

增强掺钕磷酸盐玻璃激光 破坏强度的研究*

李仲伢 李成富 程 雷

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

摘 要 用 CO₂、Nd:YAG 和 Cu 蒸气激光分别对三种掺钕磷酸盐玻璃进行激光预辐照处理。研究不同的激光波长和辐照条件对磷酸盐玻璃 1.06 μm 激光破坏强度的影响。

关键词 激光预辐照, 掺钕磷酸盐玻璃, 破坏阈值。

磷酸盐激光玻璃是目前高功率激光系统广泛使用的工作物质,它具有激光效率高,热光性质好和长期使用不产生色心等优点,但磷酸盐玻璃的化学稳定性较差,激光破坏强度较低。近几年来国内外对磷玻璃进行若干改性研究,如研制膨胀系数较低的磷铝、磷硅玻璃。为提高磷玻璃抗热冲击性能,对其进行了化学增强处理^[1, 2]。激光预辐照(以下简称激光辐照)处理可以提高光学薄膜和光学材料的激光破坏阈值^[3, 4],激光辐照对提高激光玻璃破坏强度的研究报道不多。本文报道用激光辐照处理提高磷玻璃激光破坏强度的实验结果,研究不同的激光和辐照条件对磷玻璃破坏强度的影响,并对结果作了分析。

1 实验条件

选择三种不同成份的磷酸盐激光玻璃作样品,先作激光辐照处理,然后用 1.06 μm 脉冲激光进行破坏实验,激光脉宽 10 ns、TEM₀₀ 模、光强分布为高斯型。破坏阈值的定义和测试方法与文献[5]相同,实验装置与文献[6]基本相同,光斑直径为 49 μm。激光辐照在远场进行,选取远场光斑中强而均匀部分的光束辐照样品,以使样品各部分的辐照剂量尽可能相等。辐照采用 CO₂、Cu 蒸气和 YAG 激光,其激光参数及辐照条件为:一种是大功率连续 CO₂ 激光,波长为 10.6 μm,输出功率 500 W~1500 W 连续可调,辐照功率 30 W/cm² 左右;一种是脉冲高功率 Nd:YAG 激光,波长 1.06 μm,脉宽 300 μs,输出光束的近场图为 42×5 mm² 的矩形均匀光斑,辐照功率为 1.4×10⁷ W/cm²。还有一种是重复频率为 5000 Hz 的准连续铜蒸气激光,波长为 510 nm,输出功率为 5.5 W,脉宽 20 ns,辐照功率为 1 W/cm²。选择不同的激光波长、功率水平和辐照剂量,旨在寻找最佳的辐照效果。

三种掺钕磷酸盐玻璃,它们是膨胀系数较低的磷-硅(P-Si)玻璃、抗热冲击性能较好的磷

* 国家科委 863 高科技项目。

收稿日期:1994年5月10日;收到修改稿日期:1994年9月2日

-铝(P-Al)玻璃和化学稳定性较好的磷-钡(P-Ba)玻璃。同一种材料的样品在相同的工艺条件下制成,彼此间的质量差异不大。其尺寸为 $30 \times 30 \times 20 \text{ mm}^3$, 激光辐照面为 $30 \times 30 \text{ mm}^2$ 。

2 实验结果和分析

2.1 激光辐照的结果

磷玻璃样品经过激光辐照处理后,在 YAG 激光装置上进行 $1.06 \mu\text{m}$ 的表面破坏和体破坏的实验,结果如表 1 所示。

Table 1. Damage thresholds of phosphate glasses by laser pre-irradiation

| sample | pre-irradiation conditions | | | damage thresholds | | |
|---------|----------------------------|-------------------------------------|-------------------|--|----------------------|------|
| | laser | power (W/cm^2) | duration (sec) | total energy (J/cm^2) | (J/cm ²) | |
| | | | | | surface | bulk |
| 1) P-Si | — | — | — | — | 151 | 955 |
| 2) P-Si | CO ₂ | 30 | 2 | 60 | 238 | 1109 |
| 3) P-Si | Cu | 1 | 120 | 2 | 155 | 1277 |
| 1) P-Ba | — | — | — | — | 104 | 1210 |
| 2) P-Ba | CO ₂ | 28 | 2 | 56 | 200 | 1478 |
| 3) P-Ba | Cu | 1 | 120 | 2 | 216 | 1608 |
| 4) P-Ba | YAG | 1.4×10^7 | 10 shots | 43 | 190 | 1670 |
| 1) P-Al | — | — | — | — | 107 | 1234 |
| 2) P-Al | CO ₂ | 32 | 2 | 64 | 251 | 1387 |
| 3) P-Al | Cu | 1 | 120 | 2 | 187 | 1584 |
| 4) P-Al | YAG | 1.4×10^7 | 10 shots | 43 | 216 | 1608 |
| 5) P-Al | YAG | 1.4×10^7 | 20 shots | 86 | 297 | 1925 |

磷-硅玻璃 CO₂ 激光辐照使 P-Si 玻璃的表面破坏阈值提高约 60%。Cu 蒸气激光辐照对提高表面破坏阈值作用甚微,但可使体破坏阈值提高 30%以上。

磷-钡玻璃 CO₂、Cu 蒸气和 YAG 这三种激光辐照对 P-Ba 玻璃的表面破坏阈值均有明显的提高,可以提高 80%到 1 倍以上。其中 Cu 蒸气激光的辐照效果较好,可使表面破坏阈值提高 1 倍以上。这三种激光辐照对体破坏阈值也有提高,但不如对表面破坏阈值的效果好,其中 YAG 激光辐照可使体破坏阈值提高 40%左右。

磷-铝玻璃 P-Al 玻璃用 Cu 蒸气激光辐照可以使表面破坏阈值提高 75%,用 CO₂ 和 YAG 激光辐照均可使表面破坏阈值提高 1 倍以上。YAG 激光辐照用了二种剂量,分别为 $43 \text{ J}/\text{cm}^2$ 和 $86 \text{ J}/\text{cm}^2$,随着辐照剂量的增加,破坏阈值也相应提高,见表 1 辐照 10 个脉冲的情况下,表面破坏阈值提高 1 倍,体破坏阈值提高 30%。辐照 20 个脉冲,表面破坏阈值提高 1.8 倍,体破坏阈值提高 60%左右。

2.2 实验结果分析

从表 1 的结果可以看出这三种磷酸盐玻璃的体破坏阈值要比表面破坏阈值高 5 到 10 倍以上。激光辐照使体破坏阈值提高的效果不如表面破坏阈值好。

表 1 的结果表明,不同的材料用同一种激光辐照,其辐照效果不尽相同,以 Cu 蒸气激光辐照为例。从表面破坏阈值的数据可以看出,它可以使 P-Ba 玻璃的破坏阈值提高 1 倍以上,P-Al 玻璃提高 75%,但对 P-Si 玻璃的破坏阈值的提高甚微,这与材料的光谱性质有关,不同的磷玻璃样品对 Cu 蒸气激光的吸收不一样,因此辐照的效果也不一样。

同一种材料用不同的激光辐照,效果也不一样,以 P-Al 玻璃为例,由表 1 可见虽然 Cu 蒸气、CO₂ 和 YAG 激光辐照均能提高 P-Al 玻璃的表面破坏阈值,其中以 YAG 激光辐照 20 个脉冲效果最好,可提高 1.8 倍,其次是 CO₂ 激光,可提高 1.4 倍左右。提高最少的是 Cu 蒸气激光,只提高 75%。为了排除是否是 Cu 蒸气激光的辐照功率不够,而使破坏阈值的提高不明显,作者将辐照功率由 1 W/cm² 提高到 5 W/cm² 进行辐照。结果表明,辐照功率增加后,破坏阈值并无提高,反而略有下降。由此可知不同的激光运转方式:连续、准连续、脉冲,不同的激光辐照功率,不同的激光波长和不同的脉宽等因素,它们所产生的辐照效果也不相同。出现上述结果的原因,作者认为因磷玻璃对 YAG 1.06 μm 激光吸收较少,基本上是透明的,激光辐射到样品上,一部分为表面所吸收,起到激光抛光的作用^[7]。另一部分能量透射到样品的内部,样品在激光的光热作用下,使内部结构和离子的束缚状态发生变化,因此 YAG 激光辐照对样品表面和体破坏阈值的提高有明显效果。这三种磷玻璃对 10.6 μm CO₂ 激光基本上是不透明的,它仅被样品表面薄层所吸收,因而 CO₂ 激光辐照对提高样品表面破坏阈值是有效的,而对提高体破坏阈值作用甚微。用 Labada-9 分光光度计测试了 P-Al 玻璃一组样品辐照前后的光谱曲线,分析这些光谱曲线可以看出 P-Al 玻璃在 300~900 nm 波段的变化不很明显,而在 900~1100 nm 波段有明显的变化,激光辐照后,样品的透过率增加,吸收率减少。根据测得的透射率计算这组 P-Al 玻璃样品 1.06 μm 的光吸收系数,发现吸收系数与破坏阈值之间有对应关系,如图 1 所示,随着吸收系数的减少,破坏阈值成线性上升。体破坏阈值与光吸收之间也存在类似的对应关系,但其中 CO₂ 辐照过的样品体破坏阈值偏低,偏离曲线较远,原因是 P-Al 玻璃对 10.6 μm 的 CO₂ 激光几乎不透过,因此 CO₂ 激光辐照对体破坏阈值的提高效果甚微。

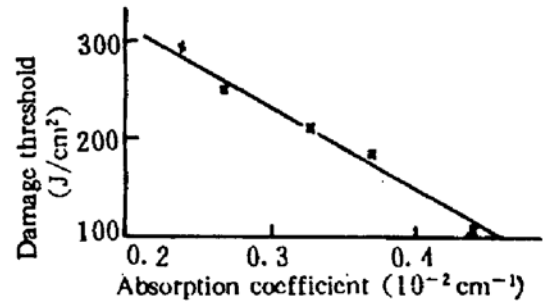


Fig. 1 Dependence of face damage thresholds of phosphate glasses P-Al on optical absorption coefficients

2.3 破坏形貌

P-Si 玻璃的破坏形貌如图 2 所示,图 2(a)为体破坏的侧面照片,可以看出这是一种典型的自聚焦破坏的实验结果,对于这三种磷酸盐玻璃,绝大部分的体破坏均为自聚焦破坏和热应力共同作用的结果,图 2(b)为正面拍摄到的炸裂破坏的形貌,从图上可以看出在炸裂破坏的周围有明显的应力环存在,图 2(c)是一种短而粗的炸裂破坏形貌,其中心部分也可看到一条自聚焦的丝状通道。P-Ba 和 P-Al 玻璃的破坏形貌大致与 P-Si 玻璃相似。



Fig. 2 Damage morphology of P-Si glass

2.4 辐照机理分析

磷玻璃经激光预辐照处理后,其表面破坏阈值提高^[7]。透射电镜分析实验的结果表明,经过辐照处理的玻璃样品表面形貌和微观结构发生了很大变化,表面变得均匀、光洁和细致。表面缺陷也得到明显的修复。作者认为在本文所用激光辐照的条件下,破坏阈机理的提

高主要是热的因素在起作用,对样品表面起退火和激光抛光的作用,消除表面在加工过程中产生的余应力。并对表面在加工过程中产生的微裂纹和细小的缺陷有修复作用。使表面变得光洁、均匀和细致。改善了样品表面的微观结构,使表面结构变得更加完整,从而提高了抗激光破坏的能力。

分析磷玻璃体破坏阈值提高的原因,用 JCXA-733 型电子探针对样品进行分析。从玻璃内部切取一薄片,制成所需的样品,经电子轰击 10 sec 后,开始测量离子的特征谱线强度及其变化,从而得出有关离子迁移和组分变化等信息。对表 1 中的 P-Ba 玻璃的“1”和“3”号样品进行了电子探针分析实验,测量 P 和 Ba 的特征谱线强度及其随时间的变化过程,强度的变化速度反映了 P 和 Ba 离子迁移的多少。结果表明经过辐照的样品的 P 和 Ba 离子的 X 射线强度较小,未辐照样品的强度较大,说明 P-Ba 样品被 Cu 蒸气激光辐照后使得结构更牢固,束缚力更强,更不容易产生破坏,这可能是磷玻璃样品体破坏阈值提高的一个原因。

用 D/max- γ A 12 kW 衍射仪,测试 Cu 蒸气激光辐照过和未辐照的 P-Ba 玻璃样品的 X 射线衍射图(图 3),发现它们在 25° 的非晶态衍射峰有明显的差别,辐照后衍射峰消失了,说明辐照后的玻璃样品的结构发生了变化。使之更趋非晶化,这是磷玻璃激光辐照后体破坏阈值提高的又一个原因。

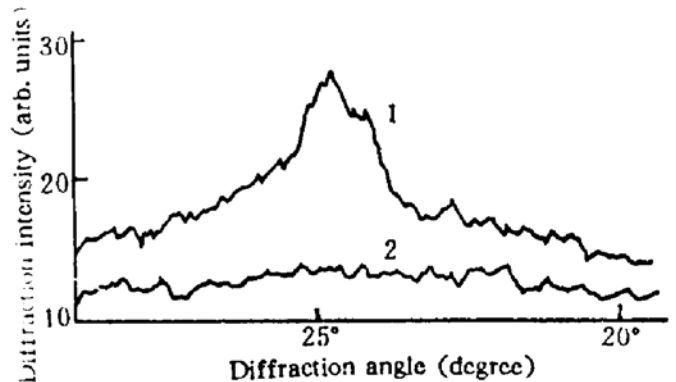


Fig. 3 X-ray diffractogram of P-Ba glass, 1. Without irradiation, 2. Post-irradiation

参 考 文 献

- [1] K. A. Cerqua M. J. Shoup *et al.*, Strengthened phosphate glass in a high rep rate active-mirror amplifier geometry. *Appl. Opt.*, 1988, 27(12): 2567~2572
- [2] 朱从善, 姚治东等, 离子交换增强的磷酸盐激光玻璃. *中国激光*, 1990, 17(7): 429~433
- [3] J. E. Swain, S. E. Stokwski, D. Milam, The effect of baking and pulsed laser irradiation on the bulk Laser damage threshold of potassium dihydrogen phosphate crystals. *Appl. Phys. Lett.*, 1982, 41(1): 12~14
- [4] M. R. Kozlowski, C. R. Wolfe *et al.*, Large area laser Conditioning of Dielectric thin film mirrors. *Proc. SPIE*, ASTM STP 1117, 1989, 1438: 376~390
- [5] 李仲伢, 邓和, 范正修, 1.06 μ m 激光对钛、锆光学薄膜的损伤. *中国激光*, 1989, 16(7): 413~416
- [6] 李仲伢, 李成富, 郭聚平, 多脉冲激光对光学薄膜的损伤. *光学学报*, 1991, 11(3): 264~268
- [7] 李仲伢, 李成富, 龚辉, 激光处理对光学薄膜和激光玻璃损伤的影响. *光学学报*, 1994, 14(3): 281

Enhancement Laser Induced Damage Threshold of Nd-Doped Phosphate Glass

Li Zhongya Li Chengfu Cheng Lei

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai 201800)

(Received 10 May 1994; revised 2 September 1994)

Abstract Three types of Nd-doped phosphate glasses were laser preirradiation processed by CW CO₂, Nd:YAG and Cu vapor lasers, respectively. Effect of laser length wave and irradiation condition on phosphate glasses at 1.06 μ m laser damage thresholds are investigated.

Key words laser preirradiation, Nd-doped phosphate, damage threshold.