

# 长脉冲激光损伤 YAG 晶体的研究

李长青<sup>1</sup>, 王树成<sup>1</sup>, 周玉锋<sup>2</sup>, 张明福<sup>2</sup>, 高丽敏<sup>1</sup>

(1. 黑龙江科技大学 材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150027;

2. 哈尔滨工业大学 复合材料与结构研究所, 黑龙江 哈尔滨 150001)

**摘要:**采用毫秒 Nd:YAG 脉冲激光在不同的保护气体作用下对钇铝石榴石(yttrium aluminum garnet, YAG)晶面单脉冲损伤及多脉冲切割进行了研究,激光损伤及切割断面形貌采用 SEM 进行表征。结果表明:单脉冲 TEM<sub>00</sub> 模式 Nd:YAG 激光对 YAG 晶体损伤时,表面能够生成锥形烧蚀坑(钥匙孔),且烧蚀坑的熔融层约几个微米;毫秒多脉冲 Nd:YAG 激光在 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 保护下切割 YAG 单晶体,切割深度与保护气第一电离能相关。切割状态下,断面出现爆沸现象,产生的气泡形貌与保护气氛有关。

**关键词:**钇铝石榴石;激光切割;保护气;爆沸

中图分类号:TB332

文献标志码:A

文章编号:1672-3767(2015)01-0074-06

## Analysis of YAG Crystal Damage Induced by Long Pulse Laser

Li Changqing<sup>1</sup>, Wang Shucheng<sup>1</sup>, Zhou Yufeng<sup>2</sup>, Zhang Mingfu<sup>2</sup>, Gao Limin<sup>1</sup>

(1. College of Materials Science and Engineering, Heilongjiang University of Science and Technology, Harbin, Heilongjiang 150027, China; 2. Institute of Composite and Structure, Harbin Institute of Technology, Harbin, Heilongjiang 150001, China)

**Abstract:** Single pulse damage and multi-pulse cutting yttrium aluminum garnet (YAG) by millisecond Nd:YAG pulse laser were investigated. Morphology of laser damage and cutting fracture were characterized by scanning electronic microscope (SEM). The result shows that ablation hole (keyhole) is formed by single pulse TEM<sub>00</sub> mode Nd:YAG laser, and the thickness of molten layer of ablation hole is about several micrometers; cutting depth of YAG single crystal is related with the first ionic energy of shielding gas and micro-morphologies of their cutting fractures differ prominent under Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> by multi-pulse ms Nd:YAG laser. In cutting condition, explosive boiling takes place within cutting kerf, and the morphologies of bubbles changes with shielding gas atmosphere.

**Key words:** YAG; laser cutting; shielding gas; explosive boiling

钇铝石榴石(yttrium aluminum garnet, YAG)晶体具有许多优良特性,特别是抗辐照、高强度等方面应用较多<sup>[1]</sup>。虽然 YAG 晶体的机械加工技术比较成熟,且采用激光加工切割晶体的报道也较多,如漆海滨等<sup>[2]</sup>研究了 CO<sub>2</sub> 连续激光对 MgF<sub>2</sub> 晶体的辐照损伤;Wei 等<sup>[3]</sup>采用 CO<sub>2</sub> 连续激光预处理熔石英表面的 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> 涂层来增加损伤阈值。激光加工晶体及陶瓷方面, Pascual-Cosp 等<sup>[4]</sup>采用 Nd:YAG 激光切割高度玻璃化(high-vitrified)的陶瓷,并为改善加工工艺而优化激光参数; Dhupal 等<sup>[5]</sup>采用脉冲 Nd:YAG 激光在 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 陶瓷表面加工微槽并对工艺参数优化进行计算分析; Black 等<sup>[6]</sup>以 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 为保护气氛应用 CO<sub>2</sub> 激光切割陶瓷,并对切割断面产生的微裂纹进行了分析。但 YAG 晶体的精细加工仍为当前备受关注的的问题,采用长脉冲激光对 YAG 晶体切割及损伤分析报道较少。初步研究了 Nd:YAG 毫秒脉冲激光对 YAG 晶体损伤及切割研究,分析激光切割断口的损伤形貌,并探讨了其损伤机理。

收稿日期:2014-07-02

基金项目:黑龙江省教育厅科学技术研究项目(12531586);黑龙江省高等教育教学改革项目(GJZ201301060);黑龙江科技大学教学研究项目(JY13-90)

作者简介:李长青(1973—),男,黑龙江鸡西人,副教授,博士,主要从事激光材料等方面的研究. E-mail:llchangqing@163.com

## 1 实验

实验采用提拉法(Cz法)生长制备的 YAG 单晶, YAG 单晶采用 X 射线 YX-2D6 晶体定向仪定向, 确定出(211)晶向, 然后采用超声加工设备制备出(211)面 YAG 晶片。

YAG 晶片在毫秒脉冲激光实验台上进行损伤试验, 激光器型号为 Lumonics JK702H, 采用 Nd: YAG 脉冲激光, 实验装置如图 1 所示。通过聚焦激光得到焦斑半径约为  $50 \mu\text{m}$ , 会聚锥形同轴喷嘴出口直径为 1 mm, 喷嘴前端距 YAG 晶片上表面 0.5 mm, 工作台在开放式计算机数字控制 (computerized numerical control, CNC) 系统控制下能二维移动。当激光切割 YAG 晶片时, 分别采用压力为 0.2 MPa 的 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 作为保护气体, YAG 晶片切割时采用的激光参数为: 脉冲能量 1 J, 脉冲频率 30 Hz, 切割速率 1 mm/s。实验单脉冲激光参数: 波长  $1.06 \mu\text{m}$ , 激光模式 TEM<sub>00</sub>, 脉宽 1.1 ms, 单脉冲激光的脉冲能量范围为 0.3~1.2 J。

制备的 YAG 晶片的定向采用 D/max-RB 型 X 射线衍射仪进行检验, 实验条件: Cu 靶 K $\alpha$  辐射; Ni 滤波片; 管电压 36 kV。

为了观察激光损伤及切割后的 YAG 晶片的表面及断口微观形貌, 采用 Cam Scan MX-2600 扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 进行表征, 工作电压 20 kV。

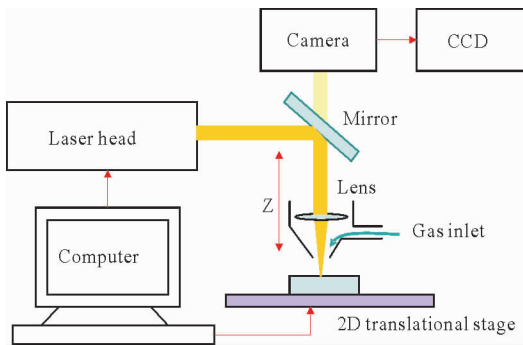


图 1 毫秒脉冲激光损伤实验装置图

Fig. 1 Schematic experiment set-up for ms pulse laser induced damage

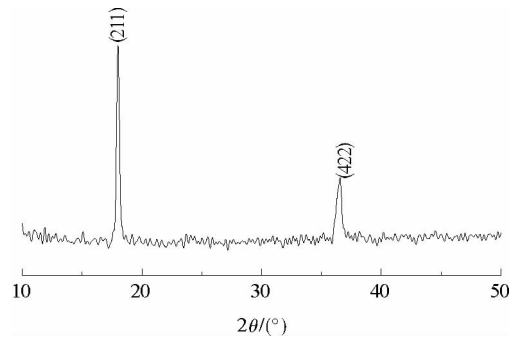


图 2 定向 YAG 晶片的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD pattern of YAG wafer direction

## 2 结果与讨论

### 2.1 实验结果

图 2 为抛光的 YAG 晶片 X 射线衍射 (X-ray diffraction, XRD) 图谱。可以看出, 存在 (211) 和 (422) 面的尖锐衍射峰, 而 (211) 面和 (422) 面是同一面族, 从而证实 YAG 晶片确为 (211) 晶面。(211) 晶面一般容易引起杂质富集形成应力集中区, 即所说的核心, 光学均匀性较低<sup>[7]</sup>, 因此采用此晶面分析激光损伤更加敏感。

YAG 晶体结构如图 3 所示, YAG 的化学式为 Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, 为立方晶系, 空间群属于 I<sub>a</sub>3d, 晶格常数为 1.200 1 nm, 在一个晶胞中含 8 个 Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> 分子, 共计 160 个原子。依据 Y<sup>3+</sup> 和 Al<sup>3+</sup> 的半径, Y<sup>3+</sup> 在十二面体中心 24(c) 处, 而 Al<sup>3+</sup> 在八面体中心 16(a) 处和四面体中心 24(d) 处, 每个 O<sup>2-</sup> 在这几种多面体的节点 96(h) 处<sup>[8]</sup>。因此, Corman<sup>[9]</sup> 依据 YAG 晶体空间结构, 分析出 YAG 抗辐照

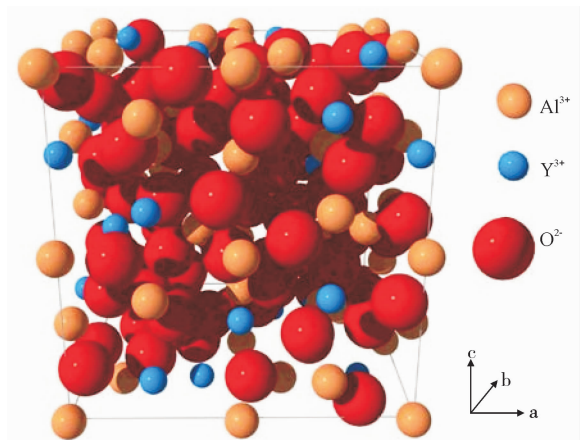


图 3 YAG 晶型结构示意图

Fig. 3 Schematic of YAG crystal structure

性能主要是由于 YAG 大晶胞体内不存在氧密排面。

图 4 所示为 YAG 晶片在毫秒单脉冲激光的作用后损伤的形貌。从图 4(a)所示看出,毫秒脉冲激光在 YAG 晶片表面形成的锥形烧蚀坑,烧蚀坑内壁表面布满了裂纹,熔融体散落在烧蚀坑周围。为了更直观地观察激光损伤的烧蚀坑形貌,对烧蚀坑侧剖观察,图 4(b)所示,可以清晰地观察到烧蚀坑呈现锥形,这种情况与 Lu 等<sup>[10]</sup>采用 TEM<sub>00</sub>模式激光进行激光损伤晶体表面产生高斯轮廓型的烧蚀坑相似,文献[11-13]称此烧蚀坑为钥匙孔(keyhole)。本实验中,激光烧蚀 YAG 晶片生成的烧蚀坑深度达到几百微米甚至超过 1 mm。如图 4(c)所示的烧蚀坑内部局部断口形貌,可以看出烧蚀坑内部熔融层达到几个微米厚。

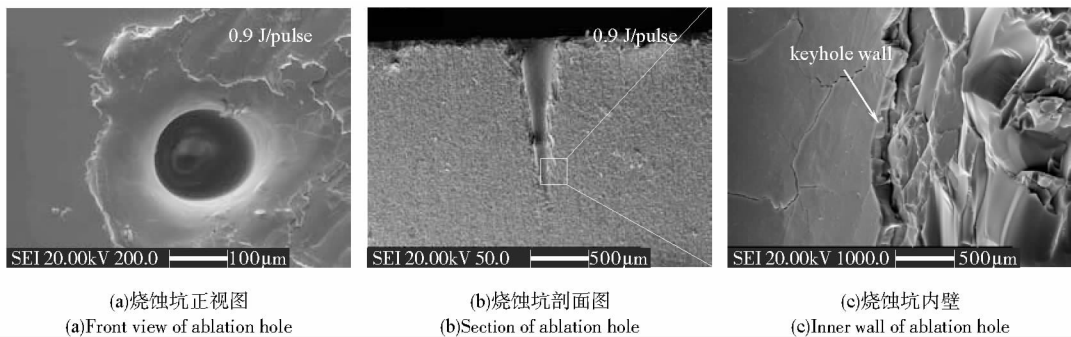


图 4 毫秒脉冲激光损伤 YAG 晶片产生的烧蚀坑 SEM 形貌

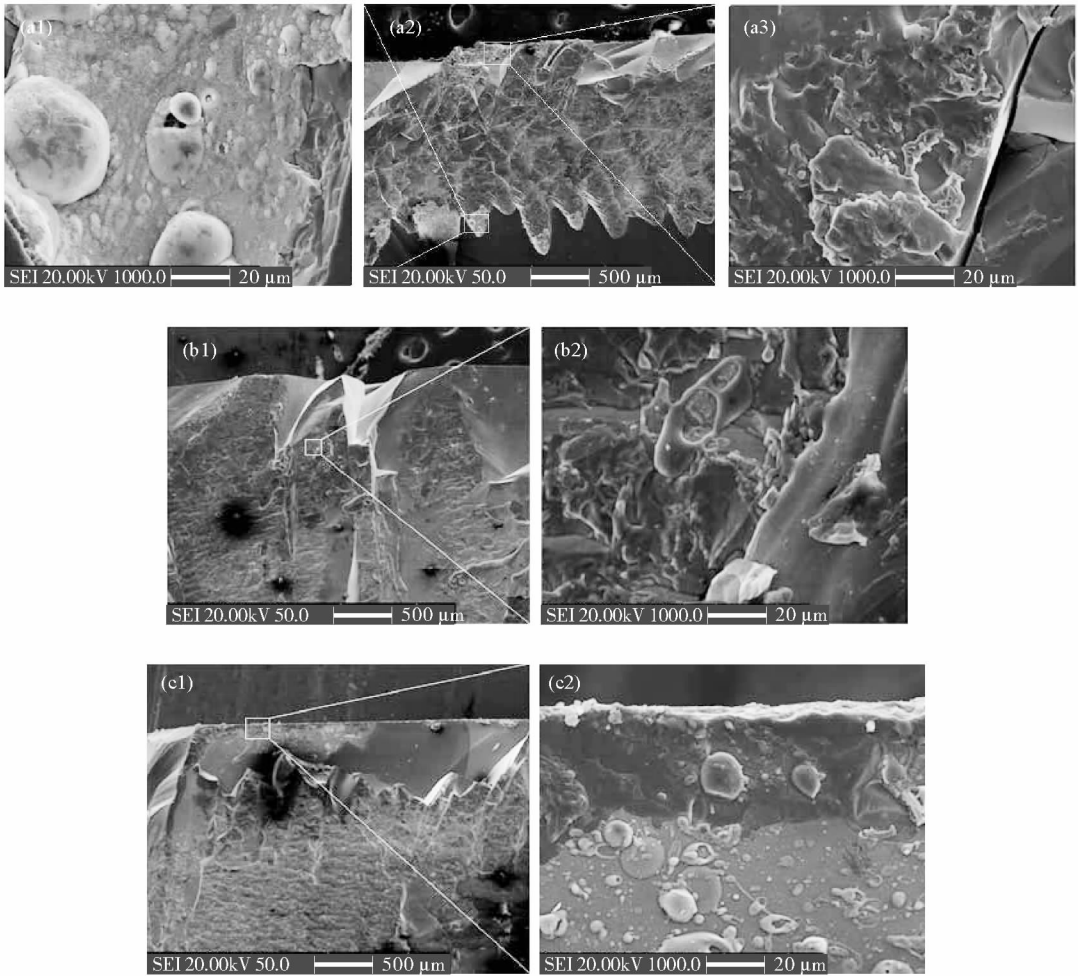
Fig. 4 SEM microstructure of ablation hole induced by ms laser on YAG wafer

图 5 为 YAG 晶片在不同保护气作用下的激光切割断口上边缘处的 SEM 形貌,在 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 三种保护气的作用下激光切割 YAG 晶片断口的微观形貌有所不同,切割深度也依次变浅。图 5(a1)为采用 Ar 气为保护气体的切割断口,断口底部显示产生的尺度在 20 μm 范围的气泡还没有来得及脱离就被凝固化的基体所束缚,仍有较多更小尺度的气泡在其周围生成;图 5(a2)采用 Ar 气为保护气体的切割断口形貌,断口端面切割条纹显著;图 5(a3)显示在断口上表面处留下的气泡被保护气破坏而展平状态。图 5(b1)为采用 N<sub>2</sub> 为保护气体的断口形貌,切割条纹宽度较大,图 5(b2)断口表面的颗粒细小,残留着一些被伸长变形以致于破碎的气泡,有些气泡的宽径约为 20 μm。图 5(c1)为采用 O<sub>2</sub> 气为保护气体的切割断口形貌,表面颗粒细化严重,切割条纹不显著,在图 5(c2)断口表面残留着形貌相对完整的气泡,直径约为 10 μm。

## 2.2 分析与讨论

激光束辐照 YAG 晶片表面时,激光束透过保护气在光斑处能量呈高斯分布,即中心部分能量高,YAG 被迅速加热,当表面温度超过其熔点(2 243 K)时,YAG 晶片光斑处被融化甚至气化,其表面温度随着时间变化趋势如图 6 所示, $t_0$  是高斯型脉冲激光时间的半峰高宽起始点, $t_1$  是高斯型脉冲激光时间的半峰高宽结束点。

在毫秒脉冲激光的起始阶段,YAG 晶体在激光作用下,激光能量在其表面的吸收率较小,对于波长为 1.064 μm 的激光来说,依据 YAG 晶体材料的折射率( $n=1.82$ )可计算得出激光能量<sup>[14]</sup>,其吸收率约为 5.4%,大部分被透过(透过率为 85%),而一部分被反射(反射率为 9.6%),经计算试验采用的激光功率密度可达 10<sup>7</sup> W/cm<sup>2</sup> 数量级。即使较小的吸收率也会使 YAG 表面温度迅速升高,而吸收率也随温度而增大,使 YAG 晶体表面温度升高速率增大,导致 YAG 晶体熔融甚至气化,气化气体的温度在激光作用下迅速上升,甚至使气体电离。使晶体表面产生了局部的电离化和吸收<sup>[13]</sup>,瞬间生成等离子体,形成钥匙孔烧蚀坑。强激光作用下,在充满等离子体的烧蚀坑中,等离子体对激光的吸收率会大大增加,烧蚀坑犹如一个陷阱,进入烧蚀坑的激光能量基本上全部被 YAG 吸收,即所谓的深孔效应。由图 6 可确定出 YAG 晶片表面加热速度在 10<sup>7</sup> ~ 10<sup>8</sup> K/s 数量级,初始冷却速率约 10<sup>6</sup> K/s 及后期的冷却速率约为 10<sup>2</sup> K/s 的数量级,使得烧蚀坑壁受到迅速的热膨胀产生挤压,而后冷却收缩产生拉伸,导致在烧蚀坑内壁产生裂纹。烧蚀坑壁在冷



(a1) Ar气保护下断口底部局部放大; (a2) Ar气保护下断口; (a3) Ar气保护下断口上表面局部放大; (b1) N<sub>2</sub>气保护下断口; (b2) N<sub>2</sub>气保护下断口上表面局部放大; (c1) O<sub>2</sub>气保护下断口; (c2) O<sub>2</sub>气保护下断口上表面局部放大

图 5 在不同保护气下毫秒脉冲激光切割 YAG 晶片的 SEM 形貌

Fig. 5 SEM morphologies of YAG wafer by laser cutting under different shielding gas

却过程的后期可能出现 YAG 相分解成 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 相和 YAP(yttrium aluminate perovskite)相<sup>[15]</sup>, 由于烧蚀坑壁尺寸空间较小, 采用传统的 X 射线衍射分析难以测定。

毫秒脉冲激光 YAG 晶体作用产生烧蚀坑示意图如图 7 所示, 由于激光在烧蚀坑中气液界面存在着 Knudsen 层<sup>[16]</sup>, 厚度仅为几个分子平均自由程, 跨越该薄层, 其温度、密度和压强不连续。因而 Knudsen 层对热量的传递具有很强的屏蔽作用, 因而穿过 Knudsen 层的热量仅能够熔融烧蚀坑壁几个微米厚, 如图 4 所示。

保护气体既是对激光系统聚光镜起保护作用, 也是防止被切割材料断口氧化, 对在激光切割下伴随放热反应的材料可采用 O<sub>2</sub> 保护<sup>[17]</sup>。切割过程中, 激光辐照新晶体表面时, 在如上给定的激光切割参数下, 激光的光斑仍能辐照部分上一次脉冲激光形成的烧蚀坑, 因而大大减少了烧蚀 YAG 晶体所消耗的激光能量, 再加之深孔效应能够聚集能量, 因而使激光在烧蚀坑中产生的热效应更加剧烈。由于激光的高能量, 激光与保护气体相互作用, 产生电离, 而电离产生的一定量的等离子会对激光产生等离子体屏蔽效应(plasma blocking effect), 而此等离子对激光屏蔽的效果与保护气的第一电离能存在着一定的关系, 文献[18]认为保护气的第一电离能越高, 对激光的屏蔽效果越小。对于 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 来说, 其第一电离能分别为 15.759, 14.53, 13.618 eV, 因此确定出 Ar 的屏蔽效果最弱, 在相同的激光束功率密度作用下, 激光在 Ar 保护下通过的能力高, 切割 YAG 晶体深度大, 在实验中得到证实。而 N<sub>2</sub> 和 O<sub>2</sub> 由于第一电离能相对低, 使等离子体



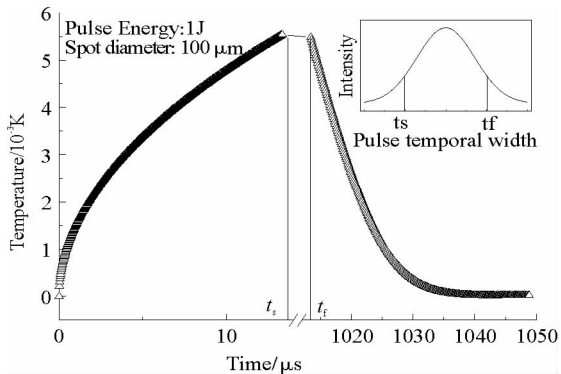


图 6 毫秒脉冲激光辐照 YAG 晶片表面温度变化趋势  
Fig. 6 Time-dependent surface temperature profiles on YAG wafer by ms laser

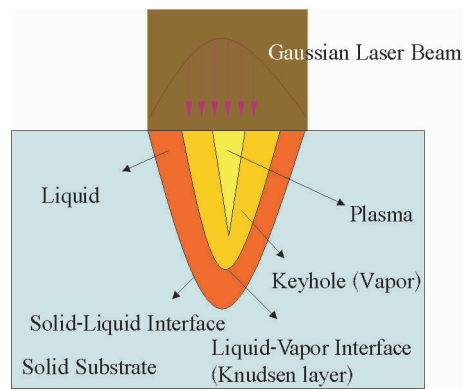


图 7 毫秒单脉冲激光与 YAG 晶体作用产生烧蚀坑示意图  
Fig. 7 Schematic of ablation hole made by ms single pulse laser induced damage on YAG crystal

吸收激光能量较强,导致 YAG 表面温度高,YAG 基体在高温作用下溅射脱离,而后又使 YAG 冷却的液滴回落到基体表面形成微颗粒,特别是 O<sub>2</sub> 保护下激光切割的表面颗粒细化较显著。此外由于保护气体屏蔽后的基体表面温度的差异,也会引起熔体的表面张力  $\sigma$  的不同,一般来说, $\frac{\partial \sigma}{\partial T} < 0$ ,也就是说,表面熔体温度越高,其表面张力越小,在保护气体的气流作用下,越容易变形甚至破裂,所以说在 Ar 保护下,表面保留完整的气泡少,呈铺展状态;而在 O<sub>2</sub> 保护气作用下,气泡形貌保留完整;而 N<sub>2</sub> 保护下则呈伸长变形状态。

如图 8 所示,激光在晶体烧蚀坑产生的等离子体,在热作用下使表面物质蒸发,当辐照超过一定的温度极限或者接近热力学临界温度,会使烧蚀坑坑壁表面的熔融层迅速变成过热熔体,同时会使过热熔体出现密度的剧烈波动,继而会出现同质气泡形核,当产生的气泡直径超过临界尺寸后,就会出现爆沸(explosive boiling)<sup>[19-22]</sup>。尽管熔融层厚度为几个微米,对于多脉冲的毫秒激光来说,气泡形核的深度及气泡形核的时间均已足够。但对于单脉冲毫秒激光损伤来说,没有产生爆沸现象,或许与缺少在原有的烧蚀坑基础上对能量起积聚作用的深孔效应有关。

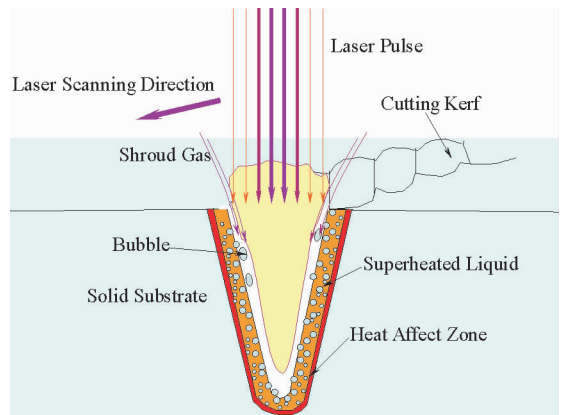


图 8 长脉冲激光切割时产生爆沸示意图  
Fig. 8 Schematic of explosive boiling during long pulse laser cutting

### 3 结论

- 1) 单脉冲 TEM<sub>00</sub> 模式 Nd : YAG 激光对 YAG 晶体损伤时,表面能够生成锥形烧蚀坑(钥匙孔),且烧蚀坑的熔融层约几个微米,且烧蚀坑内部存在较多的由于急剧的热膨急冷形成的微裂纹。
- 2) 采用毫秒脉冲 Nd : YAG 激光在 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 气保护下切割 YAG 单晶体, YAG 单晶体的切割深度与保护气的第一电离能相关。
- 3) 在切割状态下,断口出现爆沸现象,产生的气泡形貌与保护气氛有关。Ar 保护气氛下,表面的气泡破碎而展开; N<sub>2</sub> 保护气氛下,表面的气泡伸长变形; O<sub>2</sub> 保护气氛下,表面的气泡相对完整。

### 参考文献:

[1] Brown K R, Bonnell D A. Cation segregation to yttrium aluminum garnet (111) surfaces[J]. Surface Science, 1998, 414(3): 341-352.  
[2] 漆海滨, 张正文, 邱占武, 等. 10.6 μm 连续波激光对 MgF<sub>2</sub> 材料的破坏效应[J]. 应用激光, 1997, 17(5): 223-224.

- Qi Haibin, Zhang Zhengwen, Qiu Zhanwu, et al. Continuous laser-induced damage in  $\text{MgF}_2$  at 10.6  $\mu\text{m}$  wavelength[J]. *Applied Laser*, 1997, 17(5): 223-224.
- [3] Wei C Y, He H B, Shao J D, et al. Effects of  $\text{CO}_2$  laser conditioning of the antireflection  $\text{Y}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  coatings at 351 nm[J]. *Optics Communications*, 2005, 252 (4-6): 336-343.
- [4] Pascual-Cosp J, Garcia-Forteza J, Sanchez-Soto P J. Laser cutting of high-vitrified ceramic materials: development of a method using a Nd:YAG laser to avoid catastrophic breakdown[J]. *Materials Letters*, 2002, 55(4): 274-280.
- [5] Dhupal D, Doloi B. Pulsed Nd:YAG laser turning of micro-groove on aluminum oxide ceramic ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) [J]. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 2008, 48(2): 236-248.
- [6] Black I, Chua K L. Laser cutting of thick ceramic tile[J]. *Optics and Laser Technology*, 1997, 29(4): 193-205.
- [7] 姜腾雨, 陈熙基, 徐学珍, 等. 优质大尺寸 Nd:YAG 晶体生长技术的研究[J]. *人工晶体学报*, 1996, 25(3): 205-211.  
Jiang Tengyu, Chen Xiji, Xu Xuezheng, et al. Growth technology of fine quality large size Nd:YAG crystals[J]. *Journal of Synthetic Crystals*. 1996, 25(3): 205-211.
- [8] Xu Y N, Chen Y, Mo S D. Ching, core exciton, valence exciton, and optical properties of yttrium aluminum garnet  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  [J]. *Physical Review B*, 2002, 65(23): 51-55.
- [9] Corman G S. Creep of yttrium aluminum garnet single crystal[J]. *Journal of Materials Science Letters*, 1992, 12(6): 379-382.
- [10] Lu Y F, Loh T E, Soh H G. Laser-induced temperature rise in Gaussian-shaped holes[J]. *Applied Surface Science*, 1995, 90 (2): 217-225.
- [11] Steen W M. *Laser material processing*[M]. 3 Ed. London: Springer Verlag, 1991: 113-120.
- [12] Dilthey U, Goumeniouk A, Lopota V, et al. Kinetic description of keyhole plasma in laser welding[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2000, 33: 2747-2753.
- [13] Kar A, Mazumder J. Mathematical modeling of key-hole laser welding[J]. *Journal of Applied Physics*, 1995, 78(11): 6353-6360.
- [14] 李长青, 张明福, 左洪波, 等. 影响透明陶瓷透光性能的因素[J]. *兵器材料科学与工程*, 2006, 29(2): 26-30.  
Li Changqing, Zhang Mingfu, Zuo Hongbo, et al. Influencing factors on transparency of transparent ceramics[J]. *Ordnance Material Science and Engineering*, 2006, 29(2): 26-30.
- [15] Cockyne B, Lent B. A complexity in the solidification behaviour of molten  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  [J]. *Journal of Crystal Growth*, 1979, 46(3): 371-378.
- [16] Lawrence Y, Chen H Q, Zhang W W. Time scale effects in laser material removal: A review[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2005, 26(5): 598-609.
- [17] Yilbas B S. Laser cutting quality assessment and thermal efficiency analysis [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, 155-156: 2106-2115.
- [18] Steen W M. *Laser material processing*[M]. 3 Ed. London: Springer Verlag, 1991: 129-131.
- [19] Miotello A, Kelly R. Critical assessment of thermal models for laser sputtering at high fluences[J]. *Applied Physical Letters*, 1995, 67(24): 3535-3537.
- [20] Yoo J H, Jeong S H, Greif R, et al. Explosive change in crater properties during high power nanosecond laser ablation of silicon[J]. *Journal of Applied Physics*, 2000, 88(3): 1638-1649.
- [21] Lu Q. Thermodynamic evolution of phase explosion during high-power nanosecond laser ablation[J]. *Physical Review E*, 2003, 67(1): 0164101-0164105.
- [22] Lu Q, Mao S S, Mao X, et al. Delayed phase explosion during high-power nanosecond laser ablation of silicon[J]. *Applied Physics Letters*, 2002, 80(17): 3072-3074.

(责任编辑: 吕海亮)