

07

## **Формирование системы микрократеров на поверхности титана при воздействии фемтосекундным лазерным излучением в условиях быстрого охлаждения**

© Д.В. Абрамов, С.М. Аракелян, С.А. Маков,  
В.Г. Прокошев, К.С. Хорьков

Владимирский государственный университет  
им. Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых  
E-mail: awraam@mail.ru

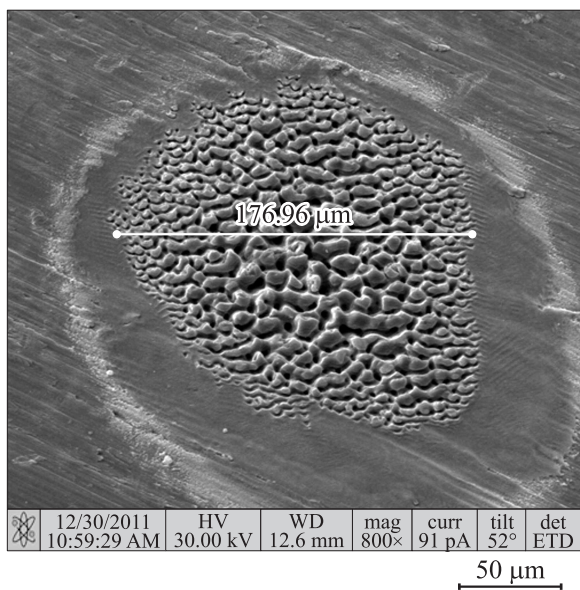
*В окончательной редакции 17 апреля 2013 г.*

Приведены результаты структурирования поверхности титана излучением фемтосекундного лазера. Зарегистрировано формирование упорядоченной системы микрократеров с диаметром около  $2\ \mu\text{m}$  и шагом около  $3\ \mu\text{m}$ , характер которого определяется поперечной структурой лазерного пучка. Возможность фиксации сформировавшихся структур обеспечена быстрым охлаждением области лазерного воздействия жидким азотом. Рассматривается возможность использования такого режима обработки для наноструктурирования поверхности материалов.

Воздействие лазерного излучения на материалы приводит к изменению их поверхностных характеристик. При интенсивности, достаточной для преодоления порога плавления, эти изменения проявляются прежде всего в морфологии поверхности. На ней формируются различные структуры, тип которых определяется режимом воздействия. Размеры формируемых структур определяются прежде всего диаметром пятна фокусировки лазерного излучения, который может быть порядка длины волны излучения, т.е. около  $1\ \mu\text{m}$ . Процессы и явления, развивающиеся в области лазерного воздействия, могут значительно уменьшить эти характерные размеры. Таким образом, определяется принципиальная возможность наноструктурирования поверхности обрабатываемого лазерным излучением материала. Определяющие наноструктурирование процессы могут быть различными: осаждение продуктов лазерного разрушения материала, фиксирование гидродинамических

изменений свободной поверхности расплава, локальные химические реакции и др. [1,2], но всегда основополагающим является селективный отклик среды на воздействие. Инициировать маломасштабные процессы может неоднородное распределение энергии в сечении лазерного пучка, причинами которого могут быть многомодовая генерация, формирование интерференционных и спекл-структур. В случае фемтосекундного лазерного излучения ярким примером такого пространственного перераспределения энергии является филаментация [3–6]. С помощью индуцированных филаментами модификаций возможно формирование элементов микрооптики, например дифракционных решеток или фокусирующих транспарантов [5,7,8]. Следует отметить, что в указанных статьях рассматривается микрообработка в объеме оптически прозрачных сред. Принципиальным отличием результатов, представленных в данной работе, является то, что микроструктуры создаются на поверхности непрозрачного материала. Причем обуславливающие микроструктурирование поверхности множественные локальные максимумы интенсивности в поперечном сечении воздействующего лазерного пучка формируются вследствие его нелинейного взаимодействия с буферной средой (жидким азотом). Получаемые в результате такой обработки структуры могут найти применение для создания растровых микрооптических элементов из непрозрачных материалов [9,10].

Обработке подвергались образцы из титана. Поверхность титановых образцов полировалась для уменьшения влияния естественной шероховатости на перераспределение энергии воздействующего излучения. Воздействие осуществлялось излучением фемтосекундного лазера с Ti:Sapphire активной средой производства ООО „Авеста-Проект“ (г. Троицк, Россия). Параметры воздействия: длина волны излучения  $\lambda = 800$  nm, длительность импульса излучения  $\tau = 50$  fs, частота повторения импульсов  $f = 1$  kHz, энергия в импульсе  $\epsilon = 1$  mJ. Обработка поверхности образцов производилась в среде жидкого азота, который покрывал их поверхность слоем толщиной до 5 mm. При таком подходе обеспечивались ускоренная фиксация результатов воздействия лазерного импульса, сопровождающегося плавлением материала, и устранение влияния приповерхностной плазмы. В результате удалось зарегистрировать структурирование поверхности материала, обусловленное его плавлением в пределах локальных максимумов интенсивности лазерного излучения (рис. 1). Исследование сформировавшихся под действием лазерного излучения структур производилось на основе



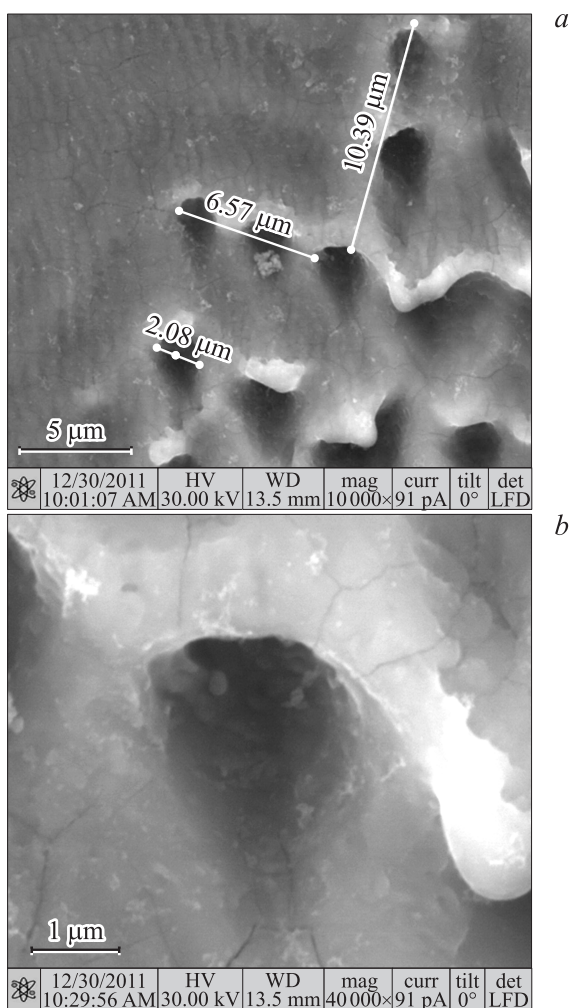
**Рис. 1.** РЭМ-изображение области поверхности титанового образца, подвергнутой воздействию лазерного излучения в среде жидкого азота.

изображений, полученных при помощи растрового электронного микроскопа Quanta 200 3D (РЭМ-изображений).

Общий вид поверхности образца после лазерного воздействия позволяет выделить три характерные зоны. Первая, начиная с периферии, зона представляет собой слой осажденных продуктов лазерного разрушения материала мишени. Она представляет собой относительно тонкую полосу, окаймляющую пятно с характерными размерами около  $250\ \mu\text{m}$ . Следующая зона представляет собой поверхность мишени, подвергнувшуюся термическому воздействию расширяющегося плазменного факела, образовавшегося над областью лазерного воздействия. Для данной зоны характерна спекшаяся и/или незначительно оплавленная поверхность образца с длинными квазипериодическими структурами в виде полос, разделенных бороздами, с общим поперечным размером около  $600\ \text{nm}$ .

Третья (центральная) зона, имеющая диаметр около  $180\ \mu\text{m}$ , представляет наибольший интерес. В пределах данной области регистрируется плавление материала мишени, что в принципе характерно для многоимпульсного фемтосекундного воздействия. В таком режиме воздействия энергия, передаваемая от нагретого лазерным импульсом электронного газа кристаллической решетке и распространяющаяся за счет теплопроводности в объем образца, становится достаточной для формирования достаточно большой ванны расплава [11]. В условиях рассматриваемого эксперимента за счет охлаждения жидким азотом был обеспечен более интенсивный отвод тепла от области лазерного воздействия. Кроме того, время жизни плазменного облака в жидком азоте в несколько раз меньше, чем в воздухе [12], что уменьшает его влияние на поверхность мишени после окончания действия лазерного импульса. Эти факторы сильно уменьшают количество материала, расплавленного под действием лазерного излучения, и обеспечивают быструю фиксацию сформировавшихся структур. В результате вместо одиночной большой каверны была зарегистрирована система кратеров с диаметром около  $2\ \mu\text{m}$  (рис. 2).

Кратеры равномерно заполняют область лазерного воздействия, образуя двумерную периодическую структуру с шагом около  $3\ \mu\text{m}$ . Образование такой системы возможно, только если мощность лазерного излучения имеет аналогично расположенные локальные максимумы в своем пространственном распределении. Общее распределение энергии по сечению лазерного пучка имеет гауссову форму. Локальные максимумы модулируют ее. Причиной возникновения такой поперечной неоднородности интенсивности в лазерном пучке может быть множественная филаментация. Известно, что для ее реализации необходимо, чтобы пиковая мощность импульсов в несколько десятков раз превышала критическую мощность самофокусировки  $P_{cr}$  [3]. Для воздуха  $P_{cr} = 2.4\ \text{GW}$  [13]. Рассматриваемые результаты получены при использовании лазерного излучения с мощностью импульса  $20\ \text{GW}$ . Такая мощность обеспечивает условия, необходимые для филаментации лазерного излучения в воздухе, но недостаточна для формирования множества филаментов. Критическая мощность самофокусировки в жидком азоте, рассчитанная на основании формулы, приведенной в работе [3], равна  $288\ \text{MW}$ . Таким образом, слой жидкого азота обеспечивает условия множественной филаментации лазерного излучения при подходе к обрабатываемой поверхности.



**Рис. 2.** РЭМ-изображения поверхности титанового образца, структурированной под действием фемтосекундного лазерного излучения в среде жидкого азота: *a* — периферийная область лазерного воздействия; *b* — отдельная микрокаверна.

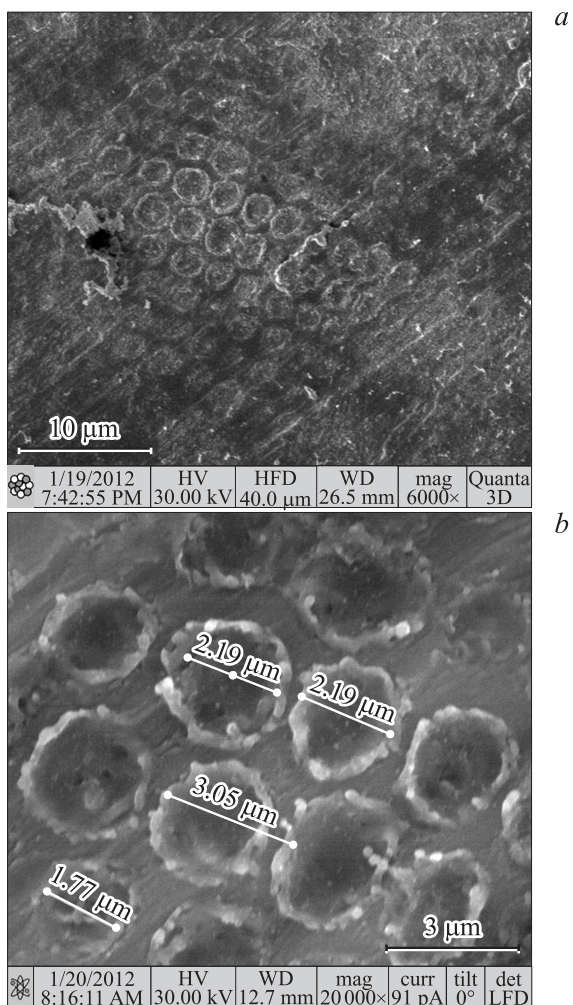
В пределах отдельного кратера происходит плавление материала по традиционному для лазерного воздействия сценарию. Расплавленный материал выносится из кратера на прилегающую к нему поверхность мишени, где впоследствии застывает, образуя валик. Характерные размеры валиков и кратеров имеют сравнимую величину. Вследствие гауссова распределения мощности лазерного излучения плавление в центре пятна фокусировки происходит более интенсивно, чем на его периферии. Потоки расплава перекрываются, смешиваются и придают лазерной каверне традиционный вид. На периферии интенсивность воздействия меньше, что позволяет зарегистрировать образовавшиеся кратеры.

Исследование химического состава застывшего расплава проводилось при помощи системы EDAX, входящей в РЭМ Quanta 200 3D. Элементный анализ показал, что лазерная обработка в присутствии азота привела к образованию на поверхности образца слоя нитрида титана. Результаты энергодисперсионного анализа подтверждаются структурными исследованиями методом комбинационного рассеяния, произведенными с использованием установки „Зондовая НаноЛаборатория ИНТЕГРА Спектра LS“.

Средняя микротвердость титановых сплавов 300 МПа, а микротвердость нитрида не ниже 20 GPa [14]. Таким образом, одновременно с микроструктурированием поверхности образца формируется слой с повышенной твердостью.

Для выявления локальных кратеров в центре лазерного пятна эксперимент был повторен в условиях значительного ослабления энергии воздействующего излучения (до энергии в импульсе  $\varepsilon = 40 \mu\text{J}$ ). При таком режиме воздействия модификация поверхности образца была зарегистрирована только в центральной области диаметром около 25–30  $\mu\text{m}$  (рис. 3, *a*). Она проявилась в формировании системы неглубоких кратеров, которые не пересекались и не закрывались выбросами расплавленного материала (рис 3, *b*). Тем не менее расплавленный материал выносится за пределы кратера на расстояние 200–300 nm. Потоки расплава из соседних кратеров не перекрываются. Но в поставленных экспериментах не преследовалась острая фокусировка лазерного излучения. Диаметр облученной области был в 3 раза больше, чем при обычной обработке материалов (60  $\mu\text{m}$ ). Следовательно, существует принципиальная возможность существенного уменьшения размеров как области воздействия, так и периода формируемой системы

2\* Письма в ЖТФ, 2013, том 39, вып. 16



**Рис. 3.** РЭМ-изображения поверхности титана, структурированной ослабленным лазерным излучением в среде жидкого азота, полученные при разных увеличениях.

кратеров. При этом энергия лазерного импульса, а значит и количество расплавленного материала, не изменится. В результате встречные потоки расплава должны столкнуться, что приведет к образованию вертикальных наноструктур. Так как кратеры, являющиеся источниками потоков расплава, расположены периодически, то и система наноструктур будет упорядоченной.

Таким образом, экспериментальные исследования воздействия на титан фемтосекундного лазерного излучения в присутствии жидкого азота показали возможность формирования на его поверхности упорядоченных систем микро- и нанократеров. В отличие от известных работ полученные результаты позволяют производить поверхностную микрообработку непрозрачных мишеней за счет стабильной множественной филаментации лазерного излучения. Анализ характеристик сформированных систем лазерных кратеров показал возможность использования исследованных режимов для формирования упорядоченных массивов вертикальных наноструктур.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты № 12-02-97531 и 11-02-97516) и Минобрнауки России в рамках гранта президента РФ № НШ-3088.2012.2 и соглашения № 14.В37.21.1281 ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009–2013 годы“.

## Список литературы

- [1] *Завестовская И.Н.* // Квантовая электроника. 2010. Т. 40. № 11. С. 942–954.
- [2] *Бармина Е.В., Стратакис Э., Фотакис К., Шафеев Г.А.* // Квантовая электроника. 2010. Т. 40. № 11. С. 1012–1020.
- [3] *Чекалин С.В., Кандидов В.П.* // УФН. 2013. Т. 183. № 2. С. 133–152.
- [4] *Ионин А.А., Кудряшов С.И., Макаров С.В.* и др. // Письма в ЖЭТФ. 2009. Т. 90. № 5/6. С. 467–472.
- [5] *Кандидов В.П., Шленов С.А., Косарева О.Г.* // Квантовая электроника. 2009. Т. 39. № 3. С. 205–228.
- [6] *Косарева О.Г., Панов Н.А., Кандидов В.П.* // Оптика атмосферы и океана. 2005. Т. 18. № 3. С. 223–231.
- [7] *Yamada K., Watanabe W.* et al. // J. Appl. Phys. 2003. V. 93. P. 1889–1892.
- [8] *Yamada K., Watanabe W.* et al. // Opt. Lett. 2004. V. 29. P. 1846–1848.



- [9] *3D лазерные информационные технологии* / Под ред. П.Е. Твердохлеба. Новосибирск: Институт автоматики и электрометрии СО РАН, 2003. С. 243.
- [10] *Liang F., Vallee R., Chin S.L.* // Opt. Express. 2012. V. 20. N 4. P. 4389–4396.
- [11] *Булгаков А.В., Булгакова Н.М., Бураков И.М.* и др. Синтез наноразмерных материалов при воздействии мощных потоков энергии на вещество. Новосибирск: Институт теплофизики СО РАН, 2009. С. 59.
- [12] *Тарасенко Н.В., Буцень А.В.* // Квантовая электроника. 2010. Т. 40. № 11. С. 986–1003.
- [13] *Nibbering E.T.J.* et al. // J. Opt. Soc. Am. B. 1997. V. 14. P. 650–660.
- [14] *Гуревич Я.Л., Горохов М.В., Захаров В.И.* и др. Режимы резания труднообрабатываемых материалов: Справочник. М.: Машиностроение, 1986. С. 21.