

经 355 nm 激光预处理后熔石英的损伤增长

尹伟^{1,2}, 祖小涛^{2,*}, 蒋晓东¹, 袁晓东¹, 吕海兵¹, 王成程¹, 郑万国¹

(1. 中国工程物理研究院 激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900;

2. 电子科技大学 物理电子学院, 四川 成都 610054)

摘要:为研究经预处理的熔石英损伤点随激光脉冲的增长关系, 采用 355 nm 脉冲激光辐照预处理熔石英, 再辐照位于后表面的损伤点, 然后用 Mias 软件采集损伤增长的图像并测量每次脉冲后损伤点的面积。通过与未经预处理熔石英的损伤增长相比较可得出, 经预处理与未经预处理的熔石英损伤点面积均随激光辐照脉冲数呈指数增长, 但前者的损伤增长速度比后者的快。355 nm 激光预处理能够有效提高熔石英元件的抗损伤阈值, 但损伤一旦发生将会更加快速地扩展。

关键词:激光技术; 激光损伤增长; 辐照预处理; 熔石英

中图分类号: O437

文献标志码: A

文章编号: 1000-6931(2009)09-0860-05

Growth of Laser Initial Damage in Conditioned Fused Silica at 355 nm

YIN Wei^{1,2}, ZU Xiao-tao^{2,*}, JIANG Xiao-dong¹, YUAN Xiao-dong¹,
LU Hai-bing¹, WANG Cheng-cheng¹, ZHENG Wan-guo¹

(1. China Academy of Engineering Physics, P. O. Box 919-988, Mianyang 621900, China;

2. School of Physical Electronics, University of Electronic Science and Technology of China,
Chengdu 610054, China)

Abstract: In order to investigate the relation between growth of fused silica initial damage and numbers of laser pulse, the damage sites located on exit surface of conditioned fused silica were irradiated with 355 nm pulse laser. After each shot, photograph of growth of the damage site was taken and the area of the damage site was measured. By comparing with the case of growth of unconditioned fused silica damage sites, experimental results show exponential growth in the lateral size of damage sites located on exit surface with shot number in both the case of conditioned and the case of unconditioned, whereas the growth of conditioned silica damage sites are more rapid than the growth of unconditioned silica damage sites. Laser condition can effectively improve laser damage threshold, but it can reduce resistance of fused silica to damage growth.

Key words: laser technique; laser damage growth; laser condition; fused silica

收稿日期: 2008-07-16; 修回日期: 2008-11-24

基金项目: 国家高技术发展计划资助项目(2007AA804233); 教育部新世纪优秀人才支持计划资助项目(NCET-040-899)

作者简介: 尹伟(1975—), 男, 四川仁寿人, 硕士研究生, 凝聚态物理专业

* 通信作者: 祖小涛, E-mail: xtzu@uestc.edu.cn

熔石英材料由于其优异的化学稳定性及优良的光学性能而广泛应用于高功率激光系统中。熔石英光学元件在生产和使用过程中不可避免地要引入各种各样的缺陷^[1-6],这些缺陷将降低元件的激光损伤阈值。激光预处理是改善光学元件抗损伤能力的有效途径之一,其主要原理是采用低于其损伤阈值的激光能量密度递增扫描光学元件表面,使其表面与亚表面的缺陷得到部分去除或修复,从而提高元件的抗损伤能力^[1]。另外,光学元件的使用寿命受限于元件的初始损伤阈值和在后继脉冲作用下的损伤增长速率^[7]。因此,研究熔石英的损伤增长对评估其使用寿命有重要意义。近年来,国内外有关激光预处理提高熔石英损伤阈值与熔石英损伤增长的研究虽较多^[7-12],但对经激光预处理后熔石英的损伤增长的研究尚未见报道。

本工作用 355 nm 脉冲激光辐照预处理熔石英样片,然后辐照位于熔石英样片后表面的各损伤点,用 Mias 软件采集损伤增长图像并测量每次脉冲后损伤点的面积。通过与未经激光预处理的损伤增长比较,研究损伤点面积随激光脉冲数增长的关系。

1 实验部分

1.1 实验设备

实验测试系统由单纵模 SAGA 激光器(脉宽 6.9 ns,光斑面积可通过聚焦透镜承载台调节聚焦透镜与样品的距离来控制,近场近高斯分布)、准直光源、聚焦透镜及其承载台(1 维可调,步进精度 10 μm)、分光劈板、EPM2000 能量卡计、样品载物台(2 维可调,步进精度 10 μm)、光学显微镜及计算机等组成。实验光路示意图如图 1 所示。

激光器发出的 355 nm 激光经反射、聚焦后被分光劈板按一定比例分出一小部分光束进入能量卡计,其余光束辐照在样片上。损伤增长可通过光学显微镜及计算机进行在线观察与图像采集。光斑近场采用科学级 CCD 进行测量,然后利用光斑分析软件计算其有效面积。

1.2 实验步骤

本实验采用熔石英样片,规格为 40 mm \times 40 mm,样片被划分为两个 20 mm \times 40 mm 的

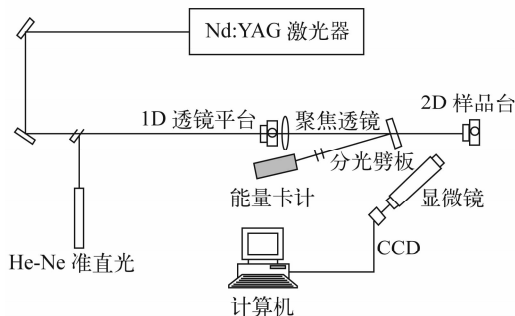


图 1 损伤增长实验光路示意图
Fig. 1 Experimental arrangement for growth of laser damage

区域。对于第 1 个区域,首先用 S on 1 方法测得其零损伤阈值为 14.22 J/cm²,用 R on 1 方法测得其损伤阈值为 16.08 J/cm²。然后采用高于其 S on 1 的零损伤阈值约 20% 的能量密度辐照熔石英样片,在样片后表面上得到一系列初始损伤点。为降低相邻点的相互影响,各点间隔 5 mm。再用低于零损伤阈值的各能量密度段依次辐照各初始损伤点。初始损伤点的面积在脉冲激光辐照下开始扩大,每次辐照后采集 1 次图像,直到损伤尺寸超出图像采集范围为止。另 1 个区域首先用光斑直径 3 mm 的 355 nm 激光辐照预处理,具体处理方法为用 R on 1 测得的损伤阈值 30%、50% 与 80% 的能量密度以光栅扫描方式^[7]各扫描 3 遍,激光频率为 10 Hz。经辐照预处理后测得 S on 1 的零损伤阈值为 15.63 J/cm²,较未辐照预处理的提高了约 10%。然后采用与第 1 个区域相同的方法制造损伤点、辐照损伤点,使其增长并采集图像,所有辐照损伤增长所使用的激光光斑面积均为 1 mm²。最后对所有采集的图像用 Mias 软件测量其损伤点面积。

2 实验结果

为获得熔石英后表面的初始损伤点在 355 nm 激光辐照下横向面积的增长速率,每个初始损伤点均在能量密度相对较稳定的脉冲激光辐照下增长,每次脉冲辐照后均采集图像,并用 Mias 软件测量损伤点的面积。经激光预处理与未经预处理的熔石英损伤增长的试验各做了 10 组,它们的后表面损伤点面积随辐照脉冲次数均呈指数函数关系^[9]:

$$A = A_0 e^{\alpha N} + A_1 \quad (1)$$

其中: A 为损伤斑面积; N 为辐照脉冲数; A_0 、 A_1 和 α 为拟合参数。在所有测试数据中, 损伤增长能量密度在 $7.64 \sim 13.64 \text{ J/cm}^2$ 之间, α 的值在 $0.08 \sim 0.50$ 之间变化, 在同一区域(激光预处理区或未预处理区), 通常损伤增长能量密度越大, α 的值也越大。损伤增长速率对能量密度很敏感, 能量密度越大, 损伤增长速率也就越快。损伤增长速度除与激光辐照的能量密度有关外, 还与损伤点的初始形貌有关, 通常初始形貌越复杂, 其损伤增长速度越快。

对经激光预处理与未经激光预处理熔石英的损伤增长数据作如下两种形式的比较: 1) 未经激光预处理的熔石英初始损伤形貌较经激光预处理的熔石英初始损伤形貌复杂, 且损伤增长能量密度较后者更大; 2) 两者初始损伤形貌较为接近, 但未经激光预处理的熔石英损伤增长能量密度较大。

图 2 示出了经激光预处理与未经预处理的熔石英两个初始损伤点的形貌。从图 2 可看出, 未经预处理熔石英上的初始损伤形貌较经预处理熔石英上的初始损伤形貌复杂。另外, 未经预处理的熔石英平均损伤增长能量密度为 13.25 J/cm^2 , 比经预处理的熔石英平均损伤增长能量密度 11.65 J/cm^2 高出 13.7% 。从前述的影响损伤增长速度的两个方面看, 可得出未经预处理的熔石英较经预处理的熔石英的损伤增长速度快的结论。但实际情况却与该结论相反, 它们的损伤面积随激光脉冲增长如图 3 所示, 经预处理的熔石英的初始损伤在 10 个脉冲作用下已超出了图像采集范围, 而未经预处理的熔石英的初始损伤在 25 个脉冲作用下才超出图像采集范围。

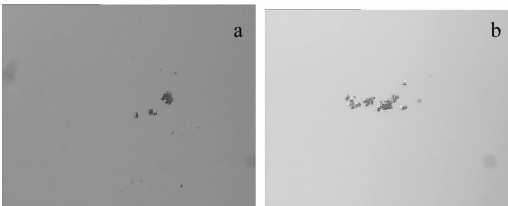


图 2 熔石英上的初始损伤形貌

Fig. 2 Initial damage morphology of silica
a——经预处理后; b——未经预处理

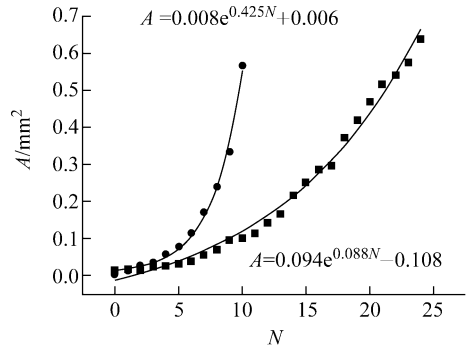


图 3 图 2 中的经预处理与未经预处理熔石英损伤点的增长

Fig. 3 Growth of both conditioned and unconditioned silica damaged sites in Fig. 2

●——经预处理后; ■——未经预处理

比较两个初始损伤点形貌接近的情况, 其中, 未经预处理的熔石英平均损伤增长能量密度为 12.35 J/cm^2 , 比经预处理的熔石英平均损伤增长能量密度 10.43 J/cm^2 高出 18.4% 。它们的损伤面积随激光脉冲的增长如图 4 所示。未经预处理的熔石英在 34 个脉冲作用后的损伤点面积较经预处理的熔石英的初始损伤在 12 个脉冲作用后还要小。即未经预处理的熔石英在平均损伤增长能量密度较经预处理的熔石英大得多的情况下, 其损伤增长速度却要慢得多。

所有数据均显示了相同的结果。经化学-机械法抛光的熔石英表面和亚表面存在大量的

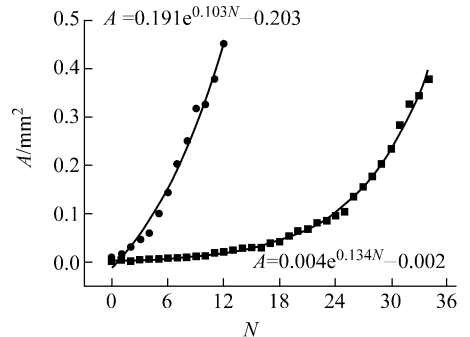


图 4 经预处理与未经预处理熔石英的两个初始损伤形貌相近的损伤点的增长

Fig. 4 Growth of both conditioned and unconditioned silica damaged sites with same initial damage morphology

●——经预处理后; ■——未经预处理

缺陷,包括抛光过程中由于热作用形成一层致密、杂质浓度较高的离子重沉积层(Beilby层),在激光辐照下会形成典型的 haze 损伤形貌;在切割、研磨、抛光等过程中,机械压头或抛光砂不断研磨光学元件表面,在离子重沉积层下面形成大量形态各异、分布复杂的微裂纹和划痕;抛光颗粒会隐匿在微裂纹和划痕中成为激光强吸收中心。这些缺陷的存在极大降低了熔石英元件抗激光辐照损伤的能力。为减小熔石英表面和亚表面缺陷密度,提高抗损伤能力,较广泛使用的技术是3倍频激光预处理,其主要原理是采用低于其损伤阈值的激光能量密度递增扫描光学元件表面,使其表面与亚表面的缺陷得到部分去除或修复,从而提高元件的抗损伤能力。但在355 nm激光去除或修复其它种类缺陷的同时,也使熔石英元件表面结构中氧原子离解,从而产生对355 nm激光有强吸收作用的氧缺位 E' 中心、非桥接氧中心(NBOHC)等缺陷,致使熔石英元件表面的Si与O的比例发生偏移形成非计量比的 SiO_x ($x < 2$), SiO_x 在温度高于1100 °C时不稳定而相解为 SiO_2 与Si纳米颗粒,而纳米大小晶体Si颗粒在能量密度为数 J/cm^2 的3倍频激光作用下温度可升至几千°C,足以产生微热爆炸致使熔石英发生破坏^[13]。

结合试验结果,认为熔石英样片经355 nm激光预处理后,总体上缺陷数量虽减少而使损伤阈值提高,但在预处理过程中又产生或增加了大量的氧缺位 E' 中心、NBOHC等缺陷和纳米晶体Si杂质。当损伤发生后,经预处理与未经预处理损伤点内的宏观缺陷(裂纹等)较接近,但前者包含更多的氧缺位 E' 中心、NBOHC等缺陷和纳米晶体Si杂质,在后继的损伤增长中,这些缺陷和杂质大量吸收激光能量,使损伤增长加速,国外文献^[13-14]已报道了在损伤点内发现这些缺陷种类的存在。当然,为获得对该现象进一步的理性认识,还需做大量微观层面上的工作,如通过电子自旋共振谱(ESR)和阴极发光谱(CL)对比分析熔石英经355 nm激光预处理前、后氧缺位 E' 中心、NBOHC特征峰幅值的变化情况,以及使用荧光光谱(PL)和X射线光电子能谱(XPS)分析预处理前后熔石英元件表面Si与O的比例的变化情况等。

3 结论

对位于经355 nm激光预处理与未经预处理的熔石英样片后表面上的初始损伤点进行了损伤增长测试,并对它们的结果进行了比较。结果表明:在脉冲激光辐照下,位于经355 nm激光预处理与未经预处理的熔石英样片后表面上的损伤点面积随脉冲数均呈指数增长关系,但在相同条件下,经355 nm激光预处理的熔石英损伤增长速度较未经预处理的要快得多。355 nm激光预处理能够有效地提高熔石英样片的抗损伤阈值,但损伤一旦发生将更加快速地扩展。

参考文献:

- [1] 孙承纬,陆启生,范正修,等. 激光辐照效应[M]. 北京:国防工业出版社,2002:280-291.
 - [2] MILLER P E, SURATWALA T I, WONG L L, et al. The distribution of subsurface damage in fused silica[J]. Proc of SPIE, 2005, 5 991: 1-25.
 - [3] BLOENBERGEN N. Role of crack pores, and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at sub-surfaces of transparent dielectrics[J]. Appl Opt, 1973, 12: 661-664.
 - [4] STAVROS G D, MIKE S, KAORU M, et al. Characterization of laser induced damage sites in optical components[J]. Optics Express, 2002, 10: 1 444-1 450.
 - [5] GNIN F Y, MICHAEL D F, MARK R K, et al. Rear-surface laser damage on 355 nm silica optics owing to Fresnel diffraction on front-surface contamination particles[J]. Applied Optics, 2000, 39(21): 3 654-3 663.
 - [6] SURATWALA T I, WONG L L, MILLER P E, et al. Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica[J]. Journal of Non-crystalline Solids, 2005, 352: 5 601-5 617.
 - [7] DEMOS S G, COZLOWSKI M R, STAGGS M, et al. Mechanism to explain in damage growth in optical materials[J]. Proc of SPIE, 2001, 4 347: 277-284.
 - [8] 黄进,吕海兵,赵松楠,等. 利用 CO_2 激光预处理提高熔石英基片的损伤阈值[J]. 中国激光, 2007,34(5):723-727.
- HUANG Jin, LU Haibing, ZHAO Songnan, et

- al. Damage threshold improvement of fused silica chip by CO₂ laser pretreatment[J]. Chinese Journal of Lasers, 2007, 34(5): 723-727 (in Chinese).
- [9] MARY A N, LAWRENCE W H, WU Z L, et al. Growth of laser initiated damage in fused silica at 351 nm[C]// 32nd Annual Symposium on Optical Materials for High Power Lasers Boulder, UCRL-JC-139624. [S.l.]: [s.n.], 2000.
- [10] 黄进, 赵松楠, 吕海兵, 等. 利用 1 064 nm 激光预处理提高 pickoff 镜损伤阈值[J]. 强激光与粒子束, 2007, 19(5): 728-732.
HUANG Jin, ZHAO Songnan, LU Haibing, et al. Damage-threshold increase of pickoff optics using 1 064 nm wavelength laser[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2007, 19(5): 728-732 (in Chinese).
- [11] 李仲伢, 陈雷, 李成富. 熔石英玻璃和白宝石晶体激光损伤研究[J]. 中国激光, 2002, 29(10): 16-21.
LI Zhongya, CHEN Lei, LI Chengfu. Study of laser damage of fused silica and sapphire crystal [J]. Chinese Journal of Lasers, 2002, 29(10): 16-21 (in Chinese).
- [12] FEIT M D, RUBENCHIK A M, BOLEY C D, et al. Development of a progress model for CO₂ laser mitigation of damage growth in fused silica [C]// Annual Symposium on Optical Material for High Power Laser. [S.l.]: [s.n.], 2003.
- [13] KOZLOWSKI M R, BATTERSBY C L, DEMOS S G, et al. Luminescence investigation of SiO₂ surfaces damaged by 0.35 mm laser illumination[C]// 31st Annual Symposium on Optical Materials for High Power Lasers Boulder, UCRL-JC-136870. [S.l.]: [s.n.], 2000.
- [14] STEVENS-KALCEFF M A, STESMANS A, WONG J. Defects induced in fused silica by high fluence ultraviolet laser pulses at 355 nm [J]. Applied Physics Letters, 2002, 80: 758-760.