

10.6 μm 激光对石英晶体的辐照效应

窦红强¹ 陈贞兴² 徐世珍^{2*}

(¹四川工程职业技术学院, 四川 德阳 618000
²电子科技大学物理电子学院, 四川 成都 610054)

摘要 用连续波 10.6 μm CO₂ 激光辐照石英晶体基片表面,利用 X 射线衍射分析仪、紫外-可见分光光度计、荧光光度计等对辐照前后晶体相变、透射-吸收特性和表面缺陷进行了测试、分析。研究表明,经 10.6 μm 激光辐照后石英晶体样品表面的相结构发生了一定的转变,其吸收率降低而透射率增加,而且晶体表面缺陷得到一定的修复。石英晶体在 CO₂ 激光辐照下,经历了一个快速升温 and 降温的过程,较高温度及热应力作用是导致石英晶体表面微观结构及光学性能变化的主要原因。

关键词 光谱学;辐照效应;CO₂ 激光;石英晶体

中图分类号 O434;TN249

文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP48.061401

Effects of 10.6 μm Laser Irradiation on α -Quartz Crystal

Dou Hongqiang¹ Chen Zhenxing² Xu Shizhen^{2*}

(¹Sichuan Engineering Technical College, Deyang, Sichuan 618000, China
²Department of Applied Physics, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu, Sichuan 610054, China)

Abstract The X-ray diffractometer, ultraviolet-visible spectrophotometer and fluorescence spectrometer are used to analyze the structure, optical properties and surface defects of the α -quartz crystal before and after 10.6 μm continuous wave CO₂ laser irradiation. The results show that the phase structure of the α -quartz crystal sample surface changes. The absorptivity decreases and transmissivity increases. The point defects are removed by 10.6 μm laser irradiation. During the CO₂ laser irradiation, α -quartz crystal experiences a process of rapid heating and cooling. High temperature and thermal stress are the main reasons which lead to the changes of crystal structure and optical property.

Key words spectroscopy; laser irradiation effect; CO₂ laser; α -quartz crystal

OCIS codes 300.0300; 140.3470; 160.4670

1 引言

目前在激光辐照材料方面,主要对其显微结构、表面波纹、热应力损伤、受激发光等多方面进行了研究^[1~4]。当激光辐照晶体表面时,由于热力学和光化学等效应会造成晶体材料的微观结构以及晶体相结构的改变。用 CO₂ 激光器和 YAG 激光器来进行材料加工时,作用的机理主要是激光与材料相互作用的热效应。但是这些红外波段的激光在加工过程中,温度梯度很大,易形成大的热应力。在加工晶体时容易使晶体表面灼伤,产生裂痕,甚至改变晶体结构。本文开展了连续波 10.6 μm CO₂ 激光对石英晶体材料表面的辐照效应研究,测试了激光辐照前后晶体的 X 射线衍射分析(XRD)和吸收-透射及荧光光谱,分析了 SiO₂ 晶体的相结构及光学特性的变化。

2 实验装置及过程

实验所用激光器为射频激励 CO₂ 激光器(ULCR-100 型,美国 Universal Laser Systems Inc.),其波长为

收稿日期: 2011-02-14; 收到修改稿日期: 2011-02-15; 网络出版日期: 2011-05-05

作者简介: 窦红强(1976—),男,硕士,讲师,主要从事激光与材料加工等方面的研究。E-mail: douhongq@yahoo.com.cn

* 通信联系人。E-mail: xusz@uestc.edu.cn

10.6 μm , 光斑大小为 4 mm, 最大输出功率为 100 W, 最大重复频率为 20 kHz。输出功率通过占空比来进行调节, 频率连续可调。用 M92 型激光功率计测量 CO_2 激光器的输出功率。利用一实时监控对实验过程及现象进行有效实时的观察, 包括: 一个显微镜镜头、CCD 和一台显示器。 SiO_2 晶体规格为 10 mm \times 10 mm \times 1 mm, 双面光学抛光, 表面粗糙度约为 10 nm。

实验样品放置于二维移动平台上, 通过电控平移台移动来实现激光扫描。激光扫描路径为光栅式扫描, 平台移动速度为 7.7 mm/s, 扫描区域为 8 mm \times 8 mm, 激光横向扫描路径宽度为 8 mm, 纵向距离为 2 mm。为了避免由于 CO_2 激光辐照后热应力过大引起 SiO_2 晶体碎裂, 实验中未采用透镜聚焦。 CO_2 激光光斑大小为 4 mm, 设纵向路径宽度为 2 mm, 恰使激光扫描区域重复加热, 使晶体辐照面的受热更加均匀, 实验效果更好。为了进一步降低热应力, 实验采用激光功率由低到高逐渐增加进行重复扫描, 到达最大功率后, 复又逐渐降低激光功率进行重复扫描。这样可以有效地减小温度梯度, 减小热应力, 使 SiO_2 晶体受热均匀, 避免受热不均或温差过大导致晶体的碎裂。所用激光参数(重复频率为 2 kHz)如表 1 所示。当最高占空比为 15% 时, 即激光功率为 22.3 W 时, 晶体表面出现了裂痕。如果 CO_2 激光功率继续增加, SiO_2 晶体直接碎裂。

表 1 激光参数
Table 1 Laser parameters

Duty ratio / %	5	8	10	12	15	20
Power / W	6.05	12.1	16.2	19.6	22.3	34.6

本文用最高输出占空比为 12% 的激光进行上述光栅扫描式处理。当用最高输出占空比为 12% 时, 利用热力学理论和 ANSYS 软件分析得到, 激光辐照在晶体上的最高温度为 589 $^{\circ}\text{C}$ 。而石英晶体的相转变点为 573.1 $^{\circ}\text{C}$, 其晶体可能已发生相变。为此对辐照前后的样品进行了 X 射线衍射谱、光吸收-透射谱和荧光光谱的测试, 对晶体的相结构、光学性能进行了研究。

3 实验结果和分析

3.1 SiO_2 晶体相变

X 射线衍射分析是晶相分析的重要手段。实验条件为转靶 X 射线衍射分析仪(理学 D/max-rADX-2700 型, 中国丹东仪器有限公司), Cu 靶, Ka 射线($\lambda=0.15406$ nm), 角度 2θ 从 10° ~ 90° 进行相结构扫描。图 1 给出了 CO_2 激光辐照前后 SiO_2 晶体的 XRD 谱线。

由于实验直接测的是薄块状晶体, 而不是粉末, 其获得的 XRD 数据并不全面, 然而完全可以定性分析晶体辐照前后结构的明显变化。由图 1 可见, 辐照前后 XRD 谱线有较大的变化, 在 77° 左右的峰强度有所减弱; 辐照后出现了新的衍射峰, 且衍射峰变宽了。在 20° 附近的宽峰显示晶体中可能形成了部分熔石英; 新衍射峰的出现可能发生了单晶向多晶的转变, 也可能形成了新相。

如图 1 中所示, 新增 XRD 衍射峰的位置(29° , 33° 附近)与柯石英衍射特征峰相同, 故新相中可能出现了柯石英, 也可能还形成了别的新相。衍射峰的变宽反映了晶粒尺寸的减小及晶粒间残余微应力的增加^[5~8]。

通过辐照前后两组实验数据的比较可见, SiO_2 晶体在激光辐照后其结构发生了很大的变化。主要表现在峰群的增加、峰变宽及强度的变化, 导致其发生巨大差异的可能是由于激光辐照在晶体的最高温度超过了其常温常压下的稳定温度 537 $^{\circ}\text{C}$, 从而使得晶体的相结构发生了变化所引起的。

3.2 SiO_2 晶体清洗和缺陷修复

3.2.1 光吸收和透射的测试

利用紫外-可见分光光度计(UV-2550 型, 日本岛津制作所), 测得了 CO_2 激光辐照前后 SiO_2 晶体的

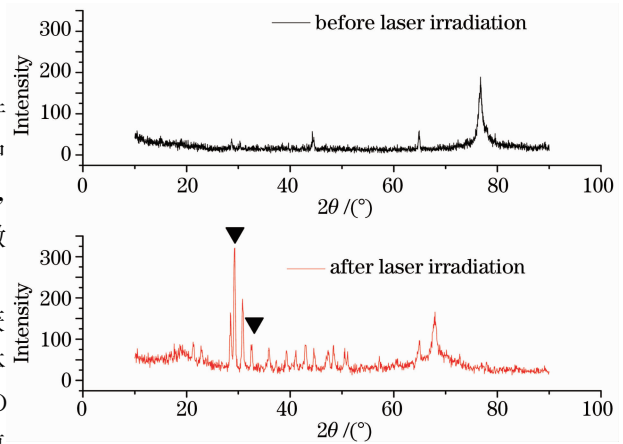


图 1 CO_2 激光辐照前后 SiO_2 晶体的 XRD 谱线
Fig. 1 X-ray diffraction spectra of α -quartz before and after CO_2 laser irradiation

吸收光谱和透射光谱,结果分别如图 2(a)和(b)所示。

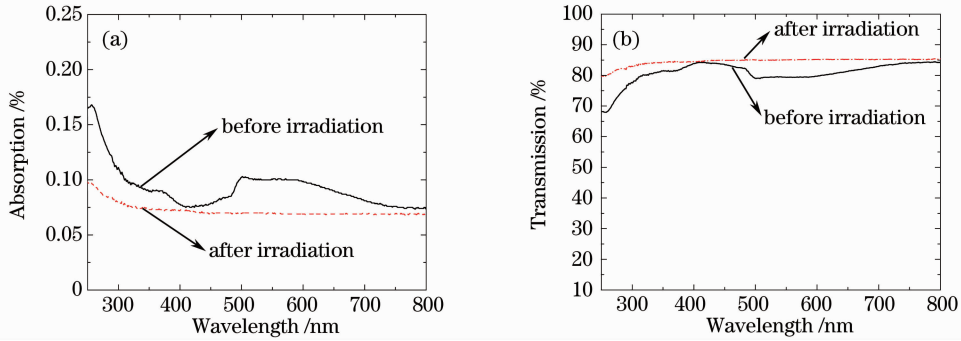


图 2 SiO₂ 晶体辐照前后的吸收光谱(a)和透射光谱(b)

Fig. 2 Absorption (a) and transmission (b) spectra of α -quartz before and after CO₂ laser irradiation

由图 2 可见, SiO₂ 晶体在通过 CO₂ 激光辐照后, 在 250~800 nm 波段之间, 其吸收率降低而透射率增加, 而且谱线变得光滑了。SiO₂ 晶体经激光辐照后的吸收率和透射率的变化趋势吻合得很好。光吸收和透射的变化, 除了晶体结构发生变化的影响外, CO₂ 激光辐照对晶体还有抛光和清洗的作用。

3.2.2 荧光光谱分析

采用 RF-5301PC 型荧光光度计测量了辐照前后晶体的荧光光谱。图 3(a)和(b)分别为激发波长在 280 和 300 nm 时, SiO₂ 晶体辐照前后的荧光光谱。由图 3 可见, 晶体在 360 和 470 nm 附近有明显的荧光峰, 而在 CO₂ 激光辐照后其荧光峰有明显的减弱。图中在 560 和 600 nm 的峰为二次散射峰(干扰峰)。荧光峰的强弱对应晶体缺陷的多少。可见, 适当功率的激光辐照对晶体材料有抛光和清洗的作用, 且对晶体缺陷有修复的作用。

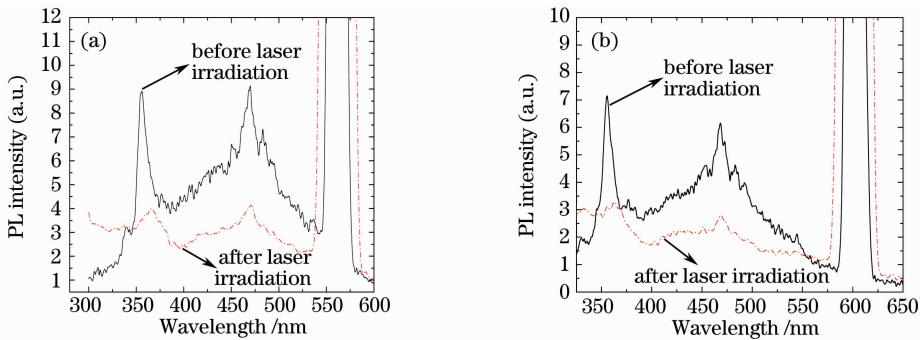


图 3 激光辐照前后 SiO₂ 晶体的荧光光谱。(a)激发波长为 280 nm, (b)激发波长为 300 nm

Fig. 3 Emission fluorescence spectra of α -quartz before and after CO₂ laser irradiation. (a) 280 nm excitation wavelength, (b) 300 nm excitation wavelength

在较高功率激光辐照下, 晶体吸收大量激光能量, 发生了一个快速升温 and 降温过程, 在温度及应力作用下已发生相变, 另外激光辐照对晶体还有抛光和清洗, 以及修复晶体缺陷的作用。当使用不超过晶体相变温度的激光辐照样品, 即最高辐照功率为 16.2 W (占空比为 10%) 时, 从吸收光谱和透射光谱及荧光光谱测试结果看, 同样有抛光、清洗以及修复晶体缺陷的作用。

4 结 论

通过对 CO₂ 激光辐照前后 SiO₂ 晶体的光谱测试和分析, 研究了 CO₂ 激光对 SiO₂ 晶体的辐照效应。CO₂ 激光辐照 SiO₂ 晶体是一个快速升温 and 降温过程, 在高温及应力作用下, SiO₂ 晶体发生了相变; 且从吸收光谱和透射光谱及荧光光谱测试结果看, CO₂ 激光辐照对 SiO₂ 晶体还有抛光、清洗以及修复晶体缺陷的作用。研究激光辐照效应, 对 CO₂ 激光在晶体特别是 SiO₂ 晶体领域的运用有一定的参考意义。

参 考 文 献

- 1 Qiang Xiwen, Zhang Jianquan, Liu Feng *et al.*. Thermal stress damage of semiconductors induced by laser beam[J]. *Chinese J. Lasers*, 2000, **A27**(8): 709~713
强希文, 张建泉, 刘 峰 等. 强激光辐照半导体材料的温升及热应力损伤的理论研究[J]. 中国激光, 2000, **A27**(8): 709~713
- 2 Zhou Weijun, Yuan Yonghua, Gui Yuanzhen *et al.*. Thermal effect of TiO₂/SiO₂ film irradiated by pulse laser[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007, **19**(1): 1~4
周维军, 袁永华, 桂元珍 等. 脉冲激光辐照 TiO₂/SiO₂ 薄膜热效应研究[J]. 强激光与粒子束, 2007, **19**(1): 1~4
- 3 Yuan Yonghua, Liu Songhao, Sun Chengwei *et al.*. CW laser induced transmission change in ZnSe/ MgF₂/K9 filter[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2003, **15**(4): 319~322
袁永华, 刘颂豪, 孙承伟 等. 连续激光辐照 ZnSe/ MgF₂/K9 滤光片的透射特性研究[J]. 强激光与粒子束, 2003, **15**(4): 319~322
- 4 A. V. Demchuk, V. A. Labunov. Surface morphology and structure modification of silicon layers induced by nanosecond laser radiation[J]. *Appl. Sur. Sci.*, 1995, **86**(1-4): 353~358
- 5 Wang Qiangtao. Synthetic and Characterization of High-Quality Quartz Crystal[D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology, 2010
王强涛. 高品质石英晶体生长及性能表征[D]. 长春: 长春理工大学, 2010
- 6 Liu Yixin. Structural Transition of Quartz and Silicon under High Temperature and High Pressure[D]. Changchun: Jilin University, 2008
刘一心. 石英和硅的混合物在高温高压下的结构相变研究[D]. 长春: 吉林大学, 2008
- 7 Chen Liangchen, Wang Lijun, Gu Huicheng *et al.*. Crystalline-amorphous transition of LiB₃O₅ under high pressure[J]. *Chinese J. of High Pressure Physics*, 1998, **12**(4): 250~252
陈良辰, 王莉君, 顾惠成 等. 高压下 LiB₃O₅ 晶体-非晶体相变的研究[J]. 高压物理学报, 1998, **12**(4): 250~252
- 8 M. Meyer, L. Mendoza-Zélis, F. H. Sánchez *et al.*. Mechanical milling of the intermetallic compound AlFe[J]. *Physical Review B.*, 1999, **60**(5): 3206~3212