

## 激光钝化对熔石英修复后损伤性能影响的实验研究\*

李熙斌<sup>1)†</sup> 袁晓东<sup>1)</sup> 贺少勃<sup>1)</sup> 吕海兵<sup>1)</sup> 王海军<sup>1)</sup> 向霞<sup>2)</sup> 郑万国<sup>1)</sup>

1) (中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 绵阳 621900)

2) (电子科技大学物理电子学院, 成都 610054)

(2011年5月26日收到; 2011年7月1日收到修改稿)

采用 10.6  $\mu\text{m}$  的  $\text{CO}_2$  激光, 对单次激光脉冲辐照修复熔石英存在的烧蚀采用大光斑钝化去除. 经过辐照修复的区域置于前表面测试初始损伤阈值, 结果表明调制造成的损伤得到了一定程度的抑制; 辐照区域置于后表面修复后熔石英的初始损伤阈值超过了基底的初始损伤阈值. 实验观察到了应力分布外扩, 同时明显减弱. 对损伤增长的测试说明, 经过激光熔融辐照后的损伤点, 当应力释放以后, 损伤扩展初期表现出指数增长趋势, 后期随着辐照次数的增加, 损伤增长不再明显, 并且趋于恒定值.

**关键词:**  $\text{CO}_2$  激光, 辐照, 损伤阈值, 损伤增长

**PACS:** 44.40.+a, 65.60.+a, 42.25.Lc

## 1 引言

熔石英是氧化硅(石英, 硅石)的非晶态(玻璃态), 是典型的玻璃, 其原子结构长程无序. 通过三维结构交叉链接提供其高使用温度和低热膨胀系数. 熔石英化学性能稳定、耐酸碱、耐高温、耐磨、膨胀系数小、高纯度、高绝缘等特点, 具有极低的热导率和电导率, 极好的热稳定性, 因此成为众多光学元件基底的首选材料, 尤其是应用于高功率紫外激光装置中. 针对熔石英的红外激光熔融辐照技术始于 1979 年<sup>[1]</sup>, 这种辐照方式的优点在于实现局部后处理, 利用材料自身的熔融作用填补内部缺陷裂纹, 避免缺陷造成的局部调制<sup>[2,3]</sup>, 提升元件的激光运行通量. 因为工艺上可操作性强、污染较小、辐照效率高, 具有很好的应用前景. 美国利弗莫尔实验室在激光熔融辐照技术的参数优化<sup>[4,5]</sup>、温度场和应力场理论建模<sup>[6,7]</sup>方面都有过系列的研究, Bass 和 Guss 等<sup>[8,9]</sup>采用基于激光扫描振镜的辐照工艺可以成功修复大尺寸的损伤. 国内也进行了  $\text{CO}_2$  激光辐照提升材料表面性能的相关研究<sup>[10,11]</sup>, 但是对损伤辐照后的形貌、应力、污染物分布和材料特性改变等的研究没有系统的阐述, 而此类研究对于细化工艺、改善激光辐照效果具有重要的意义, 并可以极大地降低高功率固体激光

装置中的大口径光学元件的使用成本, 具有重要的工程意义和科研价值.  $\text{CO}_2$  激光辐照的主要工艺难点就是对单一损伤的熔融技术, 材料表面因辐照带来的形貌变化、表面污染状况和应力分布情况都对辐照效果产生直接影响, 而经过初次辐照的损伤, 虽然内部裂痕已经被完全熔融, 但是由于激光产生的瞬间高温(高于 2700  $^\circ\text{C}$ )会使表面沉积一定数量的污染颗粒, 同时, 熔池边缘的凸起形貌会改变光场强区分布, 明显减低元件损伤阈值. 本实验采用大光斑两次熔融, 可以清除表面污染物, 同时钝化石英熔融、凝固引起的凸起形貌, 有效提升材料损伤性能.

## 2 实验光路

实验采用样品为 Coring 7980 熔石英基片, 尺寸 40 mm  $\times$  40 mm  $\times$  5 mm. 辐照以前用高纯水和分析醇对熔石英样品表面缓慢擦拭. 为了尽可能彻底地清除抛光引入的吸收性杂质(以  $\text{CeO}_2$  为主), 用质量分数 1% HF 与 15%  $\text{NH}_4\text{F}$  溶液对样品表面进行轻度刻蚀.

洁净后的熔石英基片固定在三维位移平台上, 平移台由计算机软件控制水平和竖直方向移动, 平

\* 国家高技术研究发展计划(863 计划)(批准号: 2008AA8040508)和国防预研基金(批准号: 426020606)资助的课题.

† E-mail: lixibin2003@126.com

移台的移动精度为 3  $\mu\text{m}$ , 复位精度 2  $\mu\text{m}$ , 最高移动速度 20 mm/s. 试验装置如图 1 所示. 光源采用相干公司的 GEM100 准连续 CO<sub>2</sub> 激光器, 功率和脉冲作用时间由软件控制. 激光器的出口光斑直径为 4 mm, 经过 ZnSe 透镜聚焦辐照到样品上的直径是 2 mm, 光斑强区呈高斯型分布, 为标准的 TEM<sub>00</sub> 模式. 用于准直的 650 nm 激光通过反射耦合镜入射到光路中, 散射光对激光作用位置进行校正. 在线监测的显示器实时反映被辐照点的修复程度. 激光的发射由 PC 机控制.

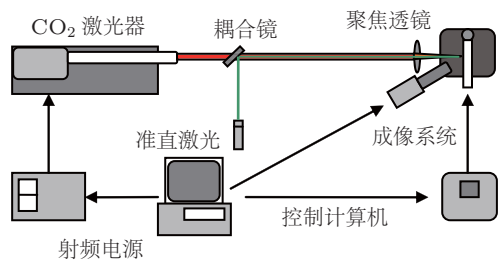


图 1 CO<sub>2</sub> 激光辐照实验布局

### 3 烧蚀和凸起形貌对损伤性能的影响

首先, 在熔石英样片上制作了横向尺寸 20—50  $\mu\text{m}$  的一系列损伤点 10 个, 选择激光作用时间为 6 s, 当激光功率达到 15 W 时, 这些损伤即可被完全熔融. 经过辐照以后的区域, 采用 Nikon ECLIPSE E600 光学显微镜观察表面形貌以及应力分布, 如图 2 所示. 可以明显地看到, 由于材料迅速升温超过了汽化点, 产生了明显的激光诱导烧蚀, 而烧蚀圈的位置刚好位于应力圈的内部. 将辐照区置于样品后表面, 测试激光从前表面入射, 激光光斑面积为 0.23 mm<sup>2</sup>, 可以测试损伤辐照后的局部区域的损伤阈值, 测试的紫外激光是脉冲激光, 激光脉宽经过示波器测试为 6.3 ns, 能量偏差经过 EPM1000 能量计测试为 <3%. 经过 R:1 初始损伤阈值测试 (R:1 初始损伤阈值测试实验: 起始激光能量密度较低, 每个能量密度作用两次, 然后以 2 J/cm<sup>2</sup> 递增, 当发生材料表面的初始损伤以后立即停止辐照. 用 CCD、显示器与卤素灯结合的倾斜照明与监测方式监测损伤与否, 当发生表面初始损伤时, 可以用激光防护镜观察到表面产生较强的等离子体闪光), 基底初始损伤通量为 15.2 J/cm<sup>2</sup> (以  $\tau^{0.5}$  换算成 1 ns), 对于辐照后的区域, 测试方式采用光栅式扫描, 测试激光通量从 2 J/cm<sup>2</sup> (1 ns) 开始以 1 J/cm<sup>2</sup> (1 ns) 的幅度逐步增加, 在 4 J/cm<sup>2</sup> (1 ns) 通量下就已经发生初始损伤. 而发生初始损伤的位置均位于

烧蚀圈上, 与应力环非常接近. 烧蚀带来的损伤是由于表面分布着 SiO<sub>2</sub> 分解产生的 SiO<sub>x</sub> (0 < x ≤ 2) 杂质 [9], 杂质沉积产生的尖峰结构对 355 nm 激光产生了强烈的吸收, 能量一旦超出了材料晶格的破坏阈值, 就会引起初始损伤.

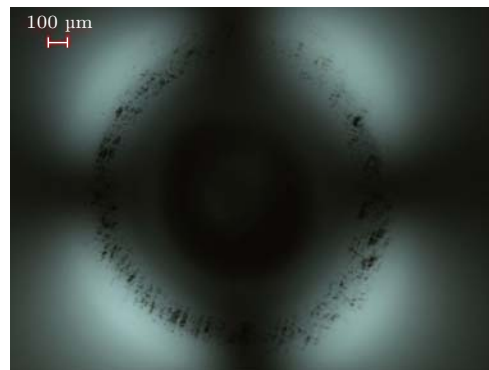


图 2 辐照后烧蚀和应力分布  $\phi = 2 \text{ mm}, P = 15 \text{ W}, T = 6 \text{ s}$

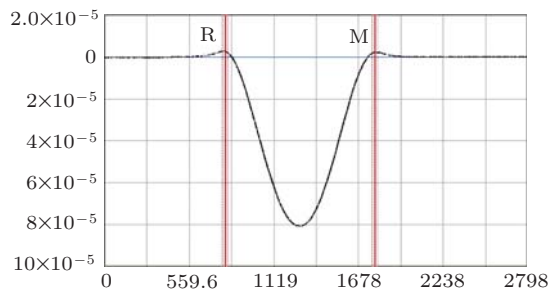


图 3 辐照后熔池边缘的凸起形貌  $\phi = 2 \text{ mm}, P = 15 \text{ W}, T = 6 \text{ s}$



图 4 由于凸起形貌调制造成的后表面环状损伤与中心损伤

值得注意的是, 损伤发生位置在烧蚀圈上, 而不是应力圈上. 这和文献 [12] 的报道不相一致. 对表面形貌采用 Ambios Technology Inc. 的 XP-200 轮廓仪测试 (如图 3), R 和 M 分别划定待测试的左右两个边界, 横坐标以微米为单位, 纵坐标以米为单位. 可以观察到熔池边缘有明显的凸起形貌. 当

辐照区域置于前表面时,以同样的光栅式测试方式进行扫描,可以从图 4 观察到元件后表面产生了直径和凸起环大小相当的损伤环,并且中心也产生了初始损伤<sup>[13]</sup>.

#### 4 两次辐照对初始损伤阈值的提高

为了有效消除烧蚀,提升表面初始损伤阈值,采用更大面积的激光束以低能量密度辐照修复区域.将聚焦透镜移出光路,采用未经聚焦的直径 7 mm 激光光斑辐照样品表面.由于激光作用面积较大,可以完全覆盖烧蚀圈,当激光作用功率达到 66 W 时,从图 5 可以看到,表面烧蚀已经被完全钝化、消除.

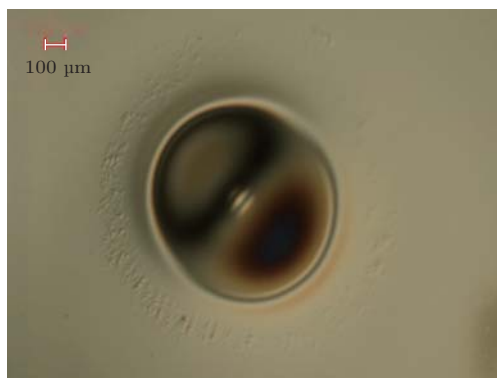


图 5 经过两次辐照的烧蚀形貌  $\phi = 7 \text{ mm}$ ,  $P = 66 \text{ W}$ ,  $t = 6 \text{ s}$

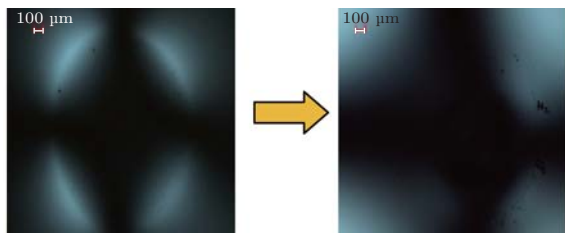


图 6 两次辐照后应力向外扩展  $\phi = 7 \text{ mm}$ ,  $P = 66 \text{ W}$ ,  $t = 6 \text{ s}$

如图 6 所示,经过第二次辐照后,应力环向外扩展,应力强度有明显的减低.将辐照区域置于后表面测试,熔池中心的初始损伤通量达到了  $16.7 \text{ J/cm}^2$  (1 ns),高于基底的初始损伤阈值,而原来烧蚀部分在与基底初始损伤阈值等同的通量下 ( $15.2 \text{ J/cm}^2$ ) 辐照 1 min 未发生损伤.应力外扩以后,将应力最强的位置测试,损伤阈值为  $13.7 \text{ J/cm}^2$  (1 ns),低于基底阈值,这说明面应力会在一定程度上降低初始损伤阈值<sup>[14]</sup>.将辐照区域置于前表面测试,损伤环产生的初始通量明显提升,对光场的调制起到了一定程度的抑制作用.

#### 5 两次辐照对损伤增长的影响

为了对比基底、单次辐照、两次辐照后局部区域的损伤增长情况,我们分别将其置于样品后表面,进行损伤增长测试.可以发现,由于应力的存在,在材料晶格受到破坏的一瞬间,应力快速释放,损伤会发生明显扩展,对损伤扩展影响的因素主要是应力分布范围,而非应力大小.

对基底、单次辐照和两次辐照区域置于后表面进行损伤增长测试.如图 7 所示,横纵坐标分别代表激光辐照的发射次数和损伤扩展的直径.在发生初始损伤的初始阶段,损伤并没有明显扩展,三种情况的损伤形貌基本一致.但是,一旦发生因应力导致的损伤裂痕,损伤会明显扩展,应力分布越广,扩展幅度越大.而损伤扩展到应力分布的边缘扩展变得非常缓慢,并不会无限制地扩展.三种情况的扩展程度:基底 < 单次辐照 < 两次辐照.超出应力分布的较强的区域,即使表面有一定程度的残余应力,也不会产生明显裂痕.

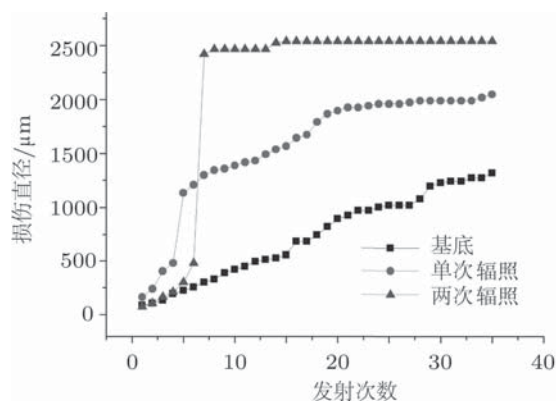


图 7 测试通量  $13.7 \text{ J/cm}^2$  (1 ns) 下,基底、单次辐照和两次辐照损伤增长尺寸对比

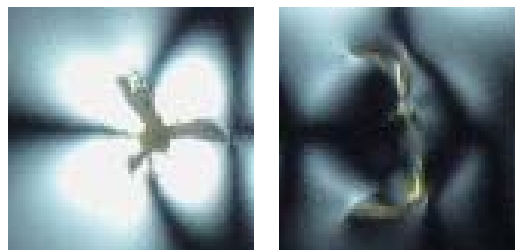


图 8 基底损伤和两次辐照以后损伤应力分布对比

通过与图 8 的对比,可以明显地观测到,基底本身没有应力,但是发生损伤以后,产生了明显的应力,对激光产生了强烈的应力双折射,而经过大光斑钝化的区域发生损伤,应力得以释放,对光场的双折射较弱.而正是这种快速释放的应力导致了

损伤的剧烈扩展.

## 6 结论

对激光辐照产生的烧蚀采用大光斑 (7 mm) 进行了钝化, 使得光学元件的初始损伤阈值超过了基底的损伤阈值, 应力重新分布, 并且强度有明显

的减弱. 实验观察到应力导致损伤扩展只是发生在一定范围以内, 当应力减弱到一定程度, 损伤扩展不再明显. 在初始阶段损伤呈指数增长趋势, 增长到一定程度以后没有明显扩展. 同时, 经过两次辐照后, 后表面的损伤调制现象在一定程度上得到了抑制.

- 
- [1] Temple P A, Milam D, Lowdermilk W H 1979 *Natl. Bur. Stand. (U.S.) Spec. Publ.* **568** 229
- [2] Wang F R, Huang J, Liu H J, Zhou X D, Jiang X D, Wu W D, Zheng W G 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 5122 (in Chinese) [王凤蕊, 黄进, 刘红婕, 周信达, 蒋晓东, 吴卫东, 郑万国 2010 物理学报 **59** 5122]
- [3] Hua J R, Zu X T, Li L, Xiang X, Chen M, Jiang X D, Yuan X D, Zheng W G 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 2519 (in Chinese) [花金荣, 祖小涛, 李莉, 向霞, 陈猛, 蒋晓东, 袁晓东, 郑万国 2010 物理学报 **59** 2519]
- [4] Mendez E, Nowak K M, Baker H J, Villarreal F J, Hall D R 2006 *Opt. Express* **45** 5358
- [5] Palmier S, Gallais L, Commandré M, Cormont P, Courchinoux R, Lamaignère L, Rullier J L, Legros P 2008 *Appl. Surface Science* **255** 5532
- [6] Feit M D, Rubenchik A M 2003 *Proc. SPIE* **4932** 91
- [7] Feit M D, Rubenchik A M, Boley C D, Rotter M 2004 *Proc. SPIE* **5273** 145
- [8] Bass I L, Guss G M, Hackel R P 2005 *Proc. SPIE* **59910C**
- [9] Bass I L, Draggoo V G, Guss G M, Hackel R P, Norton M A, 2006 *Proc. SPIE* **62612A**
- [10] Li X B, Lü H B, Xiang X, Wang H J, Chen M, Wang C C, Yuan X D, Zheng W G 2010 *High Power Laser Part. Beams* **22** 2209 (in Chinese) [李熙斌, 吕海兵, 向霞, 王海军, 陈猛, 王成程, 袁晓东, 郑万国 2010 强激光与粒子束 **22** 2209]
- [11] Huang J, Zhao S N, Wang H J, Lü H B, Ye L, Jiang X D, Yuan X D, Zheng W G 2009 *Chinese Journal of Lasers* **36** 1282 (in Chinese) [黄进, 赵松楠, 王海军, 吕海兵, 叶琳, 蒋晓东, 袁晓东, 郑万国 2009 中国激光 **36** 1282]
- [12] Laurent G, Philippe C, Jean-Luc R 2009 *Opt. Express* **17** 23488
- [13] Li X B, Wang H J, Yuan X D, He S B, Xiang X, Lü H B, Zheng W G, 2011 *Chinese Journal of Lasers* **38** 0903002 (in Chinese) [李熙斌, 王海军, 袁晓东, 贺少勃, 向霞, 吕海兵, 郑万国 2011 中国激光 **38** 0903002]
- [14] Liu H J, Huang J, Wang F R, Zhou X D, Jiang X D, Wu W D 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 1308 (in Chinese) [刘红婕, 黄进, 王凤蕊, 周信达, 蒋晓东, 吴卫东 2010 物理学报 **59** 1308]

# Influence of laser passivation on fused silica damage after CO<sub>2</sub> laser mitigation\*

Li Xi-Bin<sup>1)</sup> Yuan Xiao-Dong<sup>1)</sup> He Shao-Bo<sup>1)</sup> Lü Hai-Bing<sup>1)</sup>  
Wang Hai-Jun<sup>1)</sup> Xiang Xia<sup>2)</sup> Zheng Wan-Guo<sup>1)</sup>

1) (*Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China*)

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

(Received 26 May 2011; revised manuscript received 1 July 2011)

## Abstract

A 10.6  $\mu\text{m}$  CO<sub>2</sub> big size laser beam is used to passivate the ablation deposit on surface of damage site which is repaired with single laser pulse. When the irradiated region is placed on front surface, modulation by 355 nm UV ns laser pulse is inhibited effectively; when the irradiated region is situated on rear surface, the initial damage threshold exceeds the substrate initial damage threshold. Second repair makes the thermal stress distribution enlarged obviously and the thermal stress magnitude weakened. The damage growth examination shows that once thermal stress is released, the initial phase damage growth exhibits an exponential tendency and as shoot number increases the damage size approaches to a constant value.

**Keywords:** CO<sub>2</sub> laser, radiation, damage threshold, damage growth

**PACS:** 44.40.+a, 65.60.+a, 42.25.Lc

---

\* Project supported by the National High Technology Research and Development Program of China (Grant No. 2008AA8040508) and the National Defense Pre-Research Foundation of China (Grant No. 406020606).

† E-mail: lixibin2003@126.com