

# 熔石英抛光表面结构的蚀刻和热处理表征

杨明红<sup>1,2</sup> 赵元安<sup>1</sup> 单海洋<sup>1,2</sup> 易葵<sup>1</sup> 邵建达<sup>1</sup>

(<sup>1</sup>中国科学院上海光学精密机械研究所强激光材料重点实验室, 上海 201800)  
<sup>2</sup>中国科学院研究生院, 北京 100049)

**摘要** 利用 HF 蚀刻和热处理, 结合原子力显微 (AFM) 分析, 对传统抛光和磁流变抛光的表面结构进行了表征。为了分析热处理凸起的形成源, 抛光表面在热处理前分别采用超声清洗、化学沥滤和 HF 蚀刻三种不同的表面处理技术进行处理, 去除了不同表面材料。蚀刻形貌和热处理形貌及其关联性表明, 传统抛光表面存在着大量纳米级缺陷, 这些缺陷由易于诱导激光损伤的纳米级微裂纹和颗粒状分布的抛光杂质组成。结合抛光机制的分析, 建立了传统抛光表面的微裂纹-颗粒杂质结构模型。

**关键词** 光学制造; 抛光表面结构; HF 蚀刻; 热退火; 退火凸起; 纳米级裂纹

**中图分类号** TG356.28 **文献标识码** A **doi:** 10.3788/CJL201239.0803004

## Surface Structure Features of Polished Fused Silica Revealed by Etching and Thermal Treating

Yang Minghong<sup>1,2</sup> Zhao Yuan'an<sup>1</sup> Shan Haiyang<sup>1,2</sup> Yi Kui<sup>1</sup> Shao Jianda<sup>1</sup>

(<sup>1</sup>Key Laboratory of Materials for High Power Laser, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)  
<sup>2</sup>Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

**Abstract** The surface structure features of conventional polished and magneto-rheological finishing (MRF) polished fused silica are characterized by HF based etching and thermal treating combined with atomic force microscopy (AFM). To analyze the source of thermal treating bulges, the polished surfaces are treated by three different surface treatments, namely, ultrasonic cleaning, chemical leaching, and HF etching to remove different materials on/in surface. The surface morphology after etching or thermal treating and their correlations show that there exist high-density nanoscale defects in conventional polished surface. These subsurface defects are composed of nanoscale micro-cracks and grainy impurities, which are easy to induce laser damage. Herein, a micro-cracks and grainy impurities structure model about conventional polished surface is proposed based on the analysis of material removal mechanism of polishing.

**Key words** optical fabrication; polished surface structure; HF etching; thermal annealing; annealing bulges; nanoscale micro-cracks

**OCIS codes** 140.3330; 220.4610; 220.5450

## 1 引言

脆性材料在传统的研磨和抛光过程中会不可避免地产生亚表面机械损伤, 如表面微裂纹等。其产生机制可以看作是有机械负载的磨料颗粒在样品表面滑动时重复印压形成的, 通常被识别为划痕或坑

点。抛光结束后, 没有完全去除的划痕或坑点往往被再沉积物所覆盖, 形成亚表面缺陷。文献中多采用 HF 蚀刻打开这些缺陷, 并利用光学显微镜观察<sup>[1~5]</sup>。光学显微镜所表征到的缺陷大多在微米量级或以上, 包括各种塑性或脆性划痕, 以及没有完全

**收稿日期:** 2012-03-21; **收到修改稿日期:** 2012-04-28

**基金项目:** 国家自然科学基金(60878045)资助课题。

**作者简介:** 杨明红(1980—), 男, 博士研究生, 主要从事激光材料损伤和亚表面缺陷等方面的研究。

E-mail: yangmh@siom.ac.cn

**导师简介:** 邵建达(1964—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要从事光学薄膜技术方面的研究。E-mail: jdsiao@siom.ac.cn

去除的研磨裂纹。

任何划痕的形成均表明磨料或抛光粉平均粒径大的颗粒的存在,其承受的机械负载比其他颗粒大得多<sup>[4]</sup>。磨料粒径分布均匀的研磨过程,可以避免划痕的产生;其导致的亚表面裂纹以高密度随机分布的拖尾印痕为特征。经过优化的抛光过程也可以避免各种划痕的产生,因而只要抛光能完全去除研磨裂纹,那么上述典型的亚表面损伤可以得到非常好的抑制。

然而,即使是亚表面损伤抑制很好的熔石英基片,其表面抗激光损伤能力仍然大幅低于熔石英体材料的本征阈值<sup>[6,7]</sup>。一个合理的解释是熔石英的抛光表面或亚表面仍然存在着非光学显微镜可见的亚带隙吸收体。抛光引入的光活杂质和裂纹表面的电子缺陷是两种已被证实的初始损伤诱导源<sup>[6]</sup>。二次离子质谱可以检测出抛光表面及近表面层中含有微量的光活杂质,如 Ce、CeO<sub>2</sub> 等,它们的紫外吸收大幅降低了熔石英表面的激光损伤阈值<sup>[8]</sup>。但是,这些抛光引入的杂质在表面的分布状况和存在的状态,及其分布特性对熔石英表面损伤的影响,还没有被很好地研究和认识。除此之外,熔石英的抛光表面是否还含有其他激光损伤诱导源,如纳米级微裂纹,尚未见有文献详细报道。

本文利用 HF 蚀刻和热处理两种表征方法对不同工艺抛光的表面结构进行了对比分析。原子力显微形貌对比发现,传统抛光的熔石英表面蚀刻后出现高密度的纳米级坑点和短划痕,即使微米级的亚表面损伤控制很好的样品,也是如此;而经磁流体抛光技术抛光的基片,则没有这种高密度的短划痕,但坑点的数密度仍然较高。同时考察了热处理对抛光表面的影响,发现热处理形貌与蚀刻形貌有很强的关联性。提出了一个关于抛光层的微裂纹-杂质模型,可以很好地解释这些蚀刻和热处理现象。

## 2 实 验

### 2.1 样品制备

样品选用直径为 50 mm、厚为 5 mm 的圆形熔石英(JGS1)基片。样品抛光分别采用三种工艺:1) 传统化学机械抛光(CMP-1),采用传统的 CeO<sub>2</sub>/沥青方式抛光,抛光盘由沥青和松香按一定比例混合制成,抛光液由粒度约 1~2 μm 的氧化铈(CEROXTM1663)用水稀释后制成,其粒径分布及抛光去除深度均未加特别优化;2) 优化的化学机械抛光(CMP-2),在传统抛光工艺的基础上进行优化

以减少划痕等光学显微可见亚表面损伤的产生,包括采用粒度为 0.5 μm 的优质 CeO<sub>2</sub> 抛光液(Hastilite PO)和聚氨酯抛光垫(suba 550),并根据研磨裂纹深度与磨料粒径的关系<sup>[4]</sup>优化研磨工艺参数及抛光去除深度以完全去除研磨裂纹;3) 磁流变抛光(MRF),经 CMP-2 工艺抛光过的样品,再用磁流变抛光去除 3 μm。磁流变抛光采用国防科学技术大学研制的 KDMRF-1000 机床,抛光液是在水基磁流变液中添加 0.5 μm CeO<sub>2</sub> 抛光粉制成。

### 2.2 表面清洗

所有样品抛光后均先用纯净水漂洗,然后用纱布和有机溶剂(体积分数为 70%石油醚和 30%丙酮的混合体)手工擦洗以去除表面吸附的杂质和污染。在暗室和强光侧照明条件下,用肉眼直接观察样品是否清洗干净。但是用此种方法判断达标的样品,用原子力显微镜(AFM)观察,样品表面仍然存在少量杂质颗粒。因此部分样品引入超声清洗和化学沥滤来进一步去除表面或近表面杂质污染。

超声清洗借鉴文献<sup>[9]</sup>中基片清洗的方法,引入中位粒径为 0.05 μm 的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 抛光液擦洗。清洗过程是包括纯净水冲洗、温和清洗剂超声、纯净水超声和 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 抛光液擦洗几个步骤的组合。其中纯净水为去离子水,电阻率大于 17.5 MΩ;温和清洗剂为商业可获得的清洗剂(Micro-90)加去离子水稀释而成;超声频率为 40 kHz,溶液温度为 60 ℃。

上述超声清洗过程是利用 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 颗粒的机械刮擦以及超声的空化作用来清洗表面,因此只能去除吸附或嵌在表面的杂质,而无法去除亚表面的污染物。化学沥滤可以选择性地滤除熔石英玻璃表面及亚表面杂质而不破坏玻璃表面质量<sup>[6]</sup>。这里采用同样的沥滤技术。所用溶液按体积分数为 60% HNO<sub>3</sub> 和 40% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>。浸泡前,样品用上述超声清洗方法清洗干净;浸泡时,盛放溶液和样品的容器一起放入水浴加热装置中以保持温度恒定。在 60 ℃ 温度下浸泡 48 h 后取出,用去离子水漂洗去除残留酸液,然后再用有机溶剂擦洗。

### 2.3 蚀刻和热退火

基于 HF 的化学蚀刻在表征亚表面缺陷和提高熔石英抗激光损伤能力方面得到了大量的研究和应用,也有相关的研究结果<sup>[1,10]</sup>的报道。这里采用的蚀刻溶液质量分数为 1% HF 和 15% NH<sub>4</sub>F 混合溶液,在 23 ℃ 的室温下,其对熔石英的蚀刻,速率约为 25 nm/min。样品蚀刻前用有机溶剂擦洗,蚀刻 8 min 后取出,用去离子水冲洗、晾干。

热处理在 OTL1100 管式炉(南京大学仪器厂)中进行,升温速率和降温速率可调。前期实验发现,在快速升温和缓慢降温的条件下,当热处理温度大于 200 ℃,保温时间大于 5 h 时,传统抛光表面均有明显变化——出现点状或线状凸起。热处理温度越高,保温时间越长,变化越明显。实验主要考察不同工艺抛光表面或表面经不同方式处理后的对比变化,因此热处理条件对形貌的影响不作为主要内容来描述。升降温速率在这里分别固定为 5 ℃/h 和 1 ℃/h。

蚀刻或热处理形貌用原子力显微镜(VEECO Dimension 3100)来观察。蚀刻坑点、划痕及热处理凸起尺寸分布和数密度用数据处理软件根据原子力测量数据进行统计,方法如下:在每个样品上随机选取 5 个位置进行测量,每个位置的扫描尺寸为 5 μm×5 μm,然后根据原子力扫描数据分别统计其中的坑点、划痕或凸起数目及长、宽(或直径)、深(或高)尺寸分布,用各自的数目除以图像面积即可得到各自的数密度。结果取 5 次测量的平均值。表 1 给出了各个样品制备时所经历的不同工艺过程。

表 1 样品制备工艺

Table 1 Sample preparation processes

S/N	Finishing process	Surface cleaning	Characterization
A1	CMP-1	Hand scrubbing	Etching+annealing
A2	CMP-1	Hand scrubbing	Annealing
A3	CMP-1	Ultrasonic cleaning	Annealing
A4	CMP-1	Chemical leaching	Annealing
B1	CMP-2	Hand scrubbing	Etching+annealing
B2	CMP-2	Hand scrubbing	Annealing
C1	CMP-2+MRF	Hand scrubbing	Etching+annealing
C2	CMP-2+MRF	Hand scrubbing	Annealing

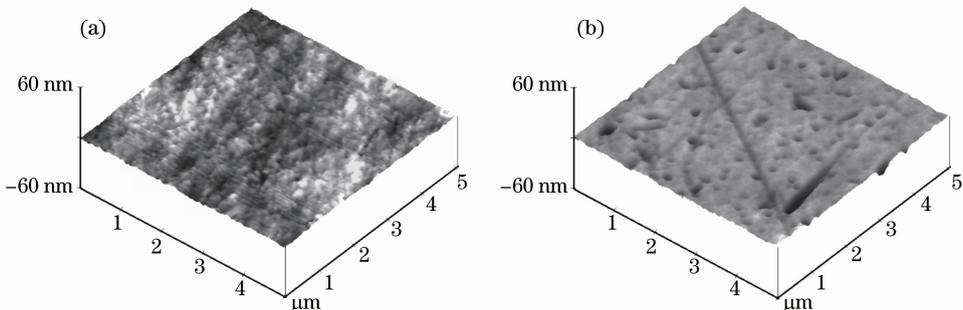


图 1 抛光工艺 CMP-1 抛光表面蚀刻(a)前和(b)后的典型形貌对比

Fig. 1 Typical morphology comparison of surfaces polished by CMP-1 (a) before and (b) after etching

## 3 结 果

### 3.1 蚀刻形貌

首先需要指出的是无论哪种抛光工艺,表面疵病均可控制得非常好。所有样品抛光后在暗室和强光侧照明条件下,用肉眼直接观察基本无明显疵病存在。然而蚀刻 200 nm 后,在同样条件下观察,不同工艺抛光的表面质量却有明显区别。传统工艺 CMP-1 抛光的样品可以观察到较高密度的坑点和划痕,而 CMP-2 抛光和 MRF 抛光样品只有少量坑点,基本无可见划痕。用光学显微镜 200× 模式观察,CMP-1 抛光的样品有大量微米级的划痕或裂纹,其数密度大于  $10^3/\text{cm}^2$ ;CMP-2 抛光样品有少量微米级的划痕,其数密度小于  $1/\text{cm}^2$ ;磁流变抛光样品基本无划痕。

下面分析原子力显微形貌的区别,三种不同工艺抛光的样品蚀刻前后的典型形貌对比,分别如图 1~3 所示。

从图 1(a)和(b)的对比可以看出,传统  $\text{CeO}_2$ /沥青抛光的样品蚀刻后,除了微米级的亚表面损伤外,还有高密度的纳米级坑点和短划痕暴露出来。对这些典型坑点和短划痕的尺寸进行统计,表明坑点和短划痕的深度均为 2~10 nm;短划痕的长度大多在百纳米量级以上,短划痕的宽度和坑点直径相当,随蚀刻时间的增加而迅速增大,当蚀刻去除深度为 200 nm 时,大多分布在 10~200 nm 之间。坑点和短划痕的数密度均很高,其中坑点数密度约为  $10^7/\text{mm}^2$ ,划痕的数密度约为  $10^6/\text{mm}^2$ 。经过优化的传统抛光工艺抛光的样品,蚀刻前后的形貌对比如图 2 所示。尽管典型微米级损伤大幅减少,但仍然有较高密度的纳米级坑点或短划痕,其数密度也均在  $10^6/\text{mm}^2$  以上。它们的横向尺寸和深度相对于 CMP-1 抛光样品上的坑点或划痕略小;坑点和短划痕的深度为 1~8 nm,短划痕长度在百纳米量级

左右,坑点直径和短划痕宽度分布在 5~120 nm 之间。这说明了减少光学显微镜可见亚表面损伤的努力并不能大幅减少抛光表面的纳米级微缺陷。磁流变抛光样品蚀刻前后的形貌对比如图 3 所示。可以看

出,尽管划痕等机械损伤得到了很好的抑制,磁流变抛光样品仍然存在纳米级坑点,其直径和深度分布均与 CMP-2 抛光样品相当,但数密度略少,约为  $4 \times 10^5 / \text{mm}^2$ 。

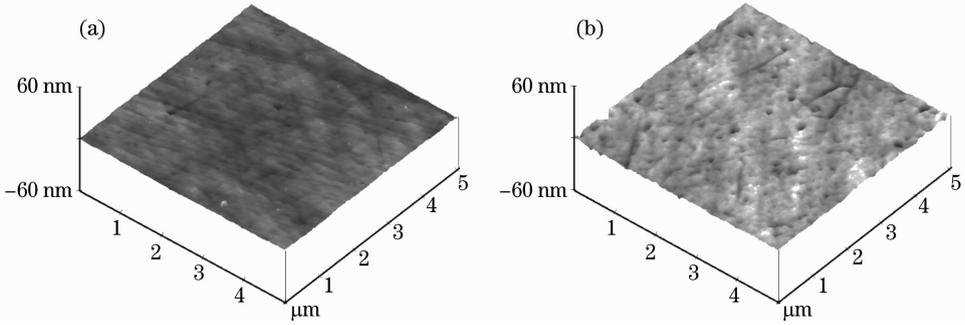


图 2 抛光工艺 CMP-2 抛光表面蚀刻(a)前和(b)后的典型形貌对比

Fig. 2 Typical morphology comparison of surfaces polished by CMP-2 (a) before and (b) after etching

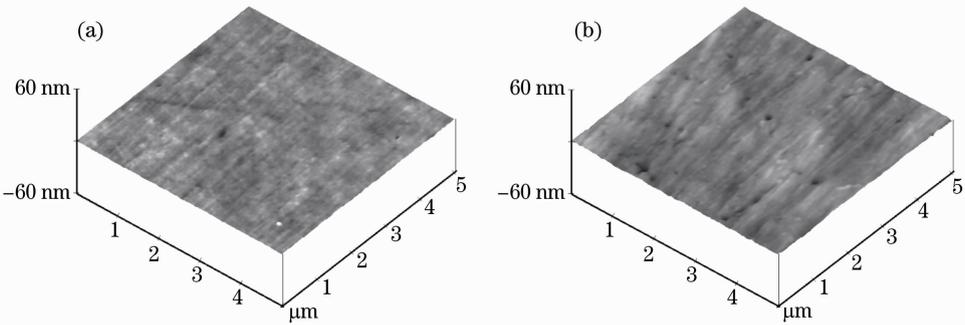


图 3 磁流变抛光表面蚀刻(a)前和(b)后的典型形貌

Fig. 3 Typical morphology comparison of surfaces polished by MRF (a) before and (b) after etching

### 3.2 热处理形貌

传统抛光工艺 CMP-1 和 CMP-2 抛光的熔石英样品经热处理后的形貌变化完全一样,均出现了高密度的点状或线状凸起。在 CMP-2 抛光样品中间

随机标定一个区域来观察热处理前后的形貌对比,如图 4(a)和(b)所示。退火条件为 400 °C 保温 18 h,热处理前样品只用有机溶剂擦洗。

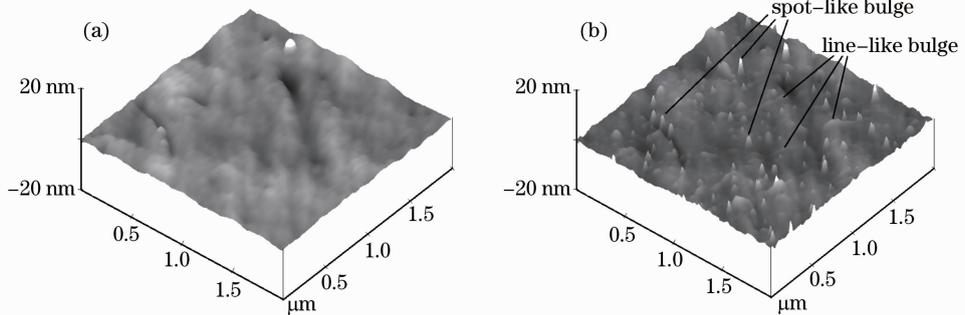


图 4 传统抛光表面同一区域(a)前和(b)后形貌对比

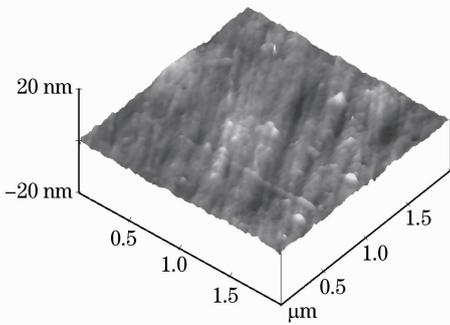
Fig. 4 Morphology comparison of conventional polished surface (a) before and

(b) after thermal treating at the same location

由图 4 可知,熔石英抛光表面热处理后出现三种明显变化:1) 原有的颗粒状凸起点变小或消失,说明热处理对表面吸附物有明显的解吸附作用;2) 出现高密度的点状小凸起;3) 出现线状鼓包。点状

凸起和线状鼓包的区别是,点状凸起直径较小,与样品接触的边缘有明显的凹陷;线状鼓包一般宽度较大,高度比凸起小,边缘无凹陷。

热处理后的样品再用有机溶剂擦洗,发现大部



分点状凸起都可以清洗掉,但部分高宽比较小的点状凸起和多数线状凸起仍然存在,如图 5 所示。

磁流变抛光样品热处理后也出现了明显变化,但只有高密度的点状凸起,如图 6 所示。热处理条件为 400 °C 保温 18 h,热处理前样品只用有机溶剂擦洗。

### 3.3 蚀刻和表面清洗对热处理形貌的影响

三种工艺抛光样品蚀刻 200 nm 后再进行热处理,点状和线状凸起均完全消失。热处理前后的典型形貌对比如图 7 所示,其中样品为 CMP-1 工艺抛光。

图 5 退火样品用有机溶剂擦洗后的典型形貌

Fig. 5 Typical morphology of annealed sample after scrubbing with organic solvent

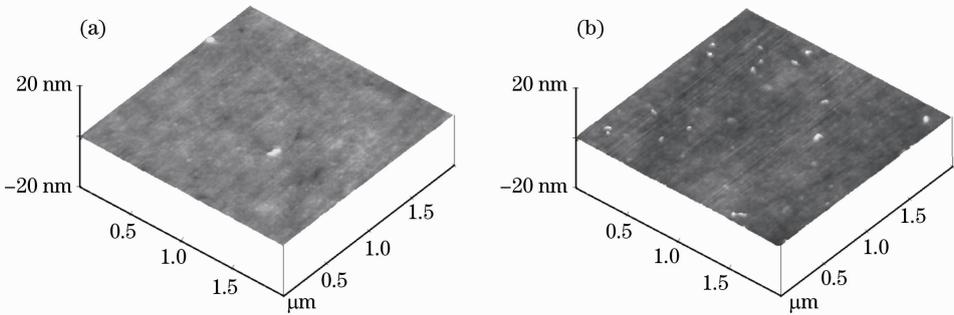


图 6 磁流变抛光表面热处理(a)前和(b)后的典型形貌

Fig. 6 Typical morphology of MRF polished surface (a) before and (b) after annealing

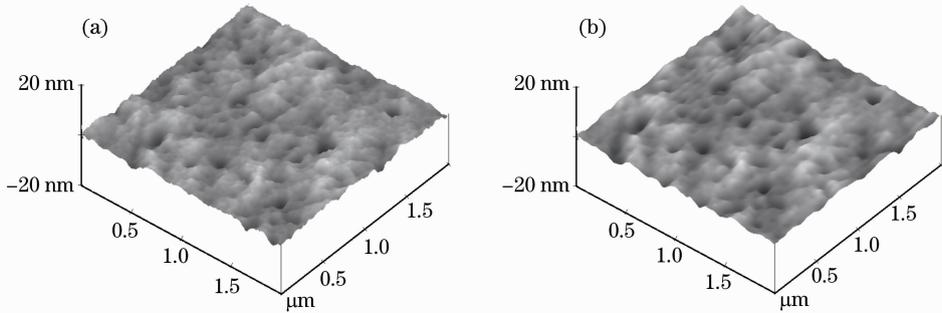


图 7 蚀刻表面同一区域热处理(a)前和(b)后的形貌对比

Fig. 7 Morphology comparison of the etched surface (a) before and (b) after thermal treating at the same location

这说明凸起的形成源头只存在于厚约为 200 nm 的抛光层中。为了更进一步地探究热处理凸起与抛光层中杂质污染的关系,利用超声清洗、化学沥滤对玻璃表面或亚表面杂质的不同去除作用,考察了传统抛光表面去除不同深度处杂质后的热处理凸起密度变化。图 8 和图 9 分别给出了这两种方式清洗的表面热处理前后形貌对比。

从图 8(a)可以看出,样品超声清洗后,去除了表面绝大部分颗粒状吸附物,暴露出更多的坑点或划痕,但也有部分杂质嵌在表面以下,很难完全去除。在同样热处理条件下,样品用超声清洗和用有机溶剂手擦相比,点状凸起密度略有降低,但线状凸

起看起来更加明显,如图 8(b)所示。

样品经化学沥滤后的表面形貌与超声清洗类似,有较多的坑点或划痕暴露出来,如图 9(a)所示。但不同于超声清洗的是,化学沥滤可以选择性滤除亚表面的杂质,因而在同样的热处理条件下,和超声清洗相比,热处理凸起变得不明显,且无论是点状凸起还是线状凸起,数密度均有大幅降低,如图 9(b)所示。

表 2 给出了 CMP-1 抛光样品经不同表面处理后的纳米级坑点和短划痕密度,及再经 750 °C/48 h 热处理后的点状或线状凸起密度。

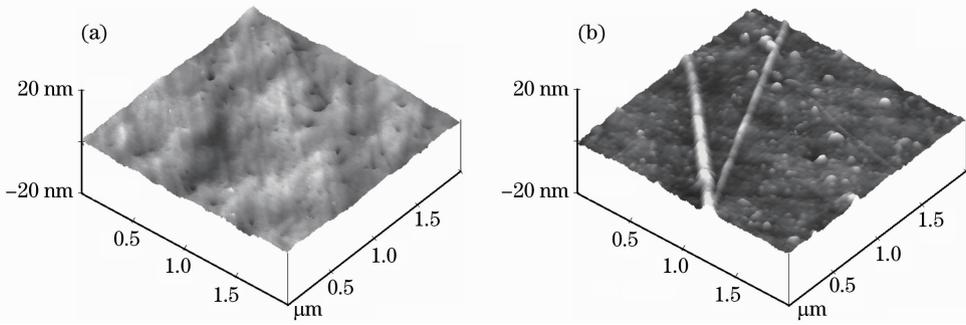


图 8 超声清洗表面热处理(a)前和(b)后的典型形貌对比

Fig. 8 Typical morphology comparison of ultrasonic cleaned surface (a) before and (b) after thermal treating

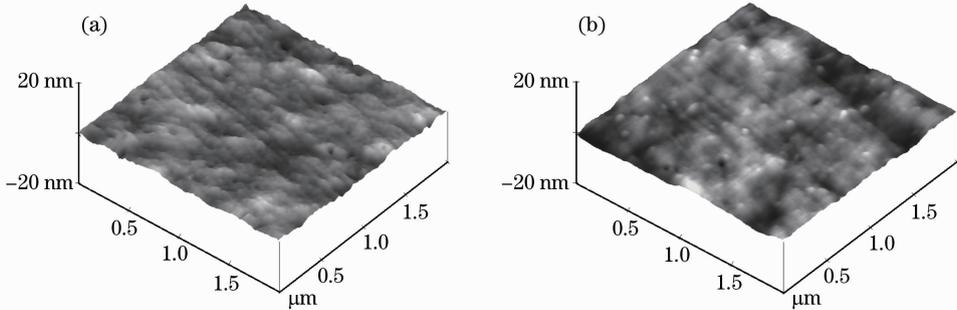


图 9 化学沥滤表面热处理(a)前和(b)后的典型形貌对比

Fig. 9 Typical morphology comparison of chemical leached surface (a) before and (b) after thermal treating

表 2 CMP-1 抛光表面用不同方式处理后坑点、划痕及热处理凸起数密度对比

Table 2 Comparison of the number density of pits, scratches and thermal treating bulges of CMP-1 polished surfaces with different surface treatments

Surface treatment	Number density / (10 <sup>5</sup> /mm <sup>2</sup> )			
	Pits	Scratches	Spot-like bulge	Line-like bulge
Hand scrubbing	2	0.8	168	12
Ultrasonic cleaning	85	2	97	11
Acid leaching	74	4	13	4
HF etch 200 nm	121	16	0	0

从表 2 可以看出,点状凸起数密度与蚀刻暴露出来的坑点数密度相当,而线状凸起数密度与蚀刻划痕的数密度相当。超声清洗相对于有机溶剂擦洗,可以暴露出更多的坑点和划痕,相应地热处理凸起数密度也略有下降。化学沥滤的样品,相对于超声清洗,并没有暴露出更多的坑点或划痕,但由于对亚表面杂质的滤除作用,两种凸起数密度都有大幅降低。

#### 4 分 析

在蚀刻形貌方面,传统抛光所形成的抛光表面存在高密度的纳米级微缺陷,即使是微米级的亚表面损伤控制得非常好的样品,抛光表面的纳米级缺

陷仍然不可避免,其中坑点和短划痕的数密度均很高。磁流体抛光的表面纳米级缺陷密度相对低一些,且大多是坑点,短划痕很少。

在热处理形貌方面,无论传统抛光还是磁流变抛光,热处理后均会出现纳米级高密度凸起,不同的是磁流变抛光表面多为点状凸起,而线状凸起极少。样品在热处理之前采用不同的表面处理对凸起密度有很大影响。超声清洗和沥滤可以在不同程度上减少凸起密度,而蚀刻 200 nm 可以彻底消除退火凸起。200 nm 正是抛光再沉积层的厚度,这说明凸起的形成只与抛光层的结构有关。

在热处理凸起密度方面,点状和线状两种热处理凸起数密度分别与蚀刻暴露出来的坑点和划痕的数密度相当。超声清洗能暴露出更多的坑点或划痕,相应地热处理凸起密度则有所降低,这说明热处理凸起和蚀刻所表征的抛光微缺陷有很强的关联性。化学沥滤可以滤除 CeO<sub>2</sub> 等抛光引入的亚表面杂质,经过沥滤的样品,热处理凸起数密度大幅降低,因而热处理凸起的形成与亚表面杂质污染亦有很大关系。

蚀刻所表征的纳米级高密度短划痕是抛光表面纳米级微裂纹蚀刻后形成的,而高密度坑点形成原因则有两种,一种是较短的微裂纹蚀刻后以坑点的形貌出现在表面上;另一种则可能是在抛光层中存

在着颗粒状分布的抛光杂质(如  $\text{CeO}_2$ )，且其表面与玻璃硅氧网络有明显的界面，蚀刻时，抛光杂质颗粒整体剥落，从而留下蚀刻坑点。这种猜测能很好地解释磁流体抛光表面的蚀刻现象。对于传统抛光，在抛光盘和样品表面之间存在着较大的正压力，为表面微裂纹的形成提供了必要条件。如果抛光液中的抛光粉粒径分布均匀，那么每个抛光粉颗粒所承受的机械负载极小而不足以产生微裂纹<sup>[4]</sup>，但抛光粉的粒径分布不可能如此均匀，总有少量直径较大的颗粒存在，这些颗粒所承受的机械载荷有可能超过形成微裂纹所必须的阈值载荷，从而形成纳米级微裂纹。而磁流体抛光基于剪切去除原理，在抛光粉颗粒与样品表面之间的正压力很小<sup>[11]</sup>，因而更难形成表面微裂纹。但是磁流变抛光表面蚀刻后仍然存在较高密度的坑点，如果假设再沉积层中的抛光杂质是以颗粒状存在的，那么高密度的蚀刻坑点就可以得到很好的解释。

玻璃的传统抛光机制一般认为是化学作用和机械作用的综合体<sup>[12]</sup>，首先是抛光液中的水对玻璃表面进行侵蚀，形成水解层，其结构比玻璃本体疏松，硬度较低，易于被抛光粉颗粒塑性切削而去除。这也是  $\text{CeO}_2$  颗粒硬度虽然比熔石英低，但能以较高的去除率抛光熔石英的原因。当抛光液中存在粒径较大的颗粒时，抛光表面会形成纳米级微裂纹。在微裂纹形成的过程中，较小的抛光粉颗粒可能进入微裂纹中，机械压力撤去后，微裂纹闭合，抛光粉颗粒因此而嵌入微裂纹中。另一方面，被抛光粉切削而剥离的水合二氧化硅，又会以一定的速率沉积到样品表面或抛光粉颗粒表面上。在抛光过程中，这些再沉积物会很快地被抛光粉切削去除，但当抛光结束时，抛光液一般不能及时去除，抛光表面仍然会形成一层可能含有抛光粉颗粒的再沉积物，把抛光微裂纹及塑性划痕覆盖。因此，传统抛光表面可能存在着纳米级微裂纹，在抛光再沉积层和微裂纹中存在着以颗粒状分布抛光杂质。当然，也不排除有部分抛光粉元素以网络外离子的形态进入到玻璃的硅氧网络中的可能。

熔石英玻璃在热处理过程中，先后经历升温——保温——降温过程。在升温过程中，由于外热内冷而产生的热梯度，使得熔石英表面形成张应力。相反，在降温时，由于外冷内热而产生的热梯度，使得熔石英表面会形成压应力<sup>[13,14]</sup>，这一变化过程促使再沉积层或微裂纹内嵌入的抛光粉颗粒向表面迁移，最终析出或造成表面隆起而形成表面凸

起。另一方面，包含杂质的熔石英玻璃表面结构类似于碱硅酸盐玻璃，会形成网络外离子的迁移通道，在高温处理时，这些以网络外离子形式存在的杂质会沿通道向表面迁移，聚集于表面及近表面处，成为表面凸起形成源。

## 5 结 论

原子力显微镜所观察到的蚀刻形貌和热处理形貌及它们之间的关联性表明，传统抛光表面存在着大量的纳米级微缺陷。这些微缺陷是由纳米级微裂纹和纳米级颗粒状分布的抛光粉杂质所组成。抛光杂质和裂纹表面电子缺陷是已被证实的两种紫外激光损伤诱导源<sup>[6]</sup>。因此，这些纳米级微缺陷可能是目前限制熔石英激光损伤阈值提高的主要原因。能够很好抑制典型微米级的亚表面损伤的工艺，包括磁流变抛光，也不能完全消除这些纳米级微缺陷，必须借助其他后处理方式完全消除其影响。

## 参 考 文 献

- 1 Yang Minghong, Zhao Yuan'an, Yi Kui *et al.*. Subsurface damage characterization of ground fused silica by HF etching combined with polishing layer by layer[J]. *Chinese J. Lasers*, 2012, **39**(3): 0303007  
杨明红, 赵元安, 易葵等. HF蚀刻+逐层抛光法表征熔石英亚表面损伤层深度[J]. *中国激光*, 2012, **39**(3): 0303007
- 2 J. Neauport, C. Ambard, P. Cormont *et al.*. Subsurface damage measurement of ground fused silica parts by HF etching techniques[J]. *Opt. Express*, 2009, **17**: 20448~20456
- 3 T. Suratwala, L. Wong, P. Miller *et al.*. Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2006, **352**: 5601~5617
- 4 T. Suratwala, R. Steele, M. D. Feit *et al.*. Effect of rogue particles on the sub-surface damage of fused silica during grinding/polishing[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2008, **354**: 2023~2037
- 5 Z. Wang, Y. Wu, Y. Dai *et al.*. Subsurface damage distribution in the lapping process[J]. *Appl. Opt.*, 2008, **47**: 1417~1426
- 6 P. E. Miller, T. I. Suratwala, J. D. Bude *et al.*. Laser damage precursors in fused silica[C]. *SPIE*, 2009, **7504**: 75040X
- 7 P. E. Miller, J. D. Bude, T. I. Suratwala *et al.*. Fracture-induced subbandgap absorption as a precursor to optical damage on fused silica surfaces[J]. *Opt. Lett.*, 2010, **35**: 2702~2704
- 8 M. R. Kozlowski, J. Carr, I. D. Hutcheon *et al.*. Depth profiling of polishing-induced contamination on fused silica surfaces[C]. *SPIE*, 1998, **3244**: 365~375
- 9 J. Bellum, D. Kletecka, M. Kimmel *et al.*. Laser damage by ns and sub-ps pulses on hafnia/silica anti-reflection coatings on fused silica double-sided polished using zirconia or ceria and washed with or without an alumina wash step [C]. *SPIE*, 2010, **7842**: 784208
- 10 Mhong Yang, Hongji Qi, Yuanan Zhao *et al.*. Reduction of the 355-nm laser-induced damage initiators by removing the subsurface cracks in fused silica[C]. *SPIE*, 2011, **8206**: 82061C
- 11 S. D. Jacobs, D. Golini, Y. Hsu *et al.*. Magnetorheological finishing: a deterministic process for optics manufacturing[C]. *SPIE*, 1995, **2576**: 372~382

12 L. M. Cook. Chemical processes in glass polishing[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1990, **120**: 152~171  
 13 J. S. Hayden, A. J. Marker Iii, T. I. Suratwala *et al.*. Surface tensile layer generation during thermal annealing of phosphate glass [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2000,

**263-264**: 228~239  
 14 F. V. Tooley. The Handbook of Glass Manufacture[M]. Vol. II, New York: Ashlee, 1984. 801

栏目编辑: 韩 峰

## 基于飞秒脉冲飞行时间的任意长绝对距离测量

编队卫星飞行是一种实现高分辨率地球观测、深空探测与长基线干涉测量等空间任务的新型模式。卫星间精确的相对位置与指向性控制是实现编队卫星飞行的重要保障,这需要使分布在百米尺度上的子卫星间实现微米甚至亚微米精度的动态绝对距离测量。天津大学超快激光研究室利用飞秒脉冲飞行时间技术在空气环境中实现了 52 m 的远距离测量,5 ms 门宽下的测量精度为 65 nm。

如图 1(a)所示,采用自主研发的耗散孤子锁模的掺镱光纤飞秒激光器作为测距光源,中心波长 1040 nm,重复频率 183 MHz,平均功率 140 mW,经腔外色散补偿,脉冲宽度为 150 fs。压缩后的光脉冲序列经偏振分束器分别进入参考光路和测量光路。在测量光路中,光束在多通长腔中多次往返,实现长距离的传输。为避免直接光电探测造成的精度损失,采用基于 BBO 晶体频率变换与平衡探测的平衡光学互相关技术(BOC)将脉冲飞行时间的灵敏度提高至亚飞秒量级。平衡探测器的输出经过伺服系

统反馈至飞秒激光振荡器腔内的压电陶瓷,从而将往返距离锁定至谐振腔长的整数倍。利用频率计数器读取谐振腔的重复频率,最后将脉冲光的飞行时间转化为待测距离。本装置的脉冲飞行时间的探测灵敏度为 23.5 mV/fs,如图 1(b)所示。采用 5 ms 的系统采样率,测量得到的目标反射镜的距离信息如图 1(c)所示。受机械震动及空气扰动的影响,待测距离在约±500 nm 的范围内随机波动。测量的艾伦方差曲线如图 1(d)所示,在 5 ms 门宽下的测量精度为 65 nm。

与 2010 年 Nature Photonics 杂志上韩国 KAIST 小组报道的飞秒脉冲飞行时间距离测量方案相比,本研究实现了 1 μm 波段的距离测量,测量灵敏度提高了 7 倍。对于一定的压电陶瓷行程,激光器的重复频率越高,无法连续测量的死区阈值越小。由于本系统中激光器的重复频率提高了近 1 倍,死区阈值降低至 107 m。

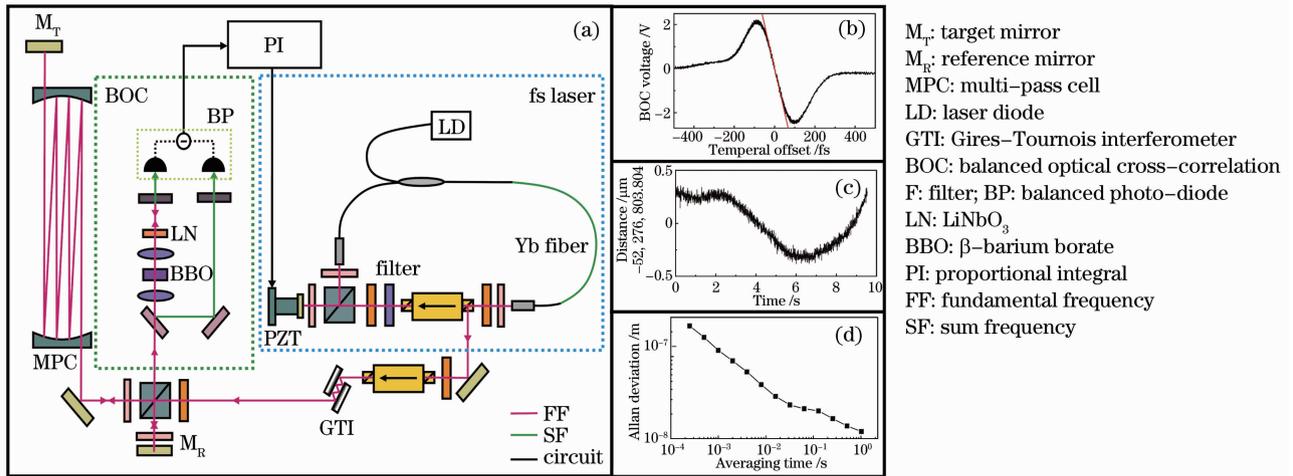


图 1 (a)飞秒激光飞行时间距离测量装置;(b)平衡光学互相关器的分辨率;(c)测量距离;(d)艾伦方差  
 Fig. 1 (a) Schematic of the experimental setup; (b) timing resolution of BOC; (c) distance ranging result; (d) Allan deviation

秦 鹏 宋有建\* 胡明列 柴 路 王清月

(天津大学精密仪器与光电子工程学院, 光电信息技术科学教育部重点实验室, 天津 300072)

\* E-mail: yjsong@tju.edu.cn

收稿日期: 2012-05-28; 收到修改稿日期: 2012-06-16