

CO₂ 激光辐照对熔石英表面形貌与应力分布的影响

李熙斌¹ 王海军¹ 袁晓东¹ 贺少勃¹ 向霞² 吕海兵¹ 郑万国¹

(¹中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900)
(²电子科技大学物理电子学院, 四川 成都 610054)

摘要 采用不同光斑直径的 10.6 μm CO₂ 激光束对熔石英表面损伤进行辐照处理。实验发现,对于 50 μm 以下的损伤点,单发激光脉冲辐照即可使得激光损伤阈值恢复到基底完好区域的水平,对于在 50~300 μm 之间的损伤点,采用低功率较长时间辐照后逐渐增加功率修复的方式可以彻底消除材料内部更深的裂痕。对不同尺寸光斑辐照后的应力分布研究表明,激光束尺寸、激光功率和激光作用是影响材料体内应力分布的主要因素,相比较而言,激光尺寸对应力分布的影响更为明显。对前后表面损伤分析表明,当辐照区域置于入射面时,辐照带来的微小环状凸起会造成后表面环形调制损伤,是损伤的最薄弱环节,当辐照区域置于后表面时,烧蚀主要影响阈值的整体提升。

关键词 激光技术;CO₂ 激光;辐照;应力分布;损伤阈值

中图分类号 TN249 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL201138.0903002

Effects of CO₂ Laser Irradiation on Surface Morphology and Stress Distribution of Fused Silica

Li Xibin¹ Wang Haijun¹ Yuan Xiaodong¹ He Shaobo¹ Xiang Xia²
Lü Haibing¹ Zheng Wanguo¹

¹Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621900, China
²School of Physical Electronics, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu, Sichuan 610054, China

Abstract 10.6 μm CO₂ laser beams with different diameters are used to irradiate surface damage pits of fused silica. Experimental results show that a single pulse irradiation could repair damage pits below 50 μm efficiently, whose damage threshold could be recovered to the threshold of intact substrate. For damage with size between 50 and 300 μm, deep cracks could be efficiently repaired by using long time irradiation with low power laser before melting. It shows that laser power, irradiation time, and especially beam diameter are the main factors influencing the thermal stress distribution. However, pre-irradiation is in favor of melting crack in deep damage. After irradiation by 351 nm, 6.3 ns Nd:YAG laser, experimental results show that when the repair region is on the input surface, annular raised damaged region forms because of laser modulation. When the repair region is on the output surface, ablation is the main causation influencing the threshold advancement.

Key words laser technique; CO₂ laser; irradiation; stress distribution; damage threshold

OCIS codes 140.3390; 350.2660; 350.3390; 350.3850

1 引言

在高功率固体激光装置的运行过程中,由于环境污染、抛光材料引入杂质的强吸收、膜层性能

退化、表面缺陷对激光调制等许多复杂的原因,大功率固体激光装置的光学元件在 351 nm 激光辐照下容易产生初始损伤^[1]。一旦出现损伤,如果不及时

收稿日期: 2011-03-28; 收到修改稿日期: 2011-05-03

基金项目: 国家 863 计划(2008AA8040508)和国防预研基金(426020606)资助课题。

作者简介: 李熙斌(1980—),男,硕士,助理研究员,主要从事激光与材料相互作用等方面的研究。

E-mail: lixibin2003@126.com

处理,在后续激光辐照下扩展,会迅速导致光学元件报废。更为重要的是,这些初始损伤限制了三倍频紫外光学元件的最高激光运行通量,直接影响到大功率激光装置的整体性能。目前国内外关于损伤后处理的文献报道较多,关于损伤抑制方面,优化抛光工艺、酸刻蚀、离子束刻蚀、微火焰加工和激光辐照等^[2],都是行之有效的手段。这些工艺均可在一定程度上改善光学元件的激光损伤阈值。其中,红外激光熔融辐照技术从1979年就有文献报道^[3],国内近年来也有这方面的研究报道^[4,5]。这种辐照方式的最大亮点在于实现局部后处理,利用材料自身的熔融、流动填补内部缺陷裂纹,恢复元件的抗激光损伤阈值,因为工艺可操作性强、污染较小、辐照效率高而具有很好的应用前景。

红外激光辐照广泛使用的光源是 $10.6\ \mu\text{m}$ CO_2 激光,美国 LLNL 实验室的 Laurent Gallais 等^[6]对经过激光辐照后的熔石英的应力进行了定量研究,分析表明残余应力和双折射对引发初始损伤具有重要影响。电子科技大学的 W. Dai 等^[7]对损伤形貌的宽度和深度随激光参数的变化规律进行了定量分析,并且指出激光诱导烧蚀引发了光学元件损伤阈值的降低。LLNL 的 M. J. Matthews 等^[8]的实验说明修复产生的凸起形貌是引发光场调制、造成下游光学元件损伤的重要因素。从以上文献来看,对熔石英的表面形貌和应力进行分析和工艺优化是两个急需解决的问题。二者直接影响着熔石英的初始损伤阈值和损伤增长阈值,同时对于判断 CO_2 激光辐照效果、优化辐照工艺参数和揭示辐照机理具有重要意义。本文采用不同光斑直径的激光束对熔石英表面损伤点进行辐照处理。

2 实验过程

实验采用的样品是进口的 Coring7980 熔石英基片,尺寸为 $40\ \text{mm}\times 60\ \text{mm}\times 5\ \text{mm}$ 。熔石英样品辐照以前用高纯水和分析醇对样品表面缓慢擦拭。为了尽可能彻底地清除抛光引入的吸收性杂质(以 CeO_2 为主),用质量分数为 1% HF 与 15% NH_4F 溶液对样品表面进行轻度刻蚀。

洁净后的熔石英基片固定在三维位移平台上,平移台由计算机软件控制水平和竖直方向移动,光源采用相干公司的 GEM100 准连续激光器,功率和脉冲作用时间由软件控制。激光器的出口光斑直径为 4 mm,光斑横模为标准的 TEM_{00} 模。用于准直的 He-Ne 激光通过劈形反射镜反射到光路中,聚焦

到熔石英基片上进行校准,实验装置如图 1 所示。散射光的最强位置被认为是损伤中心,而在线监测的显示器则实时反映被辐照点的辐照过程。

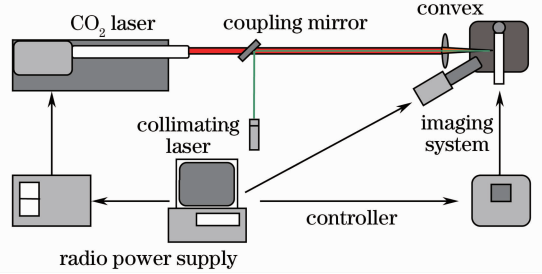


图 1 CO_2 激光辐照实验光路

Fig. 1 Experimental setup for CO_2 laser irradiation

根据以往的 $R:1$ 损伤阈值的测试结果判断,当样品表面损伤点无裂痕,并且表面呈现光滑形貌、内部无残留缺陷和气泡即为辐照完全。因为辐照完成后,产生的热应力会随时间逐渐释放,在样品冷却至室温后即对样片进行应力分布和表面形貌的观测。采用自制应力仪对应力进行定性测量。

将样片分成 4 个区域,每个区域制造 15 个损伤点。损伤点多集中在 $200\ \mu\text{m}$ 以下,个别损伤点在 $200\sim 300\ \mu\text{m}$ 之间。损伤点用 THLES 公司的 SAGA2-S-100 激光器获得,激光脉宽 6.3 ns,光斑能量为高斯分布。用 1, 2, 3, 4 mm 4 种口径的激光分别辐照,辐照采用 15 kHz 的激光频率。

对于宽度在 $50\ \mu\text{m}$ 以下,深度不超过 $20\ \mu\text{m}$ 的损伤点,基本上固定激光功率,单次激光脉冲辐照即可实现完全修复,表面缺陷无残留并且无明显烧蚀。但是对于较大尺寸的损伤点,单发脉冲不足以完全去除缺陷。并且激光功率过高容易产生烧蚀。为了尽量降低或者避免烧蚀,辐照过程中加入了预热的环节。以不能引起材料表面发生软化、流动的激光功率充分辐照材料,提高整体温度。然后逐步提升

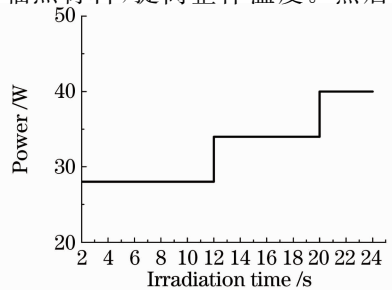


图 2 激光束直径为 3 mm,损伤点横向尺寸为 $211\ \mu\text{m}$ 时,激光功率与作用时间的关系

Fig. 2 Relation between laser power and irradiation time under laser beam of 3 mm diameter and the damage pit is $211\ \mu\text{m}$

功率,石英开始发生慢慢的软化和熔融流动,当熔融使得表面损伤完全没有痕迹时停止辐照,样片在空气中冷却至室温后取下。相比较没有预热过程的辐照,预热式的辐照可降低辐照所需的最高功率,辐照后的表面形貌也更为规则。实验辐照曲线如图2所示。由于软件功能所限,采用阶梯式增加功率的辐照方式。一定功率辐照后立刻增加功率进行下一次辐照。

3 结果与讨论

辐照带来的面型变化是不规则的熔池形貌。中间是类似高斯型的凹坑,边缘是微小凸起环,外面是较为平缓的浅坑。典型的二维剖面图如图3所示。

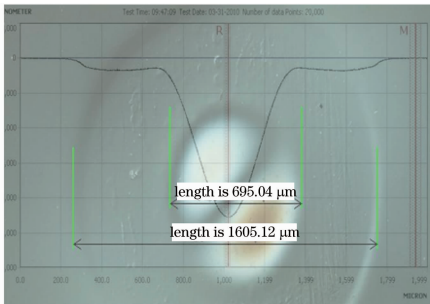


图3 轮廓仪观测的剖面视图和辐照后显微镜下的表面形貌

Fig. 3 Cutaway view measured with profile meter and surface appearance under microscope

辐照后的样品置于自制应力仪中测试,应力仪由卤素灯、正交偏振片、聚焦透镜构成。由于偏振片正交,应力分布呈现由4个亮区构成的环形分布。在达到完全辐照的前提下,激光光斑越大,应力分布越广,和光斑尺寸相比,损伤尺寸对应力分布的影响要小一些。应力的分布由中心向外陡增,达到峰值后逐渐下降,外围的应力大小下降比较平缓。应力峰值的位置形成明显的应力环,如图4所示,应力环分布间断部分代表了两片偏振片的偏振方向。

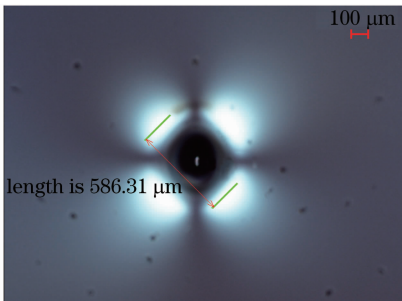


图4 激光导致的热应力环分布图

Fig. 4 Thermal stress distribution after laser irradiation

由于应力仪视场有限,无法观察到直径4 mm激光束辐照后的应力分布。将不同尺寸激光束形成的应力范围取平均值,1 mm激光束对应应力分布直径是512 μm,2 mm激光束对应应力分布直径1372 μm,3 mm激光束对应应力分布直径2512 μm。应力环的直径要略小于激光束直径。

样片的辐照区置于前表面,采用351 nm、6.3 ns激光考核,考核方式采用光栅式扫描,光斑重叠率为75%,靶点上的激光有效面积为0.17 mm²,起始能量密度为1 J/cm²,每个能量扫描一次,以1 J/cm²的幅度逐渐提高能量。在3 J/cm²开始出现损伤,保持3 J/cm²继续辐照,损伤发生扩展。首先发生损伤的位置在应力环以内,如图5所示。值得注意的是损伤呈现出一个圆环分布,将后表面损伤环与前表面形貌的图片重合,可以明显地观测到这一圆环和二维断面轮廓仪观测到的微小凸起环的位置重合,说明凸起环是损伤辐照的最薄弱环节。

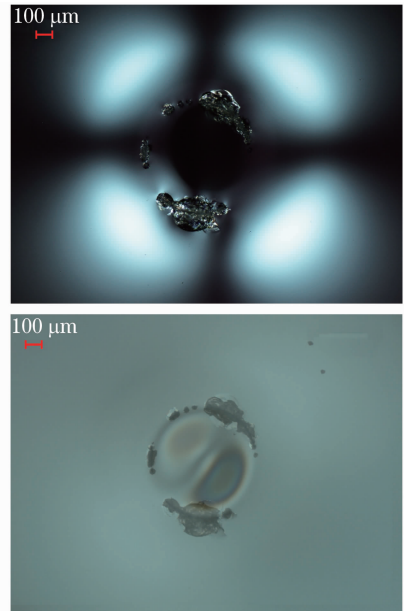


图5 辐照区置于前表面引起的后表面损伤

Fig. 5 Rear surface damage induced by repaired area on front surface

将辐照区域置于后表面,以同样方式进行三倍频激光损伤阈值考核,观察到的初始损伤环位置发生了改变,采用Nikon ECLIPSE E600光学显微镜测量半径,损伤位置和应力环位置、烧蚀位置基本重合,结果如图6所示。继续增加激光能量,样片损伤密度增加。从内到外对凹坑、应力环和基底的损伤点密度进行统计、比较得到各个区域损伤点密度: $\phi_{\text{pit}} > \phi_{\text{sub}} > \phi_{\text{str}}$,由此可以推断损伤阈值 $E_{\text{pit}} > E_{\text{sub}} > E_{\text{str}}$ 。实验中当温度超过熔石英的气化温度时,表面

会沉积许多纳米量级的 SiO_x ($0 \leq x \leq 2$)^[9]。可见, 要有效提高 CO_2 激光辐照后的损伤阈值, 需要明确应力环位置产生初始损伤的内在机理。这是下一步将要进行的实验研究。

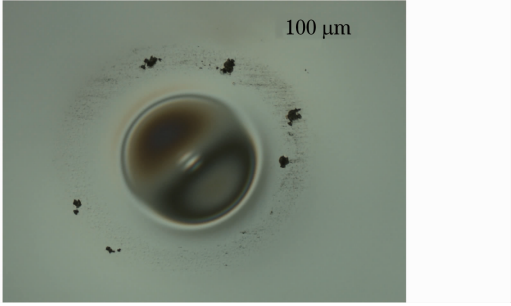


图 6 辐照区置于后表面引起的初始损伤

Fig. 6 Laser induced initial damage on rear surface

经过辐照以后的样片, 由于材料表面粗糙度有所改善, 激光损伤阈值有所提高, 但是当热致应力超过一定大小时^[10], 由于材料内部热致应力不能完全释放, 一旦发生损伤, 应力通过损伤裂痕快速释放, 会导致损伤的剧烈扩展。为了避免这种情况, 将辐照后的样品置于高温退火炉中缓慢加热, 加热温度超过熔石英材料的退火点温度^[11]。经过退火以后, 关闭退火炉电源, 在缓慢降温 10 h 后将样品取出。经过 351 nm 激光 R:1 方式考核后, 损伤阈值为 10.7 J/cm^2 , 基底的损伤阈值为 11.2 J/cm^2 , 基本达到了和基底同样的水平。

固定辐照功率, 研究 1 和 2 mm 的激光束辐照后的应力分布规律。如图 7 所示, 可以看出, 当作用功率确定为 6.9 W 时, 随着辐照时间的延长, 应力分布范围逐渐增加, 逐渐接近临界值, 在辐照时间很短时, 应力分布范围增加比较明显, 而且大尺寸光斑下, 短时间辐照时应力分布范围的增加更为明显。

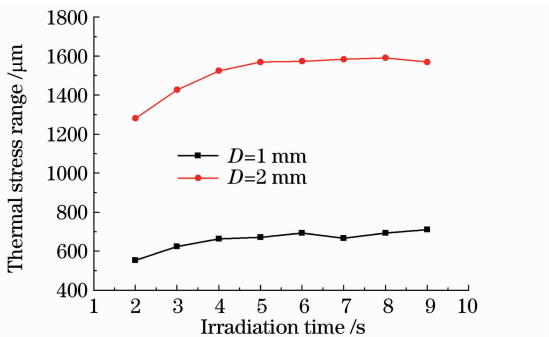


图 7 $P=6.9 \text{ W}$, 应力分布范围和辐照时间的关系

Fig. 7 Relation between thermal stress distribution and irradiation time when $P=6.9 \text{ W}$

固定激光作用时间, 研究 1 和 2 mm 激光束辐照熔石英表面的应力分布范围。可以看出, 如图 8

所示, 当作用时间确定为 4 s 时, 随着辐照功率的增加, 应力分布范围逐渐增加, 基本呈现线性增加的趋势。光斑尺寸对应力范围增加的梯度没有明显影响。

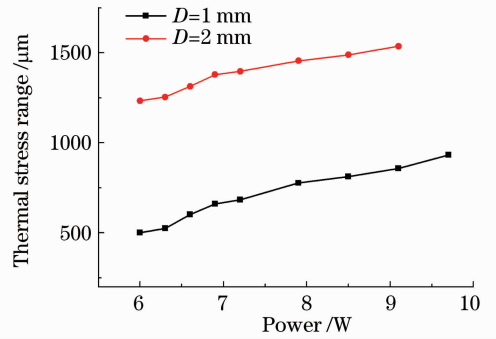


图 8 $T=4 \text{ s}$ 时, 应力分布范围和功率的关系

Fig. 8 Relation between thermal stress distribution and laser power when $T=4 \text{ s}$

4 结 论

实验选择不同光斑尺寸的激光束对熔石英表面损伤点进行了辐照, 通过应力仪观测得到, 激光束口径、作用功率和辐照时间都影响熔石英材料的热致应力分布。激光功率和辐照时间都与应力分布范围保持正比关系。辐照后形貌的微小凸起环对激光具有强烈的调制作用, 成为辐照后引起再损伤的根源。辐照退火后凹坑的损伤阈值基本达到了基底的水平。

参 考 文 献

- Gerard Raze, Jean-Marie Morchain, Marc Loiseau *et al.*. Parametric study of the growth of damage sites on the rear surface of fused silica windows[C]. *SPIE*, 2003, **4932**: 127~135
- L. W. Hrubesh, M. A. Norton, W. A. Molander *et al.*. Methods for mitigating growth of laser-initiated surface damage on fused silica optics at 351 nm[C]. *SPIE*, 2002, **4679**: 23~33
- P. A. Temple, D. Milam, W. H. Lowdermilk *et al.*. CO_2 laser polishing of fused silica surfaces for increased laser damage resistance at $1.064 \mu\text{m}$ [C]. *Proceeding of Laser Induced Damage in Optical Materials*, 1980. 229~236
- Zhao Songnan, Lü Haibing, Ren Huan *et al.*. Applications of CO_2 laser treatment in optical surface [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2006, **43**(3): 43~47
赵松楠, 吕海兵, 任 寰等. CO_2 激光器在光学元件表面处理中的应用[J]. *激光与光电子学进展*, 2006, **43**(3): 43~47
- Huang Jin, Zhao Songnan, Wang Haijun *et al.*. Local CO_2 laser treatment for repair surface defect in fused silica[J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(5): 1282~1286
黄 进, 赵松楠, 王海军等. 熔石英表面缺陷的 CO_2 激光局部修复技术[J]. *中国激光*, 2009, **36**(5): 1282~1286
- Laurent Gallais, Philippe Cormont, Jean-Luc Rullier. Investigation of stress induced by CO_2 laser processing of fused silica optics for laser damage growth mitigation [J]. *Opt. Express*, 2009, **17**(28): 23488~23501

- 7 W. Dai, X. Xiang, Y. Jiang *et al.*. Surface evolution and laser damage resistance of CO₂ laser irradiated area of fused silica[J]. *Opt. Laser Engng.*, 2011, **49**(2): 273~280
- 8 M. J. Matthews, I. L. Bass, G. M. Guss *et al.*. Downstream intensification effects associated with CO₂ laser mitigation of fused silica[C]. *SPIE*, 2007, **6720**: 67200A
- 9 I. L. Bass, V. G. Draggoo, G. M. Guss *et al.*. Mitigation of laser damage growth in fused silica NIF optics with a galvanometer scanned CO₂ laser[C]. *SPIE*, 2006, **6261**: 62612A
- 10 M. J. Matthews, J. S. Stolken, R. M. Vignes *et al.*. Residual stress and damage-induced critical fracture on CO₂ laser treated fused silica[C]. *SPIE*, 2009, **7504**: 750410
- 11 E. Mendez, K. M. Nowak, H. J. Baker *et al.*. Localized CO₂ laser damage repair of fused silica optics[J]. *Appl. Opt.*, 2006, **45**(21): 5358~5367