

基于远场光学的高分辨率激光探针系统研究

郑 重, 吕 瑶, 李文成

(92941 部队 91 分队, 辽宁 葫芦岛 125000)

摘 要: 鉴于激光探针分辨率低的问题, 提出基于远场光学技术对激光探针仪的光学系统进行改进和设计, 实现了高分辨率激光探针仪的研制。研究了基于远场光学的激光探针仪的极限分辨率, 采用数值孔径为 0.4 的反射式聚焦物镜对波长为 532 nm 的脉冲激光束进行聚焦, 在合适能量条件下, 烧蚀 Al 和 Fe 纯样表面获得的极限分辨率分别为 2.26 μm 和 1.87 μm , 在此极限分辨率下利用同轴光谱采集系统且能够采集到 3 倍于背景噪声强度的 Al 和 Fe 元素的光谱信号; 设计并实现了带同轴照明的同轴共焦成像系统, 视场放大率达 24.7 倍, 采用的同轴照明系统能够有效提高摄取图像的锐度和清晰度, 获得的图像分辨率不低于 228 lines/mm; 发明了一种带指示光的同轴光谱采集系统, 能够将同轴光谱采集器与等离子体的对准误差控制在 10 μm 以内, 通过二维扫描装置, 实现对等离子体表面 7×9 的矩形点阵列进行精确光谱采集, 获得了等离子体原子光谱强度的空间分辨图像。

关键词: 远场激光探针; 分辨率; 同轴监测; 同轴光谱采集

中图分类号: O433.4; O435.1 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201746.1006003

High-resolution LIBS system based on far-field optics

Zheng Zhong, Lv Yao, Li Wencheng

(Element 91, Unit 92941, Huludao 125000, China)

Abstract: In order to improve the resolution further, the laser probe optical system was redesigned and optimized. The ultimate resolution of the laser probe based on far-field optics was studied. Using the reflex objective ($N.A=0.4$) to focus the incident 532 nm laser beam, under the condition of appropriate energy, the resolution of 2.26 μm and 1.87 μm on pure Al and Fe samples surface was obtained, respectively. Under this system, the effective Al and Fe atomic spectrum can be acquired with intensity three times of the background noise, respectively. A set of coaxial confocal imaging system with coaxial illumination was designed and realized, the field magnification is 24.7. The results showed that the coaxial illumination system can improve the sharpness and identification of the graphics with resolution not less than 228 lines per millimeter. A coaxial spectral collection system with indicator was invented, which can maintain the alignment error within 10 μm between the plasma and the coaxial collection system. In the coaxial monitoring area and combining with an X-Y axis scanning system, a spectra

收稿日期: 2017-02-10; 修订日期: 2017-03-20

基金项目: 国家重大科学仪器设备开发专项(2011YQ160017)

作者简介: 郑重(1989-), 男, 助理工程师, 硕士, 主要从事激光诱导击穿光谱、光学系统设计、光电测量等方面的研究。

Email: zhengzhong24@yeah.net

matrix with 63 points on the plasma surface can be acquired, which the images of plasma spatial resolution could be obtained.

Key words: far-field laser probe; resolution; coaxial monitoring; coaxial spectral collection

0 引言

激光诱导击穿光谱分析 (Laser-induced Breakdown Spectroscopy, LIBS) 是工程与材料科学领域研究与生产的重要检测手段之一^[1-4]。其具有检测速度快、能够全元素分析、样品无需制备的优点,且能够实现远程探测和快速的在线分析,因此,LIBS 技术被广泛应用于工业生产^[5]、环境检测^[6]、医学科学^[7]、军事^[8]和太空探测^[9]领域。但是,相比于传统的化学元素分析方法,LIBS 技术受到自身光学特性的影响在检测极限和定量分析精度方面还具有较大差距,还未有成熟的检测设备应用于工业生产中,光学特性主要包括光学分辨率低、激光能量波动导致的光谱强度波动以及分析结果再现性差等,通常采用改进 LIBS 光学系统、优化实验方法、采用等离子体空间约束增强、高灵敏度的电荷耦合器件和光谱信号提取算法来消除光谱波动,提升检测精度和分辨率^[10-12]。

通过设计高精度和高稳定性的光路系统,能够实现 LIBS 分析过程中等离子激发、产生与光谱收集三个过程的有效控制。根据光学折射和衍射理论,又分为远场光学和近场光学^[13],基于远场光学原理对 LIBS 光学系统进行设计是当前的主流技术,最早可追溯到 1996 年, C. Geertsen 和 J. L. Lacour 等人^[10]首次利用激光诱导击穿光谱技术对铝合金中的微区元素进行分析,获得的横向分辨率为 6 μm,实验发现激光器输出的稳定性对 LIBS 微区元素分析的稳定性以及再现性具有重要的影响。文中设计的 LIBS 系统集成了同轴监测、同轴光谱采集、同轴照明以及同轴指示技术,通过光路复用,光学器件使用数量明显少于非同轴设计方式,具有更佳的光学对准精度,能有效提升 LIBS 系统分析过程的再现性;通过更换高倍率、大数值孔径的聚焦物镜,能够增强极弱光谱的采集能力,提高 LIBS 的极限分辨率;另外,采用柔性光纤将照明光源、指示光源和激

光光源耦合进入 LIBS 光学系统,同时,采集光谱信号并传输给光谱仪,使得设备更加紧凑和易于维护,降低了 LIBS 装备的开发难度。综上所述,该研究成果有可能对激光探针技术的工业化应用起到一定的推动作用。

1 整体设计方案

如图 1 所示的基于远场光学的高分辨率激光探针系统结构设计方案,系统主要包括激光器、笼式光路、同轴监测系统、同轴光谱采集器、多芯光纤束、物镜转换器、聚焦物镜、光谱仪与计算机等。

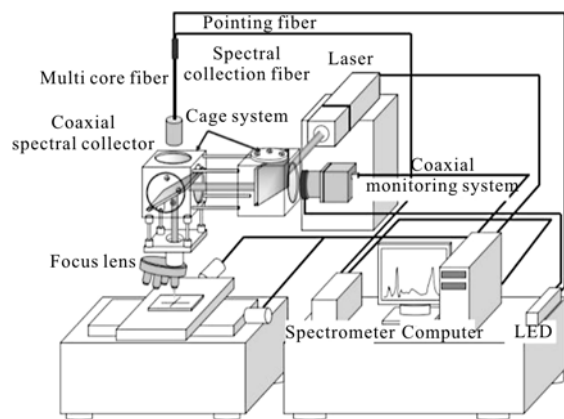


图 1 远场光学激光探针系统结构图

Fig.1 Structure of far-field optical laser probe system

激光器为固体脉冲式激光器,基频输出 1 064 nm 波长的近红外激光,通过在其出光口的前端安装倍频模块,可以获得波长为 532 nm 的激光输出;笼式光路具有较高的光学精度和稳定度,其主要功能是对光路进行转折,为同轴监测系统和同轴光谱采集系统与 LIBS 系统的结合提供光学接口。同轴光谱采集器的核心元件为采用一分二设计的多芯光纤束,其设计原理如图 2 所示。

该光纤束共包含 5 根光纤,采取一分二的设计方式,光谱采集端含有一根光纤,主要用于光谱信号的耦合与传输,指示端包含 4 根光纤,用于耦合和传输 LED 光源发出的可见光束,在光纤准直镜和聚焦

物镜的作用下,在样品表面上形成 4 个极细光点,用于光谱采集点的指示和对准;同轴监测系统主要用于对 LIBS 的分析过程进行实时、在线监控。光谱分析及控制系统主要包括光谱仪、计算机、运动控制器和光快门控制器等;样品台及精密运动平台主要用于承载要分析的样品,并实现样品在水晶面上的稳定运动。

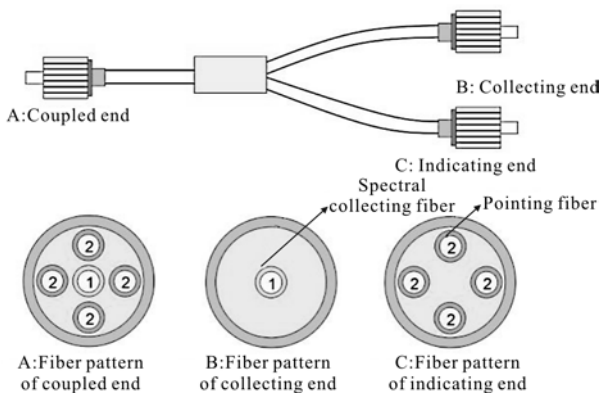


图 2 一分二结构的多芯光纤束

Fig.2 A multi-core fiber bundle with one to two

2 光学系统设计

如图 3 所示,为应用 SolidWorks 软件设计的远场光学激光探针仪的光学系统。其中,1 为聚焦物镜;2 为第一分光镜;3 为光纤准直镜;4 为二向色镜;5 为带 SMA 接口的光纤连接器;6 为复消色差镜头;7 为第二分光镜;8 为起偏器;9 为检偏器;10 为图像传感器;11 为激光扩束镜;12 为 X-Y 轴精密移动平台。

各分系统描述如下。

(1) 等离子体激发系统:包括激光扩束镜、二向色镜、第一分光镜和聚焦物镜。二向色镜具有对 567 nm 波长以下的光束全反射,对波长大于 567 nm 的光束高透过的特性;第一分光镜表面镀有反射率为 50% 的 400~700 nm 可见分光膜,同时,保证 0~800 nm 区间的光谱信号能够透射该分光镜进入同轴光谱采集光纤中;聚焦物镜为基于史瓦西设计的反射式聚焦物镜,其具有大数值孔径、短焦距和长工作距离的优点,光谱反射带宽从 200 nm~20 μm。

(2) 带指示光的同轴光谱采集系统,包括聚焦物镜、光纤准直镜和多芯光纤束。

(3) 同轴监测与照明系统,包括聚焦物镜、第一分光镜、复消色差镜头、第二分光镜、起偏器、检偏器和图像传感器。复消色差镜头采用无限远成像设计,其与焦距为 8 mm 的聚焦物镜共同构成共焦成像系统;第二分光镜、起偏器和检偏器构成了如图 4 所示的具有偏光特性的同轴照明系统,其入射的可见光为 LED 光源,通过柔性光纤将光源发射的可见光束传输至同轴监测系统,且起偏器和检偏器能够增强同轴监测系统图像的分辨率和对比度。

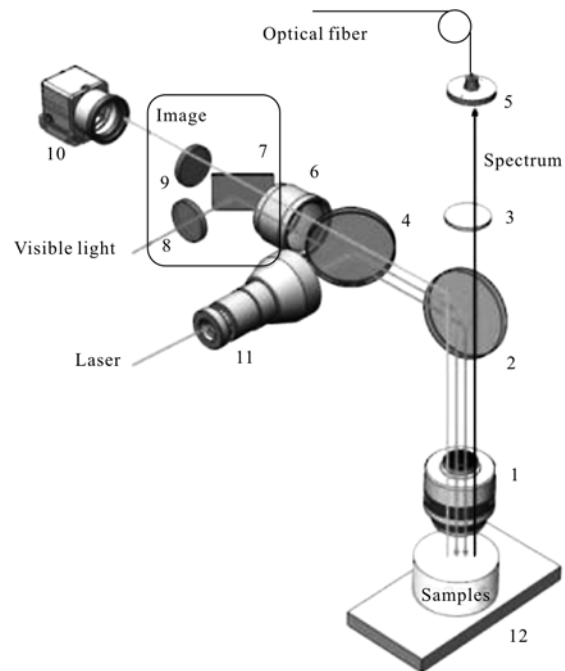


图 3 激光探针光学系统图

Fig.3 Optical system chart of laser probe

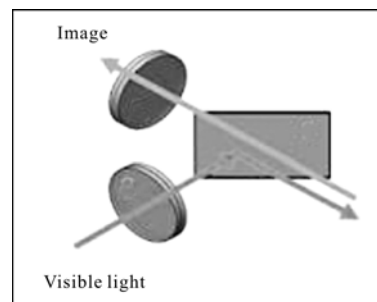


图 4 同轴照明光学系统模块

Fig.4 Coaxial illumination optical system module

3 激光探针仪性能评价与实验

3.1 激光探针仪实验平台

如图 5 所示为搭建好的远场光学激光探针仪实

验平台,激光器输出 532 nm 波长激光,脉宽为 6 ns,重复频率 1~10 Hz 可调,为了获得最佳的激光器输出稳定性,激光器的输出频率被控制在 3 Hz 以下,此时 RMS 值稳定在 2% 以内,通过调节激光器出光口前端安装的光束衰减器 (Beam Attenuator Modulator, BAM),能够实现输出激光能量的线性可调。光谱仪采用中阶梯型光栅作为分光元件,中阶梯光栅的最高分辨率达 2 400 lines/mm,能够在二维方向上将不同级次、波长的单色光分离,并同时记录下 200~975 nm 范围的光谱信号,配合光栅的光谱成像元件是增强型电荷耦合器件(Intensified Charge Coupled Device, ICCD)。同轴监测系统的图像传感器为 100 万像素的 CMOS 型单色相机,尺寸为 6.66 mm×5.32 mm。

其他组件包括光快门、数字延迟发生器 (DG535)和二维移动平台,二维移动平台的最小步进精度可达 10 μm。

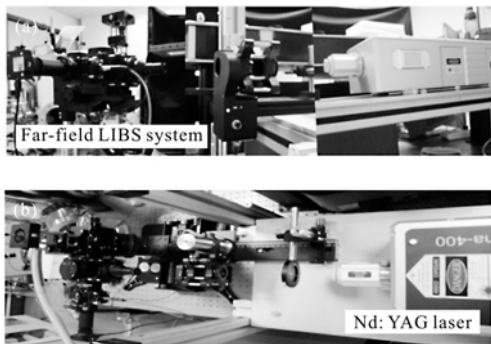


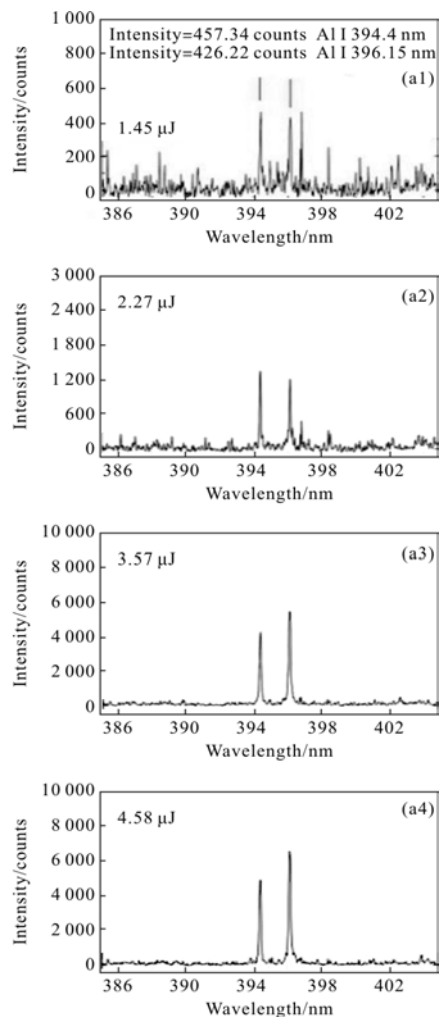
图 5 激光探针装置的侧视图(a)与俯视图(b)
Fig.5 Side view (a) and vertical view (b)
of LIBS experimental setup

3.2 激光探针的极限分辨率

样品由美国 Kurt J. Lesker 公司提供,纯度分别达到了 99.999 5%和 99.9%,标准纯样被制备成 Φ50 mm×6.35 mm 的圆柱体。激光烧蚀样品表面形成等离子体,利用光谱仪对基体元素的原子光谱进行采集,当光谱信号的强度近似为背景噪声的 3 倍时,此时获得的除热影响区以外的烧蚀坑的横向线宽值即为远场光学激光探针仪的极限分辨率^[14],线宽测量采用一台最大倍率为 100 的倒置式光学显微镜获得。在极限分辨率条件下,激光输

入能量通常为几个微焦,产生的等离子体体积小、演化时间迅速,为了最大限度地采集到有效强度的光谱信号,光谱仪采用零延时设置,采集门宽为 1 μs,从而使光谱仪的采集时间完全覆盖等离子体的整个演化过程(从产生到湮灭),曝光时间设置为 300 s,积累 900 个激光脉冲,激光能量为 1~5 μJ。

如图 6 所示,随着激光脉冲能量的降低,AI 和 Fe 原子谱线的强度逐渐降低,当激光输入能量衰减到 1.45 μJ,AI 原子的 394.6、396.15 nm 两条原子谱线强度分别为 457.34 counts 和 426.22 counts (counts 为光谱信号强度单位),仍能够从背景噪声中分辨出来,此时,AI 纯样表面的烧蚀坑直径为 2.66 μm,然而在该输入能量下,Fe 元素波长为 438.35 nm 的原子谱线已被淹没在背景噪声中;当激光输入能量为 2.27 μJ 时,由图 6(b)能够看到,Fe 原子



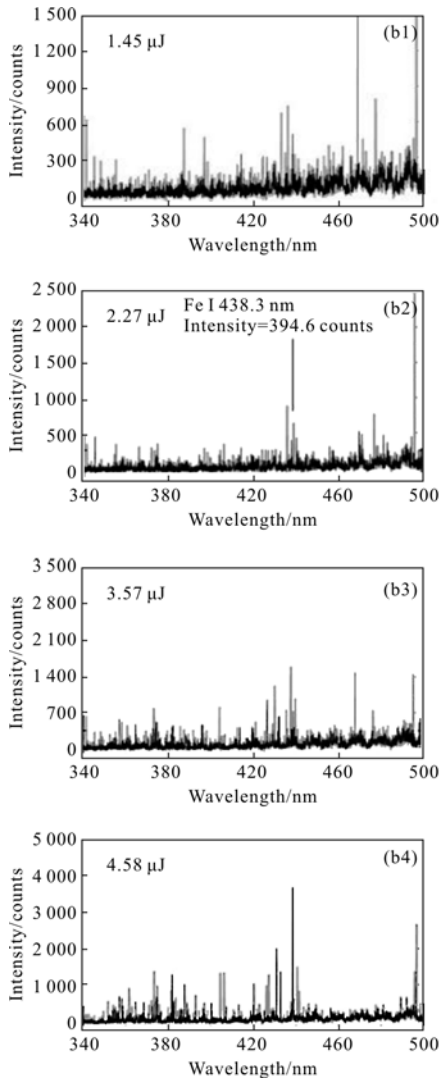


图 6 Al 原子(a)和 Fe 原子(b)的光谱强度图
Fig.6 Spectral intensity of Al atom(a) and Fe atom (b)

的 438.35 nm 谱线恰好能够从背景噪声中分辨出来, 对应的光谱强度为 394.6 counts, Fe 纯样表面的烧蚀坑的直径为 1.87 μm。如图 7 所示, 为光学显微镜下观测到的 Al 和 Fe 纯样表面烧蚀坑形貌和横向线宽。

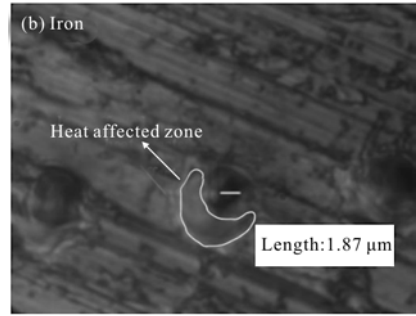
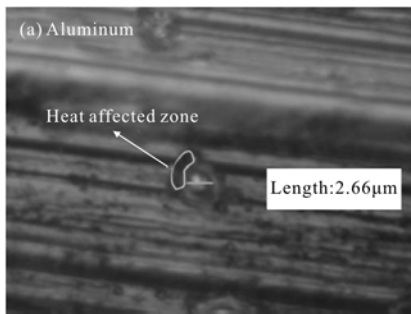


图 7 基于 Al 纯样(a)和 Fe 纯样(b)的激光探针极限分辨率
Fig.7 Ultimate resolution of laser probe based on Al pure sample (a) and Fe pure sample (b)

3.3 激光探针同轴监测系统性能评价

图 8 为应用分辨率板对同轴监测系统的分辨率进行评价分析。分辨率板的表面共包含 10 组光学图样(标号为: -2~7), 每组图样又包含 6 个光学样本(标号为: 1~6), 每个光学样本即为一组分辨率值。

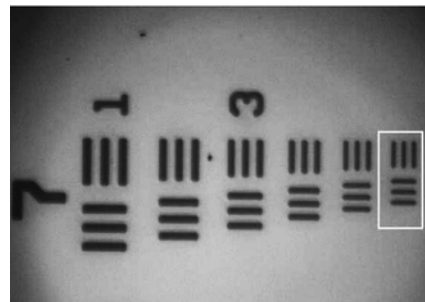


图 8 同轴监测系统的分辨率评价
Fig.8 Resolution evaluation of coaxial monitoring system

标号 7 图样的第 6 个光学样本的 3 条横向和 3 条纵向细线的间距为 2.2 μm, 即同轴监测系统的分辨率不低于 228 lines/mm, 且最小图样的边缘仍具有较好的锐度, 即该同轴监测系统具有对微小物体细节的分辨能力。

3.4 远场光学激光探针仪的光谱采集性能

如图 9 所示, 为在同轴监测系统画面中观测到的同轴光谱采集系统的指示光图样, 测得指示光点的直径为 26.5 μm。通过 4 个指示光点能够确定 1 条十字叉线, 十字叉线的交点即为同轴光谱采集系统的采集中心, 即实现对等离子体光谱特定位置的精确采集。

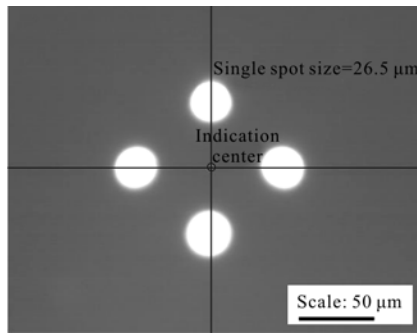


图 9 同轴监测画面中的指示光图样与尺寸
Fig.9 Indicator light patterns and dimensions
in coaxial monitoring screen

对等离子体不同区域的光谱进行精确采集,能够获得等离子体不同区域的光谱强度值。图 10 为应用 Matlab 软件对采集的光谱数据进行分析得到的铝合金样品中 Al I 308.25 nm 的原子谱线强度的空间分布图,光谱采集系统的扫描步长为 30 μm ,共采集 63 个点(横向 9 个点,纵向 7 个点),激光器输出能量为 2 mJ。由图可知,Al 原子光谱的强中心区域的横向尺寸约为 100 μm ,且等离子体在空间上具有较好的对称性,从侧面证明了文中所设计的远场

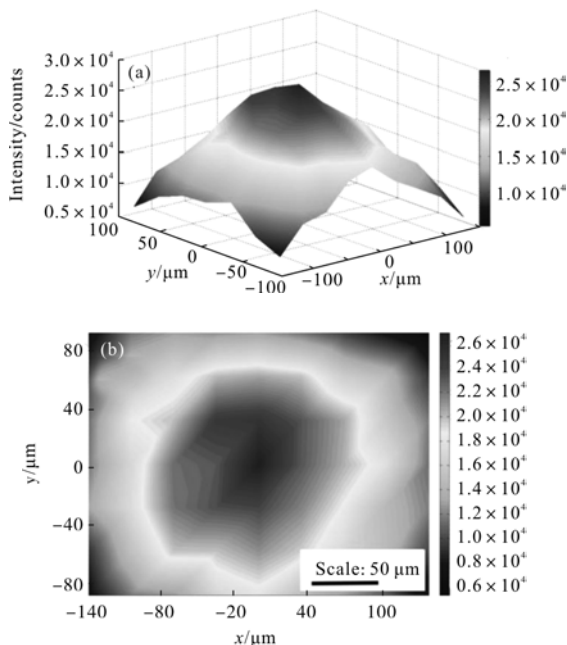


图 10 Al 原子谱线强度的空间三维分布图(a)和
空间二维分布图(b)

Fig.10 Spatial 3D distribution(a) and two-dimension
distribution (b) of the intensity of Al
atomic spectral lines

光学激光探针系统具有较高的光学精度,对于提升激光探针在微区元素分析的能力起到了显著的效果。

4 结论

基于远场光学技术,采用同轴设计方式对 LIBS 的光学系统进行改进和设计。采用大数值孔径聚焦物镜和同轴光谱采集方法,当分辨率在 3 μm 以下时,仍能够采集到 Al 和 Fe 基体元素的原子光谱信号;利用同轴监测和同轴光谱采集系统,既能够精确采集等离子体特定区域的光谱信号,还能够获得等离子体强度的空间分辨图像;该光学系统具有结构稳定,对准精度高,使用光学元件数量相比于非同轴设计方式少,易于维护和调试的特点,对提高 LIBS 分析的稳定性有显著作用,可满足不同的分析需求。上述研究成果将可能在 LIBS 工业化中得到应用。

参考文献:

- [1] Guo Y M, Guo L B, Li J M, et al. Research progress in Asia on methods of processing laser-induced breakdown spectroscopy data [J]. *Frontiers of Physics*, 2016, 11(5): 137-149.
- [2] Chen Jinzhong, Bai Jinning, Song Guangju, et al. Determination of Cr and Pb in soil by laser-induced breakdown spectroscopy[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2013, 42(4): 947-950. (in Chinese)
陈金忠, 白津宁, 宋广聚, 等. 激光诱导击穿光谱技术测定土壤中元素 Cr 和 Pb [J]. 红外与激光工程, 2013, 42(4): 947-950.
- [3] Chen Shihe, Lu Jidong, Dong Xuan, et al. Study on properties of laser-induced coal particle flow plasma with different laser parameters [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2014, 43(1): 113-118. (in Chinese)
陈世和, 陆继东, 董璇, 等. 不同激光参数下煤粉颗粒流等离子体特性分析[J]. 红外与激光工程, 2014, 43(1): 113-118.
- [4] Zhao Xiaoxia, Luo Wenfeng, Wang Hongying, et al. Quantitative analysis of the element iron in aluminum alloy using LIBS [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2015, 44(1): 96-101. (in Chinese)
赵小侠, 罗文峰, 王红英, 等. 基于 LIBS 技术铝合金中铁元素的定量分析[J]. 红外与激光工程, 2015, 44(1): 96-101.
- [5] Noll R, Bette H, Brysch A, et al. Laser-induced breakdown spectroscopy applications for production control and quality

- assurance in the steel industry [J]. *Spectrochimica Acta Part B Atomic Spectroscopy*, 2001, 56(6): 637–649.
- [6] Díaz D. Laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS) for detection of ammonium nitrate in soils [C]//SPIE Defense, Security, and Sensing. International Society for Optics and Photonics, 2009.
- [7] Multari R A, Cremers D A, Dupre J M, et al. The use of laser-induced breakdown spectroscopy for distinguishing between bacterial pathogen species and strains [J]. *Applied Spectroscopy*, 2010, 64(7): 750–759.
- [8] Sunku S, Gundawar M K, Rao S V. Laser induced breakdown spectroscopy for classification of high energy materials using elemental intensity ratios[J]. *Defence Science Journal*, 2014, 64(4): 332–338.
- [9] Knight A K, Scherbarth N L, Cremers D A, et al. Characterization of laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS) for application to space exploration [J]. *Applied Spectroscopy*, 2000, 54(3): 331–340.
- [10] Geertsen C, Lacour J L, Mauchien P, et al. Evaluation of laser ablation optical emission spectrometry for microanalysis in aluminium samples [J]. *Spectrochim Acta B*, 1996, 51(11): 1403–1416.
- [11] Menut D, Fichet P, Lacour J L, et al. Micro-laser-induced breakdown spectroscopy technique: a powerful method for performing quantitative surface mapping on conductive and nonconductive samples [J]. *Appl Optics*, 2003, 42 (30): 6063–6071.
- [12] Piscitelli V, Gonzalez J, Mao X L, et al. Micro-crater laser induced breakdown spectroscopy—an analytical approach in metals samples [C]//AIP Conference Proceedings, 2008: 1166–1171.
- [13] Heitz J. LIBS micro-analysis of solid aluminum samples by use of optical fibers as light guide [C]//SPIE, 2006, 6346: 634626–1–8.
- [14] Hung T Y, Su C S. Fused-silica focusing lens for deep UV laser processing[J]. *Appl Optics*, 1992, 31(22): 4397–4404.