

激光装置污染物诱导光学元件表面损伤实验研究

苗心向 袁晓东 吕海兵 程晓锋 郑万国 周国瑞

中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900

摘要 通过分析高功率激光装置内主要污染物成分及来源,研究其对大口径光学表面抗损伤能力的影响规律,得到装置光学表面洁净控制要求。利用扫描电镜对高功率激光装置内部的主要颗粒污染物进行取样分析;采用自然沉降的方法在光学元件表面制备污染物,并利用Nd:YAG(SAGA-S)激光器研究其损伤阈值和损伤规律。研究结果表明,高功率激光装置内颗粒污染物的主要成分为金属、有机物和矿物质,占据比例分别为20%、40%和40%。激光辐照污染后的光学表面存在激光清洗和激光诱导损伤两种效应,当激光器能量密度超过 10.9 J/cm^2 时,光学表面存在清洗作用。当激光能量密度超过 14.6 J/cm^2 时,光学表面污染物引起损伤,且损伤随着污染物尺寸呈线性下降趋势。

关键词 激光光学; 高功率激光; 洁净控制; 光学元件损伤; 气溶胶; 污染

中图分类号 TN248 文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201542.0602001

Experimental Study of Laser-Induced Damage of Optical Components Surface Owing to Particle Contamination in High Power Laser Facility

Miao Xinxiang Yuan Xiaodong Lü Haibing Cheng Xiaofeng

Zheng Wanguo Zhou Guorui

Laser Fusion Research Center, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621900, China

Abstract By means of analyzing component and source of major contamination in high-power laser facility to investigate impact law on damage resistant ability of large aperture optics surface, clearness control requirement of optics surface in high-power laser facility is obtained. The sampled contamination particles in high-power laser facility are analyzed by scanning electron microscopy. The contamination particles on optics surface are fabricated by natural setting method, damage threshold and law of optics are investigated by Nd:YAG (SAGA-S). The results show that collected particles are about 20% metallic, 40% organic and 40% mineral, respectively. Both laser cleaning effect and laser induced damage occurs during the laser irradiation. When the laser energy density is above 10.9 J/cm^2 , the particles are removed by the laser energy density. But when the laser energy is above 14.6 J/cm^2 , damage points occur on the optical surface due to the contamination particle, and the laser induced damage threshold descends with the size of the particle.

Key words laser optics; high power laser; cleaning control; optical component damage; airborne; contamination

OCIS codes 140.3330; 140.3380; 350.1820; 140.3580

1 引 言

在高功率激光驱动的惯性约束聚变大型光学系统中,光学元件的负载能力是限制激光器高通量输出的“瓶颈”^[1-4]。但在装置建造、运行过程中,由于杂散光、鬼光束和部分人为因素的存在,使得光学元件表面在运行过程中存在一定程度的污染问题。在激光器运行通量较低的情况下,污染导致光学元件损伤的现象并不明显。但当装置运行通量达到一定程度后,悬浮于空气中或者真空箱体中的颗粒污染物、分子污染物、光学元件和机械件表面颗粒污染物、非挥发性有机污染物和可能挥发物等在高通量激光作用下,大幅度降低了光学表面的抗损伤能力,严重影响光学元件的使用寿命。Martin等^[5]研究了玻璃介质中包裹物的激光诱导

收稿日期: 2014-11-09; 收到修改稿日期: 2015-01-22

作者简介: 苗心向(1984—),男,硕士,主要从事高功率激光装置光学元件表面污染方面的研究。

E-mail: miaoxinxiang.714@163.com

*通信联系人。E-mail: zhorgr@caep.cn

损伤行为,给出了玻璃介质表面金属污染膜层会增大损伤概率的结论。Michlitsch等^[6]针对1064 nm波长下颗粒状污染物诱导熔石英元件的损伤行为进行研究,主要是针对尺寸、类别以及损伤斑尺寸变化情况进行了研究,得到一些经验性结论。Génin等^[7-11]报道了在1064 nm和351 nm激光作用下金属铝颗粒诱导光学表面损伤的形貌和规律曲线,得到金属污染物诱导光学表面损伤的主要机理及损伤规律。首先利用扫描电镜(SEM)分析高功率激光驱动器内部的颗粒污染物的主要成分,在此基础上根据主要污染物的类型,研究了其与K9光学元件表面抗损伤能力的相互作用机理及规律,为激光装置光学表面洁净控制要求提供参考。

2 实验过程

2.1 光学表面污染物的制备与分析

K9光学元件的尺寸为 $\phi 50\text{ mm}\times 3\text{ mm}$,两面均经过机械抛光和洁净处理。将样片放入质量分数为1%的HF内刻蚀30 s,去除光学表面残余的污染物,光学表面无大于 $5\text{ }\mu\text{m}$ 的表面疵病。将酸刻蚀后的样片放置在高功率激光装置密闭腔室内。当装置进行高能量激光输出时,密封腔室内会产生大量的气溶胶颗粒,此类气溶胶颗粒以自然沉降的方式沉积在光学元件表面。利用扫描电镜对装置光学元件表面的颗粒污染物进行取样分析。首先采用碳胶带对光学元件表面和周围机械件表面上的颗粒污染物进行取样,然后利用扫描电镜对成分及区域污染物量进行分析,得到其分布密度。实验中使用日本电子株式会社生产的扫描电镜(JEOL JSM-5610LV),其主要特点为全数字化控制系统、高分辨率、高精度的变焦聚光镜系统,放大倍数为18~300000,配备了JED-2300型能谱仪。为更清晰观测污染物形貌,首先利用溅射镀膜机对样品进行了喷金(由于污染物颗粒不导电),溅射镀膜机的型号为JFC-1600。为统计单位面积内的颗粒污染物,选取了导电胶带的中间区域作为观测区,扫描电镜观测区域面积为 $0.4\text{ }\mu\text{m}\times 0.55\text{ }\mu\text{m}$,利用扫描电镜进行10次扫描。

2.2 光学表面污染物诱导损伤实验

实验测试系统由单纵模SAGA-S激光器(波长为1064 nm,脉宽为10.6 ns,频率为1 Hz)、准直光源、聚焦透镜、分光劈板、EPM2000能量卡计、样品载物台(二维可调、步进精度 $10\text{ }\mu\text{m}$),光学显微镜及计算机。实验装置如图1所示。

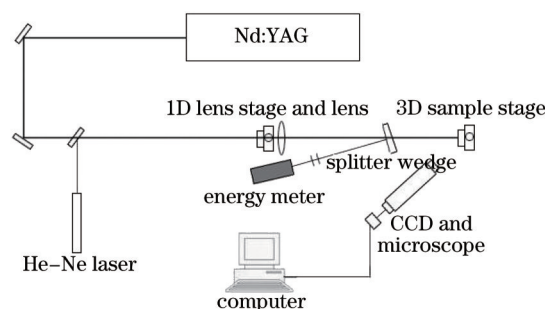


图1 光学表面损伤测试图

Fig.1 Experimental setup of damage test

激光器输出的激光束经聚焦透镜聚焦在样品表面,并使用光斑品质分析仪测得光斑有效面积为 1 mm^2 ,输出能量可以通过改变激光器内部 $1/2$ 波片角度进行调节。SAGA-S激光器输出的激光首先经过劈板分出一部分光进入能量卡计,用来实时测试激光器的输出能量,透过劈板的光经透镜聚焦后辐照在样品表面污染物位置处,测试污染处的损伤阈值。在测试过程中,利用He-Ne激光作为准直光源,用来确定激光辐照在样片表面的位置及污染物的位置。利用等离子体闪光法结合在线高分辨率CCD(分辨率优于 $1\text{ }\mu\text{m}$)实时监测是否发生损伤,并离线观测损伤微观形貌。在测试过程中,对样品损伤测试采用“1-on-1”的方式,即在样片一个尺寸的污染点上只允许辐照一次脉冲,每当辐照一次脉冲后即更换下一个新的污染点。然后选择不同的入射能量对样片进行辐照测试,记录损伤结果。考虑到样品上污染物尺寸以及测量误差,以一定的激光能量辐照样片表面10个相同尺寸的颗粒污染物。如果10个损伤点均产生等离子体闪光,并出现表面微观形貌的变化,则可以判定样片表面发生损伤。用激光能量卡计测量激光脉冲每次辐照样片颗粒污染物时的能量。

由于颗粒污染物在光学元件前、后表面位置不同,所引起的损伤阈值变化也不同。根据Feit团队报道

和实际光学元件使用状态^[8],在本实验中重点研究污染物在光学元件前表面时的情况,如图2所示。

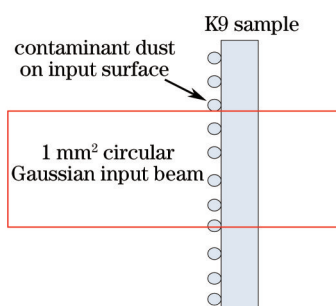


图2 颗粒污染物在光学表面前表面(入射面)示意图

Fig.2 Particles contamination on the front surface of optical component (incident interface)

3 结果与讨论

3.1 装置内光学表面污染物形态及成分

根据扫描电镜取样分析结果:光学表面的污染物主要以颗粒状污染物为主,尺度为3~50 μm之间,如图3所示。镜箱表面及光学表面颗粒污染物分布按照ISO 14644-9标准统计结果如图4所示^[12]。由图4可知,光学表面3(≤3 μm)、3~5、5~10、10~20及20~50 μm尺度的颗粒污染物密度分别为400、145、63、47及12 cm²。根据ISO 14644-9标准,光学表面的洁净度等级已经超过100级。而相同位置处的镜箱表面颗粒污染物密度明显低于光学表面。原因在于光学元件表面在激光装置内是以45°角处于斜向上的状态,光传输管道内的气溶胶颗粒大部分沉积在光学表面形成污染^[13]。此类光学元件在高功率激光装置内处于光束反转的位置,承载的激光通量较高,光学表面的污染极易引起表面损伤。因此研究此类光学表面颗粒污染引起的损伤规律是非常必要的。

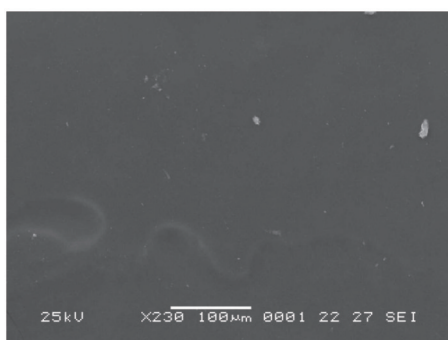


图3 光学表面颗粒污染物的SEM形貌图

Fig.3 SEM image of particles contamination on optic surface

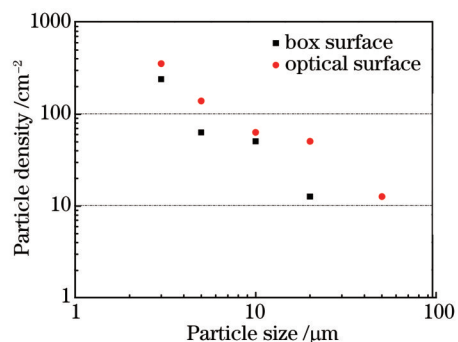


图4 光学表面颗粒污染物分布图

Fig.4 Distribution diagram of optical surface particulate contamination

图5为不同位置处的颗粒污染物的成分分配比,由图5可知,污染物颗粒的化学成分可以分为3类:有机物、金属及矿物质。对于有机物,可以利用颗粒中碳的含量区别。由成分分配比可以看出3个位置区域内的颗

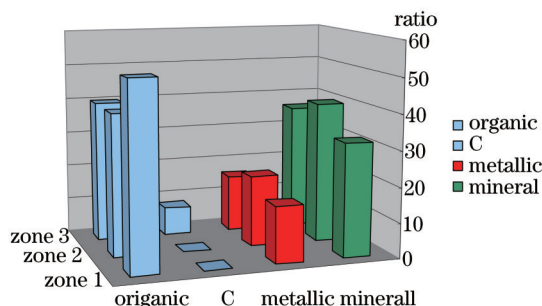


图5 颗粒污染物成分分配比

Fig.5 Composition proportion of particle contamination

粒污染物几乎具有大致相同的成分,有机物、金属及矿物质所占的质量比分别为40%、20%和40%。经分析,此类颗粒污染的来源有3类:激光照射在机械元件表面溅射出的微粒子;洁净室内的颗粒污染物在作业过程中由作业人员带入洁净箱体内,沉积在光学元件表面;精密装配过程中结构件相互摩擦而产生的颗粒^[13-14]。矿物类污染物均表现为对激光的强吸收,对光学元件损伤阈值影响规律一致^[15-17],且从分析结果可以看出其所占的比例较大,研究颗粒污染物对高功率激光器稳定运行具有重要的意义。

3.2 污染物颗粒诱导光学表面损伤形貌分析

将洁净处理后的K9光学元件放置在高功率激光装置内,经过装置一段时间的运行,光学样片表面出现大量颗粒状污染物,如图6所示。颗粒污染物的尺寸在10~50 μm之间,与图4测试结果相一致。将此样片放置在图1所示的损伤测试光路中进行损伤测试,分析颗粒污染物尺寸对K9光学表面损伤阈值的影响。

位于K9样片入射面的灰尘颗粒污染物在强激光的辐照下会对K9样片的前后表面都造成损伤。在激光能量辐照第一发次时,光学元件表面污染物在强激光作用下,产生明显的等离子体闪光,并在后续的激光辐照下,等离子体闪光逐渐减小,10发次辐照后等离子体闪光消失。后续还会偶尔产生等离子体闪光。如果后续过程中等离子体闪光连续发生,则样片发生损伤。样片辐照完毕后的离线观测图像发现光学元件前表面出现明显烧蚀斑,烧蚀斑内部出现明显的坑状、微裂纹,烧蚀坑的位置为颗粒污染物吸附光学表面的区域,原因是颗粒污染物吸收激光能量形成高温高密度等离子体,最高温度可达10 eV^[7],等离子体在纳秒量级时间内对光学表面产生烧蚀作用,形成坑状损伤斑。在烧蚀坑四周有一圈喷射区域,呈向外喷射状,原因是激光辐照过程中产生的等离子体冲击波冲击表面,形成的冲击区如图7所示。根据损伤定义^[15],认为此类烧蚀斑为光学表面发生的不可逆变化,即光学表面损伤发生。

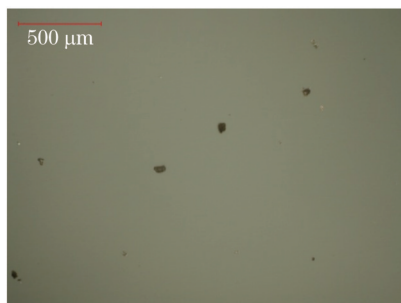


图6 污染后的K9光学元件表面颗粒污染物显微形貌图
Fig.6 Optical micrograph of particles contamination on K9 components surface

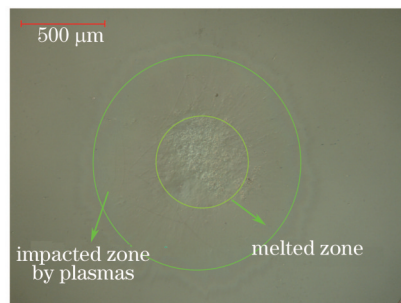


图7 灰尘颗粒诱导K9元件表面损伤示意图
Fig.7 Optical micrograph of K9 component surface damage induced by particles contamination

图8为100 μm尺度颗粒灰尘、20.0 J/cm²激光能量密充在K9表面多发次辐照后表面的损伤形态。表面颗粒污染物沉积在光学元件上,吸附力主要以范德瓦尔斯力为主,在第一发强激光的辐照下,表面污染物迅速融化或者形成等离子体向外喷溅,在表面形成一个较大的烧蚀斑^[7]。烧蚀斑的尺寸与污染物尺寸、激光能量密度和激光光斑尺寸相关,烧蚀斑内部还包裹残余部分的灰尘污染物,在高倍率显微镜下观察可以发现

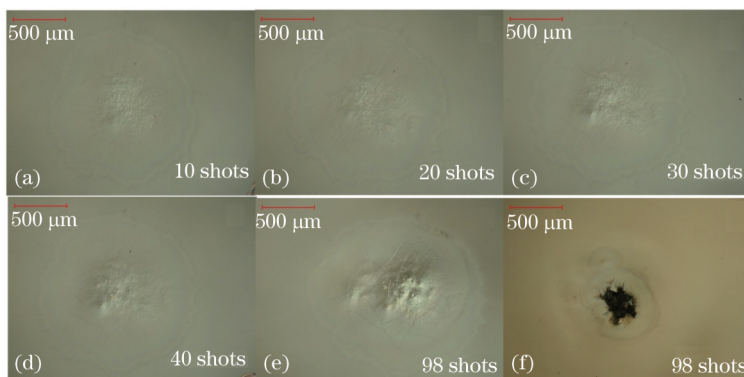


图8 灰尘颗粒在K9光学元件表面多发次辐照损伤示意图
Fig.8 Optical micrographs of components surface damage owing to particles with sequent shots

光学元件表面已经发生断裂性损伤。在多次激光辐照下,前表面的损伤坑呈现增大的趋势,表面烧蚀坑变深,如图8(a)~(e)所示。随着辐照发次的逐渐增多,在前表面的损伤坑对强激光的调制作用下,在后表面形成分布不均的光场,局部不均的光场引起后表面发生破坏性坑状损伤^[15-20],如图8(f)所示。

图9为38 μm尺度的灰尘污染物在不同激光能量作用下的光学表面状态图。图9(a)表示激光能量为29.0 J/cm²时的激光辐照图,图9(b)表示激光能量密度为10.0 J/cm²时的激光能量辐照图。从图9(a)可以看出,当激光能量较高时,表面灰尘形成的等离子体温度超过光学元件表面软化温度,即光学元件表面发生熔融性损伤。但当激光能量较低时,表面颗粒污染物吸收激光能量,发生弹性形变,脱离光学表面^[21],发生了类似激光清洗的作用,如图9(b)所示。不同尺度的颗粒物污染物具有不同的清洗阈值,因此,图9(b)内的颗粒污染物没有被完全清洗。

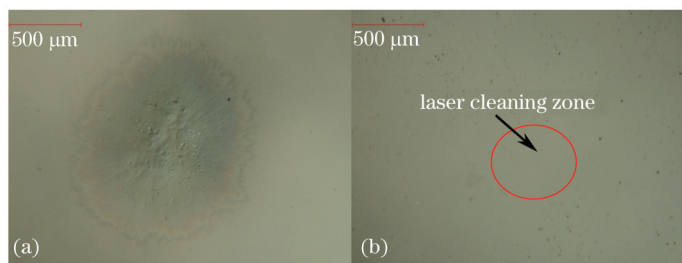


图9 不同激光能量辐照相同尺度污染物损伤形貌图

Fig.9 Optical micrographs of surface damage of the same size particles contamination at different laser energy

3.3 污染物尺寸与光学表面损伤阈值之间的关系

图10为洁净的K9光学表面损伤阈值与损伤几率的关系图^[5],通过线性拟合的方式可知,拟合曲线为 $Y=0.046X-1.57$ 。洁净的K9光学表面的零几率损伤阈值在34.1 J/cm²左右。

图11为K9样片损伤阈值与激光能量、单一污染物尺寸之间的关系曲线图。由图11可知,当光学元件表面存在污染物时,在不同激光能量辐照下,表面污染物存在3种变化状态:无变化情况、激光清洗和激光损伤,分别对应图11中的无变化区域、激光清洗区域和激光损伤区域。在激光能量密度为10.9 J/cm²的情况下,K9样片表面灰尘在激光作用下主要以清洗效果为主,清洗的灰尘尺寸范围主要在5~11 μm之间。当灰尘的尺寸超过20 μm后,在此激光能量密度作用下,不发生变化。提升激光辐照能量密度至14.6 J/cm²,K9样片表面灰尘在激光作用下主要以清洗效果为主,清洗的范围为18~134 μm。低于10 μm和高于134 μm尺度的灰尘在激光作用下不发生任何变化。根据灰尘在不同激光能量作用下发生的不同的行为改变,可以拟合出灰尘颗粒在强激光作用下发生激光清洗作用的规律曲线。通过拟合曲线为 $Y=1.61 \times 10^4 \exp(X)+0.77$,其中 X 为激光能量, Y 为发生激光清洗作用的灰尘颗粒污染物的尺寸上限,低于该上限的颗粒污染物在激光作用下均会发生激光清洗作用。当激光辐照能量密度达到18.2 J/cm²后,K9样片表面的灰尘在激光作用下主要以损伤为主,损伤的范围为30~81 μm,低于20 μm尺度的颗粒污染物发生清洗作用。根据损伤理论,高于

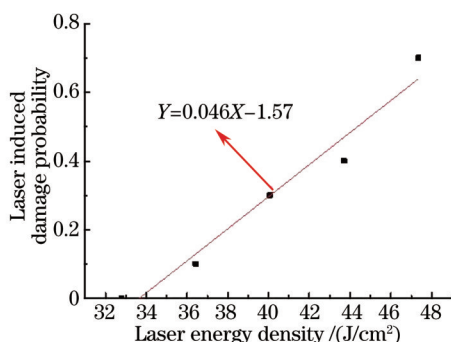


图10 K9光学元件损伤阈值

Fig.10 Laser induced damage threshold of clean K9 glass

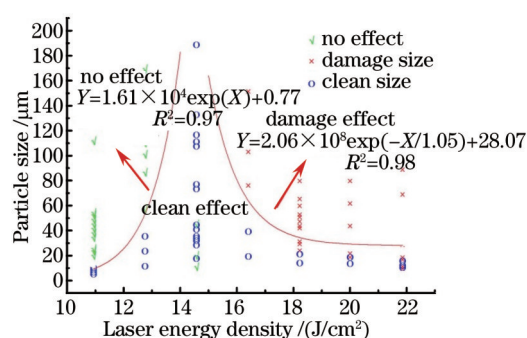


图11 K9元件损伤阈值与光学表面污染物颗粒尺寸的关系

Fig.11 Laser induced damage threshold of K9 component as a function of surface particles contamination size

81 μm 尺度的污染物也会发生损伤作用。当激光辐照能量密度为 21.9 J/cm^2 时, K9 样片表面灰尘均会引起光学元件表面发生损伤。在约为 16.9 J/cm^2 的激光能量密度作用下, 光学元件表面存在超过 $60 \mu\text{m}$ 尺度的污染物时, 光学元件表面即发生损伤。相比于样片零几率损伤阈值 34.1 J/cm^2 下降了约 48%, 下降幅度较大。由此可以说明光学表面污染是影响光学元件抗损伤能力的关键因素之一。光学表面颗粒污染物在强激光辐照作用下的规律曲线可以拟合为 $Y=2.06 \times 10^8 \exp(-X/1.05)+28.07$ 。X 为激光能量密度, Y 为颗粒污染物的尺寸。在一定通量的激光能量作用下, 根据拟合公式所计算出的颗粒污染物尺寸为光学表面所能容许的最大颗粒污染物尺寸, 即洁净度控制指标(红线)。通过图 11 给出的规律曲线也就是装置运行通量的洁净度“红线”, 结合装置通量、污染物尺寸, 可以给出光学元件损伤的最大通量。

4 结 论

通过扫描电镜的方式分析了高通量激光装置内光学表面颗粒污染物的数量分布和成分配比, 发现有机物、金属和矿物质的质量比例为 4:2:4, 并分析了颗粒污染物的来源。在此基础上研究了光学表面颗粒污染物在强激光辐照下的行为变化规律, 发现激光清洗和激光诱导损伤是其主要变化机制。激光能量密度在 $10.9 \sim 14.6 \text{ J/cm}^2$ 之间主要是激光清洗作用, 当激光能量密度超过 14.6 J/cm^2 后, 光学表面大尺度的颗粒污染物就会引起光学表面发生损伤, 并给出了激光清洗和激光诱导损伤的分界线和变化规律曲线, 可以有效指导高功率激光装置内的洁净控制, 为洁净控制指标体系的建立奠定基础。

参 考 文 献

- 1 C Macilwain. Laser project 'faces optics hurdle'[J]. Nature, 1999, 401(6750): 201-202.
- 2 W Simmons, R Godwin. Nova laser fusion facility—design, engineering and assembly overview[J]. Nucl Technol, 1983, 4: 8-24.
- 3 Lin Zunqi. Progress of laser fusion[J]. Chinese J Lasers, 2010, 37(9): 2202-2207.
林尊琪. 激光核聚变的发展[J]. 中国激光, 2010, 37(9): 2202-2207.
- 4 Meng Shaoxian, Wang Xiaoqin, Guan Fuyi, *et al.*. Laser induced damage of glass surface[J]. Acta Optica Sinica, 1995, 15(10): 1428-1431.
孟绍贤, 王笑琴, 管富义, 等. 激光引起玻璃表面的破坏[J]. 光学学报, 1995, 15(10): 1428-1431.
- 5 P Martin, A Morono, E R Hodgson, *et al.*. Laser induced damage enhancement due to stainless steel deposition on KS-4V and KU1 quart glasses[J]. Journal of Nuclear Materials, 2004, 8(329-333): 1442-1445.
- 6 J Honing, M A Norton, Hollingsworth, *et al.* Experimental study of 351-nm and 527-nm laser-initiated surface damage on fused silica surfaces due to typical contaminants[C]. SPIE, 2005, 5647: 129-135.
- 7 F Y Génin, M D Feit, M R Kozlowski, *et al.*. Rear-surface laser damage on 355 nm silica optics owing to Fresnel diffraction on front-surface contamination particles[J]. Appl Opt, 2000, 39(21): 3654-3663.
- 8 M D Feit, A M Rubenchik, D R Faux, *et al.*. Modeling of laser damage initiated by surface contamination[J]. Laser-Induced Damage in Optical Materials, 1996, 2966: 417-424.
- 9 S Palmier, J L Rullier, J Capoulade, *et al.*. Effect of laser irradiation on silica substrate contaminated by aluminum particles[J]. Applied Optics, 2008, 47(8): 1164-1170.
- 10 S S P Palmier, I Tovena, R Courchinoux, *et al.*. Laser damage to optical components induced by surface chromium particles[C]. SPIE, 2005, 5647: 156-164.
- 11 S C Sommer, I F Stowers, D E van Doren. Clean construction protocol for the National Ignition Facility beampath and utilities[J]. Journal of the IEST, 2003, 46(1): 85-97.
- 12 International Organization for Standardization. ISO 14644-9. Cleanrooms and Associated Controlled Environments—Part 9: Classification of Surface Cleanliness by Particle Concentration[S]. Switzerland: ISO, 2012.
- 13 G Guehenneux, M Veillerot, I Tovena. Evaluation of the airborne molecular contamination inside the LIL[J]. Nucl Instrum, 2006, 557(2): 676-683.
- 14 J Honing. Cleanliness improvements of national ignition Facility amplifiers as compared to previous large-scale lasers[J]. Opt Eng, 2004, 43(12): 2904-2911.
- 15 Sun Chengwei, Lu Qisheng, Fan Zhengxiu, *et al.*. Laser Irradiation Effect[M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2002: 264-267.
孙承伟, 陆启生, 范正修, 等. 激光辐照效应[M]. 北京: 国防工业出版社, 2002: 264-267.

- 16 Wang Libin, Ma Weixin, Ji Lailin, *et al.*. Influence of metal particles on damage threshold of fused silica at 3ω [J]. Chinese J Lasers, 2012, 39(5): 0502004.
王立斌, 马伟新, 季来林, 等. 三倍频激光下金属颗粒对熔石英元件损伤阈值的影响[J]. 中国激光, 2012, 39(5): 0502004.
- 17 Wei Chaoyang, He Hongbo, Shao Jianda, *et al.*. Thermodynamics damage of optical coatings induced by absorbing inclusion thermal irradiation[J]. Acta Optica Sinica, 2008, 28(4): 809–812.
魏朝阳, 贺洪波, 邵建达, 等. 吸收杂质热辐射诱导光学薄膜破坏的热力机制[J]. 光学学报, 2008, 28(4): 809–812.
- 18 F Y Génin, A Salleo, T V Pistor, *et al.*. Role of light intensification by cracks in optical breakdown on surfaces[J]. J Opt Soc Am A, 2001, 18(10): 2607–2616.
- 19 M D Feit, M R Rubenchik. Laser intensity modulation by nonabsorbing defects[C]. Second International Conference on Solid State Lasers for Application to ICF, 1997.
- 20 Guo Yajing, Tang Shunxing, Tang Qing, *et al.*. Study of laser-induced damage in fused silica by 351nm laser near-field irradiation [J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(5): 0502004.
郭亚晶, 唐顺兴, 唐 清, 等. 基于激光近场辐照的 351 nm 激光诱导熔石英损伤研究[J]. 中国激光, 2013, 40(5): 0502004.
- 21 Y F Lu, Y W Zhen, W D Song. Characterization of ejected particles during laser cleaning[J]. Journal of Applied Physics, 2000, 8(1): 549–552.

栏目编辑: 宋梅梅