

# 化学处理增强光学材料的抗激光破坏强度

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** 报道了用化学处理方法提高光学材料的抗激光破坏强度实验结果, 化学处理使  $K_9$  和  $K_2$  玻璃的激光损伤阈值分别提高 3 倍和 4 倍, 对晶体和熔石英的化学处理也取得了较好的效果。并对加固机理作了分析。

**关键词** 化学处理, 损伤阈值, 加固机理。

为了提高光学材料抗激光破坏的强度, 人们正在进行广泛的研究, 一方面改进生产和制备工艺提高材料本身的 optical 质量; 另一方面研究和采用各种后处理方法改进和提高材料的激光破坏强度, 如激光预辐照<sup>[1-3]</sup>、化学腐蚀<sup>[4]</sup>、化学抛光<sup>[5]</sup>, 离子交换钢化处理<sup>[6, 7]</sup>和镀金刚石膜等。为了消除光学元件表面在机械加工过程中产生的微裂纹和表面结构的不完整性, 提高光学元件抗激光损伤强度, 本文采用化学处理的方法, 来提高光学元件表面的抗激光破坏强度, 对化学处理的条件和规律进行了研究, 并对增强光学材料抗激光损伤强度的机理进行了分析。

## 1 实验条件

### 1.1 实验装置和方法

实验装置如图 1 所示, 激光系统由一级振荡和二级放大 Nd·YAG 激光器组成。振荡器为

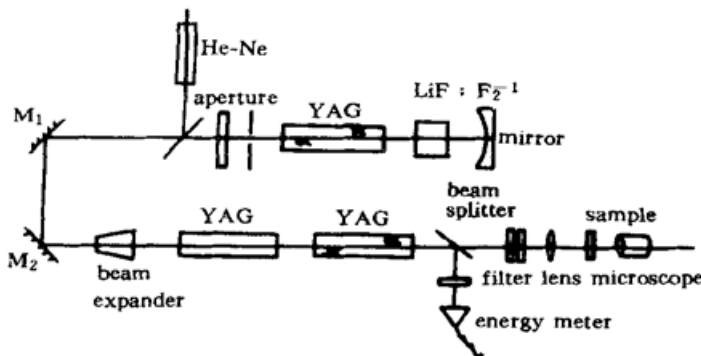


Fig. 1 Experimental apparatus

平凹腔, 采用  $\text{LiF} \cdot \text{F}_2^{-1}$  晶体调  $Q$ , 小孔光阑选模, 输出波长  $1.06 \mu\text{m}$ , 模式  $\text{TEM}_{00}$  模, 光强分布高斯型, 脉宽(FWHM)  $10 \text{ ns}$ 。入射光束经由非球面透镜聚焦到样品上, 样品置于四维可调的精密调整架上, 该装置不仅可以方便地移动样品, 同时利用它测定出焦斑直径  $d(1/e^2)$  为  $53 \mu\text{m}$ 。

实验采用 1-ON-1 方法, 即在样品的一个位置上只照射一次激光, 不管这点是否发生破坏, 下一次另换一个位置进行实验。损伤阈值定义为最大的不破坏能量密度与最小的破

坏能量密度二者的平均值。

## 1.2 样 品

玻璃样品为  $K_2$  和  $K_9$ , 因为  $K_2$  和  $K_9$  是最常用的光学元件基质材料, 也是很好的窗口材料, 对它们进行了不同条件的酸处理, 以观察酸处理的效果。

也对熔石英玻璃  $JGS_1$  和晶体  $CaF_2$ 、 $LiF$  进行了化学处理实验。

## 2 实验结果

对  $K_2$  和  $K_9$  研究了酸侵蚀的浓度和作用时间对光学材料激光表面损伤阈值的影响, 实验结果如表 1、表 2 和图 2 所示。表 1 中  $S_0$  是未经处理的参照样品, 从表 1 可以看出样品  $S_1$  和  $S_2$  用质量分数 0.10 的盐酸浸泡 2 分钟或 5 分钟可使损伤阈值提高 1.6 倍左右。 $S_3$  用同样的盐酸侵蚀了 1 小时, 其损伤阈值比  $S_0$  提高了约 2.5 倍。另外还用质量分数 0.05 的稀盐酸对  $K_2$  玻璃样品  $S_4 \sim S_7$  进行了侵蚀和激光损伤实验, 结果也列在表 1 中。由表 1 可见,  $S_6$  样品的损伤阈值比  $S_0$  提高了 4 倍。 $K_2$  玻璃的表面损伤阈值与侵蚀时间的关系如图 2 所示。开始时损伤阈值随着侵蚀时间的增加而增加, 对应侵蚀时间 2 小时, 损伤阈值提高最多, 侵蚀时间从 2 小时增加到 3 小时, 这时损伤阈值不再增加反而明显下降。

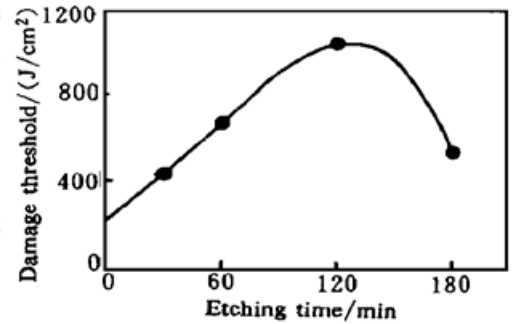


Fig. 2 Dependence of surface damage threshold of  $K_2$  glass on etching time

Table 1. Damage threshold of  $K_2$  glass after acid etching

sample	acid etching conditions		surface damage threshold/(J/cm <sup>2</sup> )
	etching time in HCl of mass fraction 0.10/min	etching time in HCl of mass fraction 0.05/min	
$S_0$	—		207
$S_1$	2		534
$S_2$	5		547
$S_3$	60		714
$S_4$		30	430
$S_5$		60	669
$S_6$		120	1035
$S_7$		180	543

$K_9$  玻璃酸侵蚀实验的结果见表 2, 实验表明  $K_9$  玻璃表面损伤阈值与侵蚀时间的关系与  $K_2$  玻璃有相似的变化规律, 质量分数 0.05 的盐酸, 也是在侵蚀时间为 2 小时时损伤阈值的提高获得最佳效果, 此时  $A_3$  比  $A_0$  提高 3 倍多, 侵蚀时间再继续增加则效果下降。

对  $CaF_2$ 、 $LiF$  和熔石英样品进行化学处理的实验结果如表 3 所示,  $CaF_2$  晶体经过酸侵蚀后表面损伤阈值提高了 25%,  $LiF$  晶体用去离子水侵蚀后, 表面损伤阈值提高了 3 倍; 熔石英玻璃经酸处理后, 表面损伤阈值提高了 80% 以上, 可见化学处理对这几种光学材料的激光损伤阈值改善也是很有效的。

Table 2. Damage threshold of K<sub>9</sub> glass after acid etching

sample	etching time in HCl of mass fraction 0.05	surface damage threshold/(J/cm <sup>2</sup> )
A <sub>0</sub>	—	358
A <sub>1</sub>	30 min	636
A <sub>2</sub>	60 min	854
A <sub>3</sub>	120 min	1471
A <sub>4</sub>	150 min	713
A <sub>5</sub>	cleaning 2 min with HCl of mass fraction 0.10	394

Table 3. Damage threshold of crystals and fused silica

sample	etching conditions	surface damage threshold/(J/cm <sup>2</sup> )
CaF <sub>2</sub>	C <sub>1</sub>	—
	C <sub>2</sub>	etch 60 min in HCl of mass fraction 0.05
LiF	L <sub>1</sub>	—
	L <sub>2</sub>	etch 2 min in deionized water
fused silica	B <sub>1</sub>	—
	B <sub>2</sub>	etch 120 min in HCl of mass fraction 0.10

为了弄清化学处理对材料光学性质的影响,测试了样品化学处理前后光学性质的变化。测试结果表明,在本文的实验条件下,K<sub>2</sub>和熔石英基本上没有变化,K<sub>9</sub>玻璃在紫外 350 nm 至可见光波段 750 nm,透过率约下降 8~3%。CaF<sub>2</sub>在 200~600 nm 波段的透过率下降了 20~2%,LiF从 200~1000 nm 透过率下降 26~3%,从以上结果可以看出本文所采用的处理条件对 K<sub>2</sub>和熔石英玻璃的光学性质是没有影响的,对 K<sub>9</sub>玻璃和 CaF<sub>2</sub>晶体的影响也较小,CaF<sub>2</sub>晶体在 400 nm 波长透过率的变化为 5%,只有对 LiF 晶体的光学性质影响较大。

### 3 加固机理分析

为了更好地了解化学侵蚀提高光学材料抗激光破坏强度的机理,用原子力显微镜(AFM)

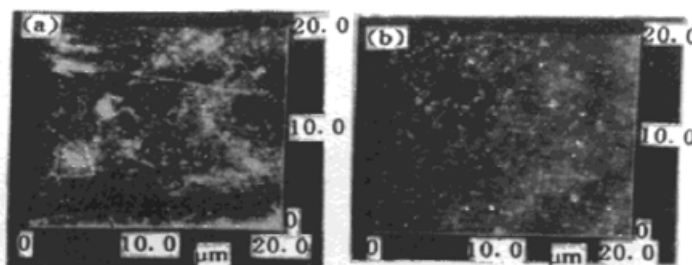


Fig. 3 AFM topographic image of K<sub>9</sub>. (a) Original, (b) After acid etching of 2.5 hours

对表 2 中的 A<sub>3</sub> 样品在酸侵蚀前后形貌的变化进行了测试,如图 3 所示,表面凹凸不平的形状有了明显的改善。所测得的表面粗糙度均方根值(RMS),酸侵蚀前为 1.968 nm,酸侵蚀后下降为 0.628 nm,表明表面粗糙度有了很大改善。

酸清洗可以去除样品表面的杂质,吸附物和污染物从而使损伤阈值有所提高。酸侵蚀除了酸清洗所具有的作用外,还可以去除表面一薄层,消除或部分消除样品在机械加工过程中产生的微裂纹<sup>[4]</sup>,去除表面在加工过程中产生的结构不完整,使样品的损伤阈值有较大提高。

化学处理的结果,使样品表面变得光洁,结构完整,降低了粗糙度,去除了杂质和微裂

纹, 消除了产生破坏的隐患, 因而化学处理对提高光学材料抗激光损伤是相当有效的。但是必须指出, 在化学处理过程中要尽可能保证不影响元件表面的光学质量。

### 参 考 文 献

- [1] Temple P A, Lowdermilk W H, Milam D. Carbon dioxide laser polishing of fused silica surfaces for increased laser-damage resistance at 1064 nm. *Appl. Opt.*, 1982, **21**(18) : 3249~ 3255
- [2] Kerr N C, Emmong D C. The effect of laser annealing on laser induced damage threshold. *National Institute of Standard Technology Special Publ.*, 1989. **SP801** : 164~ 179
- [3] 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, **13**(3) : 281 ~ 286
- [4] Marion J. Shrenghened solid-state laser materials. *Appl. Phys. Lett.*, 1985, **47**(7) : 694~ 696
- [5] Hata C, Inazumi T, Izumitani T. Chemically strengthened slab laser glass with optical surface quality. *National Institute of Standard Technology Special Publ.*, 1986, **SP752** : 168~ 175
- [6] Lerqua K A, Shoupetal M J. Strengthened phosphate glass in a high rep rate active-mirror amplifier geometry. *Appl. Opt.*, 1988, **27**(12) : 2567~ 2572
- [7] 朱从善, 姚治东, 周金虎等. 离子交换增强磷酸盐激光玻璃. *中国激光*, 1990, **17**(7) : 429~ 433

## Increase of Laser-Damage Resistance of Optical Materials by Chemical Treatment

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 15 April 1998)

**Abstract** Experimental results of increased laser-damage resistance for optical materials by chemical treatment are reported. Laser surface damage thresholds of K<sub>9</sub> and K<sub>2</sub> glass after acid etching are increased by a factor of 3 and 4, respectively. Good effects are also obtained for crystal and fused silica. The strengthening mechanism of the laser-damage resistance of optical materials by chemical treatment is analyzed.

**Key words** chemical treatment, damage threshold, strengthening mechanism.