纳秒激光辐照下白宝石晶体的表面损伤特性

陈力子1,2 项 震1 景春元2 关小伟2 李 艳2

(¹浙江大学现代光学仪器国家重点实验室,浙江杭州 310027) ²西北核技术研究所,陕西西安 710024

摘要为了研究白宝石在纳秒激光辐照下表面损伤的特性,利用有限元方法对脉冲激光作用下白宝石的温度场进行仿真,分析白宝石中 Cu 杂质在不同激光能量密度下的温升变化,以及杂质尺寸对温升的影响,并采用波长 1064 nm、脉宽 6 ns 的激光对两种不同尺寸白宝石晶体材料进行实验,对材料的损伤阈值、损伤位置分布、不同激光能量密度对损伤面积的影响以及损伤增长特性进行了分析。结果表明,杂质吸收机制可以较好地解释白宝石在纳 秒激光脉冲辐照下的损伤过程,且仿真结果与实验结果吻合较好,当"1-on-1"辐照时,材料表面的损伤面积随着激光能量密度的增大呈线性增长,当"*s*-on-1"辐照时,材料后表面的损伤面积随脉冲次数增大呈指数增长。 关键词 激光技术;激光诱导损伤;损伤实验;白宝石;表面损伤特性

中图分类号 TN249 文献标识码 A doi: 10.3788/CIL201441.s106008

Surface Damage Features of Sapphire by Nanosecond Laser Irradiation

Chen Lizi^{1,2} Xiang Zhen¹ Jing Chunyuan² Guan Xiaowei² Li Yan²

¹ State Key Laboratory of Modern Optical Instrumentation, Zhejiang University, Hangzhou, Zhejiang 310027, China ² Northwest Institute of Nuclear Technology, Xi'an, Shaanxi 710024, China

Abstract Laser-induced damage morphology using nanosecond laser pulses on sapphire surfaces is reported. The temperature variation of sapphire inclusion (Cu) under different laser fluence irradiations is analyzed, and the temperature variation of inclusion's dimension radius is simulated by finite element method. The laser-induced damage experiment of two sapphires with different sizes are investigated by 6 ns pulse width, 1064 nm laser. At the same time, the sapphire laser-induced damage threshold, damage position distribution, influence of different laser fluences on the damage area and damage growth characteristics are analyzed. Results show that the inclusion absorption mechanisms can preferably explain the sapphire damage under the nanosecond laser pulse irradiation, and simulation results are in agreement with the experimental results. In addition, with the 1-on-1 irradiation, sapphire surface damage area gets larger with the increase of laser fluence linearly, while with the *s*-on-1 irradiation, the damage area on the back surface exponentialy grows with laser shot number.

Key words laser technology; laser-induced damage; damage experiments; sapphire; surface damage features OCIS codes 140.3330; 160.4670; 120.6650

1 引 言

人类自 20 世纪发明激光器以来,一直在为研制 更高功率、更小体积的激光器而努力,其中最具有代 表性的是固体激光器和光纤激光器,在这两类激光 器中,通常会在光路中使用一些红外透射材料,主要 有熔融石英、氟化钙、白宝石、氟化镁等,其中白宝石 材料(Al₂O₃)由于拥有从紫外到中红外区域的较高 光学透射率,以及高机械强度、高耐熔性和良好的化 学稳定性,常常被用于高功率强激光系统中^[1-2]。

但是在激光研究过程中,激光引起的光学材料损 伤成为了限制高功率激光发展的重要因素之一^[3]。 近年来国外关于白宝石材料激光损伤的报道也不 少^[4-7],主要是研究其激光损伤以及激光加工特性。 本文基于有限元方法分析纳秒激光脉冲对白宝石的

作者简介:陈力子(1981-),男,硕士研究生,工程师,主要从事激光与物质相互作用方面的研究。

E-mail: lzchen1234@aliyun.com

导师简介:项 震(1971-),男,博士,副教授,主要从事激光应用技术方面的研究。E-mail: xiangzhen@zju. edu. cn

收稿日期: 2013-10-20; 收到修改稿日期: 2013-11-06

热作用过程,并通过实验对两种尺寸白宝石材料的损 伤阈值、损伤位置分布、不同激光能量密度对损伤面 积的影响以及损伤增长特性进行了分析与研究。

2 激光诱导白宝石损伤的仿真分析

光学材料的激光诱导损伤过程其实就是激光与 光学材料相互作用的过程,而材料的损伤则是这一 过程中表现出来的一种现象。当然发生这一现象的 机理是相当复杂的,经过几十年来大量的理论分析 与实验研究,人们提出的激光诱导损伤基本理论有 本征吸收机制、杂质缺陷机制、雪崩击穿机制、多光 子吸收机制等^[8-10],但是这些机制并不是普适的, 只是从某一角度对光学材料激光诱导损伤的过程进 行了阐释,而激光的作用过程中最基本的还是热过 程,激光能量通过光学材料的本征吸收、杂质吸收和 非线性吸收转化为热,由热熔融或热力耦合导致光 学材料的最终损伤。由于直接从边值问题求解瞬态 热传导问题一般很难找到解析解,因此本文采用有 限元数值法进行求解。

2.1 理论模型

根据实验中所采用的激光光源特性,设激光波 长为1064 nm,频率为1 Hz,脉宽为6 ns,脉冲能量为 200 mJ,被辐照的白宝石晶体材料的直径为 20 mm, 厚度为5 mm。在高斯激光辐照下,假设入射激光 共轴正入射于圆形光学元件表面,计算时选取柱坐 标系,则光学元件内关于 z 轴对称的三维瞬态热传 导微分方程可表示为^[11]

$$k\left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r}\frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2}\right) + q(r,z) = \rho c \ \frac{\partial T}{\partial t}, (1)$$

式中 k,ρ 和c分别为材料的热导率、密度与比热容, 而q(r,z)为激光热源,可表示为

$$q(r,z) = Q_0 (1-R_c) \cdot \frac{A_c}{\pi \omega_0^2} \times$$

 $\exp(-2r^2/\omega_0^2) \cdot \exp(-A_c z)$, (2)

式中 Q。为激光功率, ω。为材料表面的激光光斑半径, R。和 A。分别为材料的反射率和吸收系数。

由于光源为脉冲激光,因此为准确描述热源的时间特性,还需引入一个三角波调制函数 tri(*t*),则 (2) 式变为

$$q(r,z,t) = Q_0(1-R_c) \cdot rac{A_c}{\pi \omega_0^2} imes$$

 $exp(-2r^{2}/\omega_{0}^{2}) \cdot exp(-A_{c}z) \cdot tri(t).$ (3) 仿真计算在 COMSOL 软件中进行,通过有限 元方法来分析激光辐照下白宝石晶体的温度场分 布。假设初始温度 $T_0 = 293$ K,材料表面的激光光 斑半径 $\omega_0 = 0.25$ mm,在材料的激光入射面存在与 空气的对流冷却,除此之外其他边界均被设为热绝 缘,材料的表面反射率和吸收系数设为常数,不考虑 材料相变时吸收的潜热。白宝石材料的物理性质见 表 1^[12]。

表1 白宝石的主要物理性质

Table 1 Physical	properties	of	sapphire
------------------	------------	----	----------

Density $\rho/(g \cdot cm^{-3})$	3.98
Absorption coefficient $A_{ m c}/{ m cm}^{-1}$	0.0024
Heat conduction $k / (\mathbf{W} \cdot \mathbf{cm}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1})$	0.325
Specific heat $c_p/(\mathbf{J} \cdot \mathbf{g}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1})$	0.848
Coefficient of expansion $\alpha \ /K^{-1}$	6.6×10 ⁻⁶
Young's modulus E /GPa	345
Melting point /K	2323
Tensile strength /MPa	400
Compression strength /MPa	2100

2.2 仿真结果

根据模型得到激光辐照下白宝石材料的温度场 分布,并计算不同激光能量密度的单脉冲激光辐照 下白宝石表面的温度变化曲线,如图1所示。由图 可见白宝石前表面的温度随着激光能量密度的提高 呈上升趋势,当激光能量密度为60 J/cm²时,白宝 石材料的最高温度为552 K,但该温度远未达到白 宝石的熔点,而在本实验中该能量密度已大于材料 的损伤阈值,因此除了本征吸收以外还需考虑材料 中杂质对激光能量的吸收作用。

白宝石晶体由于原料、制备和加工手段等因素, 难免会在材料体内掺杂入一些杂质,主要有 Mg、 Cu、Ag、Mn、Zn、Si等,这些杂质对激光能量的强烈



图 1 单脉冲辐照下白宝石前表面的温度变化曲线 (焦斑中心)

Fig. 1 Temperature variation curves on the front surface of sapphire under single pulse laser irradiation (focal spot center)

吸收会造成材料局部区域温度急剧升高,从而使得局部应力的增强,以致产生材料热熔、炸裂的现象。 以 Cu 杂质为例,分析其在单脉冲激光作用下表面 温度变化。假设杂质为球形,半径为 500 nm,杂质 的中心距离激光辐照表面 100 μm,则杂质表面温度 变化如图 2 所示。图中杂质表面的温度在单脉冲时 间内呈现先上升后下降的趋势,约在 4 ns 时达到瞬 时温度的最大值,这主要是由于白宝石材料具有较 高的热导率,当杂质吸收能量小于向外传导的能量时 则出现温度下降。此外从图中可以发现当激光能量 密度为 30 J/cm² 时,杂质表面的最高温度为 2192 K, 已远远超过 Cu 的熔点(1356 K),并接近白宝石的 熔点,而当激光能量密度为 45 J/cm² 时,最高温度 为 3105 K,超过了 Cu 的沸点(2840 K)。





Fig. 2 Temperature variation curve of inclusion surface by single pulse laser irradiation (inclusion radius is 500 nm) 此外还以 Cu 杂质为例,分析了杂质的大小对 激光能量吸收的影响,如图 3 所示。假设入射单脉 冲激光能量密度为 15 J/cm²,杂质半径从 20 nm 开 始,每个点递增 20 nm 直至 600 nm,从图中可见杂 质表面温度随着杂质半径的变化呈现先增后减的现 象,当杂质半径在 200 nm 附近时,存在温度最大 值,当半径在 120~340 nm 之间,杂质最高温度超 过了 Cu 的沸点,可见在一定的激光参数条件下,材 料中的杂质存在一个最有害的尺寸值,使材料最易 受到激光损伤,当杂质尺寸小于或大于此值时,吸收 的激光能量则不足以使其温度升到破坏值,这与 Hopper 等^[8]的理论基本吻合。



图 3 杂质表面温度随其尺度的变化曲线 Fig. 3 Temperature variation curve of inclusion surface with its dimension radius

3 实验方法

本实验主要对两种尺寸规格的白宝石晶体进行激光辐照,其中样品 I 的直径为 20 mm,厚度为 5 mm,样品 II 的直径为 25 mm,厚度为 1 mm,实验 光路如图 4 所示。



图 4 实验装置图



实验过程中 Nd: YAG 激光器发射的激光束经 衰减系统(由半波片与偏振片组成)衰减后,由会聚 透镜 $L_1(f=750 \text{ mm})$ 将光束会聚在被测样品的表 面,样品表面光斑直径约为 0.5 mm(84%能量)。 在会聚镜与样品之间则采用两片分光片引出部分光 束,分别用于光斑半径与能量的监测,能量计与光束 分析仪分别为 Molectron 的 MAX500 和 Spiricon 的 SP620U。图中 He-Ne 激光作为探测光,通过 CCD 对材料损伤进行在线监测与判断。

样品损伤阈值的测试采用的是"1-on-1"测试方法,即采用不同能量密度的激光对样品进行辐照,每个能量密度在样品上辐照 10~20 个测试点,每个测试点只进行单个激光脉冲的辐照,为防止测试点之间相互重叠的影响,测试点的间距设为 2 mm,以 100 倍光学显微条件下可观察的损伤作为损伤与否的判据,最终得到不同激光能量密度下样品的损伤几率,并按照零损伤几率进行损伤阈值的拟合。

4 实验结果与分析

4.1 损伤阈值测试结果

实验分别对 4 块样品 I 和 2 块样品 I 进行测 试,通过对测试数据的线性拟合得到两种样品的损 伤概率,如图 5 所示。样品 I 与样品 II 的零损伤阈 值分别为 9.78 J/cm² 和 8.50 J/cm²,50%损伤阈值 分别为 14.21 J/cm² 和 16.04 J/cm²。该结果比在 同一实验条件下测试的熔融石英的损伤阈值略低, 主要原因是因为白宝石的热膨胀系数较高,虽然白 宝石的杨氏模量是熔融石英的 5 倍左右,但其热膨 胀系数却比熔融石英大了一个数量级,因此在相同 激光能量密度辐照下白宝石更易产生应变破坏。



图 5 白宝石晶体的损伤概率 Fig. 5 Damage probability of the sapphire crystal

此外使用100×的光学显微镜对上述6片样品的损伤发生部位进行了观察与统计,如图6所示,其中样品I损伤点样本为190个,样品I为114个,而样品I由于厚度较薄,几乎无法观察到内部损伤,所以只统计了发生在前后表面的损伤。统计结果表明,在厚度较大的样品I中,损伤主要发生在材料的体内,其次是后表面,极少有单独发生在前表面,或前后表面和体内同时发生的损伤现象,而对于厚度较小的样品II,损伤则主要发生在后表面。



图 6 白宝石晶体损伤发生位置的统计

Fig. 6 Statistics of sapphire crystal damage position

4.2 能量密度对损伤面积的影响

在实验中发现,当激光对材料进行"1-on-1"作 用时,白宝石材料前表面的损伤面积与入射激光能 量密度成线性关系,如图7所示,这是根据样品I的 实验结果得到的。从图中可以看到,样品前表面的 损伤面积随着能量密度的增长而增长,且存在较好 的线性关系,当激光能量密度为40J/cm²时,前表 面的损伤面积与激光光斑(84%能量)的面积相当, 当能量密度为70J/cm²时,前表面的损伤面积已达 0.6 mm²,是激光光斑面积的3倍,可见随着激光能 量密度的升高,材料表面的热传导会引起光斑周围 材料的损伤。



图 7 前表面损伤面积与激光能量密度的关系 Fig. 7 Dependence of front surface damage area on laser fluence

4.3 损伤增长测试

实验中为了获取白宝石材料前后表面在 1064 nm 激光辐照下损伤面积的增长速率,采用一块样品Ⅱ白 宝石晶体进行了损伤增长实验。实验采用"s-on-1"作 用方式,即用相对稳定的激光能量脉冲在光学材料 的同一点上进行多次辐照,实验中激光能量密度变 化控制在±2%以内,每个脉冲辐照后都对损伤形貌 进行了图像采集,并用 Matlab 软件对损伤面积进行 测量。图 8 是实验中得到的白宝石后表面损伤的典 型实验数据,三组数据均呈指数增长,即 $y=A_0 \exp(aN)$,其中 y 是损伤面积, N 为脉冲次 数, a 为损伤增长因子。由图 8 可见白宝石材料的 损伤增长速率对激光能量密度比较敏感,能量密度 越大, a 的值也越大, 损伤增长速率也就越快。





5 结 论

利用有限元方法对 1064 nm 脉冲激光作用下 白宝石的温度场进行仿真,并分析白宝石中 Cu 杂 质在不同激光能量密度下的温升变化,以及杂质尺 寸对温升的影响,并通过实验对两种白宝石材料的 损伤阈值、损伤位置分布、不同激光能量密度对损伤 面积的影响以及损伤增长特性进行了分析。研究结 果表明:杂质吸收机制可以较好地解释白宝石在纳 秒激光脉冲辐照下的损伤过程,且仿真结果与实验 结果吻合较好;在波长1064 nm、脉宽 6 ns 的激光辐 照下,测试的两种白宝石材料的损伤阈值分别为 9.78 J/cm²和 8.50 J/cm²;"1-on-1"辐照时,材料表 面的损伤面积随着激光能量密度的增大而呈线性增 长的关系;"s-on-1"辐照时,材料后表面的损伤面积 **致谢:**本研究工作得到浙江大学刘崇副教授、葛剑 虹副教授的悉心指导,以及实验室张翔、王逸馨同学 的帮助,作者在此谨表衷心的感谢。

参考文献

1 Li Zhongya, Cheng Lei, Li Chengfu. Study of laser damage of fused silica and sapphire crystal[J]. Chinese J Lasers, 2002, 29(10): 920-924.

李仲伢,程 雷,李成富. 熔石英玻璃和白宝石晶体激光损伤的研究[J]. 中国激光, 2002, 29(10): 920-924.

2 Han Jiecai, Xu Chenghai, Zuo Hongbo, et al.. Growth quality inspection and ultrasonic vibration cutting of large size sapphire grown by SAPMAC method [J]. J Harbin Institute of Technology, 2010, 42(3); 398-403.

韩杰才,许承海,左洪波,等. SAPMAC 法蓝宝石单晶的生长、检测 与超声震动加工[J]. 哈尔滨工业大学学报,2010,42(3):398-403.

- 3 Zhou Ming, Zhao Yuanan, Li Dawei, *et al.*. Laser damage of optical film with the combined irradiation of 1064 nm and 532 nm pulse[J]. Chinese J Lasers, 2009, 36(11): 3050-3054.
 周 明,赵元安,李大伟,等. 1064 nm 和 532 nm 激光共同辐照 薄膜的损伤[J]. 中国激光, 2009, 36(11): 3050-3054.
- 4 Horisawa H, Emura H, Yasunaga N. Surface machining characteristics of sapphire with fifth harmonic YAG laser pulses [J]. Vacuum, 2004, 73(3): 661-666.
- 5 Shamir A, Ishaaya A A. Large volume ablation of sapphire with ultra-short laser pulses[J]. Appl Surf Sci, 2013, 270; 763 766.
- 6 Qi L, Nishii K, Yasui M, *et al.*. Femtosecond laser ablation of sapphire on different crystallographic facet planes by single and multiple laser pulses irradiation[J]. Opt & Lasers in Eng, 2010, 48(10): 1000-1007.
- 7 Uteza O, Bussiere B, Canova F, *et al.*. Laser-induced damage threshold of sapphire in nanosecond, picosecond and femtosecond regimes[J]. Appl Surf Sci, 2007, 254(4), 799-803.
- 8 Hopper R W, Uhlmann D R. Mechanism of inclusion damage in laser glass[J]. Appl Phys, 1970, 41(10): 4023-4037.
- 9 Epifanov A S, Manenkov A A, Prokhorov A M. Theory of avalanche ionization induced in transparent dielectrics by an electromagnetic field [J]. J Experimental and Theoretical Physics, 1976, 43(2): 377-382.
- 10 Camp D W , Kozlowski M R, Sheehan L M, et al.. Subsurface damage and polishing compound affect the 355 nm laser damage threshold of fused surface[C]. SPIE, 1998, 3244: 356-364.
- 11 Wang Xi, Li Hua, Nie Jinsong. Simulation and experimental research on damage in K9 glass due to pulsed CO₂ laser radiation [J]. Chinese J Lasers, 2008, 35(11): 1760-1765.

王 玺, 李 化, 聂劲松. 脉冲 CO₂ 激光损伤 K9 玻璃的实验与 仿真[J]. 中国激光, 2008, 35(11): 1760-1765.

12 Dobrovinskaëia E R, Lytvynov L A, Pishchik V V. Sapphire: Material, Manufacturing, Applications [M]. Berlin: Springer, 2009.

栏目编辑: 史 敏