

# 光学元件激光诱导损伤分析及实验研究

王洪祥, 沈璐\*, 李成福, 白桦, 周岩

哈尔滨工业大学机电工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001

**摘要** 通过激光损伤实验,系统分析了传统研磨抛光加工工艺中表面杂质、刻蚀时间、亚表层缺陷和划痕宽深比对熔石英元件激光损伤阈值的影响。结果表明:擦洗后熔石英元件的激光损伤阈值为  $21.6 \text{ J/cm}^2$ ,未经擦洗的元件的激光损伤阈值为  $11.28 \text{ J/cm}^2$ ,受表层杂质影响激光损伤阈值大幅度降低,而有缺陷位置处的激光损伤阈值明显比无缺陷位置处的低。刻蚀时间的增加会使工件表面粗糙度和缺陷尺寸逐渐增大,导致光学元件激光损伤阈值大幅度下降,因此需要合理选择化学刻蚀时间。亚表层缺陷会对入射光场产生调制作用,造成局部区域反射光、散射光及入射光相互叠加,最终导致材料破坏而产生激光损伤。随着刻蚀时间的增加,划痕的宽深比会逐渐增大,可以逐渐减弱划痕对光场的调制作用,从而降低激光损伤发生的概率。

**关键词** 激光制造; 激光损伤阈值; 表层杂质; 亚表面缺陷; 化学刻蚀

**中图分类号** TG580.692

**文献标识码** A

**doi:** 10.3788/CJL201744.0302006

## Analysis and Experimental Investigation of Laser Induced Damage of Optics

Wang Hongxiang, Shen Lu, Li Chengfu, Bai Hua, Zhou Yan

School of Mechatronics Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin, Heilongjiang 150001, China

**Abstract** The influences of surface impurities, etching time, subsurface defects and the width to depth ratio on the laser damage threshold of fused silica optics in the traditional grinding and polishing process are systematically analyzed by laser damage experiments. Results show that the laser damage thresholds are  $21.6 \text{ J/cm}^2$  and  $11.28 \text{ J/cm}^2$  for wiped and non-wiped optics, respectively. The laser damage threshold is greatly reduced by the surface impurities, while the laser damage threshold at the defect area is significantly lower than that at no defect area. The increase of the etching time increases the surface roughness and defect size of the workpiece, which leads to a significant decrease in the laser damage threshold of the optics, so a reasonable choice of chemical etching time is required. The incident light field can be modulated by subsurface defects, resulting in local area reflected light, scattered light and incident light superimposed on each other, eventually leading to laser damage of optical material. The width to depth ratio of the scratch increases with the etching time, which can gradually weaken the scratch on the light field modulation, thereby the probability of occurrence of laser damage for fused silica optics is reduced.

**Key words** laser manufacturing; laser damage threshold; surface impurity; subsurface defect; chemical etching

**OCIS codes** 140.3330; 160.4670; 160.3380

## 1 引言

熔石英是  $\text{SiO}_2$  的一种非晶体形态,具有非常理想的光学性能,广泛应用于基频和三倍频波段<sup>[1]</sup>。但在熔石英切割、研磨、抛光和清洗过程中,不可避免地会在工件表面/亚表面区域产生各种缺陷和杂质,这些扩展到表面以下深度几微米甚至几百微米的缺陷和杂质大大降低了高功率固体激光装置的负载能力,而高负载能力是激光装置高通量、低成本稳定运行的重要保证<sup>[2-3]</sup>。王毅等<sup>[4]</sup>发现亚表面划痕、裂纹等缺陷对激光电磁场存在强烈的调制作用,会造成局部高强度电场,堆积的热效应导致局部温度升高。而杂质会强烈吸收辐照的激光能量,致使杂质所在区域的温度剧烈升高,引发光学元件出现热熔化或热炸裂,从而严重影响元

收稿日期: 2016-10-18; 收到修改稿日期: 2016-12-01

基金项目: 国家自然科学基金(51475106, 51475119)、国防基础科研科学挑战专题(JCKY2016212A506-0503)

作者简介: 王洪祥(1967—),男,博士,教授,主要从事超精密加工及检测技术方面的研究。E-mail: whx@hit.edu.cn

\* 通信联系人。E-mail: shenluhit@163.com

件的激光承载能力<sup>[5-6]</sup>。因此,研究者一直试图通过化学刻蚀、紫外和 CO<sub>2</sub> 激光预处理、磁流变抛光以及离子束抛光等方法来减小激光损伤产生密度,以提高激光系统中光学元件抗激光损伤的能力<sup>[7]</sup>。

为了提高熔石英元件表面激光诱导损伤阈值(LIDT),赵东峰等<sup>[8]</sup>利用超声波辅助氢氟酸(HF)刻蚀研究了光学元件表面缺陷形貌和残留物去除效果,结果表明超声波场的引入能有效提高裂纹钝化效果,更容易剥离嵌入亚微米级杂质粒子。万稳等<sup>[9]</sup>提出磁流变抛光结合 HF 刻蚀的复合工艺方法来提高紫外熔石英元件抗激光损伤能力。Ye 等<sup>[10]</sup>发现熔石英的激光损伤阈值随 HF 浓度和刻蚀时间的增加呈现先增加后下降的变化趋势,而熔石英玻璃的硬度与杨氏模量及激光损伤阈值并无直接联系。Suratwala 等<sup>[11]</sup>认为单纯使用 HF 溶液刻蚀并不是最好的处理方法, HF 与熔石英反应生成的六氟硅酸负离子具有有限的溶解度,沉积在样品表面将会导致熔石英元件表面粗糙度增大和激光损伤阈值降低。Suratwala 等<sup>[11]</sup>提出了先进缓冲刻蚀工艺(AMP),在化学刻蚀元件的同时引入多频段高频超声波,提高了反应生成物的传输速率和溶解度,从而有效地去除了一些杂质、亚表面裂纹和硅质沉积物等,使光学元件抗激光损伤能力显著提高。

综上所述,尽管国内外学者在提高光学元件抗激光损伤能力和抑制初始损伤增长等方面进行了大量研究工作,但大部分研究只是停留在理论分析阶段,并没有进行实验验证。国内对光学元件的激光损伤问题研究还处于起步阶段,光学元件的负载能力普遍偏低,激光损伤阈值还有很大的提升空间,一些关键问题亟待解决。激光损伤的过程较为复杂,是多种因素共同作用的结果,本文深入开展了光学元件激光诱导损伤机理分析及实验工作,研究了表面杂质、刻蚀时间、亚表层缺陷和划痕宽深比对光学元件激光损伤阈值的影响规律,以便更好地改进加工工艺方法和控制化学刻蚀进程,进一步提高光学元件的抗激光损伤能力。

## 2 激光损伤实验装置

实验中使用的激光损伤测试系统示意图见图 1,激光器可输出三倍频波长为 355 nm、脉宽为 10 ns 和光斑直径为 390  $\mu\text{m}$  呈高斯分布的激光光束。半波片可连续改变激光脉冲的能量,在实验光路上设置的分束片将激光分为两束,反射激光的能量使用能量计进行测量,实现激光能量的实时监测,透射的激光经过聚焦透镜汇聚到熔石英元件表面。被检测元件被夹持在三维微动平台上,可以进行角度和位移的微调整,并采用 Normaski 显微镜观测熔石英元件的激光损伤形貌。具体操作步骤为:先使用能量较小的激光照射光学元件上的待检测点,如未观察到激光损伤的发生,则对该检测点逐渐增加能量进行辐照,直到发生激光损伤为止,并将产生损伤的激光通量作为该点的损伤阈值。一般需要检测样品上多点的损伤阈值,并以多点损伤阈值的均值作为检测样品的损伤阈值。

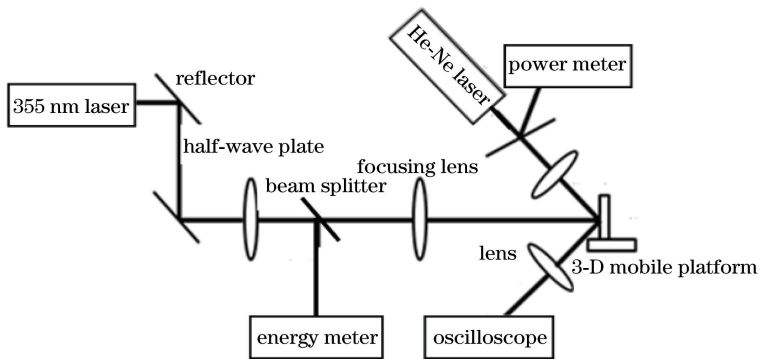


图 1 激光损伤测试系统示意图

Fig. 1 Schematic diagram of laser damage testing system

## 3 表层杂质对激光损伤阈值的影响

为了验证表面杂质对激光损伤的影响,实验选用两块规格为  $\Phi 30 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  的熔石英元件,用相同的研磨和抛光过程进行加工。其中一块使用蘸有丙酮的卫生棉擦拭干净,晾干后在强光下肉眼无法看到表面有杂质存在,见图 2(a);另一块在加工后只用去纯水冲洗熔石英表面,而不进行手工擦洗,晾干后可以观察到表面被一层白色抛光残留物所覆盖,见图 2(b)。

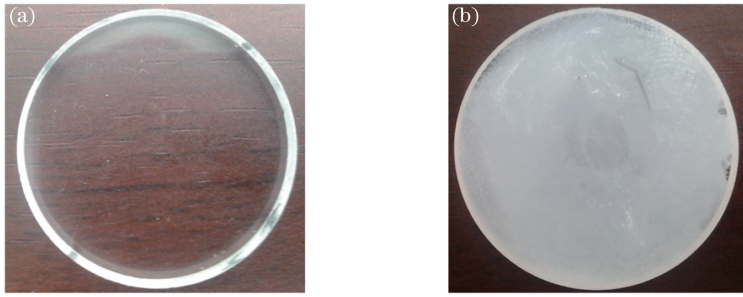


图 2 熔石英元件外观。(a) 擦洗后的熔石英元件；(b) 未经擦洗的熔石英元件

Fig. 2 Appearance of fused silica optics. (a) Fused silica optics after wiping; (b) fused silica optics without wiping

对两块熔石英进行激光损伤实验,每块熔石英上检测 5 个位置的损伤阈值,取其平均值作为每块熔石英的损伤阈值,检测结果如图 3 所示。

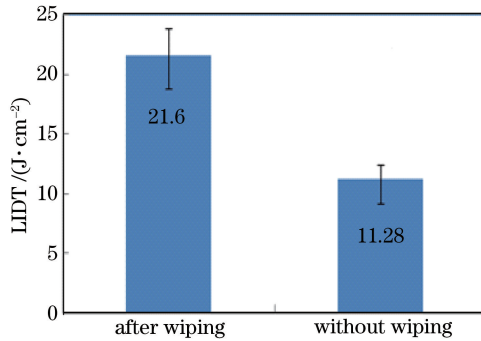


图 3 不同处理方法得到的激光损伤阈值

Fig. 3 Laser damage thresholds obtained by different treating methods

可见,表面清洗干净的熔石英元件激光损伤阈值为 21.6 J/cm<sup>2</sup>,而未经擦洗的熔石英由于表面覆盖着一层以氧化铈为主的抛光杂质,极大地降低了元件的激光承载能力,测得的激光损伤阈值只有 11.28 J/cm<sup>2</sup>。另外,这两块熔石英在打靶后损伤形貌上也有一定差异,经过擦洗的熔石英上损伤点大多聚集在一起(见图 4),与激光束高斯分布的规律相符合。而未擦洗的元件上损伤点比较分散(见图 5),这说明照射在未擦洗元件上的激光受到表层杂质影响,光场能量被杂质颗粒所吸收,改变了光场强度的分布,从而导致这种离散分布损伤点的出现,造成了元件激光损伤阈值的降低。

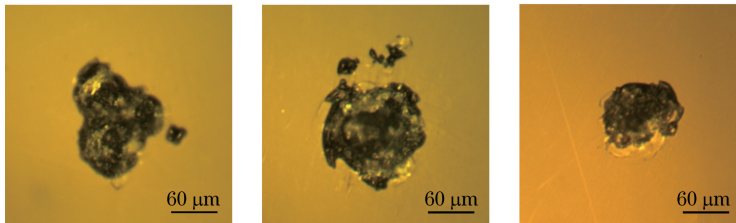


图 4 擦洗元件上的激光损伤形貌

Fig. 4 Laser damage morphology on wiped optics

#### 4 刻蚀时间对激光损伤阈值的影响

化学刻蚀利用刻蚀液与被刻蚀材料间发生化学反应,通过控制化学反应条件来去除被刻蚀材料,不但可以将沉积在表面水解层中的杂质去除,还能使亚表层缺陷钝化。随着裂纹的打开,吸附在亚表层缺陷中的杂质也能溶解到溶液中。随着化学刻蚀深度的不断增加,工件表层的杂质含量会越来越少,但同时暴露出的亚表层缺陷也逐渐增多,这会降低光学元件的表面质量,刻蚀不同时刻检测得到的熔石英元件原子力显微镜(AFM)形貌图如图 6 所示。

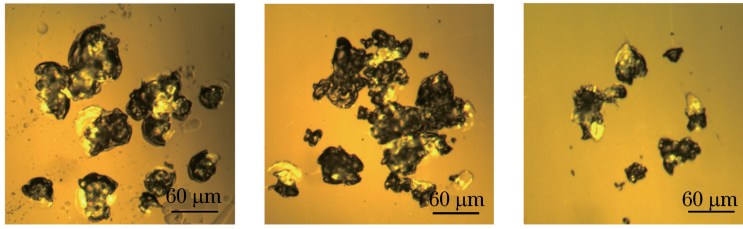


图 5 未擦洗元件上的激光损伤形貌

Fig. 5 Laser damage morphology on non-wiped optics

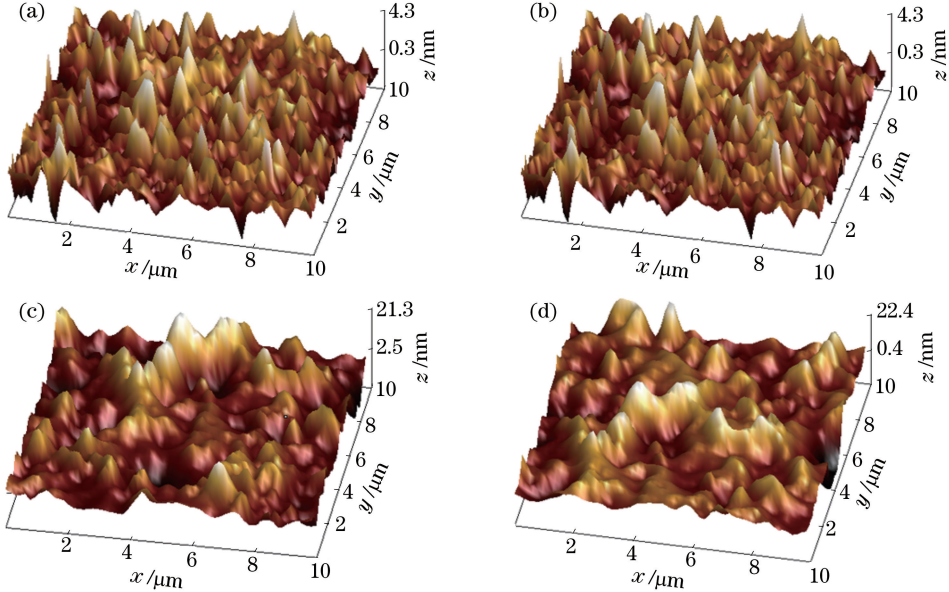


图 6 刻蚀不同时刻检测得到的熔石英元件 AFM 形貌。(a) 刻蚀时间为 10 min; (b) 刻蚀时间为 30 min; (c) 刻蚀时间为 275 min; (d) 刻蚀时间为 395 min

Fig. 6 AFM surface morphology of fused silica optics at different etching time. (a) Etching for 10 min; (b) etching for 30 min; (c) etching for 275 min; (d) etching for 395 min

刻蚀过程中工件表面粗糙度随刻蚀时间的变化趋势如图 7 所示,而经过激光损伤实验得到的激光损伤阈值随刻蚀时间的变化如图 8 所示。

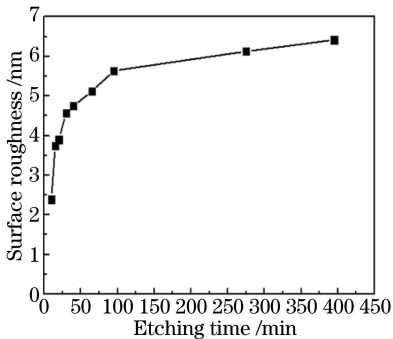


图 7 表面粗糙度随刻蚀时间的变化趋势

Fig. 7 Variation trend of surface roughness with etching time

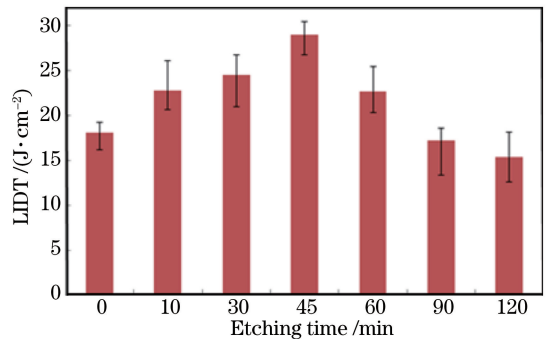


图 8 激光损伤阈值随刻蚀时间的变化

Fig. 8 Change of laser damage threshold with etching time

由图 7~8 可见,当化学刻蚀时间低于 45 min 时,激光损伤阈值随刻蚀时间的延长而增大,在该阶段激光损伤阈值由 18.15 J/cm<sup>2</sup> 增大到 28.96 J/cm<sup>2</sup>。刻蚀时间超过 45 min 后,激光损伤阈值逐渐降低,当刻蚀时间达到 90 min 时,激光损伤阈值已接近未刻蚀的熔石英元件。刻蚀 45 min 所对应的刻蚀深度为 1076 nm,表面的水解层已经被全部刻蚀掉,在该处含 Ce 元素的杂质含量已经降到 0.09%~0.16% (质量分

数)之间。刻蚀时间超过 45 min 后,得到的较差表面质量已经严重影响了光学元件的激光损伤阈值,此时激光损伤阈值没有随杂质含量降低而提高,反而因表面质量变差造成入射光场增强,引起激光损伤阈值大幅下降。因此,较长时间的化学刻蚀会使工件表面粗糙度逐渐变大,最终导致光学元件激光损伤阈值的大幅度下降,因此需要确定合适的刻蚀时间和刻蚀深度。

### 5 亚表层缺陷对激光损伤阈值的影响

为了分析亚表层缺陷对激光损伤阈值的影响,分别对熔石英亚表层缺陷处和非缺陷处进行激光损伤测试实验,对比分析不同位置处激光损伤阈值的变化状况。在刻蚀后的熔石英元件缺陷处和非缺陷处各选择 3 个点进行激光损伤实验,并检测其激光损伤阈值,为避免因激光辐照处理带来的影响,每个检测点的间距应大于激光束的光斑半径。实验得到的激光损伤点显微放大图像,激光损伤阈值检测结果。

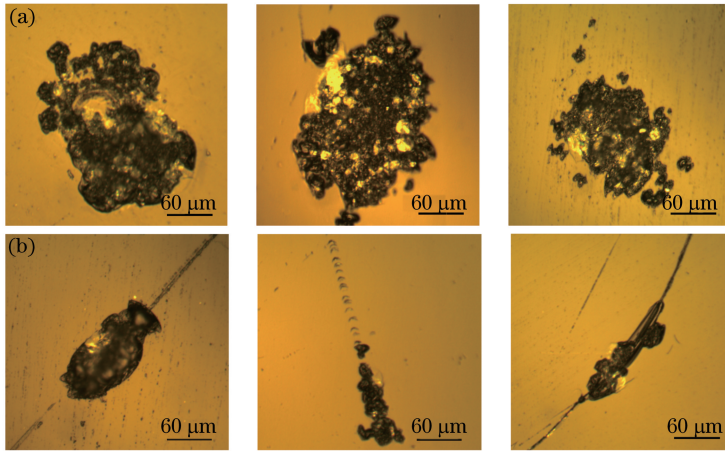


图 9 非缺陷和缺陷处激光损伤点的显微放大图像。(a) 非缺陷处激光损伤点形貌; (b) 缺陷处激光损伤点形貌

Fig. 9 Microscopic magnified images of laser damage points at non-defect and defect area.

(a) Laser damage points at non-defect area; (b) laser damage points at defect area

表 1 不同位置处激光损伤阈值

Table 1 Laser damage thresholds at different locations

$J \cdot cm^{-2}$

Position	Defect area	Non-defect area
1	18.36	22.09
2	16.51	21.46
3	18.15	24.63
Average	17.67	22.73

由表 1 可见,缺陷位置处的激光损伤阈值明显比非缺陷处低。非缺陷处激光损伤点形貌以麻点状损伤为主,在激光的作用下光学元件表面局部位置温度急剧升高并超过了材料的熔点,发生了热熔化甚至出现烧蚀的情况。激光辐照在元件表面上为圆形的光斑,产生的麻点常会聚集在一起,形成较大的损伤坑。而缺陷处激光损伤点形貌以裂纹型损伤为主,激光辐照产生的热应力引起材料发生破裂。初始损伤出现后继续增大激光的能量,会造成损伤点增多和损伤面积增大,进一步加剧了光场的调制和损伤的扩展,最终导致光学元件激光损伤阈值降低。

### 6 划痕宽深比对激光损伤阈值的影响

工件表面上各条划痕在形态、结构及尺寸上的差异较大,且同一条划痕在不同位置处也有所不同,为深入研究划痕尺寸随刻蚀时间的变化状况,需要针对一条划痕同一位置进行原位测量。为了便于寻找同一条划痕,先在熔石英表面用玻璃刀划出两条较粗的、十字交叉的划痕,然后在粗划痕的交点处寻找到一条特征明显的小划痕,以此作为研究对象。将元件放入 5% HF+10% NH<sub>4</sub>F(质量分数)的刻蚀液刻蚀不同时间,每次刻蚀完后用原子力显微镜检测划痕的三维形貌,得到的划痕原子力显微图像如图 10 所示。可见,两条划

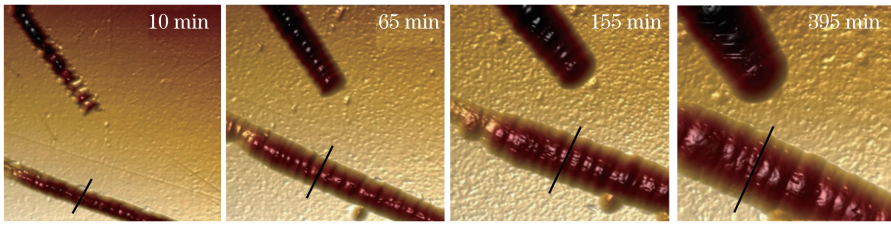


图 10 不同刻蚀时间划痕的 AFM 形貌

Fig. 10 AFM morphology of scratches at different etching time

痕随着刻蚀时间的增加,其宽度明显变大并且划痕逐渐靠近,在刻蚀时间达到 10 h 时,观察到两条划痕最终聚合到了一起。

选取下方的划痕来分析其尺寸的变化状况,在黑线处做切片获得划痕宽度和深度信息,划痕同一位置处深度和宽度随刻蚀时间的变化趋势如图 11 所示。可见,划痕深度的变化明显分为两个阶段,第一阶段划痕的深度增长迅速,可以认为是在划痕的下部有向下扩展的微裂纹,裂纹处虽然宽度较小,但也会有刻蚀液的渗入,随着裂纹逐渐被暴露出来,使得划痕的深度不断增加。第二阶段划痕深度基本不变,裂纹已经完全被打开,此时已经刻蚀到了材料的基体,划痕的深度不再继续增加。

对于划痕宽度的变化也可以分为两个阶段,第一阶段的刻蚀速率要略大于第二阶段的刻蚀速率,且两个阶段中宽度随刻蚀时间呈线性递增的规律。两个阶段的分界点与划痕深度变化非常接近,可将该处认为是亚表层与熔石英基体的分界处,据此也可解释两个阶段刻蚀速率存在差异的原因。因为第二阶段刻蚀的材料为熔石英基体,基体材料与亚表层相比更加致密,所以刻蚀速率会略有降低。

为了验证划痕宽深比对激光损伤阈值的影响,进行如下实验:在刻蚀 10 min 后的熔石英光学元件上找到 5 处划痕缺陷,使用原子力显微镜检测出每条划痕的宽深比,并在检测位置处进行激光损伤实验,得到划痕宽深比与该处激光损伤阈值的关系如图 12 所示。可见,宽深比越大的位置检测得到的激光损伤阈值越大。

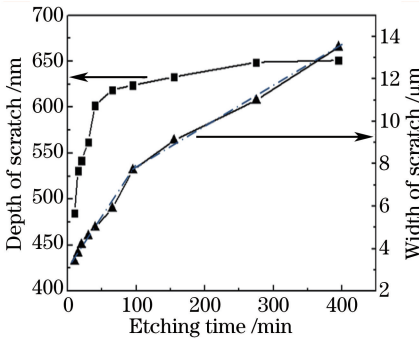


图 11 划痕深度和宽度随时间的变化趋势

Fig. 11 Variation trends of depth and width of scratches with etching time

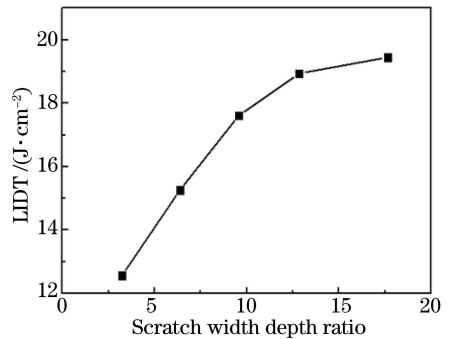


图 12 划痕宽深比与激光损伤阈值的关系

Fig. 12 Relationship between scratch width-depth ratio and laser damage threshold

## 7 结 论

研究了表面杂质、刻蚀时间、亚表层缺陷和划痕宽深比对光学元件激光损伤阈值的影响,结果表明:

1) 随刻蚀时间的增加,工件表面粗糙度和缺陷尺寸逐渐增大,造成元件表面整体质量变差,这种变化会导致光学元件激光损伤阈值的大幅度下降,刻蚀 45 min 时,激光损伤阈值最大。

2) 缺陷位置处的激光损伤阈值明显比非缺陷处的阈值低,亚表层缺陷会对入射光场产生调制作用,造成局部区域反射光、散射光及入射光相互叠加而引起光场强度增强,最终导致材料发生电离形成高能离子区,进而造成材料的破坏而产生激光损伤。

3) 随着刻蚀时间的增长,划痕的宽深比会逐渐增大,可以逐渐减弱划痕对光场强度的调制,从而降低激光损伤发生概率。化学刻蚀还可以将划痕的尖锐部分以及裂纹的尖端钝化为较平缓的圆弧形,从而减少应

力集中的发生。另外,宽深比越大位置检测得到的激光损伤阈值越大。

## 参 考 文 献

- [1] Huang Wanqing. Study on laser induced damage on the surface of large diameter fused silica [D]. Mianyang: China Academy of Engineering Physics, 2009: 1-16.  
黄晚晴. 大口径熔石英元件表面激光损伤特性研究[D]. 绵阳: 中国工程物理研究院, 2009: 1-16.
- [2] Hoshino T, Kurata Y, Terasaki Y, *et al.* Mechanism of polishing of SiO<sub>2</sub> films by CeO<sub>2</sub> particles[J]. Journal of Non-crystalline Solids, 2001, 283(1): 129-136.
- [3] Kamimura T, Akamatsu S, Horibe H, *et al.* Enhancement of surface-damage resistance by removing subsurface damage in fused silica and its dependence on wavelength[J]. Japanese Journal of Applied Physics, 2004, 43: 1229-1231.
- [4] Wang Yi. Study on the mechanism and experimental technology of subsurface defect induced damage [D]. Mianyang: China Academy of Engineering Physics, 2005: 6-15.  
王毅. 亚表面缺陷诱导损伤的机理与实验技术研究[D]. 绵阳: 中国工程物理研究院, 2005: 6-15.
- [5] Wang Jinghe, Zhang Lei, Wang Hongxiang, *et al.* Fused quartz subsurface damage detecting method based on confocal fluorescence microscopy[J]. Chinese J Lasers, 2015, 42(4): 0406004.  
王景贺, 张磊, 王洪祥, 等. 基于荧光共聚焦技术熔石英亚表层损伤检测方法[J]. 中国激光, 2015, 42(4): 0406004.
- [6] Stolz C J, Menapace J A, Sehaeffers K I. Laser damage initiation and growth of antireflection coated S-FAP crystal surfaces prepared by pitch lap and magnetorheological finishing[C]. SPIE, 2005, 5991: 59911I.
- [7] Bass I L, Guss G M, Nostrand M J, *et al.* An improved method of mitigating laser induced surface damage growth in fused silica using a rastered, pulsed CO<sub>2</sub> laser[C]. SPIE, 2010, 7842: 784220.
- [8] Zhao Dongfeng, Wu Rong, Lin Zunqi, *et al.* Acid etching combined with ultrasonic for improving laser damage threshold of fused silica[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2015, 27(1): 1-6.  
赵东峰, 邬融, 林尊琪, 等. 超声波辅助酸蚀提高熔石英损伤阈值[J]. 强激光与粒子束, 2015, 27(1): 1-6.
- [9] Wan Wen, Dai Yifan, Shi Feng, *et al.* Improving the laser damage performance of fused silica by combining magnetorheological finishing with HF acid etching[J]. Journal of National University of Defense Technology, 2015, 37(6): 8-11.  
万稳, 戴一帆, 石峰, 等. 提升熔石英抗激光损伤性能的磁流变与 HF 刻蚀结合方法[J]. 国防科技大学学报, 2015, 37(6): 8-11.
- [10] Ye H, Li Y G, Yuan Z G, *et al.* Improving UV laser damage threshold of fused silica optics by wet chemical etching technique[C]. SPIE. 2015, 9532: 953221.
- [11] Suratwala T I, Miller P E, Bude J D, *et al.* HF-Based etching processes for improving laser damage resistance of fused silica optical surfaces[J]. Journal of the American Ceramic Society. 2011, 94(2): 416-428.