大口径钕玻璃坯片中铂金颗粒的强激光辐照检测

程继萌[1,2],周秦岭[1],陈 伟[1],胡丽丽[1]

(1. 中国科学院上海光学精密机械研究所,上海 201800; 2. 中国科学院大学,北京 100049)

摘 要:采用输出能量为 10 J、脉宽为 10 ns、重复频率为 10 Hz 的 Nd:YAG 激光器,根据美国 NIF、法国 LMJ 和俄罗斯 LUTCH 装置的铂金颗粒检测参数,建立了大口径钕玻璃铂金颗粒扫描平台。在此平台上,测试并研究了 N31 大口径钕玻璃内部的铂金颗粒夹杂物在强激光辐照下的破坏情况。高分辨率光学体视显微镜对铂金颗粒夹杂物破坏后的形貌进行了观测和讨论。初步研究表明,在正常生产工艺条件下生产出的钕玻璃,其内部不存在铂金颗粒夹杂物。当去除铂金的工艺出现异常时,在钕玻璃内部是有可能出现铂金颗粒夹杂物颗粒的。所建立的扫描参数能够将不可见的微颗粒有效地检测出来,从而及时准确反馈除铂金的工艺条件,确保钕玻璃生产的正常进行。

关键词:钕玻璃; 铂金颗粒夹杂物; 强激光辐照检测

中图分类号:TQ171.6 **文献标志码**:A **DOI**:10.3788/IRLA201746.1106001

Detection of platinum particles in large diameter Nd:glass blank by high power laser radiation

Cheng Jimeng[1,2], Zhou Qinling[1], Chen Wei[1], Hu Lili[1]

(1. Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinses Academy of Sciences, Shanghai 201800, China;
2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: According to the America's NIF, France's LMJ and Russia's LUTCH device platinum particle detection parameters, a large diameter N31 Nd:glass platinum particle scanning platform was established by using the Nd:YAG laser (10 J, 10 ns, 10 Hz). On this platform, the damage under high power laser irradiation of the inclusion of platinum particles in the large diameter Nd:glass was tested and studied. The morphology of the inclusions in the platinum particles was observed and discussed by using the high resolution optical stereo microscope. Preliminary studies show that Nd:glass produced under normal production conditions does not contain platinum particles when the process of removing platinum inclusions. During production is abnormal, it is possible that platinum inclusions are contained inside the Nd:glass. The scanning parameters established in this paper can effectively detect invisible inclusions, and timely and accurately reflect platinum process conditions to ensure the normal production of Nd:glass.

Key words: Nd:glass; platinum particle inclusions; detection by high power laser irradiation

收稿日期:2016-10-20; **修订日期**:2017-03-26

基金项目:国家惯性约束和聚变领域资助

作者简介:程继萌(1985-),男,工程师,主要从事光学材料的光学和光谱性质方面的研究。Email:chengjimeng@siom.ac.cn

0 引 言

钕玻璃作为高功率激光系统中放大级的增益介质,需承受很大的能量和功率密度,其性能对整体系统的正常运行具有非常重要的影响。钕玻璃内部的如果存在铂金颗粒夹杂物，就有可能在激光运行中发生炸裂等情况,进而影响整个装置的运行状态。在钕玻璃的生产过程中，由于在坩埚和连接管等部位使用了铂金材料，是有可能在熔炼过程中熔入铂金颗粒的。美国劳伦斯-利弗莫尔国家实验室(LLNL)的NIF 点火装置所使用的钕玻璃片为连续熔炼生产,根据在历代装置上钕玻璃运行的经验和大量的铂金(Pt)损伤和检测实验结果[1-3],认为:(1) 掺钕激光玻璃中的铂金在高能量(据实验结果,必须达到 10 J/cm^2 以上能量密度的单次脉冲能量或 2.5 J/cm^2 以上能量密度的多次脉冲辐照)1 μm 激光辐照下，可能成长为铂金包裹物型颗粒,形成新的激光损伤中心;在经过高能量激光辐照后的钕玻璃片上线后，内部的铂金颗粒数目和尺寸则基本上不再变化;(2) 那些尺寸很小的铂金小颗粒在直接观测的检测条件下，很难被观测到;在经过高能量激光辐射后,相同位置上破坏点的尺寸将扩展到能够被有效检出的尺度。

对于已经生产出的钕玻璃坯片，其内部可能含有的铂金颗粒夹杂物尺寸一般在十几至几百微米量级。对于人眼可见的铂金颗粒,可以通过强光照射直接观察的方法将其检出。而对于直径在 1~50 μm 左右人眼不可见的微铂金颗粒，则使用数十发的强激光对钕玻璃片进行辐照，使得其中的微铂金颗粒产生炸裂扩展至百微米至毫米量级，再通过强光照射的方法将其检出。美国 NIF 装置采用了高能量激光扫描的方法来检出这些可能含有铂金颗粒夹杂物的钕玻璃片。根据 2004 年的报道[4],NIF 装置对其所使用的的 LG-770 和 LHG-8 型钕玻璃片进行了铂金颗粒夹杂物的检测，并根据其内部铂金颗粒夹杂物数量和尺寸的大小，采用了四级分级的方式来确定钕玻璃片的使用等级。其中 27%的钕玻璃内部含有 5 个以下、尺寸不大于 200 μm 的铂金颗粒,13%的钕玻璃内部含有 5 个以下、尺寸不大于 350 μm 的铂金颗粒,17%的钕玻璃内部含有 10 个以下、尺寸不大于 500 μm 的铂金颗粒,43%的钕玻璃内部含有 20 个以下、尺寸不大于 1 000 μm 的铂金颗粒。

根据大能量激光辐照铂金颗粒检测后的分级标准，来确定钕玻璃片是否可用以及在高能量激光系统中使用的位置。而如果没有提前对钕玻璃片进行铂金颗粒检测,一旦其内部存在漏检的铂金颗粒,则可能在使用过程中产生炸裂等情况，引起微铂金颗粒周围局部结构的变化,导致光束波前的改变,乃至引起后端其他光学元件的破坏。这些可能产生的问题将降低整个系统的运转性能，而更换破坏的钕玻璃以及随后的光路调整都将耗费大量时间成本。

文中工作旨在利用高能量密度、低重复频率 Nd:YAG 激光器，对笔者研制生产的 N31 型激光钕玻璃的破坏阈值及铂金颗粒检测方法进行研究,通过对比除铂金工艺实施与否的 N31 型钕玻璃铂金颗粒的破坏情况，明确高功率 N31 型激光钕玻璃铂金颗粒现状和检测方法。

1 实 验

大口径钕玻璃铂金颗粒检测平台(见图 1)参照了国外相关铂金颗粒检测设备的报道[5-7],美国 NIF 装置所使用的检测激光器重复频率为 30 Hz。但是国际上高能量高重复频率激光器存在禁运问题,因此检测平台必须建立于国内现有条件之上。在平台中，采用了北京镭宝光电技术有限公司 SGR-60 型 Nd:YAG 激光器。其输出激光波长为 1 064 nm,输出光束的直径为 18 mm(1/e),最高重复频率为 10 Hz,最高脉冲输出能量为 10 J,脉冲宽度为为 10 ns。该激光器的最大输出能量密度为 3.9 J/cm^2(1/e)。为了进一步提高激光能量密度，在激光器后面搭配了自主设计的光束整形系统,对激光光束进一步压缩整形,实现了光束能量密度 1.06~20 J/cm^2 的范围内的变化，同时满足了对铂金颗粒夹杂物的检测和后续对铂金颗粒夹杂物在强激光辐照情况下的生长研究所需要的实验条件。

平台中的机械系统可以实现钕玻璃片在 X 方向和 Y 方向上的自动位移,其最大承载能力为 150 kg,最大行程为 X 方向 900 mm,Y 方向 500 mm。机械系统的定位精度和复位精度均为±0.05 mm，平移精度为±0.01 mm,最大位移速度为 18 mm/s。另外,机械系统还附带了显微镜头，用于对钕玻璃内部铂金颗粒夹杂物的显微观测。机械系统配备的软件控制系

统包括了扫描方式的设定、铂金颗粒夹杂物疑似点的坐标记录、铂金颗粒夹杂物图像放大观测功能。还附带了两束 650 nm LD 平行光从钕玻璃两侧短边面入射，配合显微镜头对铂金颗粒夹杂物进行粗略观测和定位。配备的空气过滤单元可以保持检测空间的局部千级洁净度。残余激光吸收系统可以吸收检测过程中的剩余激光能量，保证检测过程的安全性。

图 1 大口径钕玻璃铂金颗粒扫描平台

Fig.1 Large diameter Nd:glass platinum particle scanning platform

对于铂金颗粒夹杂物的详细观测使用尼康公司 SMZ-18 型体视显微镜进行，该显微镜的综合放大倍率可以达到约 200 倍，并可以通过电脑上的控制软件对所观测图像进行记录和尺寸的测量。另外，还采用了日本电子公司的 JXA-8230 型电子探针显微分析仪，进行微区元素分析和二次电子成像，该仪器可探测元素包括从硼(B)到铀(U)。

2 实验结果和讨论

美国劳伦斯-利弗莫尔国家实验室要求其钕玻璃供应商(日本 Hoya 和德国 Schott 公司)，采用高能量激光器对大尺寸钕玻璃坯片进行辐照处理[8]。所选用的铂金颗粒扫描激光器能量密度 6 J/cm^2，脉冲宽度 10 ns，重复频率 30 Hz。检测结果显示：1~100 μm 尺寸无法直接检测的铂金颗粒，经过高能量密度激光辐照后，尺寸扩大为 20~1 000 μm，并且可以被检测到。

2003 年，法国在关于他们的兆焦尔高功率激光装置 LMJ 工程中[9]，使用能量密度为 9 J/cm^2，脉宽为 8 ns 的激光对钕玻璃片进行辐照检测，也得到了类似的实验结果。随着高能量密度激光辐照强度和辐照次数的增加，铂金颗粒尺寸在逐步增大，且增大的趋势变缓，最后趋于稳定态。当辐照次数达到 15 次以上时，铂金颗粒的炸裂尺寸基本不再变化。

根据 2007 年俄罗斯的报道[10-11]，使用能量密度为 2.5 J/cm^2，脉宽为 7 ns 的激光，对超过 70 片的 KGSS 0180 玻璃进行了铂金颗粒夹杂物辐照检测研究，只有约 25%的玻璃种没有被检测出铂金颗粒夹杂物的存在[4]。而在 LUTCH 装置的钕玻璃片检测工作中，使用的是能量密度为 7 J/cm^2，脉宽为 4.5 ns 的激光器对钕玻璃片进行辐照。

美国 NIF 装置铂金颗粒夹杂物检测激光器的重复频率最高可达 30 Hz；法国 LMJ 装置采用的铂金颗粒夹杂物检测激光器能量密度最高，达到了 9 J/cm^2；俄罗斯 LUTCH 装置所采用的铂金颗粒夹杂物检测激光器脉冲宽度最小，为 4.5 ns。其中，美国的检测标准为钕玻璃生产商工业化检测标准，因而检测速度较快；而法国和俄罗斯选取检测标准为科研性质，为研究铂金颗粒夹杂物在强激光辐照下的生长变化，因此选取了更高的激光辐照强度和更短的脉冲时间。

综合对于美国、法国和俄罗斯的铂金颗粒检测条件的报道，2.5 J/cm^2 的激光辐照能量密度即可使得钕玻璃内部可能存在的铂金颗粒夹杂物发生炸裂，并且激光能量密度越高，所需的辐照次数越少。而为了确保检测的准确性，可以进一步提高检测时的激光辐照能量密度和辐照次数。而当激光辐照能量密度超过 16 J/cm^2 时，钕玻璃的后表面就有可能会发生破坏(该阈值对应于高精密表面加工)。因此还应当注意不要使得激光能量密度太高，导致钕玻璃片本身发生破坏。在平时的铂金颗粒检测中，笔者使用的激光辐照能量密度为 5 J/cm^2，重复频率为 10 Hz，脉冲宽度为 10 ns。

为了确定钕玻璃后表面破坏阈值和表面加工精度的关系，选取了单坩埚熔炼和连续熔炼工艺生产的钕玻璃各一片。钕玻璃表面加工精度要求为简单抛亮，使用不同能量密度的激光对其表面进行辐照。当激光辐照能量密度在 6 J/cm^2 以下时，钕玻璃表面没有出现破坏；当激光辐照能量密度达到 6.7 J/cm^2 时，钕玻璃上部分辐照点的后表面出现点状破坏；当激光辐照能量密度达到 8.8 J/cm^2 时，钕玻璃上辐照点的后表面出现坑状破坏，并向钕玻璃内部扩展；当激光辐照能量密度达到 10.7 J/cm^2 时，辐照点的破坏由后表面向钕玻璃内扩展，呈花瓣状向周围放射。

由实验可知，单坩埚熔炼和连续熔炼钕玻璃两种生产工艺的钕玻璃在相同加工精度下，表面破坏

阈值基本一致。在仅仅最简单抛亮的加工精度下,钕玻璃后表面破坏阈值也能达到 6.7 J/cm² 左右。

选取一块连续熔炼生产的钕玻璃，表面加工精度为精密抛光，加工精度高于简单抛亮但尚未达到成品片钕玻璃的要求,进行强激光辐照实验。当激光能量密度达到 11.5 J/cm² 时,钕玻璃表面仍未出现破坏,继续加大激光辐照能量密度,钕玻璃后表面出现炸裂。起初是点状破坏,随着激光辐照次数的增加,逐渐变为坑状破坏并向钕玻璃内部延伸，最终变为花瓣状向周围放射性破坏。

综合以上实验结果可知，在兼顾钕玻璃表面加工经济成本和时间成本，以及钕玻璃片安全性的情况下,对于铂金颗粒夹杂物检测的钕玻璃片,采用表面精密抛光加工时,激光器辐照能量密度在 10 J/cm² 以下都是安全的。

中国工程物理研究院标准(ZWB)《光学玻璃铂金颗粒检测方法 损伤检测法》[12]中规定了检测时所采用的激光器,为单纵模调 Q Nd:YAG 激光器,波长为 1 064 nm,主要要求如下：

(1) 激光器可重复输出超高斯或平顶空间分布的激光束,重复频率不小于 10 Hz；

(2) 光束脉冲宽度 5~20 ns；

(3) 光斑面积 0.5~1 mm²,激光能量密度 5~8 J/cm²。

考虑到钕玻璃内部铂金颗粒夹杂物检测过程的安全性,参考 ZWB《光学玻璃铂金颗粒检测方法 损伤检测法》,在日常的检测过程中,规定激光器辐照能量密度选取为 5 J/cm² 左右,激光器重复频率为 10 Hz,光斑直径 6 mm。测试前首先使用强光对待检钕玻璃片进行照射，检测钕玻璃内部有无肉眼可见的铂金颗粒夹杂物,并记录其所在的位置。经过强激光辐照后,再次使用强光对被检钕玻璃片进行照射,对比之前的记录检测钕玻璃内部有无新增的散射点。如果出现了新增的散射点,进一步使用体视显微镜对被检钕玻璃片的新增散射点进行详细观测,确定为铂金颗粒夹杂物的进行详细记录(见图 2)。

在前期实验中，对除铂金生产工艺出现问题时生产的钕玻璃以及正常生产工艺条件下生产的钕玻璃都进行了强激光辐照检测。由于连续熔炼生产工艺的特殊性,只要生产工艺条件正常,钕玻璃的生产状况就会非常稳定,各项性能指标不会发生突变。只有当某项工艺条件发生异常时，才可能出现品质不合格的钕玻璃片。这也与美国 NIF 装置报道的连续熔炼工艺规律相符合。

首先选取了连熔生产过程中除铂金生产工艺出现问题时的钕玻璃片，在强光照射下可见该钕玻璃片内部含有极淡的灰雾状夹杂物，但肉眼无法分辨出单个颗粒夹杂物，只能看到内部通透性不如正常工艺生产出的钕玻璃。首先使用体视显微镜对钕玻璃内部灰雾状铂金颗粒夹杂物进行了观测，发现该铂金颗粒夹杂物的尺寸在几微米至几十微米之间。

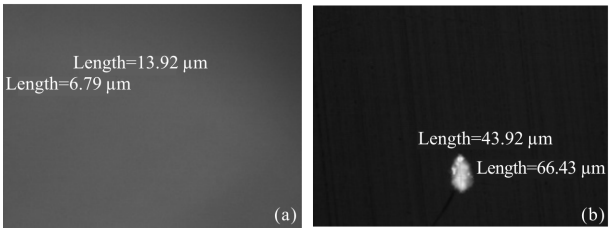

图 2 强激光辐照前铂金颗粒夹杂物显微照片

Fig.2 Microscopic image of the platinum particles inclusions before laser irradiation

分别使用 2.07、2.69、3.29 J/cm² 三种能量密度的激光对该钕玻璃进行辐照，然后使用体视显微镜观测系统对辐照后的铂金颗粒夹杂物进行了再次观测(见图 3~5)。

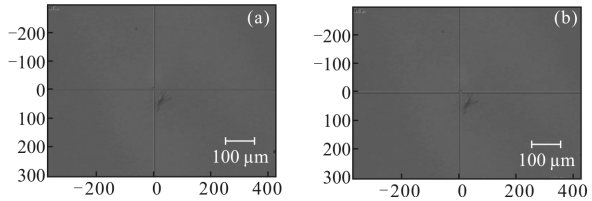

图 3 2.07 J/cm² 能量扫描后铂金颗粒夹杂物显微观测

Fig.3 Microscopic observation of inclusions in platinum particle after 2.07 J/cm² energy scanning

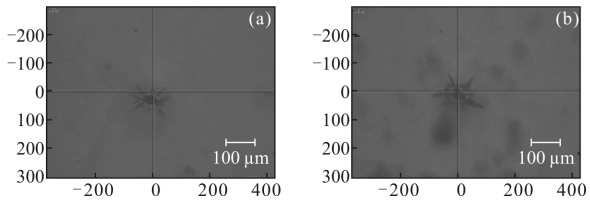

图 4 2.69 J/cm² 能量扫描后铂金颗粒夹杂物显微观测

Fig.4 Microscopic observation of inclusions in platinum particle after 2.69 J/cm² energy scanning

在 2.07 J/cm² 能量密度的激光辐照后,铂金颗粒夹杂物颗粒炸裂后尺寸约为 40~80 μm,部分夹杂物

颗粒未出现炸裂。在 2.69 J/cm² 能量密度激光辐照后,夹杂物颗粒炸裂后尺寸约为 100~150 μm,铂金颗粒夹杂物炸裂的尺寸较 2.07 J/cm² 能量密度更大,达到了 200 μm 以上。在 3.29 J/cm² 能量密度激光辐照后,铂金颗粒夹杂物颗粒的炸裂尺寸为400~600 μm 或更大,炸裂情况最为明显。

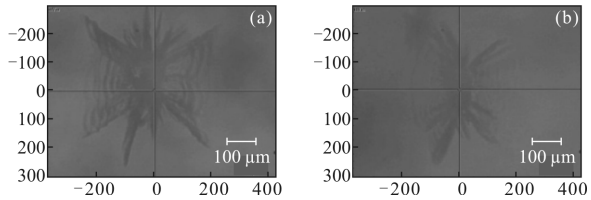

图 5 3.29 J/cm² 能量扫描后铂金颗粒夹杂物显微观测

Fig.5 Microscopic observation of inclusions in platinum particles after 3.29 J/cm² energy scanning

任意抽取五块正常生产工艺条件下生产的连熔钕玻璃,表面加工精度为精密抛光,但尚未达到成品片钕玻璃的加工精度,进行能量密度为 5 J/cm² 的强激光辐照实验。强激光辐照后进行强光照射检测和体视显微镜系统显微观测,并未在钕玻璃内部发现有炸裂情况,也未在钕玻璃前后表面发生破坏(见图6)。

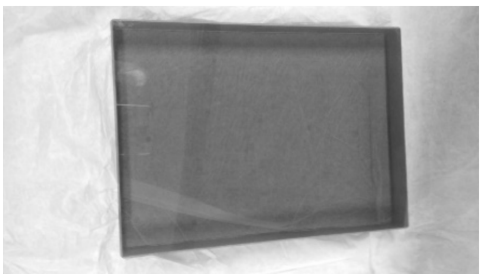

图 6 精密抛光正常生产工艺条件生产钕玻璃强激光辐照(5 J/cm²)后图片

Fig.6 Precise polishing of normal production process conditions for the production of Nd:glass laser irradiation(5 J/cm²)

为了进一步确认钕玻璃内部夹杂物的成分,将钕玻璃内部的炸裂区域通过研磨抛光暴露在表面后,用电子探针显微分析(EPMA)对炸裂区域进行背散射成像和成分分析,得到了炸裂区域的元素种类和分布特征。根据测试结果,初步认为是该夹杂物为铂金包裹物型颗粒(见图 7)。

综合以上实验情况可知, 在正常生产工艺条件下生产出的钕玻璃内部无铂金颗粒夹杂物检出,对于生产工艺异常时的钕玻璃, 有可能存在尺寸在几

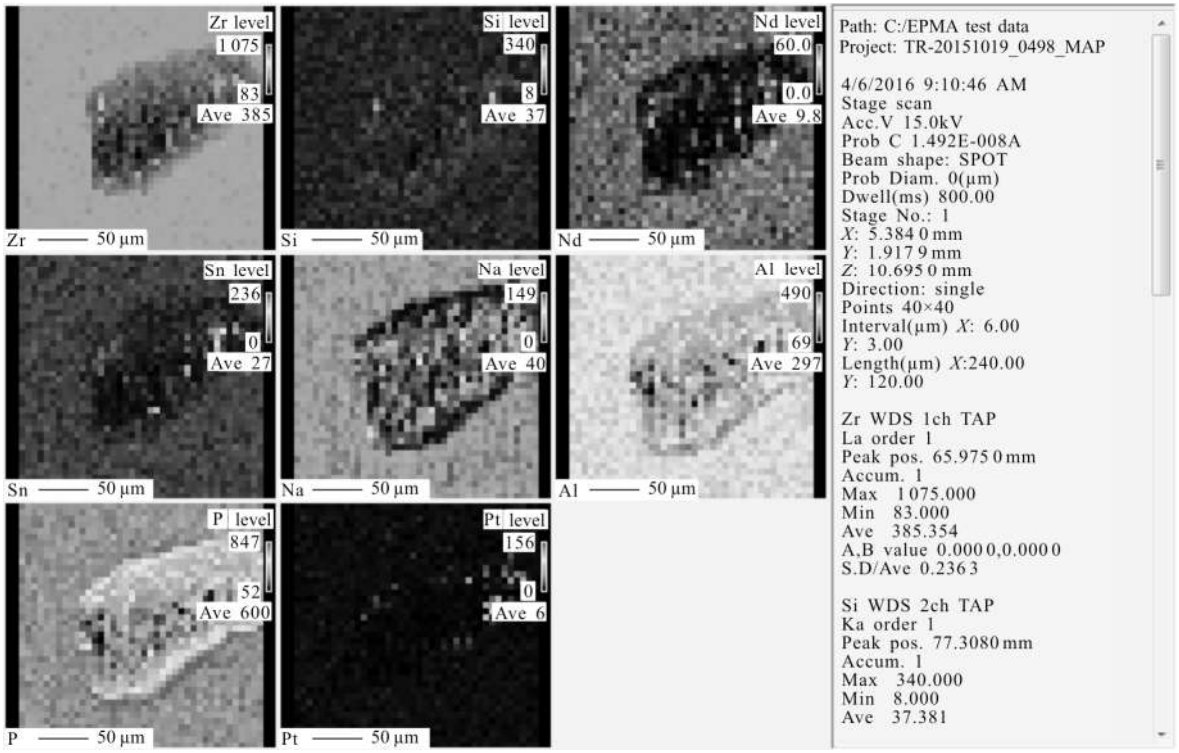

图 7 EPMA 对夹杂物分析结果

Fig.7 Results of EPMA for inclusion analysis

微米至几百微米之间铂金颗粒夹杂物。如果仅用强光照射的方法,有可能出现铂金颗粒夹杂物的漏检。通过强激光辐照可以有效检出钕玻璃内部可能存在的铂金颗粒夹杂物，对于肉眼不可见的铂金颗粒夹杂物,辐照后可以变为肉眼可见尺度的散射点;对于肉眼可见的夹杂物颗粒，辐照后会进一步加大散射尺寸。强激光辐照确保了钕玻璃内部铂金颗粒夹杂物检测的准确性。

3 结 论

笔者实验室的钕玻璃内部铂金颗粒夹杂物检测设备及方法,除严格遵守 ZWB《光学玻璃铂金颗粒检测方法-损伤检测法》外,还规定了与美国 NIF、法国 LMJ 以及俄罗斯 LUTCH 装置检测方法相类似的检测要求。并根据实验进一步规定了相邻辐照点重叠面积 50%，以及相邻两列辐照点之间错位 1/2 的要求,确保了钕玻璃内部不存在漏检位置。对于强激光辐照后新增散射点的观测，进一步使用体式显微镜进行详细观测，可以完全有效地检出钕玻璃内部可能存在的铂金颗粒夹杂物。

初步研究表明，在正常生产工艺条件下生产出的钕玻璃片,其内部不存在铂金颗粒夹杂物,不必进行铂金颗粒夹杂物分级标准。当除铂金工艺出现异常时,是有可能出现肉眼可见和不可见的颗粒。文中所建立的扫描参数能够将不可见的微颗粒有效地检测出来,从而及时准确反馈除铂金工艺条件。EPMA 初步分析认为,这些颗粒是铂金等杂质颗粒。对于钕玻璃内部的铂金颗粒夹杂物在强激光辐照下生长扩展情况及其规律,将做进一步研究。

参考文献:

[1] Schwartz S, Jennings R T, Kimmons J F, et al. Vendor-based laser damage metrology equipment supporting the National Ignition Facility [C]//SPIE, 1999, 3492: 933-938.

[2] John H Kelly, Milton J ShoupIII, Melissa M Tedrow. The effect of ionic and particulate platinum on the performance of large-aperture Nd:phosphate glass rod amplifiers [C]// SPIE, 1992, 1627: 175-181.

[3] Rainer F. Mapping and inspection of damage and artifacts in large-scale optics[C]//SPIE, 1998, 3244: 272-281.

[4] Suratwala T I, Campbell J H, Miller P E, et al. Phosphate laser glass for NIF:production status, slab selection and recent technical advances[C]//SPIE, 2004, 5341: 102-113.

[5] Sirazetdinov V S, Arbuzov V I, Dmitriev D I, et al. Resistance of KGSS 0180 neodymium glass to laser-induced damage under different irradiation conditions[C]//SPIE, 2007, 6610: 66100O.

[6] Andrius Melninkaitis, Julius Mirauskas, Valdas Sirutkaitis. Adaptive laser-induced damage detection [C]//SPIE, 2009, 7504: 75041F.

[7] Wolfe J, Runkel M. System for detection of small inclusions in large optics[C]//SPIE, 2008, 7132: 71320W.

[8] John H Campbell, Frank Rainer. Optical glasses for high-peak-power laser applications[C]//SPIE, 1992, 1761: 246-255.

[9] Gerard Raze, Marc Loiseau, Daniel Taroux, et al. Growth of damage sites due to platinum inclusions in Nd-doped laser glass irradiated by the beam of a large scale Nd: glass laser [C]//SPIE, 2002, 4932: 416-420.

[10] Dmitriev D I, Arbuzov V 1, Sirazetdinov V S, et al. Laser system for measuring nonlinear prosperities of optical materials[C]//SPIE, 2004, 4: 62-70.

[11] Dmitriev D I, Arbuzov V 1, Dukeisky K V, et al. Testing of KGSS-0180 laser glass for platinum micro-inclusions[C]// SPIE, 2007, 6594: 65940N.

[12] Lv Haibing, Jiang Xiaodong. Optical glass platinum inclusions detection method: Damage detection method [S]. Mianyang: China Academy of Engineering Physics, 2009. (in Chinese)
吕海兵, 蒋晓东. 光学玻璃铂金颗粒检测方法: 损伤检测法[S]. 绵阳: 中国工程物理研究院, 2009.