图中可以看出, CVL 输出波长正好落在 Nd^{3+} 吸收带波谷, 从而从光谱上应用此一系统提供了保证。入射激光频率为 5 kHz。

CVL 输出激光经光学系统后再经缩孔镜缩孔, 然后射到样品抛光面, 从另一垂直方向的抛光面用显微镜即可观察到玻璃中铂微粒的散射光。由于铂微粒密度有时极低, 彼此独立、分散, 因此, 记录观察到的散射点除以样品的体积即为检测到的铂颗粒的密度 N 。

3.3 入射光强度 I_0 的选择

由公式(2)知, I_0 愈强, 光线束穿透样品愈深, 照光部分与不照光部分对比度也愈大, 因而越有利于观察钕玻璃中各孤立的铂微粒所散射的光。但是, 由于 Nd^{3+} 对 CVL 光还是有一定吸

收,其吸收热效应将限制 I_0 必须低于某个上限。同时,如对比度降低, I 减少也会降低检测灵敏度。因而 I_0 也必然有一个下限。 I_0 的选择从实验中获得。图 3 为样品 P₆₅ 玻璃对观察若干特定的铂微粒点,在不同 I_0 时对散射光 I 强度实验观察所得的结果。

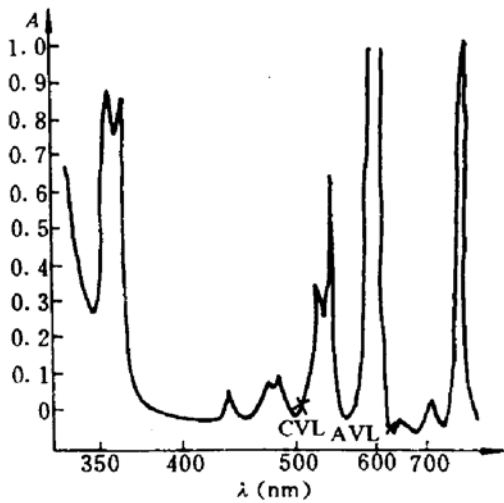


Fig. 2 Absorption spectrum of Nd^{3+} in Nd-doped phosphate laser glass and positions of output wavelength from CVL and AVL

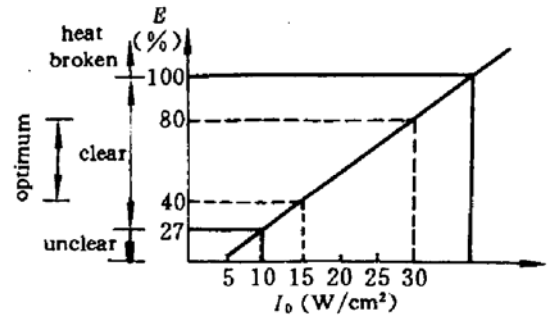


Fig. 3 Variation of clarity varied with intensity I_0 of input light

从图中知,当 $10 \text{ W/cm}^2 < I_0 < 37 \text{ W/cm}^2$ 时可以进行正确的观察而 I_0 值超过 37 W/cm^2 时则会产生热炸;低于 10 W/cm^2 则难以观察。最佳范围在 $15 \sim 30 \text{ W/cm}^2$ 之间。我们检测的常用激光功率密度为 $20 \sim 25 \text{ W/cm}^2$ 。

光束直径原为 25.4 mm ,经缩孔镜后为 $\phi 3 \text{ mm}$,用样品移动方式扫描样品各部分。当入射光功率密度达到 25 W/cm^2 时,可在钕玻璃($[\text{Nd}^{3+}] \approx 3 \text{ mol}\%$)内 70 mm 区域观察到对比度较大的光柱。若从双面观察,可以检验 130 mm 厚度大小的平板。

3.4 不同入射光源对检测深度的影响

CVL 光源受到入射强度及 Nd^{3+} 在 510.6 nm 处的吸收所限制,样品检测深度受到局限。

金蒸气激光(AVL)的输出波长为 628 nm ,其与 Nd^{3+} 吸收谱图位置关系见图 2。从图中知,AVL 正好落在 Nd^{3+} 吸收带谷底。用 AVL 代替 CVL 重复以上实验,可以比较两者的不同。表 1 为分别用 CVL 及 AVL 作入射光源对 N₂₁ 型钕玻璃(N_{21A},N_{21B},N_{21C})和未掺钕的同型白玻璃(N₂₁₋₀₁,N₂₁₋₀₂)测得的吸收系数。由表中可知,对 N₂₁ 型钕玻璃,CVL 的吸收系数 $K_{510.6 \text{ nm}}$ 约是 AVL 的吸收系数 $K_{628.0 \text{ nm}}$ 的 6 倍,即在同样入射强度下,可穿透的样品深度约是 AVL 的六分之一。计算和实测表明,CVL 透射测量深度约为 70 mm ,而 AVL 可达 400 mm 。因此,对大尺寸激光钕玻璃,特别是对含钕浓度高的激光玻璃等材料来说,用 AVL 检测将是更佳的选择。

对不含 Nd^{3+} 的光学玻璃,二者透射深度对 0.5 m 以上均有极其良好的效果。

4 YAG 激光破坏几率法和 CVL 散射法测试结果的比较

对 P₆₅,P₂₉,P₉₂,P₅₀,P₂₈ 五块玻璃进行 CVL 散射检测,其结果如表 2 所示。为了进一步验证此结果的正确性,我们与激光破坏几率试验法所获得的结果^[5]进行了对比。

Table 1 Absorption coefficient of samples at wavelength of CVL or AVL

Sample No.	Thickness (cm)	Absorption coefficient		Absorption power	
		K_{CVL}	K_{AVL}	A_{CVL}	A_{AVL}
N _{21A}	2.80	0.11	0.02	0.30	0.06
N _{21B}	2.80	0.13	0.031	0.050	0.12
N _{21C}	3.78	0.137	0.021	0.050	0.08
N ₂₁₋₀₁	3.80	0.026	0.013	0.10	0.05
N ₂₁₋₀₂	3.78	0.019	0.011	0.07	0.04

Table 2 Platinum particle inclusion density obtained from CVL dispersion and damage testing

Sample No.	Average number of platinum including (per/l)		Sample No.	Average number of platinum including (per/l)	
	CVL dispersion	YAG damage testing		CVL dispersion	YAG damage testing
P ₆₅	8.5×10^3	8.3×10^3	P ₅₀	0	0
P ₇₉	$\sim 10^7$	$\sim 8.3 \times 10^6$	P ₂₈	0	0
P ₉₂	$\sim 10^6 \sim 10^7$	$1 \sim 2 \times 10^6$			

表 2 表明,两者吻合得很好。CVL 法方便、快速,且没有破坏性;YAG 激光破坏几率法极其麻烦,且具破坏性,对铂粒子密度低($0 \sim 10^3$ 个/升)的玻璃事实上难以应用这种方法。但可以应用 CVL 散射法。CVL 观察到的散射点密度与激光破坏点密度是很接近的。另外,使用脉宽 1 μ s,经焦距 1 m 的透镜聚焦的单模 YAG 激光对上述含铂微粒及不含铂微粒玻璃的破坏试验所得的破坏阈值的巨大差异^[5]也可以看出,我们用 CVL 散射法检出的“闪点”就是导致磷酸盐玻璃激光炸裂的铂金属夹杂物粒子。不含铂微粒钕玻璃比含铂夹杂物粒子的同型玻璃,其相对激光破坏阈值高 15 倍以上,前者大于 350 mJ/S,后者为 20~23 mJ/S(S 为 YAG 激光束有效载面)。

利用 CVL 散射法可以近似计算铂粒子大小。设 C 为重量浓度 ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$),其值由化学分析法测得。若用散射法测出单位体积中的粒子数 N ,则每个粒子重小于 C/N 。假设粒子为球形,其密度为 ρ ($\rho_{\text{Pt}} = 21.45 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$)。半径为 R ,则

$$R = (3C/4\pi\rho \cdot N)^{1/3} \quad (3)$$

在还原条件下,设 Pt^{4+} 全被还原时,通常 $N > 10^6$ (个/升)可以计算出平均铂粒子半径 $R = 0.1 \mu\text{m}$ 数量级。从硅酸盐玻璃中铂粒子的状态,CVL 观察到的大小粒子相对散射点亮度,及光学显微镜对激光破坏区的观察以及破坏几率试验结果等可以综合分析估计出,在磷酸盐激光玻璃中铂粒子的分布范围多数在 0.1~几 μm 之间。

我们曾试图用 CVL 散射法定量、定位,再与激光破坏定量、定位的结果进行比较。但由于两种方法我们的检测系统的定位精度还不高,又缺乏相应的自动扫描系统,因而未获得结果。

玻璃中微气泡及其它较大的特殊点状夹杂物和细条纹等玻璃缺陷引起的散射点易于用目视法和显微镜垂直方向观察而鉴别。

致谢 对李仲伾、于开义、钱玉兰、孙国华等在测试方面的帮助表示衷心感谢。

参 考 文 献

- 1 R. W. Hopper, D. R. Uhlmann *J. Appl. Phys.*, 1970, **10**(41): 4023~4037
- 2 J. E. Marion. Laser Program Annual Report 85, Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, Calif., UCRL-50021-85 (1986), 6~15 to 6~17
- 3 "Detecting Microscopic Inclusions in Optical Glass", Energy and Technology Review, Lawrence Livermore National Laboratory, Livermore, Calif., UCRL-52000-86-4/5 (April-May 1986)
- 4 C. L. Weinzapfel. Snnual Report of LLNL, 1986, 4~12 to 4~14
- 5 卓敦水等. 中国激光, 1993, **20**(12): 926~930
- 6 干福熹等著. 光学玻璃, 上册, 北京: 科学出版社, 1985, 191

Inspection of Platinum Inclusions in Nd-doped Phosphate Laser Glass

—— Copper vapour laser (CVL) scattering method

Zhuo Dunshui Liu Guoping Zhang Junzhou Mao Hanfen Yin Xionxin

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai 201800)

Abstract Based on the principle of high-light ultra-microscopy inspection of platinum inclusions in Nd-doped phosphate laser glass was made by means of copper vapour laser (CVL) scattering. Comparing with laser damage-testing method, it was found that the two results are in good agreement.

Key words phosphate glass, platinum, inclusions