**文章编号:** 0258-7025(2008)08-1161-04

# 飞秒激光在 LiNbO3 晶体上烧蚀衍射光栅

余本海<sup>1,2</sup> 李玉华<sup>2</sup> 戴能利<sup>2</sup> 郑启光<sup>2</sup> 陆培祥<sup>2</sup> <sup>1</sup>信阳师范学院物理电子工程学院,河南信阳 464000 <sup>2</sup>华中科技大学光电子科学与工程学院武汉光电国家实验室,湖北 武汉 430074</sup>

**摘要** 利用脉冲宽度为 50 fs,中心波长为 800 nm,重复频率为 1000 Hz 的飞秒激光脉冲在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体上烧蚀表 面衍射光栅,采用632.8 nm的 He-Ne 激光测量不同光栅的衍射效率。在激光脉冲能量和光栅常数相同的情况下, 烧蚀速率由20 μm/s增大到200 μm/s时,所加工光栅的 1 级衍射效率从1.7%增大到2.3%;如果光栅常数和烧蚀速 率不变,将激光脉冲能量由70 nJ增大到110 nJ,所加工光栅的 1 级衍射效率从1.9%减小到1.3%;随着光栅常数的 增大,在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体上烧蚀光栅的各级衍射效率也随之增加。对实验结果进行理论分析表明,可以通过提高烧蚀 速率、降低激光脉冲能量和增大光栅常数来提高飞秒激光加工光栅的衍射效率。

关键词 激光技术;衍射光栅;飞秒激光;LiNbO3 晶体

中图分类号 TN 249;O 436.1 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL20083508.1161

### Diffraction Gratings Ablated on LiNbO<sub>3</sub> Crystal by Femtosecond Laser Pulses

Yu Benhai<sup>1,2</sup> Li Yuhua<sup>2</sup> Dai Nengli<sup>2</sup> Zheng Qiguang<sup>2</sup> Lu Peixiang<sup>2</sup>

<sup>1</sup>School of Physics and Electronics Engineering, Xinyang Normal University, Xinyang, Henan 464000, China <sup>2</sup>Wuhan National Laboratory for Optoelectronics, School of Optoelectronics Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430074, China

Abstract Surface diffraction gratings are written on LiNbO<sub>3</sub> crystal by femtosecond laser pulses with the wavelength of 800 nm, pulse duration of 50 fs and repetition frequency of 1000 Hz. The diffraction efficiencies of the gratings ablated with various parameters are measured by He-Ne laser with the wavelength of 632. 8 nm. The 1-order diffraction efficiencies of the gratings improve from 1.7% to 2.3% with the increase of ablation speed from  $20 \ \mu m/s$ , and decrease from 1.9% to 1.3% with the increase of pulse energy from 70 nJ to 110 nJ, respectively. The experimental and theoretical results show that the diffraction efficiencies of gratings can be improved by increasing ablation speed and grating constant or decreasing pulse energy. **Key words** laser technique; diffraction grating; femtosecond laser; LiNbO<sub>3</sub> crystal

1 引 言

衍射光栅是一种高分辨率的色散光学元件,应 用非常广泛,在现代光学仪器中占有相当重要的地 位,多年以来,人们一直在利用各种方法研究和提高 衍射光栅的各种性能。铌酸锂(LiNbO<sub>3</sub>)晶体是一 种优良的多功能晶体材料,可用于压电、电光、声光、 非线形光学和光折变等技术领域。利用 LiNbO<sub>3</sub> 和 掺杂 LiNbO<sub>3</sub> 晶体的特性,可用来制作压电换能器、 声表面波器件、光波导器件、全息存储器件、传感器 件和隔离器、循环器件等<sup>[1,2]</sup>。

近年来,随着飞秒激光微纳精密加工的发展,利 用飞秒激光烧蚀、改性 LiNbO<sub>3</sub> 晶体制作光电器件 已经成为研究的热点<sup>[3~6]</sup>。飞秒激光对物质进行处 理的过程具有热作用区域小、加工精度高等优点,因

收稿日期:2007-11-23; 收到修改稿日期:2007-12-27

基金项目:国家自然科学基金(10574050,60777012)和河南省高等学校青年骨干教师计划资助课题。

作者简介:余本海(1970—),男,河南人,副教授,博士研究生,目前从事飞秒激光微细加工方面的研究。

E-mail:hnyubenhai@163.com

**导师简介**:陆培祥(1960—),男,浙江人,长江学者,特聘教授,博士生导师,目前从事激光与物质相互作用方面的研究。 E-mail:lupeixiang@mail.hust.edu.cn

此已经成为材料加工的一种新工具,人们已经将飞 秒激光广泛应用于制作光波导与光耦合器件<sup>[7~9]</sup>、 光存储<sup>[10~12]</sup>等光电子领域,并在玻璃等材料上加工 了浮雕光栅、透射光栅、达曼光栅等<sup>[13~17]</sup>。由于 LiNbO<sub>3</sub> 晶体的激光烧蚀阈值较低,利用飞秒激光 能够在其表面得到小于光学衍射极限的烧蚀点和烧 蚀线<sup>[18]</sup>,因此,可以利用飞秒激光在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体 表面制作光栅常数很小的光栅,并通过选择合适的 加工参数使烧蚀的光栅线宽均匀,边沿光滑,而且具 有加工速度快、易操作、成本低的优点,为光栅制作 和拓展 LiNbO<sub>3</sub> 晶体在光电子领域的应用提供一种 新的途径。本文利用飞秒激光脉冲在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体 上加工表面衍射光栅,分析了脉冲能量、烧蚀速率和 光栅常数对光栅衍射效率的影响。

#### 2 实 验

实验装置如图1所示,Ti:sapphire激光系统输 出激光的脉冲宽度为50 fs,中心波长为800 nm,重 复频率为1000 Hz,激光脉冲能量在 0~2 mJ连续可 调,与LiNbO3 晶体作用的脉冲通过中性衰减片 (Neutral attenuated slice)进行衰减后,再通过一个 20×(NA=0.5) 显微物镜(OM)聚焦到 LiNbO<sub>3</sub> 晶 体样品表面,经计算,20×显微物镜聚焦焦斑的光束 直径约为2 μm。三维控制平台在 x, y 轴的控制精度 为 $0.03 \mu m$ ,在z轴的控制精度为 $1 \mu m$ 。实验中,激 光的偏振方向调整为与 c 轴垂直。分别加工了不同 光栅常数、不同烧蚀速率、不同能流密度激光烧蚀的 光栅,所刻写光栅的 CCD 照片采用 Nikon50i 光学 显微镜拍摄,加工形貌采用场发射扫描电镜(SEM) 进行测试,其衍射效率采用632.8 nm的 He-Ne 激光 进行探测。实验中使用的样品为 z 切 LiNbO3 晶 体, 熔 点 为 1650 ℃, 密 度 为 4.70 g/cm<sup>3</sup>, 尺 寸 为 10 mm×5 mm×1 mm,并对其两个10 mm×5 mm 面进行抛光。



图 1 飞秒激光烧蚀 LiNbO3 晶体的实验装置 Fig. 1 Experimental setup for ablating LiNbO3 crystal by femtosecond laser

## 3 结果与讨论

在 800 nm,1000 Hz,50 fs 飞秒激光作用,20× 物镜聚焦条件下,LiNbO3 晶体的单脉冲损伤阈值 约为60 nJ,而多脉冲的损伤阈值低于单脉冲损伤阈 值,并随脉冲数量的增多而减小<sup>[18]</sup>。以高于损伤阈 值的脉冲能量聚焦在透明材料表面,可以使透明材 料的表面形成烧蚀,透射率大大降低,通过这种方 式,利用不同的激光参数在 LiNbO3 晶体的表面烧 蚀不同的衍射光栅。

调节飞秒激光脉冲的能量为70 nJ,使用 20×物 镜聚 焦,光栅常数为 5  $\mu$ m,烧蚀速率分别为 20  $\mu$ m/s,100  $\mu$ m/s和200  $\mu$ m/s在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体表 面加工光栅,图 2(a),(b),(c)分别为20  $\mu$ m/s的烧 蚀速率加工所得光栅的 CCD 照片、扫描电镜照片和 光栅衍射图样。



图 2 飞秒激光脉冲以 20 μm/s 的速率烧蚀的光栅 (a) CCD 照片; (b) SEM 照片; (c) 光栅衍射图样

Fig. 2 Grating ablated using femtosecond laser with speed of 20 μm/s. (a) CCD image; (b) scanning electronics microscope (SEM) image; (c) diffraction pattern

通过分析不同烧蚀速率制备光栅的相对衍射效 率来分析不同烧蚀速率对飞秒激光加工光栅的影 响。衍射级光强分布如图 3 所示,对透射光栅各衍 射级曲线进行积分即可得到 1 级和 2 级衍射相对 0 级的衍射效率。

为了获得光栅的绝对衍射效率,可以用能量计 直接测量光栅0级绝对衍射效率,也可以通过对入 射光斑和光栅0级衍射光斑的强度分布进行积分得 到透射光栅0级绝对衍射效率,再利用计算所得相 对衍射效率的结果得到光栅1级和2级绝对衍射效 率。采用光强分布积分的方法得到不同烧蚀速率的 各级绝对衍射效率的结果如图4所示。

从图 4 可以看出,随着扫描速度的加快,光栅的 衍射效率逐渐增强。光栅的衍射效率可以表示







Fig. 4 Diffraction efficiency of the gratings as a function of the ablation speed

为<sup>[13,19]</sup>

$$\eta_m = rac{I_m}{I} \propto {
m sinc}^2 \left(rac{mb}{d}
ight), \quad m 
eq 0$$
 (1)

$$\eta_0 = \frac{I_0}{I} \propto \frac{a}{d}, \qquad m = 0, \qquad (2)$$

式中  $I_m$  为第 m 级衍射光的强度,I 为入射光的总强 度,实验中制备光栅的不透明部分的宽度 b 为  $1\sim$  $1.5 \mu m$ ,光栅常数 d 分别取  $5 \mu m$ ,  $10 \mu m \pi 15 \mu m$ , 这里 sinc<sup>2</sup> (mb/d) 为单调递减函数。因此激光扫描 速度越快,光栅中透明部分的宽度 a 越大,而不透明 部分的宽度 b 越小,各级衍射效率也随之增加,即增 大激光的扫描速度,光栅的各级衍射效率增加。

通过实验观察得到,随着烧蚀速率的提高,得到

的光栅出现二维衍射图样,如图 5(e)所示。图 5 是 以50 nJ的脉冲能量,300 μm/s的速率,5 μm的线间 距在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体表面烧蚀的光栅。从光栅的 CCD 照片(如图 5(a)所示)和 SEM 图(如图 5(b))可以看 出加工的一维光栅有非常明显的不连续烧蚀现象, 是由于在脉冲能量不是很高的情况下,烧蚀速率提 高,使得单位时间内烧蚀的长度增大,烧蚀光栅的单 位长度上飞秒脉冲数量减小,工作台步进电机的运 行对烧蚀结果的影响更加显著而使烧蚀出现了不连 续,图 5(c)和(d)分别是烧蚀线较宽处和较窄处的 SEM 图。从图 5(a),(b)看出,这种不连续的烧蚀 使加工的光栅在垂直方向上也形成了准周期结构, 因此它的衍射图样是二维准周期的。



- 图 5 飞秒激光脉冲以 300 μm/s 的速率烧蚀的光栅。 (a) 光栅的 CCD 照片; (b) 光栅的 SEM 图;(c) 光 栅较宽处的 SEM 图;(c) 光栅较窄处的 SEM 图; (e) 光栅的衍射图样
- Fig. 5 Grating ablated using femtosecond laser with speed of 300 μm/s. (a) CCD image of the grating; (b) SEM image of the grating; SEM image of (c) the wider location and (d) the narrower location of the grating; (e) diffraction pattern of the grating

用同样的方法,分析了70 nJ,90 nJ和110 nJ能 量的激光脉冲以100 μm/s的烧蚀速率,5 μm的光栅 常数在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体表面上烧蚀光栅的绝对衍射效 率,如图 6 所示。图 7 为不同光栅常数对光栅衍射 效率的影响曲线,飞秒激光脉冲能量为70 nJ,烧蚀 速率为100 μm/s,光栅常数分别为5 μm,10 μm和 15 μm。可以看出,随着激光脉冲能量的提高,或者 光栅常数的减小,在LiNbO。晶体上烧蚀得到的光栅各级衍射效率也逐渐降低。



图 6 不同能量激光脉冲烧蚀光栅的衍射效率 Fig. 6 Diffraction efficiency of the gratings as a function of the femtosecond laser energy



图 7 不同光栅常数光栅的衍射效率



4 结 论

利用脉冲宽度为 50 fs,中心波长为800 nm,重 复频率为1000 Hz的飞秒激光脉冲在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体 上烧蚀衍射光栅,通过对衍射效率的分析发现,随着 飞秒激光脉冲能量的减小,或者光栅常数的增大,或 者烧蚀速率的增大,在 LiNbO<sub>3</sub> 晶体上烧蚀得到的 光栅各级衍射效率也随之增加。在烧蚀速率较快而 激光脉冲能量不是很高的情况下,飞秒激光加工的 光栅可能出现二维衍射图样,这是由于加工的光栅 不连续造成的。因此要想利用飞秒激光在透明材料 上加工高衍射效率的光栅,可以通过调节激光脉冲 能量、光栅常数和加工时的烧蚀速率来实现。

#### 参考文献

- A. C. Busacca, C. L. Sones, V. Apostolopoulos *et al.*. Surface domain engineering in congruent lithium niobate single crystals: A route to submicron periodic poling [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2002, **81**(26):4946~4948
- 2 Robert W. Eason, Alexander J. Boyland, Sakellaris Mailis *et al.*. Electro-optically controlled beam deflection for grazing

incidence geometry on a domain-engineered interface in  $LiNbO_3$  [J]. Opt. Commun. , 2001,  $197.201{\sim}207$ 

- 3 Guangyong Zhou, Min Gu. Anisotropic properties of ultrafast laser-driven microexplosions in lithium niobate crystal [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2005, 87(24):241107
- 4 Jonas Burghoff, Christian Grebing, Stefan Nolte *et al.*. Efficient frequency doubling in femtosecond laser-written waveguides in lithium niobate [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2006, **89**(8):081108
- 5 Qiang Wu, Jingjun Xu, Guoquan Zhang et al.. Fanning scattering in LiNbO<sub>3</sub> at 750~850 nm induced by femtosecond laser pulses [J]. Opt. Mater., 2003, 23(1-2):277~280
- 6 Guangyong Zhou, Min Gu. Direct optical fabrication of threedimensional photonic crystals in a high refractive index LiNbO<sub>3</sub> crystal [J]. Opt. Lett., 2006, **31**(18):2783~2785
- K. Miura, Jianrong Qiu, H. Inouye *et al.*. Photowritten optical waveguides in various glasses with ultrashort pulse laser [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1997, **71**(23):3329~3331
- 8 M. Hughes, W. Yang, D. Hewak. Fabrication and characterization of femtosecond laser written waveguides in chalcogenide glass [J]. Appl. Phys. Lett., 2007, 90(13): 131113
- 9 Z. L. Li, D. K. Y. Low, M. K. Ho *et al.*. Fabrication of waveguides in foturan by femtosecond laser [J]. J. Laser Appl., 2006, 18(4):320~324
- 10 Jianrong Qiu, Shirai Mitsuru, Nakaya Takayuki et al.. Spaceselective precipitation of metal nanoparticles inside glass [J]. Appl. Phys. Lett., 2002, 81(6):3040~3042
- 11 Saulius Juodkazis, Markas Sudzius, Vygantas Mizeikis et al.. Three-dimensional recording by tightly focused femtosecond pulses in LiNbO<sub>3</sub>[J]. Appl. Phys. Lett., 2006, 89(6):062903
- 12 Xing Hui, Tang Huohong, Jiang Bing et al.. Threedimensional optical storage in a PMMA polymer doped with Ce<sup>3+</sup>[J]. Acta Optica Sinica, 2006, 26(6):874~877 邢 卉,唐火红,江 兵等.聚甲基丙烯酸甲酯掺杂 Ce<sup>3+</sup>的飞 秒激光三维信息存储[J]. 光学学报, 2006, 26(6):874~877
- Hu Xiao, Zhao Quanzhong, Jiang Xiongwei *et al.*. Inscribing diffraction grating by femtosecond laser ablation of metal film on glass substrate [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, 33(1):17~20 胡 晓,赵全忠,姜雄伟等. 飞秒激光烧蚀玻璃基质金属薄膜 直写衍射光栅[J]. 中国激光,2006, 33(1):17~20
- Y. Li, P. Lu, N. Dai *et al.*. Surface relief diffraction gratings written on β-BaB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> crystal by femtosecond pulses [J]. Appl. Phys. B, 2007, 88:227~230
- 15 Jiangjun Zheng, Changhe Zhou, Enwen Dai. Double-linedensity gratings structure for compression and generation of double femtosecond laser pulses [J]. J. Opt. Soc. Am. B, 2007, 24(4):979~984
- 16 Yi Dong, Xiaoqiang Yu, Yuming Sun et al.. Femtosecond laser induced index and relief gratings in polymer films [J]. Chin. Opt. Lett., 2007, 5(4):191~193
- Seongkuk Lee, Suwas Nikumb. Characteristics of filament induced Dammann gratings fabricated using femtosecond laser [J]. Opt. & Laser Tech., 2007, 39:1328~1333
- 18 Yu Benhai, Dai Nengli, Wang Ying *et al.*. Morphology and mechanism of femtosecond laser-induced structural changes in lithium niobate crystal [J]. *Acta Physica Sinica*, 2007, 56 (10):5821~5826 余本海,戴能利,王 英等. 飞秒激光烧蚀 LiNbO<sub>3</sub> 晶体的形貌

19 Yang Jiamin, Yi Rongqing, Chen Zhenglin *et al.*. Study of transmission grating diffraction efficiencies for soft X-rays [J]. *Acta Physica Sinica*, 1998, 47(4):613~618
杨家敏,易荣清,陈正林 等. 透射光栅对软 X 射线衍射效率的研究[J]. 物理学报, 1998, 47(4):613~618