

荧光成像技术探测熔石英元件亚表面缺陷

李洪路¹, 刘红婕², 蒋晓东^{2*}, 黄进², 曹林洪^{1**}

¹西南科技大学材料科学与工程学院, 四川 绵阳 621900;

²中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900

摘要 提出荧光成像技术用于无损探测熔石英光学元件亚表面缺陷, 利用该方法获得不同加工工艺下熔石英光学元件的亚表面缺陷。结合熔石英光学元件损伤性能研究, 分析了熔石英光学元件亚表面缺陷与其损伤性能的关系。结果表明, 熔石英光学元件损伤阈值与荧光缺陷密度呈反比关系, 即亚表面荧光缺陷较少的样品损伤性能较好。这说明利用该技术方法可以有效评价熔石英光学元件的损伤性能。该研究结果对光学元件加工技术具有指导意义。

关键词 图像处理; 荧光成像; 亚表面缺陷; 激光损伤性能; 熔石英

中图分类号 O434.2

文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP56.011004

Subsurface Defects in Fused Silica Elements Detected by Fluorescence Imaging Technology

Li Honglu¹, Liu Hongjie², Jiang Xiaodong^{2*}, Huang Jin², Cao Linhong^{1**}

¹ School of Materials Science and Engineering, Southwest University of Science and Technology, Mianyang, Sichuan 621900, China;

² Laser Fusion Research Center, China Academy of Engineering Physics, Mianyang, Sichuan 621900, China

Abstract The fluorescence imaging technology is proposed for non-destructive detection of subsurface defects of fused silica optical elements. The subsurface defects of fused silica optical elements under different processing techniques are obtained by this method. Based on the damage properties of fused silica optical elements, the relationship between subsurface defects and damage properties of fused silica optical elements is analyzed. The results show that the damage threshold of fused silica optical elements is inversely proportional to the density of fluorescent defects, that is the samples with less subsurface fluorescence defects have high damage threshold. This shows that the technique can effectively evaluate the damage performance of fused silica optical elements. The results of this study have guiding significance for optical element processing technology.

Key words image processing; fluorescence imaging; subsurface defects; laser damage performance; fused silica

OCIS codes 100.2960; 240.3695; 170.0110

1 引言

随着高功率激光装置的不断改进和发展, 激光器高能量输出成为趋势。由于熔石英材料具有化学稳定性好、无体内损伤的优点, 熔石英光学元件是高功率激光装置中最常用和重要的光学元件之一。熔石英光学元件加工成型过程包括切割、研磨、抛光等工序, 即使在光学显微镜下看起来完美无缺的光学

元件, 也不可避免地存在表面下几到几十微米的亚表面层。这个亚表面层内存在微裂缝、杂质等缺陷^[1-2], 当足够高的激光能量持续辐射时就会产生激光诱导损伤, 这是目前熔石英光学元件产生激光诱导损伤的主要原因。因此熔石英光学元件亚表面缺陷的探测与表征对评价和提升熔石英光学元件的激光损伤性能来说极为重要。

熔石英光学元件亚表面缺陷的探测方法分为有

收稿日期: 2018-06-21; 修回日期: 2018-07-12; 录用日期: 2018-07-18

基金项目: 西南科技大学龙山学术人才科研支持计划(17LZX505)

* E-mail: jiangxiaodong@163.com; ** E-mail: hyclh@yeah.net

损探测和无损探测两种。有损探测主要有 HF 酸刻蚀、等离子体刻蚀等。有损探测虽然能够实现熔石英光学元件的亚表面缺陷探测,但是对熔石英造成无法逆转的损害,导致熔石英无法使用,因而比较浪费材料。无损探测可克服该缺点,既能达到探测熔石英亚表面缺陷的目的,又不损害熔石英,从而节约材料和成本。目前常用的无损探测技术有光热弱吸收^[3]和全内反射显微技术^[4]等。光热弱吸收灵敏度较高,但其探测速度非常慢,并且探测速度难以得到大幅度提升。全内反射显微技术速度可以提升,但其灵敏度太低。

本文提出一种探测熔石英光学元件亚表面缺陷的方法即荧光成像法,该方法不仅能很好地解决上述两个短板,还可以实现无损测试。利用该方法对比研究了不同加工工艺下熔石英光学元件的亚表面缺陷^[5-8],并通过表面粗糙度测试和损伤性能测试开展了该方法在探测与损伤相关的熔石英亚表面缺陷有效性研究。

2 熔石英光学元件亚表面缺陷检测原理

基于熔石英光学元件亚表面缺陷吸收辐照紫外激光后会发射出波长在 410~580 nm 范围的荧光,设计如图 1(a)所示检测系统。该系统由 355 nm 连续激光器、高反射镜、聚焦透镜、三维数控精密移动平台和高灵敏度面阵 CCD 相机和电脑等组成。355 nm 激光辐照到反射镜 1 上,经反射后进入透镜的中心会聚再辐照到反射镜 2 上,然后反射到支架上的熔石英样品上,如果样品亚表面上存在缺陷,则

该缺陷可能会吸收激光而发射荧光,荧光信号被相机捕捉放大后传到电脑上,经过处理在电脑显示屏上显示样品亚表面缺陷情况。为满足缺陷尺寸分辨率要求,单发次成像面积比较小。为了实现大面积区域的成像检测,通过电机控制三维数控精密移动平台实现平移、旋转和上下移动,获取每个检测位置的图像,通过不同方位图像的拼接,实现全样本的扫描图像获取。为了避免杂散光干扰,整个环境为暗室环境,在相机前加 355 nm 以下截止的高通滤波片。考虑到荧光波长与 CCD 的匹配,为了提高检测灵敏度,选择了光谱响应范围为 400~800 nm 的 CCD 相机。

利用图 1 中光学系统检测熔石英元件亚表面缺陷时,必须使样品表面与 CCD 相机的镜头轴线完全垂直,以便被测试区域中的石英亚表面信号可被相机均匀采集。在测试过程中待测样品区域通过步进的方式进入 CCD 相机视场中,样品停留时间(1000 ms)大于相机的采集时间(800 ms),相机曝光过程中样品处于静止状态,既保证了样品荧光信号可以完全被 CCD 相机采集,同时又避免了因相对运动而导致的成像模糊的现象。采集到的荧光信号只与相机曝光时间有关,而与样品移动速度无关。在测试过程中熔石英元件移动的步距(0.6 mm)小于相机视场尺寸(0.63 mm),以确保整个被测试区域都能被检测,从而使最终实验结果更为准确。在测试时要选择合理的曝光时间和增益,如果曝光时间和增益过小,则荧光信号不明显,如果过大,则信号亮度太强使得 CCD 饱和而无法分辨荧光信号。所选曝光时间为 800 ms,增益为 20。

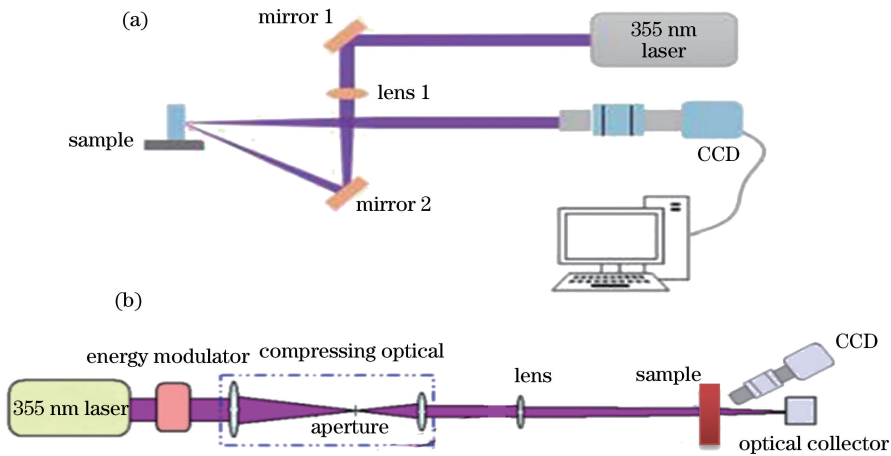


图 1 (a) 荧光无损检测熔石英亚表面缺陷示意图; (b) 光学元件的激光损伤测试光路示意图
Fig. 1 (a) Schematic of subsurface defect of fused silica in fluorescence non-destructive testing;
(b) laser damage test optical path of optical elements

图 1(b)中能量调节系统用于调节 355 nm 激光器输出激光能量的大小,即调节作用到样品上的激光强度。压缩光用于压缩激光器输出光斑的大小。光圈用于去除激光束边缘不理想的成分而提高激光束的质量。透镜用于聚焦激光于样品。CCD 用于采集样品图像信号。聚光器用于收集穿过样品之后残余的激光。根据图 1(a)探测熔石英光学元件亚表面缺陷;根据图 1(b)光测试熔石英光学元件的损伤性能。亚表面缺陷是导致损伤的罪魁祸首,损伤测试目的是验证荧光无损检测的有效性,进一步指导熔石英生产工艺降低亚表面缺陷^[9-12]。

3 检测样品制备

熔石英光学元件加工的具体流程为采购材料、磨砂、抛光、修粗糙度。磨砂时,选用不同砂号的砂,从粗到细,每种砂所磨的尺寸和时间均有不同要求;再进行抛光,选用不同颗粒度的氧化铈抛光粉和不同的抛光盘,从粗到细抛光;最后修粗糙度。表 1 为不同工艺下制备的熔石英光学元件所对应的规格尺

寸以及表面粗糙度,表面粗糙度是由 FPM-1000 轮廓仪通过干涉相位法测量获得^[13-15]。

表 1 各熔石英样品的粗糙度

Element number	Standard / (mm×mm)	Roughness R_q /nm
Ort1	50×30	1.247
Ort2	50×30	0.767
Ort3	50×30	0.647
Ort4	50×30	1.065
Ort5	50×50	1.077
Ort6	50×50	0.577
Ort7	50×50	0.913

4 测试结果及分析

4.1 荧光成像技术无损测试熔石英亚表面缺陷

采用荧光成像技术对表 1 中的熔石英样品进行亚表面缺陷测试,每个测试区域的大小为 3 mm×3 mm,测试结果如图 2 所示。

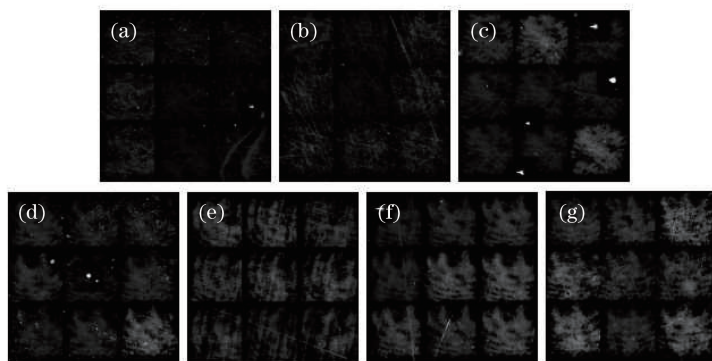


图 2 熔石英元件亚表面缺陷的荧光图像。(a) Ort1;(b) Ort2;(c) Ort3;(d) Ort4;(e) Ort5;(f) Ort6;(g) Ort7

Fig. 2 Fluorescence images of subsurface defects of fused silica elements. (a) Ort1; (b) Ort2;

(c) Ort3; (d) Ort4; (e) Ort5; (f) Ort6; (g) Ort7

图 2 为对应测试的 7 个熔石英样品的荧光测试图。图中,点状的荧光强区对应着坑状缺陷;线状的荧光强区对应着划痕;整个背景较为均匀的荧光区域对应着均匀分布的抛光残余物^[16]。例如,图 2(a)中显示很多点状荧光强区,表明该元件有很多坑状的破碎区,并且破碎区内潜埋有大量的易吸收激光的抛光杂质^[17]。图 2(b)中显示很多线状荧光强区,表明该元件亚表面有许多划痕,并且在划痕中填充了大量的易吸收激光的荧光物质。这些荧光物质吸收激光的能力比熔石英基底大几十倍甚至上百倍,也是导致激光损伤性能低的重要原因^[18-20]。根据测试结果可知,被测区域具有较为均匀的荧光特性,主

要因为存在抛光残余物。抛光残余物包括抛光工艺中抛光剂的残留,以及抛光工具的污染。抛光过程中不可避免地引入了杂质,如抛光粉二氧化铈、氧化铈颗粒,加工机械工件中的 Fe、Cu、Al 和 Cr 杂质,以及清洗时引入的 Al 离子等。此外,由于加工过程中受力不均匀,造成石英元件表面存在划痕。这些杂质及划痕对紫外激光具有较强的吸收作用,因此被测试区域具有均匀的荧光特性。为了验证荧光无损测试的准确性和有效性,测试后用 HF 酸刻蚀熔石英不同的深度层(0.3,1,3,5,10 μm),使得亚表面缺陷逐渐暴露出来,每次去除一个深度层就用光学显微镜观察一次表面形貌,并与荧光测试结果进

表2 荧光无损探测统计表

Table 2 Fluorescence non-destructive detection statistics

Element number	Defect area / μm^2	Area ratio of defects
Ort1	250	1.8×10^{-4}
Ort2	102	4.0×10^{-5}
Ort3	2779	1.1×10^{-3}
Ort4	114	4.5×10^{-5}
Ort5	110	4.3×10^{-5}
Ort6	113	4.4×10^{-5}
Ort7	162	6.3×10^{-5}

行对比。结果表明,荧光测试结果中的划痕、亮点位置及其形状大小都与光学显微镜测试的结果基本一致,因此荧光无损测试的结果是可靠的。

为了便于数据分析,利用相关软件进行统计分析,获得各个样品的缺陷所占面积比,如表2所示。编号为Ort3的熔石英样品亚表面中的缺陷密度和缺陷所占面积比最大,说明点状的荧光强区与线状的荧光强区面积总和最大,即抗激光损伤能力最差。同理,编号为Ort2的熔石英样品亚表面中的缺陷密度和缺陷所占面积比最小,说明点状的荧光强区与线状的荧光强区面积总和最小,即抗激光损伤能力最强,稳定性最好^[21-23]。

4.2 熔石英样品的损伤性能

对表1中的样品开展了激光损伤性能测试,测试结果如图3所示,该曲线是由实验数据线性拟合获得。图中横坐标为能量密度,纵坐标为损伤概率。可以看出,随着辐照熔石英能量密度的逐渐提高,熔石英的损伤概率也逐渐增大,通过线性拟合可以求出每个熔石英光学元件的零概率损伤阈值,结果如表3所示。由表3可知,不同样品损伤性能之间差异很大,Ort3损伤性能最差,零概率损伤阈值仅为 6.15 J/cm^2 ,而Ort2损伤性能最好,零概率损伤阈

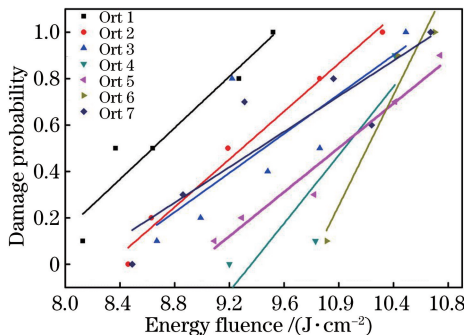


图3 熔石英光学元件的激光损伤概率与能量密度的关系曲线

Fig. 3 Curves of laser damage probability and energy density of fused silica optical elements

表3 不同熔石英样品的零概率损伤阈值

Table 3 Zero-probability damage threshold for different fused silica sample

Element number	Threshold / $(\text{J} \cdot \text{cm}^{-2})$
Ort1	8.04
Ort2	9.79
Ort3	6.15
Ort4	8.62
Ort5	8.63
Ort6	8.95
Ort7	6.88

值接近 10 J/cm^2 。

5 结 论

利用荧光成像技术无损探测了熔石英亚表面缺陷,并通过熔石英亚表面缺陷与激光诱导损伤性能的相关性研究可知,荧光缺陷密度与熔石英亚表面缺陷成正比,荧光缺陷密度越大熔石英光学元件损伤阈值越低。同时,从实验角度揭示表面粗糙度与熔石英元件的损伤性能和亚表面缺陷均无明显关系。研究结果表明,荧光成像技术可以有效评价光学元件损伤性能。

参 考 文 献

- [1] Suratwala T, Wong L, Miller P, *et al.* Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2006, 352(52/53/54): 5601-5617.
- [2] Stevens-Kalceff M A, Wong J. Distribution of defects induced in fused silica by ultraviolet laser pulses before and after treatment with a CO_2 laser [J]. *Journal of Applied Physics*, 2005, 97(11): 113519.
- [3] Wang Y J, Hu H Y, Li Q G, *et al.* Study of weak absorption of the thin films coated on the S plates [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2001, 28(10): 937-940. 王英剑, 胡海洋, 李庆国, 等. 高反射硅镜弱吸收的研究 [J]. *中国激光*, 2001, 28(10): 937-940.
- [4] Cui H, Liu S J, Zhao Y A, *et al.* Study on total internal reflection microscopy for subsurface damage [J]. *Acta Optica Sinica*, 2014, 34(6): 0612004. 崔辉, 刘世杰, 赵元安, 等. 全内反射显微技术探测亚表面缺陷新方法研究 [J]. *光学学报*, 2014, 34(6): 0612004.
- [5] Xiang Z, Nie C J, Ge J H, *et al.* Eliminating of subsurface damage structure [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007, 19(3): 373-376. 项震, 聂传继, 葛剑虹, 等. 光学元件亚表面缺陷结

- 构的蚀刻消除[J]. 强激光与粒子束, 2007, 19(3): 373-376.
- [6] Norton M A, Hrubesh L W, Wu Z L, *et al.* Growth of laser-initiated damage in fused silica at 351 nm[J]. Proceedings of SPIE, 2001, 4347: 468-469.
- [7] Xu S Z, Lü H B, Tian D B, *et al.* Effects of acid-etching depth on 355 nm laser-induced damage threshold of fused silica[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2008, 20(5): 760-764.
徐世珍, 吕海兵, 田东斌, 等. 酸蚀深度对熔石英三倍频激光损伤阈值的影响[J]. 强激光与粒子束, 2008, 20(5): 760-764.
- [8] Suratwala T, Steele R, Feit M D, *et al.* Effect of rogue particles on the sub-surface damage of fused silica during grinding/polishing[J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2008, 354(18): 2023-2037.
- [9] Hobbs D S, MacLeod B D, Riccobono J R. Update on the development of high performance anti-reflecting surface relief micro-structures [J]. Proceedings of SPIE, 2007, 6545: 65450Y.
- [10] Li Y F, Zhang J H, Yang B. Antireflective surfaces based on biomimetic nanopillared arrays [J]. Nano Today, 2010, 5(2): 117-127.
- [11] Wang X D, Liao Y L, Liu B, *et al.* Free-standing SU-8 subwavelength gratings fabricated by UV curing imprint[J]. Microelectronic Engineering, 2008, 85(5/6): 910-913.
- [12] Ma W H, Zhang M S, Shun L, *et al.* Raman-spectroscopy study of PbTiO₃ thin films grown on Si substrates by metalorganic chemical vapor deposition [J]. Applied Physics A: Materials Science & Processing, 1996, 62(3): 281-284.
- [13] Jiang P, McFarland M J. Wafer-scale periodic nanohole arrays templated from two-dimensional nonclose-packed colloidal crystals[J]. Journal of the American Chemical Society, 2005, 127(11): 3710-3711.
- [14] Sun C H, Gonzalez A, Linn N C, *et al.* Templated biomimetic multifunctional coatings [J]. Applied Physics Letters, 2008, 92(5): 051107.
- [15] 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(9A/B): L1229-L1231.
- [16] Seeger K, Palmer R E. Fabrication of silicon cones and pillars using rough metal films as plasma etching masks[J]. Applied Physics Letters, 1999, 74(11): 1627-1629.
- [17] Schulze M, Fuchs H J, Kley E B, *et al.* New approach for antireflective fused silica surfaces by statistical nanostructures[J]. Proceedings of SPIE, 2008, 6883: 68830N.
- [18] Zou G J, Zhang B F, Li C X, *et al.* Chaotic photonic compressed sampling based on optoelectronic oscillator[J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(11): 1106002.
邹广健, 张宝富, 李诚鑫, 等. 光电震荡器的混沌光子压缩采样方法[J]. 中国激光, 2017, 44(11): 1106002.
- [19] Ye X, Jiang X D, Huang J, *et al.* Formation of broadband antireflective and superhydrophilic subwavelength structures on fused silica using one-step self-masking reactive ion etching [J]. Scientific Reports, 2015, 5(1): 013023.
- [20] Ding J W, Liang B M, Jiang Q, *et al.* Phase characteristic of near zero refractive index material and its application [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2017, 54(3): 031603.
丁俊伟, 梁斌明, 蒋强, 等. 近零折射率材料相位特性及应用[J]. 激光与光电子学进展, 2017, 54(3): 031603.
- [21] Trost M, Herffurth T, Schmitz D, *et al.* Evaluation of subsurface damage by light scattering techniques [J]. Applied Optics, 2013, 52(26): 6579-6588.
- [22] Neauport J, Ambard C, Cormont P, *et al.* Subsurface damage measurement of ground fused silica parts by HF etching techniques [J]. Optics Express, 2009, 17(22): 20448-20456.
- [23] Williams W B, Mullany B A, Parker W C, *et al.* Using quantum dots to tag subsurface damage in lapped and polished glass samples [J]. Applied Optics, 2009, 48(27): 5155-5163.