

# 强激光辐照前后钕玻璃中铂金颗粒夹杂物的 电子探针显微分析

程继萌<sup>1,2</sup>, 温磊<sup>1</sup>, 周秦岭<sup>1</sup>, 倪加川<sup>1</sup>, 陈伟<sup>1\*</sup>, 胡丽丽<sup>1</sup>

<sup>1</sup>中国科学院上海光学精密机械研究所高功率激光单元技术研发中心, 上海 201800;

<sup>2</sup>中国科学院大学材料与光电研究中心, 北京 100049

**摘要** 采用电子探针显微分析(EPMA)技术分析和研究了强激光辐照前后连续熔炼钕玻璃中铂金颗粒的各种形态。强激光辐照后的铂金颗粒夹杂物呈现出 3 种典型的 EPMA 形貌,这是铂金颗粒吸收激光能量引起的热应力和蒸气压共同作用的结果,钕玻璃的热力学性质对其形态也有一定影响。对比锆和锡夹杂物的 EPMA 分布特性可以发现铂、锆、锡被共同包裹的现象。

**关键词** 材料; 钕玻璃; 铂金颗粒夹杂物; 电子探针显微分析; 强激光辐照检测

中图分类号 TQ171

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201946.0303001

## Electron Probe Micro-Analysis for Platinum Particle Inclusions in Nd:Glass Before and After Intense Laser Irradiation

Cheng Jimeng<sup>1,2</sup>, Wen Lei<sup>1</sup>, Zhou Qinling<sup>1</sup>, Ni Jiachuan<sup>1</sup>, Chen Wei<sup>1\*</sup>, Hu Lili<sup>1</sup>

<sup>1</sup>R & D Center of High Power Laser Components, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;

<sup>2</sup>Center of Materials Science and Optoelectronics Engineering, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

**Abstract** The electron probe micro-analyzer (EPMA) technology is used to analyze and study various forms of platinum (Pt) particle inclusions in continuous-smelted Nd:glass before and after intense laser irradiation. After intense laser irradiation, platinum particle inclusions exhibit three typical EPMA morphology. Their forms come from the joint result of the thermal stress and vapor pressure caused by platinum particles absorbing laser energy. The thermodynamic properties of Nd:glass also have an effect on the morphology. The phenomenon of Pt-Zr-Sn being co-wrapped is found by comparing the EPMA distribution characteristics of zirconium and stannum impurity inclusions.

**Key words** materials; Nd:glass; platinum particle inclusion; electron probe micro-analyzer; detection by high power laser irradiation

**OCIS codes** 160.4670; 300.6560; 140.3380; 140.3330

## 1 引 言

掺钕磷酸盐激光玻璃(以下简称钕玻璃)是高功率惯性约束(ICF)激光驱动系统中最核心的激光增益物质,其内部铂金(Pt)颗粒的破坏情况对整体 ICF 激光的输出具有决定性影响<sup>[1-3]</sup>。在钕玻璃的连续熔炼过程中,由于熔制系统的坩埚以及玻璃成

型漏料连接管等部位使用了铂金材料,易在熔炼过程中形成铂金颗粒<sup>[4-7]</sup>。而铂金颗粒对激光的吸收能力比光学材料的本征吸收高几个数量级<sup>[8]</sup>,这是导致光学材料产生激光破坏的一个主要原因。钕玻璃作为放大级的增益介质,需要承受很大的激光能量和功率密度<sup>[9-11]</sup>。ICF 驱动器中有数千片钕玻璃,在激光传输过程中,如果其内部存在铂金颗粒,

收稿日期: 2018-11-15; 修回日期: 2018-12-13; 录用日期: 2018-12-21

基金项目: 国家重点专项钕玻璃基金

\* E-mail: weichen@siom.ac.cn

就可能会发生铂金颗粒炸裂的情况,从而影响整个装置的运行。

由于强激光装置中钕玻璃片的数量极其庞大,而单坩埚熔炼的熔制效率较低,无法满足装置对钕玻璃片的需求。为此,胡丽丽等<sup>[1]</sup>使用连续熔炼方法来提高钕玻璃片的熔制效率,但是,一旦连续熔炼工艺参数出现异常,就可能会连续出现钕玻璃片报废的情况。因此,对连续熔炼钕玻璃片进行强激光辐照,并对辐照后出现的炸点进行电子探针显微分析(EPMA),不仅可以得到高于光学显微镜分辨率的炸点形貌图像及各杂质元素的成分分布特征,还有利于分析连续熔炼钕玻璃中铂金颗粒的形成机理,为钕玻璃连续熔炼工艺的优化提供依据。

早期已有对光学玻璃内部杂质诱导破坏机理的理论模拟<sup>[12]</sup>,Bonneau等<sup>[13-14]</sup>报道了杂质吸收导致的熔坑及基体炸裂过程的实验观察和数值模拟。Gruzdev等<sup>[15]</sup>对非吸收杂质的计算表明:在强激光场下,它们也是光学材料破坏的源头。关于钕玻璃中铂金颗粒的破坏情况,Raze等<sup>[16]</sup>采用光学显微技术研究了强激光辐照下铂金颗粒炸点的扩展图像,程继萌等<sup>[17]</sup>也采用光学显微技术研究了强激光辐照后铂金颗粒的形貌特征。而本文则采用EPMA技术,对连续熔炼钕玻璃中的铂金颗粒进行了强激光辐照前后的分析,不仅得到了高分辨率的形貌特征,还得到了各成分分布信息。另外还研究了析晶、锡铅颗粒等缺陷在强激光辐照前后的EPMA形貌。

## 2 实 验

强激光辐照装置采用中国科学院上海光学精密

机械研究所激光玻璃中心自行研制的大口径钕玻璃铂金颗粒扫描平台,激光输出能量最大为10 J,脉宽为10 ns,输出频率为10 Hz。在后续光束整形系统的配合下,激光能量密度为 $1.06\sim 20\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ 。采用日本电子株式会社的JXA-8230电子探针显微分析仪对样品进行元素分析,其电子束加速电压为15 kV,电流大小为 $1\times 10^{-8}\text{ A}$ ,在钕玻璃样品表面选择杂质点区域进行面扫描分析测试。采用日本尼康公司的SMZ-18型体视显微镜对铂金颗粒夹杂物进行观察,其最小分辨率可达 $10\text{ }\mu\text{m}$ 量级。

选取了内部含各种夹杂的连续熔炼钕玻璃进行强激光辐照和EPMA分析测试,样品种类包括:内部含有气泡的钕玻璃、内部含有析晶颗粒的钕玻璃、内部含有铂金包裹物和铅锡包裹物的钕玻璃。此外,对于含有析晶颗粒、铂金包裹物、铅锡包裹物的钕玻璃,还要进行电感耦合等离子体(ICP)成分分析。对于测试结果中组分与正常钕玻璃一致的,认定其为含有析晶颗粒物的钕玻璃;对于铂含量较高的,认定其为含有铂金包裹物的钕玻璃;对于铅锡含量较高的,认定其为含有铅锡包裹物的钕玻璃。将待测钕玻璃片的两大面抛亮后,用大口径钕玻璃铂金颗粒扫描平台对其进行强激光辐照。使用体视显微镜观察钕玻璃内部,将辐照后出现炸点位置附近的钕玻璃取出,加工成 $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 的小样品。当表面被细磨至接近炸点位置后,将样品放置于酒精中进行超声清洗,以去除表面的研磨剂,再在测试表面镀碳,然后进行EPMA成分分析。表1列出了上述样品的编号及其对应的强激光辐照实验参数。

表1 光学显微和EPMA用连续熔炼钕玻璃样品

Table 1 Continuous-smelted Nd:glass samples for optical microscopy and EPMA

Sample number	Sample description	Intense laser irradiation conditions	Corresponding figure number
1	Containing bubbles	$5\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ irradiation for 30 times	Fig. 1(a)
2	Containing crystallization particles	Unirradiated	Fig. 1(b)
3	Containing crystallization particles	Unirradiated	Fig. 2
4	Contains Pt particle inclusions	Unirradiated	Fig. 3
5	Contains Pt particle inclusions	$5\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ irradiation for 30 times	Fig. 4
6	Contains Pt particle inclusions	$5\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ irradiation for 30 times	Fig. 5
7	Contains Pt particle inclusions	$5\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ irradiation for 30 times	Fig. 6
8	Contains Zr-Sn particle inclusions	Unirradiated	Fig. 7(a)
9	Contains Zr-Sn particle inclusions	Unirradiated	Fig. 7(b)

## 3 结果与讨论

图1(a)为钕玻璃片内部气泡的光学显微照片,这些气泡为熔制过程中因搅拌而引入的外部气泡,

以及玻璃液中析出的内部气泡,它们均为球状。在体视显微镜同轴照明观测时,可以看到一个中间明亮的暗色圆环,如图1(a)所示。由于气泡形状较为规则,只有在接近垂直于同轴照明的气泡顶部位置,

才可以使光线原路返回显微镜而被观测到。对于偏离同轴照明的位置,由于其表面与同轴光的角度较大,反射光无法到达显微镜而呈现暗色,最终在显微镜视场内观测到中间明亮的暗色圆环。强激光辐照后发现:钕玻璃内部的各种气泡一般不会因激光的辐照而发生炸裂。

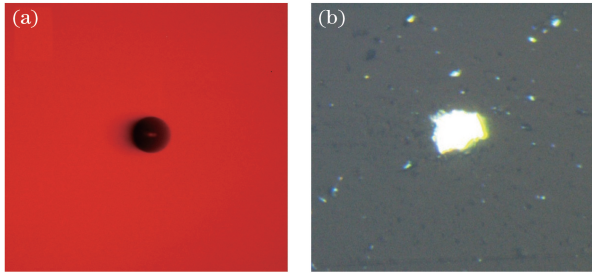


图 1 光学显微照片。(a)钕玻璃内部的气泡;(b)析晶颗粒  
Fig. 1 Optical micrographs. (a) Bubble in Nd<sup>3+</sup> glass;  
(b) crystallization particles

图 1(b)为钕玻璃内部析晶颗粒的光学显微照片,其为不规则的颗粒状。如果玻璃成分和熔制工艺没有优化,或玻璃液化学组分出现不均匀等情况时,有可能在钕玻璃内部出现析晶颗粒,且析晶颗粒一旦出现就会成片分布。在采用体视显微镜同轴照

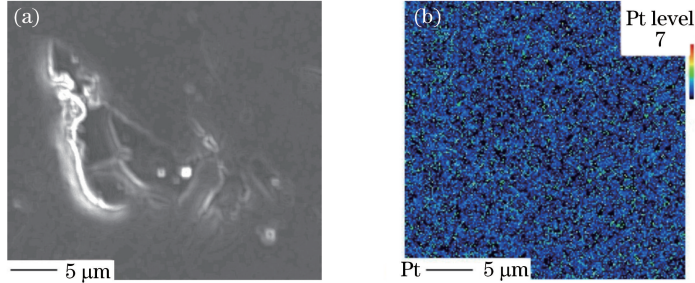


图 2 钕玻璃内部的颗粒物。(a)电子显微成像;(b) EPMA 分析结果  
Fig. 2 Particles inside Nd<sup>3+</sup> glass. (a) Electron microscopy imaging; (b) EPMA analysis

由于铂金搅拌器或铂金坩埚在玻璃液的长期冲刷下会发生机械摩擦,导致铂金颗粒从基体上剥落而进入玻璃液内部,这种铂金颗粒的尺寸通常较大,外形较规整,呈条状或多边形块状<sup>[18]</sup>。对钕玻璃连续熔炼设备进行优化设计后,这种机理导致的铂金颗粒的情况没有再次出现。另一种铂金颗粒产生的机理<sup>[18]</sup>是在钕玻璃熔制过程中,熔融状态的钕玻璃液内部的铂重新析出,并形成类似于析晶颗粒的铂金包裹物。这种铂金包裹物一般尺寸较小,仅有几微米或十几微米。

如图 3(a)所示,在强激光辐照前的铂金包裹物中,EPMA 分析结果表明铂元素的分布并不均匀,由几个富含铂元素的细丝和小颗粒组成,细丝的宽

度仅为 2~3 nm。一般情况下,使用光学显微镜无法观察到这个尺度的铂金包裹物。同时,EPMA 的分析结果表明:在强激光辐照前,铂金包裹物的特征是铂元素分布相对集中,并没有各向同性地均匀扩散。这说明铂金包裹物在钕玻璃熔制过程中是逐渐生长的。由于整个熔制过程时间较长,也有可能形成了细长的条状包裹物结构。

明观测时,可以看到密布的明暗相间分布的颗粒状物质,绝大部分颗粒尺寸为几十微米或更小,其与钕玻璃的交界较为清晰,如图 1(b)所示。采用大口径钕玻璃铂金颗粒扫描平台检测该样品时发现,2 J·cm<sup>-2</sup>或更低的能量密度就会使钕玻璃内部的灰雾状析晶成束炸裂。

如上所述,通过光学显微镜已经可以准确判断钕玻璃中的气泡和析晶这两种包裹物缺陷,但是铂金包裹物缺陷的情况较为复杂。钕玻璃内部的铂金颗粒一般为几微米至几十微米不等,在工艺参数发生偏离时有可能零星出现,但一般不会成片出现,也没有类似于气泡的明显特征,仅仅依靠光学显微技术是无法判定其为铂金颗粒的,也难以发现析晶中混有铂金颗粒的情况。光学和电子显微分析无法提供组分信息,也无法对钕玻璃连续熔炼除铂金工艺的优化提出调整方向。图 2(a)为钕玻璃中存在的固体颗粒物的电子显微图像,但是图 2(b)的 EPMA 分析结果表明该颗粒物不是铂金颗粒。为了明确固体颗粒物的成分,有针对性地对钕玻璃连续熔炼除铂金工艺进行优化,需要对强激光辐照前后的钕玻璃中的铂金颗粒夹杂物进行 EPMA 成分分析。

由图 3(b)可以看出,铂金包裹物的中间残留了抛光时所使用的氧化铈抛光粉的成分,但铈的分布十分集中,在铂元素最为富集的地方并没有铈的存在,这说明在 EPMA 测试前的抛光制样过程中,氧化铈没有深入到铂金包裹物内部,没有破坏铂金包裹物的形态或改变铂金包裹物的成分。

度仅为 2~3 nm。一般情况下,使用光学显微镜无法观察到这个尺度的铂金包裹物。同时,EPMA 的分析结果表明:在强激光辐照前,铂金包裹物的特征是铂元素分布相对集中,并没有各向同性地均匀扩散。这说明铂金包裹物在钕玻璃熔制过程中是逐渐生长的。由于整个熔制过程时间较长,也有可能形成了细长的条状包裹物结构。

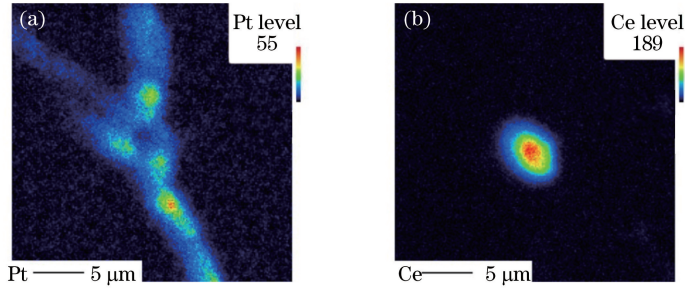


图 3 强激光辐照前钕玻璃内部铂金颗粒的 EPMA 分析结果。(a)铂元素分布;(b)铈元素分布  
Fig. 3 EPMA analysis of platinum particle inclusions in Nd:glass before intense laser irradiation.  
(a) Platinum element distribution; (b) cerium distribution

采用大口径钕玻璃铂金颗粒扫描平台,对存在铂金包裹物的钕玻璃进行强激光辐照时,  $2 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$  左右的激光辐照能量密度有可能导致铂金包裹物发生炸裂。在  $5 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$  左右的激光辐照能量密度和 30 次重复辐照的条件下,钕玻璃内部的铂金包裹物会充分炸裂,炸点尺寸不再继续扩展<sup>[16]</sup>。铂金包裹物的炸裂主要是由铂金强烈吸收激光后产生的热量造成的<sup>[8]</sup>。

在强激光辐照下,钕玻璃本身对激光的吸收很小,激光辐照所引起的温度变化也很小。而钕玻璃内部的铂金包裹物对激光的吸收很强,会在包裹物内部和周围形成局部高温,在钕玻璃内部产生很大的热应力。当铂金包裹物在强激光辐照下发生气化时,会产生很大的蒸气压,在钕玻璃内部形成附加应力。如果铂金包裹物吸热所产生的热应力超过了钕玻璃本身的抗拉强度,就会使包裹物周围的钕玻璃发生破碎或炸裂<sup>[19]</sup>。

假设一个球形杂质颗粒处于基质中,因其半径  $r$  相对较小,可视其处于无限大的基质中。忽略基质的吸收,主要考虑杂质的吸收系数  $\eta$ ,当强激光以辐照功率  $I$  入射到杂质颗粒时,单位体积吸收的能量  $P$  为<sup>[12]</sup>

$$P = 3\eta I / (4r). \quad (1)$$

杂质被强激光辐照后将产生热应力和蒸气压<sup>[19]</sup>。当铂金颗粒吸收的能量未导致气化时,玻璃的破裂主要来源于热应力;当吸收的能量足以导致气化时,玻璃的破裂主要来源于铂金包裹物气化后产生的蒸气压。在强激光辐照下,铂金包裹物吸收激光后产生的热量较多,钕玻璃的破裂与以上两种情况都有密切关系,是二者共同作用的结果。

计算铂金颗粒吸收热量的(1)式中,均匀辐照激光功率  $I$  与激光重复频率、时间脉宽有关。随

着激光辐照次数增加,铂金颗粒吸收的热量不断积累,钕玻璃内部炸点的尺寸会进一步增大,但最终将逐步趋于稳定,与文献<sup>[15]</sup>的报道一致。当激光脉宽为飞秒量级时,吸收的总热量可能并不多,但钕玻璃本身也有可能发生破坏。当激光脉宽为纳秒量级时,铂金包裹物吸收的热量已足以产生气化并导致钕玻璃炸裂。钕玻璃主要运行于纳秒量级,其中的铂金包裹物对其运行是有危害的<sup>[3-6]</sup>。

以石英玻璃为例,当处于纳秒量级激光辐照条件下的石英玻璃内部的铂金包裹物尺寸较大时,其单位体积所吸收的激光能量反而较小,不易产生气化,主要危害来源于热应力<sup>[19]</sup>。当铂金包裹物的尺寸较小时,单位体积所吸收的激光能量较大,但是由于热传导产生的热损失较大,且包裹物的体积越小,热损失就越大,因此不易在石英玻璃内部产生炸裂<sup>[19]</sup>。由此可见,铂金包裹物的炸裂情况较为复杂,但主要因素是热应力和蒸气压,以及二者的共同作用。当这些作用力大于钕玻璃的抗拉强度时,就会在钕玻璃内部发生破碎或炸裂。

表 2 为钕玻璃和石英玻璃的热力学参数,可见:钕玻璃和石英玻璃的比热容基本接近,密度、杨氏模量有所差异,导热系数和膨胀系数差异较大,钕玻璃的热导率仅为石英玻璃的 40%,热膨胀系数比石英玻璃高两个数量级。在相同的激光辐照条件下,钕玻璃内部铂金包裹物的炸裂尺寸范围大于石英玻璃。即使钕玻璃中铂金包裹物的尺寸略小,其吸收激光后产生的热量也相应较小,但由于钕玻璃基质的热力学性能较差,炸裂破坏的情况也较为严重,这就使得铂金颗粒夹杂物在磷酸盐基质钕玻璃中产生的危害将大于石英玻璃。

图 4 为钕玻璃(样品 5)内部铂金包裹物在强激光辐照炸裂后的 EPMA 分析结果。从测试结果可

以看到:该包裹物中的铂元素分布得较为集中,铂元素并未扩散到周围的玻璃裂纹中。同时,在该包裹物中检出的锆、锡元素的分布也很集中,基本与铂元素的位置相同,这也进一步地说明其确实是铂、锆和锡的包裹物。从 EPMA 的分析结果来看,钕玻璃中确实存在因铂金包裹物吸热而炸裂的现象。虽然图 4 中的该包裹物并未发生气化,但其吸热后所产生的热应力已经超过了基质玻璃的抗拉强度,从而导致了炸裂。

表 2 钕玻璃和石英玻璃的热力学参数

Table 2 Thermodynamic parameters of Nd:glass and quartz glass

Material	Silica glass <sup>[20]</sup>	Nd:glass <sup>[1]</sup>
Density /( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	2.202	2.88
Specific heat /( $\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	0.752	0.75
Thermal conductivity /( $\text{J}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )	$1.4\times 10^{-2}$	$0.56\times 10^{-2}$
Young's modulus /Pa	$7.303\times 10^{10}$	$5.64\times 10^{10}$
Coefficient of expansion /K	$4.2\times 10^{-7}$	$1.27\times 10^{-5}$

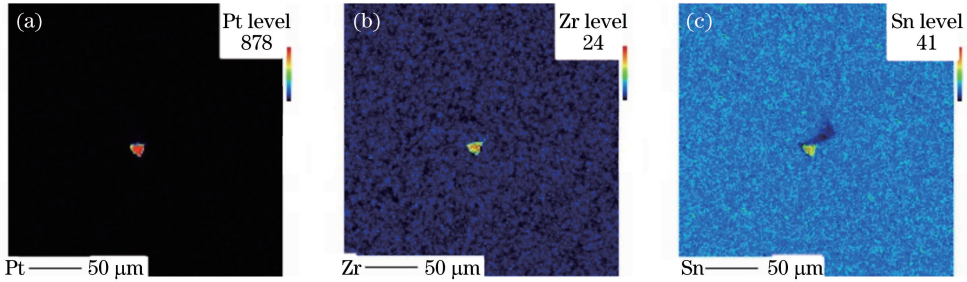


图 4 强激光辐照后钕玻璃(样品 5)内部铂金颗粒的 EPMA 分析结果。(a)铂元素的分布;(b)锆元素的分布;(c)锡元素的分布  
Fig. 4 EPMA analysis of platinum particle inclusions in Nd:glass (sample 5) after intense laser irradiation.

(a) Platinum element distribution; (b) zirconium element distribution; (c) stannum element distribution

图 5 为钕玻璃(样品 6)内部一个较小的铂金包裹物在强激光辐照炸裂后的 EPMA 分析结果。从测试结果可以看到:该包裹物中的铂元素基本上是

分散开的,铂元素扩散到了周围的玻璃裂纹中。说明该包裹物在强激光辐照下完全气化,所产生的蒸气压进一步加剧了玻璃炸裂的严重程度。

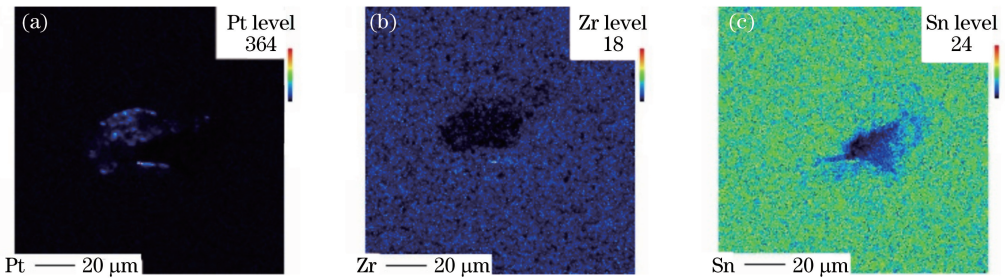


图 5 强激光辐照后钕玻璃(样品 6)内部铂金颗粒的 EPMA 分析结果。(a)铂元素分布;(b)锆元素分布;(c)锡元素分布  
Fig. 5 EPMA analysis of Pt particle inclusions in Nd:glass (sample 6) after intense laser irradiation.

(a) Platinum element distribution; (b) zirconium element distribution; (c) stannum element distribution

图 6 为钕玻璃(样品 7)内部一个较大的铂金包裹物在强激光辐照炸裂后的 EPMA 分析结果。从测试结果可以看到,该包裹物炸裂的扩散程度比图 5 更严重。但是从铂元素的分布情况来看,个别地方仍然存在铂元素较多的点。与图 5 相比较,这些点的铂成分较周围更高。这些高铂点的存在,有可能不是铂金气化冷凝后不均匀造成的,而更有可能是铂金在强激光辐照后有一部分尚未完全气化。从图 6(a)中铂元素的分布来看,该点的炸裂并没有像图 5 那样充分,而是呈现出半月状形貌。

上述实验结果表明,铂金包裹物在强激光辐照下发生了炸裂。包裹物周围出现了放射状裂纹,裂纹尺寸由辐照前的几微米至几十微米,扩展为几十微米至上百微米。强激光辐照后,铂金包裹物的 EPMA 分析结果表明:1)某些铂金包裹物吸热后并未气化,仅仅是所产生的热应力导致了玻璃的破裂,这类包裹物的特征是铂元素的分布较为集中,周围的玻璃裂纹中没有铂元素的存在;2)铂金包裹物吸热后完全气化,气化后的蒸气压是造成钕玻璃破裂的主要原因,其特征是铂元素均匀地分布在炸点裂

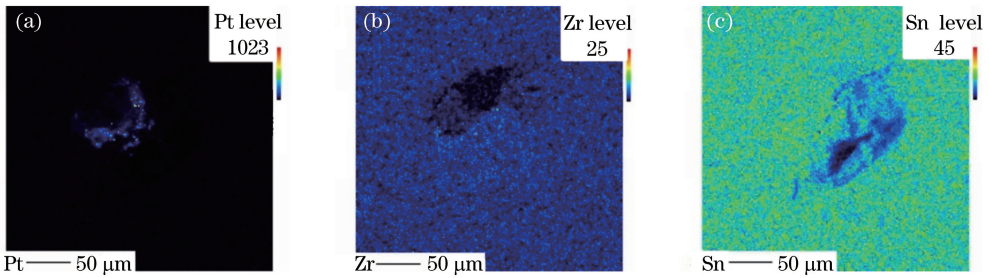


图 6 强激光辐照后钕玻璃(样品 7)内部铂金颗粒的 EPMA 分析结果。(a)铂元素分布;(b)锆元素分布;(c)锡元素分布  
Fig. 6 EPMA analysis results of platinum particle inclusions in Nd:glass (sample 7) after intense laser irradiation.

(a) Platinum element distribution; (b) zirconium element distribution; (c) stannum element distribution

纹内部;3)铂金包裹物吸热后部分气化,所产生的热应力导致了玻璃破裂,而气化后的蒸气压进一步加剧了玻璃的破裂程度,其特征是炸点的形状不对称,铂元素在炸点内分布不均匀,仍然存在铂元素富集的局部点。

对铂金包裹物炸点进行 EPMA 分析后发现了锆、锡元素的存在。由于锆砖和锡电极在玻璃液的长期冲刷下会发生机械磨损,微颗粒可能会剥落而进入玻璃内部<sup>[18]</sup>,但并未在钕玻璃中发现此种类型的锆锡包裹物。在长期的钕玻璃熔制过程中,锡等元素也有可能析出。图 4 的 EPMA 分析结果表明:铂、锆、锡处于包裹物的同一位置,三种元素是包裹在一起的。图 5 的 EPMA 分析结果表明,锆、锡在铂的富集点处并未出现。图 6 的 EPMA 分析结果表明,在包裹物吸热后部分气化的情况下,铂富集点处仍有一定量的锆和锡。以上结果说明:在钕玻璃的连续熔炼过程中,铂、锆、锡三种元素的析出将导致包裹情况的发生。但由于析出发生于流动的玻璃液中,所形成的包裹物中的各元素分布不同。为进一步研究钕玻璃内部铂、锆和锡颗粒包裹物的关系,对钕玻璃内部未经强激光辐照的 Zr-Sn 包裹物进行 EPMA 分析,结果如图 7 所示。

强激光辐照前,如图 7(a)所示,在 Zr-Sn 包裹物(样品 8)内部同时检出了铂、锆和锡元素,三种元素在包裹物中的 EPMA 信号强度大致接近,信号强度最高点的位置也基本相同。如图 7(b)所示,在 Zr-Sn 包裹物(样品 9)内部同时检出了铂、锆和锡元素,锆、锡的 EPMA 信号强度远高于铂,但三种元素在包裹物中信号强度最高点的位置并不相同:锆和锡的信号强度最高点位置一致,但与铂的信号强度最高点不在同一位置。

与强激光辐照后(图 4~6)的结果类似,辐照前后三种元素的分布有可能同位或不同位的原因尚需

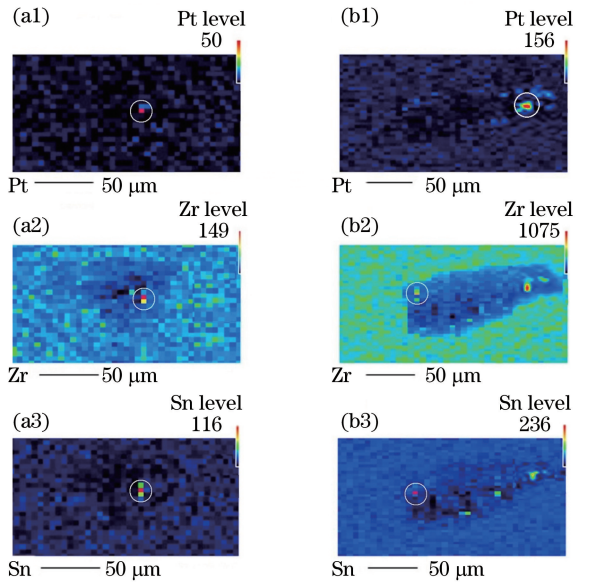


图 7 未经强激光辐照的钕玻璃(样品 8、9)内部 Zr-Sn 颗粒的 EPMA 分析结果。(a)样品 8;(b)样品 9  
Fig. 7 EPMA analysis results of Zr-Sn particle inclusions in Nd:glass (sample 8 and 9) before intense laser irradiation. (a) Sample 8; (b) sample 9

进一步研究,有可能类似于玻璃液中条纹的分布规律<sup>[21]</sup>。在长时间的连续熔炼过程中,搅拌器的运转导致玻璃液中铂、锆和锡三种包裹物逐渐相互靠近,类似于条纹的黏连现象,但在最终形成的含有铂、锆、锡三种元素共存的包裹物中,三种元素的富集位置有一定差异。

## 4 结 论

采用 EPMA 对连续熔炼钕玻璃中的夹杂物进行成分分析,确定了铂金包裹物在强激光辐照前后的元素分布特征,结果表明,铂金包裹物的炸裂存在 3 种情况:第一种情况是铂金包裹物吸热导致钕玻璃破裂,但自身尚未发生气化;第二种情况是铂金包

裹物吸热后完全气化并导致钕玻璃破裂;第三种情况是铂金包裹物吸热后部分气化并导致钕玻璃破裂。由于磷酸盐基质玻璃的热性质较弱,在强激光辐照下铂金包裹物产生的破坏比石英玻璃中的更严重。同时,在连续熔炼的钕玻璃中,铂颗粒与锆、锡有共同被包裹的现象,但这种包裹并没有影响它们在强激光辐照下的炸裂,因此更需要避免和消除内部铂金等包裹物的存在。

## 参 考 文 献

- [1] Hu L L, Chen S B, Meng T, *et al.* Advances in high performance large aperture neodymium laser glasses [J]. High Power Laser and Particle Beams, 2011, 23(10): 2560-2564.  
胡丽丽, 陈树彬, 孟涛, 等. 大口径高性能激光钕玻璃研究进展[J]. 强激光与粒子束, 2011, 23(10): 2560-2564.
- [2] Zhuo D S, Liu G P, Zhang J Z, *et al.* Relationship between absorption spectrum of ionic platinum and density  $N$  of platinum particles in N21 phosphate laser glass[J]. Chinese Journal of Lasers, 1993, 20(12): 926-930.  
卓敦水, 刘国平, 张俊洲, 等. N21 型磷酸盐激光玻璃中铂离子的吸收光谱及其与铂微粒的关系[J]. 中国激光, 1993, 20(12): 926-930.
- [3] Suratwala T I, Campbell J H, Miller P E, *et al.* Phosphate laser glass for NIF: production status, slab selection, and recent technical advances [J]. Proceedings of SPIE, 2004, 5341: 102-114.
- [4] Schwartz S, Jennings R T, Kimmons J F, *et al.* Vendor-based laser damage metrology equipment supporting the National Ignition Facility [J]. Proceedings of SPIE, 1999, 3492: 933-939.
- [5] Kelly J H, Shoup M J, Tedrow M T. Effect of ionic and particulate platinum on the performance of large-aperture Nd: phosphate glass rod amplifiers [J]. Proceedings of SPIE, 1992, 1627: 175-182.
- [6] Rainer F. Mapping and inspection of damage and artifacts in large-scale optics [J]. Proceedings of SPIE, 1998, 3244: 272-281.
- [7] Campbell J H, Wallerstein E P, Hayden J S, *et al.* Elimination of platinum inclusions in phosphate laser glasses[R]. Livermor: Lawrence Livermore National Laboratory, 1989: UCRL-53932.
- [8] Sparks M, Duthler C J. Theory of infrared absorption and material failure in crystals containing inclusions[J]. Journal of Applied Physics, 1973, 44(7): 3038-3045.
- [9] Huang P, Gan Z B, Li W Q, *et al.* Four-outputs Nd:glass pump source for large aperture Ti:sapphire amplifier[J]. Chinese Journal of Lasers, 2018, 45(8): 0801001.  
黄培, 甘泽彪, 李文启, 等. 用于大口径钛宝石放大器的四路钕玻璃抽运源[J]. 中国激光, 2018, 45(8): 0801001.
- [10] Liu J, Li L, Chen R F, *et al.* 100 J level active mirror Nd:glass laser amplifier[J]. Chinese Journal of Lasers, 2018, 45(5): 0501001.  
刘晶, 李磊, 陈汝风, 等. 百焦耳级有源反射镜钕玻璃激光放大器[J]. 中国激光, 2018, 45(5): 0501001.
- [11] He S B, Chen L, Chen Y B, *et al.* Thermal effect of N41 Nd: glass slab with 400 mm aperture [J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(5): 0501007.  
贺少勃, 陈林, 陈远斌, 等. 400 mm 口径 N41 钕玻璃片的热效应[J]. 中国激光, 2017, 44(5): 0501007.
- [12] Hopper R W, Uhlmann D R. Mechanism of inclusion damage in laser glass[J]. Journal of Applied Physics, 1970, 41(10): 4023-4037.
- [13] Bonneau F, Combis P, Rullier J L, *et al.* Study of UV laser interaction with gold nanoparticles embedded in silica[J]. Applied Physics B: Lasers and Optics, 2002, 75(8): 803-815.
- [14] Bonneau F, Combis P, Rullier J L, *et al.* Numerical simulations for description of UV laser interaction with gold nanoparticles embedded in silica [J]. Applied Physics B: Lasers and Optics, 2004, 78(3/4): 447-452.
- [15] Gruzdev V E, Gruzdeva A S. Blow-up behavior of high-power laser field in tiny nonabsorbing defects in transparent materials [J]. Proceedings of SPIE, 1998, 3244: 634-641.
- [16] Raze G, Loiseau M, Taroux D, *et al.* Growth of damage sites due to platinum inclusions in Nd-doped laser glass irradiated by the beam of a large-scale Nd: glass laser [J]. Proceedings of SPIE, 2003, 4932: 415-421.
- [17] Cheng J M, Zhou Q L, Chen W, *et al.* Detection of platinum particles in large diameter Nd:glass blank by high power laser radiation[J]. Infrared and Laser Engineering, 2017, 46(11): 1106001.  
程继萌, 周秦岭, 陈伟, 等. 大口径钕玻璃坯片中铂金颗粒的强激光辐照检测[J]. 红外与激光工程, 2017, 46(11): 1106001.
- [18] Li Q, Wang X Y, Zhou B, *et al.* The solid defects in substrate glass for flat panel displays [J]. Materials Review, 2017, 31(S1): 108-112.  
李青, 王肖义, 周波, 等. 平板显示基板玻璃中的固态缺陷[J]. 材料导报, 2017, 31(S1): 108-112.

- [19] Hu P, Chen F L. Inclusion damage mechanisms of optical glass under laser irradiation[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2005, 17(7): 961-965.  
胡鹏, 陈发良. 激光辐照下杂质诱导光学玻璃损伤的两种机理[J]. 强激光与粒子束, 2005, 17(7): 961-965.
- [20] Iida S, Sinzen H, Ono K, *et al.* Physics common datasheet[M]. Beijing: Science Press, 1979.  
饭田修一, 大野和郎, 神前熙, 等. 物理学常用数表[M]. 北京: 科学出版社, 1979.
- [21] Gan F X, Dai Y M, Jiang Y S, *et al.* Optical glass [M]. 2nd ed. Beijing: Science Press, 1985.  
干福熹, 戴英明, 蒋亚丝, 等. 光学玻璃[M]. 2版. 北京: 科学出版社, 1985.