

MgF₂ 晶体的激光损伤与加固研究

李仲伢 程 雷 李成富

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

摘 要 报道了 MgF₂ 晶体 1.06 μm 激光损伤阈值和损伤形貌。研究了用 CO₂、XeCl 和 Cu 蒸气三种不同的激光对 MgF₂ 进行激光预辐照加固和酸腐蚀加固。结果表明, Cu 蒸气激光加固效果最佳, 其次是酸腐蚀和 XeCl 激光预辐照, 并对加固机理进行了分析。

关键词 激光预辐照, 酸腐蚀, 激光损伤。

1 引 言

MgF₂ 晶体是很好的窗口材料, 也是优良的导弹头罩材料, 对 MgF₂ 晶体进行激光损伤和抗激光加固研究具有实际应用价值。为了增强其抗激光损伤能力, 使用 CO₂、XeCl 和 Cu 蒸气三种激光, 选择不同的激光参数, 对其进行预辐照实验和酸腐蚀实验。随后用 1.06 μm 波长、10 ns 脉宽的 YAG 激光进行损伤, 以判明各种加固措施的实际效果。结果表明 Cu 蒸气激光的加固效果甚好, 可使 MgF₂ 晶体的损伤阈值提高 2~3 倍。酸腐蚀也可使 MgF₂ 晶体表面损伤阈值提高约 1.5 倍。研究了激光预辐照和酸腐蚀的各种参数与损伤阈值之间的关系。以寻找最佳加固效果。并对加固机理进行了分析。

2 实 验

MgF₂ 晶体样品分成三组, 第一组用 CO₂ 和 XeCl 准分子激光辐照, CO₂ 激光波长 10.6 μm, 输出功率 500 W~1500 W 连续可调, 辐照功率密度为 30 W/cm²。准分子激光波长为 308 nm, 脉宽为 35 ns, 辐照功率密度为 1.1 MW/cm²。第二组用 Cu 蒸气激光辐照, 波长为 510 nm, 输出功率为 4.0 W~4.5 W, 脉宽 20 ns, 重复率 6 kHz, 辐照功率密度为 0.5 W/cm²~0.9 W/cm²。第三组用 HCl 盐酸腐蚀。

损伤实验用 1.06 μm 波长的 YAG 脉冲激光, 脉宽 10 ns, TEM₀₀ 模, 光强分布为高斯型, 焦斑直径(1/e²)为 39 μm。实验装置与文献[1]基本相同。损伤阈值定义为 50% 损伤几率的能量密度。用等离子体闪光和 He-Ne 散射光判断损伤发生与否。并用显微镜观察进行验证。

3 实验结果和分析

3.1 激光损伤

MgF₂ 晶体激光损伤的实验结果见表 1、表 2 和表 3, 表 1 的三块样品质量不太好, 散射

Table 1. CW CO₂ and XeCl laser pre-irradiation

sample	pre-irradiation condition				damage threshold/ (J/cm ²)	
	laser	power density/ (W/cm ²)	duration	total energy density/(J/cm ²)	surface	bulk
1	—	—	—	—	17.7	22.4
2	CO ₂	30	6 sec	180	14.6	—
3	XeCl	1.1 × 10 ⁶	10 shots	0.4	32.3	34.6

Table 2. Cu vapour laser pre-irradiation

sample	pre-irradiation condition			damage threshold/ (J/cm ²)	
	power density/ (W/cm ²)	duration/ sec	total energy density/(J/cm ²)	surface	bulk
4	—	—	—	72	91
5	0.5	20	10	195	268
6	0.5	40	20	231	317
7	0.9	30	27	249	342

Table 3. Acid etching

sample	acid treatment condition	surface damage threshold/(J/cm ²)
	HCl 5% duration	
8	—	263
9	cleaning 2 minute	340
10	etch 30 minure	351
11	etch 60 minute	487
12	etch 90 minute	635
13	etch 120 minute	542
14	etch 150 minute	435

颗粒很多,从表 1 中作为对照用的样品 1 可以看出,其表面和体损伤阈值均较低。对样品 2 和样品 3 分别做了 CO₂ 激光和 XeCl 准分子激光的预辐照加固实验,CO₂ 激光辐照的样品,损伤阈值没有提高反而有所下降。实验现象表明,是由于辐照时间太长,总的辐照剂量太大所造成的,在辐照过程中观察到样品的边缘部分产生了解理破坏。准分子激光辐照的样品,面和体损伤阈值分别提高了 80% 和 50% 以上。表 2 的四块样品光学质量较好,散射颗粒明显减少,剩余应力也较小(2 nm/cm),样品 4 作对照用,对其余三块样品进行了 Cu 蒸气激光辐照加固的实验,样品 5 和 6 所用的辐照功率相同,辐照时间不一样,样品 6 的辐照总能量比样品 5 大 1 倍,样品 7 的辐照功率比样品 5 和 6 增加了 80%,总的辐照能量也有所增加,从表 2 的结果可以看出样品 5、6、7 比样品 4 的面和体损伤阈值均有大幅度提高。Cu 蒸气激光辐照对提高 MgF₂ 晶体损伤阈值是十分有效的,使表面和体损伤阈提高了 2.5 到 3 倍。从表 2 的实验数据可以看出损伤阈值的提高与总的辐照能量之间有一定的关系,即随着辐照总能量增加而提高,其变化趋势如图 1 所示,开始随着辐照能量的增加损伤阈值增加较快,后来增加速度逐渐减慢。表 3 六块样品的光学质量比表 1 和表 2 的都好,样品 8 为对照样品,对其余几块样品进行了酸侵蚀,从表 3 可以看出样品 9 浸泡 2 分钟可以使面损伤阈值提高 30% 左右。比

较样品 9 与样品 10, 可以发现样品 10 侵蚀 30 分钟的损伤阈值比样品 9 并没有很大的提高, 这说明侵蚀了 30 分钟, 样品的表面并未发生实质性的变化。样品 11 侵蚀 1 小时情况就不一样了, 其损伤阈值比样品 8 提高了 80% 多, 说明样品 11 的表面已经发生了实质性的变化。表面损伤阈值与侵蚀时间的关系如图 2 所示。开始损伤阈值随着侵蚀时间的增加而增加, 侵蚀 1.5 小时的样品 12, 损伤阈值提高最多, 有 1.5 倍左右, 侵蚀时间继续增加, 这时损伤阈值已不再增加而开始明显下降。可见, MgF_2 晶体用 5% 浓度的盐酸侵蚀最佳时间为 1.5 小时左右。

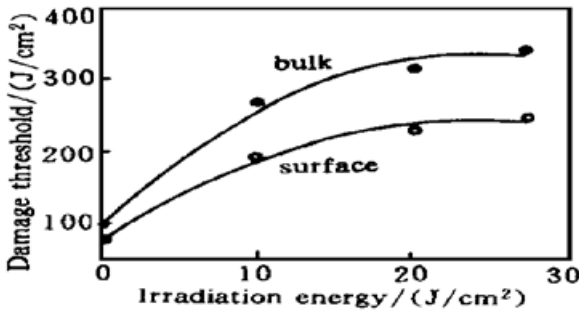


Fig. 1 Dependence of damage threshold on etching time

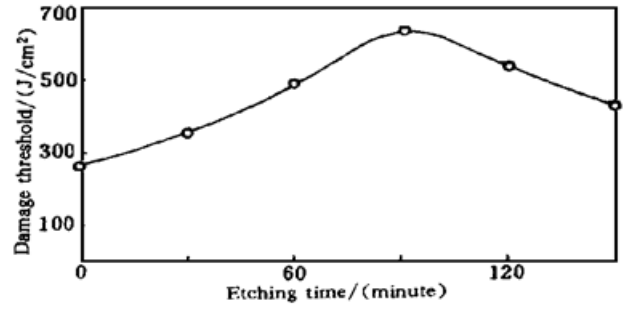


Fig. 2 Dependence of surface damage threshold of MgF_2 crystal on etching time

3.2 损伤形貌

MgF_2 晶体的激光损伤形貌, 有两个特点, 其一损伤形貌与样品的光学质量有关, 尤其是与应力的关系很大, 表 1 的样品由于剩余应力较大, 其体损伤形貌为一连串的小椭圆形片状破坏, 椭圆片的排列有一定的方向性, 图 3(a) 示出了体损伤的侧面照片, 这表明样品内存在的应力有一定取向。图 3(b) 为放大的侧面体损伤形貌。对于光学质量较好的样品, 其体损伤形貌为对称的炸裂破坏, 损伤形貌如图 3(c) 所示。 MgF_2 晶体是一种热稳定性较差的材料, 在激光损伤过程中它吸收了激光能量局部区域形成高温, 并产生很大的热应力。当热应力达到抗张破坏强度时, 便产生了炸裂破坏。图 3(c) 为典型的热应力破坏形貌。表 2 样品的破坏形貌基本上均属于这种类型。另一个特点是经过激光预辐照的样品与未经辐照的样品其损伤形貌不一样。未经辐照的样品一般在较低的激光能量时就产生破坏了, 损伤点较小, 并且常常以解理破坏的形式出现, 见图 3(d); 而辐照过的样品产生激光破坏所需的激光能量较高, 损伤点也大, 而且大都呈炸裂破坏, 见图 3(e)。 MgF_2 晶体的表面损伤形貌为一个一个小凹坑, 如图 3(f) 所示。

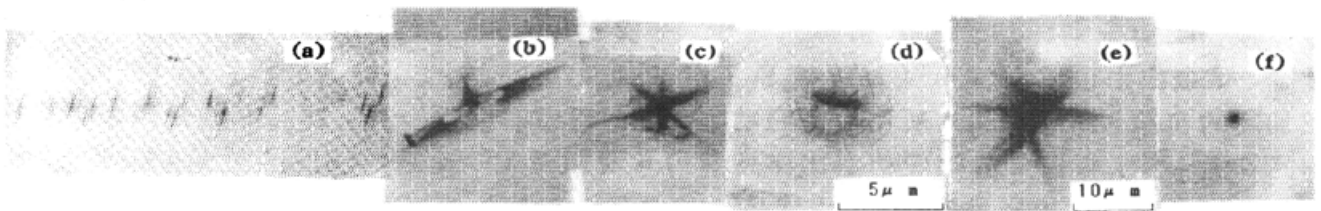


Fig. 3 Damage morphology. (a) Side, (b) Side, (c) Side, (d) Front, (e) Front, (f) Front

3.3 加固机理的分析

作者已报道过利用透射电镜(TEM)对样品进行微观结构分析, 阐明了激光预辐照提高光学元件和材料抗激光损伤的机理^[2]。激光预辐照, 可以移去表面杂质^[3]和 H_2O 、 CO_2 与灰尘等物质的吸附以及对样品进行激光抛光, 使表面变得光洁、均匀、细致; 微观结构发生变

化,并修复了微缺陷^[4],从而提高了光学材料抗激光损伤的能力。这些加固机理对 MgF₂ 晶体也同样适用。本文又用原子力显微镜对表 2 样品 7 测试了经 Cu 蒸气激光辐照前后表面形貌的变化,如图 4 所示,表面微裂纹明显减少,粗糙度有很大改善。测得样品表面的粗糙度均方根值辐照前为 2.158 nm,辐照后下降为 0.939 nm。综上所述,激光预辐照使样品的光学质量有明显改善,结构更完整,因而提高了抗激光损伤的性能。



Fig. 4 AFM topographic image of MgF₂. (a) Original (b) Cu vapour laser pre-irradiation

酸清洗的作用主要是去除样品表面的吸附、污染和杂质等,使损伤阈有所提高。样品经过较长时间的酸侵蚀去除了表面一薄层,消除或部分消除样品表面在机械加工过程中产生的微裂纹^[5],去除了表面在机械加工过程中出现的结构不完整和亚表面的杂质,因此使样品的表面损伤阈值有了明显的提高。

结束语 对 MgF₂ 晶体进行 Cu 蒸气激光预辐照时,发现激光损伤阈值的迅速增加仅仅发生在一个很小的激光辐照功率的范围内,作者在用 CO₂ 激光对其他光学材料进行激光预辐照实验时,也观察到类似的实验现象。因此如何选择合适的激光参数和辐照功率,对获得最佳辐照效果是至关重要的。辐照功率偏低,损伤阈值提高不明显;辐照功率过高,损伤阈值不但增加,反而有所下降。酸腐蚀加固的效果也相当好,该方法简单、易行,对样品无特殊要求,不受样品形状限制,腐蚀条件比较好掌握。因此酸腐蚀加固是一种提高光学材料激光损伤阈值行之有效的方法。

参 考 文 献

- [1] 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
- [2] 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~ 286
- [3] Kelley J D, Stuff M I, Hovis F E *et al.*. Removal of small particles from surfaces by pulsed laser irradiation: observation and mechanism. *Proc. SPIE*, 1991, 1415: 211~ 219
- [4] Kerr N C, Emmony D C. The effect of laser annealing on laser induced damage threshold. *NIST SP801*, 1989, 164~ 179
- [5] Marion J. Strengthened solid-state laser materials. *Appl. Phys. Lett.*, 1985, 47(7): 694~ 696

Investigation of Laser Damage and Strengthening of MgF₂ Crystals

Li Zhongya Cheng Lei Li Chengfu

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

(Received 25 December 1997; revised 17 March 1998)

Abstract The laser damage thresholds and morphologies of MgF₂ crystals at 1.06 μm are reported. Strengthening of the MgF₂ crystals is investigated by laser pre-irradiation and acid etching with CW CO₂, XeCl and Cu vapour lasers. The results show that the Cu vapour strengthening effect is the optimum and the next are acid etching and XeCl laser pre-irradiation. Strengthening mechanism is analyzed.

Key words laser pre-irradiation, laser damage, acid etching.