

文章编号 : 0258-7025(2002)10-0920-05

熔石英玻璃和白宝石晶体激光损伤的研究

李仲伢, 程 雷, 李成富

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

提要 研究不同实验条件对熔石英和白宝石激光损伤阈值和损伤形貌的影响, 获得了一些有用的实验结果, 对相应的损伤机理作了分析。同时对熔石英的抗激光加固也进行了研究。结果表明, 激光预辐照和酸侵蚀处理使熔石英的激光损伤阈值分别提高 70% 和 80% 以上。

关键词 激光损伤阈值, 损伤形貌, 抗激光加固

中图分类号 TN 204 文献标识码 A

Study of Laser Damage of Fused Silica and Sapphire Crystal

LI Zhong-ya, CHENG Lei, LI Cheng-fu

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

Abstract The effect of different experiment conditions on the damage thresholds and damage morphologies of fused silica and sapphire are investigated. In addition, strengthened laser damage strength of fused silica is studied. Experimental results show that the laser damage thresholds of fused silica after laser pre-irradiation and acid etching treatment are increased by a factor of 70% and 80%, respectively.

Key words damage threshold, damage morphology, strengthened laser damage strength

1 引 言

熔石英和白宝石是非常有用的光学材料, 它们有优良的光学、热学性能和化学稳定性, 可以做各种光学元件, 在光学和激光系统中有广泛的应用。它们有很好的透光性, 是紫外和中红外理想的窗口材料, 同时也可用作卫星光学系统的光学元件和整流罩材料。研究它们的激光损伤和抗激光加固是很有意义的。

近年来有关熔石英激光损伤的研究报道不少^[1-3], 主要是研究它在短波长(351 nm)激光损伤方面的工作。本文从短脉冲、长脉冲和连续激光三个方面对熔石英和白宝石进行了激光损伤的研究, 分析不同损伤条件的实验结果与损伤机理的关系。对熔石英还用了激光预辐照和酸侵蚀的方法进行加固处理, 并通过损伤实验判断其加固效果。最后对加固机制和损伤机理作了分析。

2 实验条件

熔石英和白宝石的有关参数如表 1 所示。

激光损伤实验采用三种不同的实验条件:

短脉冲激光实验, 用 1.06 μm 波长的 YAG 激光器, 输出 TEM₀₀ 模, 脉宽(FWHM)10 ns, 焦斑面积 $18.85 \times 10^{-6} \text{ cm}^2$ 。

长脉冲激光实验, 用 1.054 μm 波长的掺钕磷酸盐玻璃激光器, 输出多模, 脉宽 250 μs , 焦斑面积 $2 \times 10^{-3} \text{ cm}^2$ 。

连续激光损伤用 10.6 μm 波长的 CO₂ 激光器, 输出功率 100 ~ 1000 W 连续可调, 多模, 焦斑面积 0.54 cm^2 。

激光预辐照加固处理: 选用准分子激光, 波长 308 nm, 输出能量 140 mJ, 脉宽 35 ns, 辐照功率 1.1 MW/cm²; Cu 蒸气激光波长 510 nm, 输出功率 2.5 ~ 3 W, 脉宽 20 ns, 重复频率 16 kHz; CO₂ 激光波长 10.6

收稿日期 2001-07-13; 收到修改稿日期 2001-10-11

作者简介: 李仲伢(1940—), 女, 中国科学院上海光学精密机械研究所高级工程师, 主要从事激光物理和激光技术方面的研究。E-mail: chenglei@mail.shcnc.ac.cn

$1\mu\text{m}$ 输出功率 500 ~ 1500 W 连续可调, 辐照功率密度 37 W/cm^2 。

酸侵蚀加固用 10% 质量分数的 HCl 对样品侵蚀 2 h。

表 1 材料特性

Table 1 Characteristics of materials

Sample	Transmission wavelength/ μm	Melting point/K	Specific heat/ $\text{J}/\text{kg}/\text{K}$	Coefficient of expansion/ $1/\text{MK}$	Heat conductance $/\text{W}/\text{m}/\text{K}$	Young's modulus/ GPa
Fused silica	0.2 ~ 3.5	1743	741	0.54	11	76
Sapphire	0.18 ~ 5.0	2303	754	7.8	25	345

表 2 熔石英 1.06 μm 激光的损伤阈值Table 2 Damage thresholds of fused silica at 1.06 μm

Sample	Pre-irradiation condition				Damage threshold/ $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$	
	Laser	Power density $/\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$	Duration	Total energy density/ $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$	Surface	Bulk
S_1	-	-	-	-	496	920
S_2	CO_2	37	3 s	111	566	-
S_3	XeCl	8×10^5	80 shots	2	595	1415
S_4	XeCl	1.1 M	90 shots	3.5	791	1671
S_5	Cu vapour	0.46	30 s	13.8	848	-
S_6	Etching 2 h in HCl of mass fraction 10%				915	-

3 实验结果和分析

3.1 短脉冲激光损伤

熔石英短脉冲激光损伤阈值和激光预辐照加固的实验结果如表 2 所示,表中 S_1 是未经处理的对照样品,其余 $S_2 \sim S_6$ 的 5 块样品是经过处理后激光损伤阈值的测试结果,用 CO_2 激光预辐照可使熔石英的表面损伤阈值提高约 15%。 XeCl 激光辐照使熔石英的面和体损伤阈值分别提高 60% 和 80% 以上。铜蒸气激光辐照使其表面损伤阈值提高 70% 以上。可见用激光预辐照的方法来提高熔石英的激光损伤阈值是相当有效的。酸侵蚀提高熔石英的表面损伤阈值的效果更好,使其提高了 80% 以上。

白宝石晶体短脉冲激光损伤,焦斑面积为 $6.4 \times 10^{-5} \text{cm}^2$,面损伤阈值为 $48.9 \text{J}/\text{cm}^2$ 。

3.2 长脉冲激光损伤

白宝石晶体长脉冲损伤实验的结果如图 1 所示,从图可见随着入射能量密度增大,损伤几率呈线性增加,延长几率曲线交 x 轴,交点即为零损伤几率的激光损伤阈值。由图 1 测得白宝石 0 和 50% 损伤几率的损伤阈值分别为 $150 \text{J}/\text{cm}^2$ 和 $518 \text{J}/\text{cm}^2$ 。本实验可见白宝石晶体在长(250 μs)短(10 ns)脉冲的激光作用下的损伤阈值分别为 $518 \text{J}/\text{cm}^2$, $48.9 \text{J}/\text{cm}^2$,二者相差甚远,可见脉冲宽度对损伤阈值的影

响十分明显。

熔石英长脉冲激光损伤在 $2.6 \times 10^3 \text{J}/\text{cm}^2$ 的激光能量下未产生破坏。

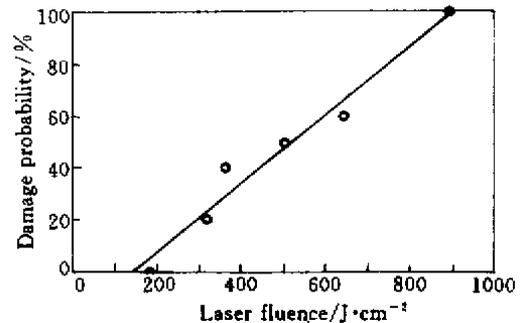


图 1 白宝石晶体损伤几率与激光能量的关系

Fig.1 Dependence of damage probability on laser energy of sapphire crystal

3.3 连续激光损伤

熔石英连续激光损伤和加固的实验结果如表 3 所示。可以看出酸侵蚀对提高熔石英抗连续激光损伤基本无效,而 Cu 蒸气激光预辐照是有效的,样品 3 在辐照时间 2 s 时表面未出现熔融破坏现象,到 3 s 时才出现了一个 3mm^2 左右的熔坑,烧熔面积只有样品 1 的十分之一。

在不同的实验条件下,用连续 CO_2 激光对同一

块白宝石样品进行损伤实验,实验结果如表 4 所示。可以发现,样品在较高的功率密度 430 W/cm^2 时,辐照时间仅为 0.3 s 就发生了损伤。第二次增加辐照功率和辐照时间,损伤程度严重,而且中心产生小熔区。第三次用比第一次低 50% 的功率密度进行损

伤,辐照了 47 s 也未发生破坏。从单位面积辐照的累积能量来比较,第三次要比第一次高 75 倍多,可见 CO_2 连续激光对白宝石晶体的损伤过程中功率密度起了决定性的作用。

表 3 CO_2 连续激光对熔石英的损伤结果

Table 3 CO_2 laser damage results of fused silica

Sample	Treatment condition	Time /s	Focal area / cm^2	Power density / $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$	Total energy density/ $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$	Damage phenomenon
1	-	1.7	0.54	944	1605	Melting a pit on the surface about 30 mm^2 and giving out glaring lights.
2	Etching 2 h in HCl of mass fraction 10%.	2	0.54	944	1888	Phenomenon the same.
3	Cu vapour laser pre-irradiation 60 s power density 1 W/cm^2 .	3	0.54	944	2832	Melting a small pit on the surface about 3 mm^2 .

表 4 CO_2 激光对白宝石的损伤结果

Table 4 CO_2 laser damage results of sapphire

Times	Time /s	Focal area / cm^2	Power density / $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$	Total energy density/ $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$	Damage phenomenon
1	0.3	0.36	430	129	Appear a burst point
2	2	0.36	833	1666	Heat burst, at center appear small melting region
3	47	0.2	210	9870	No damage

3.4 损伤形貌

研究损伤形貌可以揭示损伤机理的部分信息,熔石英和白宝石的损伤形貌如图 2 所示,图 2(a)和 (b)分别为短脉冲激光对熔石英体损伤炸裂破坏的正面和侧面照片,图 2(b)为熔石英典型的激光损伤形貌——自聚焦损伤,清晰地出现一条自聚焦细丝。熔石英体损伤在大多数情况下均产生自聚焦细丝和炸裂破坏。熔石英的表面损伤形貌为一个小凹坑,如图 2(c)所示。连续激光的损伤形貌为熔融破坏,见图 2(d)。

短脉冲激光对白宝石的体损伤形貌见图 2(e),为一个有规律的炸裂损伤图形。图 2(f)为长脉冲激光对白宝石的面损伤形貌,中心是一个熔融坑,周围呈龟裂形破坏。连续激光的损伤形貌为大面积的炸裂破坏。

3.5 实验结果分析

从上述实验结果可以看到,熔石英无论是短脉冲、长脉冲或连续激光的损伤均具有很高的激光损

伤阈值,这与熔石英玻璃有很好的热和机械性能(见表 1)分不开,与一般玻璃相比,它具有熔点高、热膨胀系数小、热导率高、杨氏模量大的优点。熔点比玻璃高 $200 \sim 300 \text{ }^\circ\text{C}$,热膨胀系数比玻璃小一个数量级以上。熔点高,不容易产生熔融破坏。热膨胀系数越小产生的应变越小,杨氏模量大,承受应变能力强,热导率越高,将热量传递出去的能力越强。正是由于石英玻璃具有这些优良性能,因此它的激光破坏强度很高。 CO_2 连续激光对熔石英的损伤形貌与一般玻璃也不一样,它是熔融破坏,而普通玻璃则为炸裂破坏。这与熔石英的热稳定性好有关。

短脉冲激光对熔石英损伤时,由于激光功率很高,照射到石英样品的体内,焦点的功率密度超过 GW/cm^2 ,产生了非线性效应——自聚焦,自聚焦丝状通道中的功率密度更高,在焦点向前运动的过程中遇到杂质或缺陷(结构缺陷和电子缺陷等),产生强烈的吸收,形成多光子电离和雪崩离化,生成大量的等离子体,等离子体迅速膨胀产生炸裂破坏。

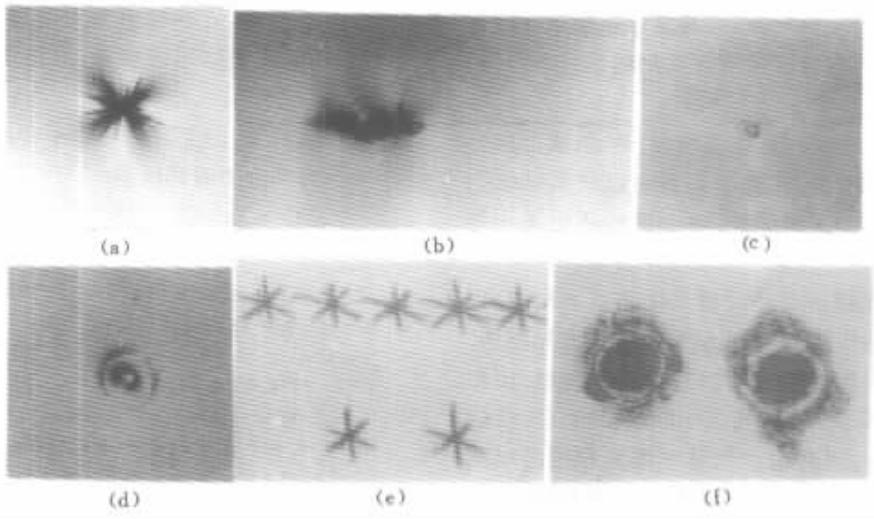


图 2 熔石英和白宝石的损伤形貌

(a) 熔石英体损伤 (正面) (b) 熔石英体损伤 (侧面) (c) 熔石英表面损伤;
(d) 熔石英表面损伤 (e) 白宝石体损伤 (正面) (f) 白宝石表面损伤

Fig.2 Damage morphologies of fused silica and sapphire

(a) bulk damage of fused silica (front); (b) bulk damage of fused silica (side); (c) surface damage of fused silica;
(d) surface damage of fused silica; (e) bulk damage of sapphire (front); (f) surface damage of sapphire

4 加固机制和损伤机理分析

4.1 熔石英加固机制的分析

本文采用了两种加固措施,一是激光预辐照,二是酸侵蚀。激光预辐照加固机制主要是去除表面吸附的灰尘、水气和杂质,减少表面吸收^[4],降低表面粗糙度,修复表面缺陷,使样品表面的结构发生变化^[5,6]因而使熔石英的损伤阈值有一定提高。准分子激光预辐照对提高熔石英玻璃的表面和体损伤阈值均有较好的效果,是因为熔石英对 308nm 波长的激光透光性极好,准分子激光照射到样品上,不仅可以修复表面的缺陷,而且可以深入到样品内部,修复体内结构缺陷和消除电子缺陷,因而使熔石英的体损伤阈值有较大提高。酸侵蚀的作用为去除样品表面在机械加工过程中所产生的微裂纹^[7],微裂纹中常夹杂抛光磨料和杂质,并有水份渗透进去,微裂纹的存在一方面增加对激光能量的吸收,同时微裂纹在强激光的作用下也可能扩展造成宏观破坏。酸侵蚀去除微裂纹,减少产生破坏的隐患,因而使熔石英短脉冲激光的表面损伤阈值有较大提高(提高 80% 以上)。然而为什么酸侵蚀对熔石英的连续激光损伤却起不到加固的作用,主要是由于二者的损伤机理不同所造成的,连续激光损伤时,由于激光作用时间长,熔石英对 CO₂ 激光 10.6 μm 波长是不透明的,所吸收的能量集中在表面一薄层内,焦点区域

的表面产生热积累,温度不断升高,直至达到熔点,而产生熔融破坏。在此情况下微裂纹的存在与否似乎已变得不太重要,故酸侵蚀加固熔石英抗连续激光损伤无效果。Cu 蒸气激光预辐照加固熔石英抗连续激光损伤有一定效果,因为 Cu 蒸气激光预辐照可以消除其结构缺陷和电子缺陷,使石英玻璃的结构更加坚固了,因而提高了抗激光损伤的能力。

4.2 短脉冲激光损伤的机理

高功率激光辐照到白宝石样品内,引起强烈的非线性吸收,导致多光子电离和雪崩离化,产生大量的等离子体(实验中样品损伤时总是伴随着等离子体闪光的出现)。等离子迅速膨胀和材料的局部升温引起的热膨胀在辐照点产生极大的应力,当应力超过材料的极限强度时,首先在结构薄弱的地方发生炸裂破坏,出现了如图 2(e)所示的有规则的破坏花样。

熔石英短脉冲的损伤机理与白宝石有相似之处,即都有多光子电离和雪崩离化的损伤机理在起作用,所不同的是在熔石英的损伤过程中自聚焦效应起支配作用,产生由自聚焦引发的炸裂破坏。

4.3 连续激光损伤的机理

连续激光的损伤,热因素起主导作用,样品表面吸收光能量使温度升高。熔石英由于其热稳定性好,温度升高产生的热应力不能使其产生炸裂破坏,由于激光的连续照射,温度不断升高直至达到熔点

(1743℃),使其产生熔融破坏,甚至于在焦点区域熔石英升华,在熔坑的周围出现挥发出的白色 SiO₂ 粉末。

连续激光对白宝石晶体损伤时,热-力耦力联合作用的特征比较明显,在功率较低时以炸裂破坏为主,功率高时,除炸裂破坏外,中心区域还出现小熔区,产生熔融破坏。

长脉冲激光损伤与连续激光损伤基本相似,也是热因素起主导作用,所不同的是长脉冲激光损伤,由于其焦斑面积比连续激光小 2~3 个数量级,因此中心能量密度很高,温升可达 1000~2000℃,故中心出现熔融破坏,另外由于长脉冲激光作用的时间比连续激光短,所产生的热应力比连续激光要小,因此,在长脉冲激光对白宝石损伤时,没有出现大面积的炸裂破坏,而是在中心熔区周围出现龟裂破坏。

总之,长脉冲和连续激光对材料的损伤是热-力耦合的破坏机制。

5 结 论

1) 熔石英抗激光损伤性能很好,无论是对短脉冲、长脉冲和连续激光的损伤均具有很高的损伤阈值。

2) 熔石英、白宝石材料的短脉冲激光损伤,在高功率激光的作用下,引起强烈的非线性效应(自聚

焦或多光子吸收),导致多光子电离和雪崩离化,产生大量的等离子体迅速膨胀,最终产生宏观炸裂破坏。

3) 熔石英、白宝石的长脉冲和连续激光损伤主要为热-力耦合的破坏机制。

参 考 文 献

- 1 M. R. Kozlowski, R. Mouser, P. Wegner *et al.*. Laser damage performance of fused silica optical components measured on the beamlet laser at 351 nm [C]. *SPIE*, 1998, **3574** :436 ~ 445
- 2 C. L. Battersby, L. M. Sheehan, M. R. Kozlowski. Effect of wet etch processing on laser-induced damage of fused silica surfaces [C]. *SPIE*, 1998, **3574** :446 ~ 455
- 3 N. Kuzuu, N. Umemura, A. Nagafuchi *et al.*. Laser-induced bulk damage in various types of vitreous silica [C]. *SPIE*, 1999, **3902** :398 ~ 407
- 4 J. D. Kelley, M. I. Stuff, F. E. Hovis *et al.*. Removal of small particles from surfaces by pulsed laser irradiation: observations and mechanism [C]. *SPIE*, 1991, **1415** :211 ~ 219
- 5 N. C. Kerr, D. C. Emmong. The effect of laser annealing on laser induced damage threshold [C]. *NIST SP801*, 1989. 164 ~ 179
- 6 Li Zhongya, Li Chengfu, Gong Hui. Effect of laser treatment on laser induced damage of optical thin-film and laser glass [J]. *Acta Optica Sinica* (光学学报), 1994, **14** (3) :281 ~ 286 (in Chinese)
- 7 J. Marion. Strengthened solid-state laser materials [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1985, **47** (7) :694 ~ 696