

УДК 535.2; 533.9; 543.423.1

ВЛИЯНИЕ ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ ПЛАЗМЫ НА ЛАЗЕРНУЮ АБЛЯЦИЮ НАНОСЕКУНДНЫМИ ИМПУЛЬСАМИ

В. Н. Леднев^{1,2}, П. А. Сдвиженский^{1,2}, Р. Д. Асютин³,
М. Я. Гришин^{1,4}, Р. С. Третьяков³, С. М. Першин¹

Впервые исследовано влияние приповерхностной плазмы мишени на наносекундную лазерную абляцию. Приповерхностную плазму создавали воздействием пучка мощного непрерывного волоконного лазера на железную мишень. Сравнение лазерной абляции наносекундными импульсами Nd:YAG лазера (1064 нм, 5 нс) проводили как во время воздействия непрерывного лазера, так и при его кратковременном (5 мс) выключении. Обнаружено, что в присутствии приповерхностной плазмы происходит двукратное повышение интенсивности эмиссии, а также увеличение температуры и электронной плотности лазерного факела, индуцированного наносекундным лазером.

Ключевые слова: наносекундная лазерная абляция, приповерхностная плазма, лазерно-индуцированная плазма.

Введение. Возможность проведения дистанционного количественного элементного анализа с помощью спектроскопии лазерно-индуцированной плазмы (СЛИП) высоко востребована в различных научных и промышленных приложениях [1–4]. Недавно мы продемонстрировали возможность многоэлементного онлайн анализа в процессе создания металлического изделия с помощью метода коаксиальной лазерной наплавки [5]. Коаксиальная наплавка является одним из вариантов аддитивной технологии, в котором поток металлического порошка или смеси порошков плавят с помощью мощно-

¹ ИОФ РАН, 119991 Россия, Москва, ул. Вавилова, 38; e-mail: lednev@kapella.gpi.ru.

² НИТУ МИСиС, 119049 Россия, Москва, Ленинский проспект, д. 4.

³ МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005 Россия, Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр. 1.

⁴ Московский физико-технический институт, 141701 Россия, Долгопрудный, Институтский пер., 9.

го непрерывного лазера. Деталь изготавливают методом послойной печати, при этом возможно создание изделия с заданным градиентом элементного состава. Было показано, что для проведения элементного анализа необходимо выполнять пробоотбор (лазерную абляцию) непосредственно в ванне расплава, которая характеризуется высокими температурами (до 3000 °С), а также наличием приповерхностной плазмы. Приповерхностная плазма может оказывать влияние на процесс взаимодействия наносекундного лазерного импульса с веществом, что является предметом исследования в настоящей статье.

В литературе можно найти лишь эпизодические работы, в которых изучали влияние поверхностной плазмы на процесс лазерной абляции, однако в этих работах было изучено влияние одновременно нескольких параметров (температура поверхности, наличие приповерхностной плазмы или пламени). Например, Шоутшени и др. [6] применяли пучок непрерывного CO₂ лазера для нагрева мишени с целью повышения интенсивности свечения лазерной плазмы, однако авторы не смогли оценить влияние каждого из факторов отдельно: температура поверхности, приповерхностная плазма. Лиу и др. [7, 8] изучали влияние плазмы пламени горелки на свойства лазерно-индуцированной плазмы и обнаружили, что интенсивность линий в спектре была в четыре раза выше в случае лазерной абляции в пламенах. Увеличение интенсивности объяснили более высокой температурой и электронной плотностью лазерной плазмы, что авторы связали с наличием плазмы пламени над поверхностью мишени. Уиггинс и др. [9] исследовали лазерный пробой газов наносекундными импульсами в плазме, созданной другим непрерывным лазером. Они продемонстрировали, что обратное тормозное поглощение в значительной степени определяет взаимодействие наносекундного лазерного импульса с разреженной плазмой, создаваемой пучком непрерывного лазера. Это приводит к увеличению температуры и электронной плотности “наносекундной” лазерной плазмы, по сравнению с пробоем в газе. Недавно Колонна и др. [10] провели систематические теоретические исследования влияния разреженной плазмы на процесс лазерной абляции наносекундными импульсами, и обнаружили, что на начальных стадиях эволюции лазерного факела большое влияние имеет электронная плотность плазмы, в которой происходит лазерный пробой.

Целью настоящей работы является оценка влияния приповерхностной плазмы на процесс лазерной абляции наносекундными импульсами и динамику лазерного факела. Приповерхностную плазму создавали воздействием пучка непрерывного лазера на железную мишень вплоть до ее плавления, а для диссипации поверхностной плазмы

отключали непрерывный лазер на несколько миллисекунд, в течение которых температура поверхности расплава оставалась постоянной.

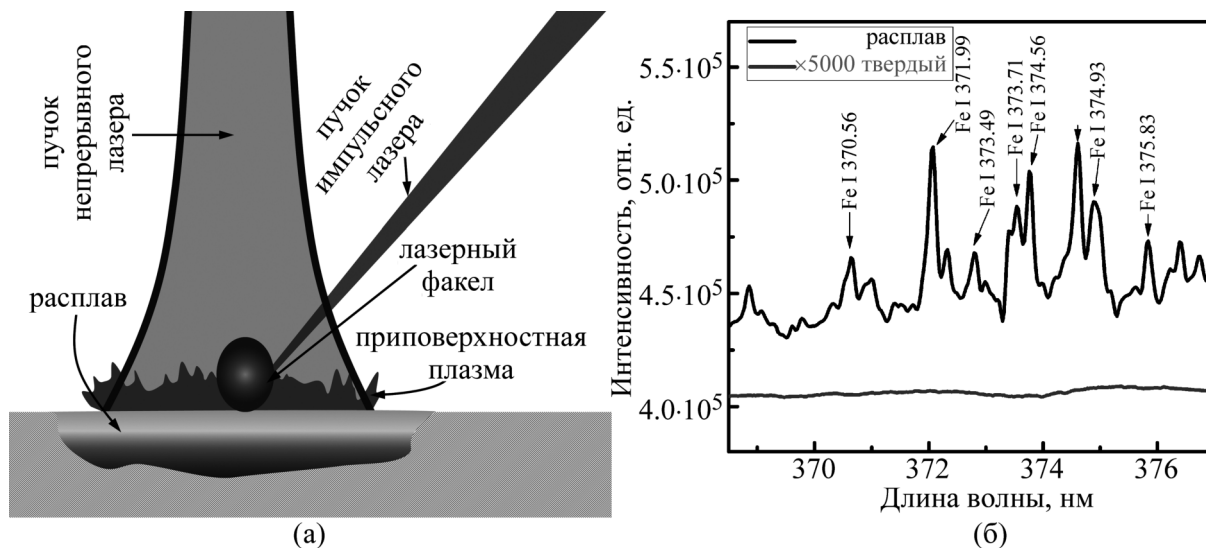


Рис. 1: (а) схема эксперимента для оценки влияния приповерхностной плазмы, создаваемой мощным непрерывным лазером, на процесс наносекундной лазерной абляции; (б) спектры приповерхностной плазмы для нагретого твердого образца (серый цвет) и расплава (черный цвет) во время воздействия излучения непрерывного лазера.

Эксперимент. Экспериментальная установка была подробно описана ранее в работе [5] и здесь будет приведена кратко (рис. 1). Пучок непрерывного волоконного лазера (1068 нм, 2 кВт, ЛС-5 от ИРЕ Полюс, Россия) фокусировали кварцевой линзой ($F = 200$ мм) в 20 мм выше поверхности мишени (диаметр пучка на поверхности – 2.5 мм). Для предотвращения образования оксидной пленки на поверхности железного образца (Fe 99%) систему продували аргоном (Ar 99.9%). Лазерный пучок наносекундного Nd:ИАГ лазера (1064 нм, 5 нс, 130 мДж/имп, $M^2 \approx 90$, 10 Гц) фокусировали на поверхность расплава под углом 45 градусов с помощью кварцевой линзы ($F = 280$ мм, диаметр лазерного пятна 0.5 мм) сквозь отверстие в алюминиевом зеркале. Излучение лазерного факела собирали с помощью данного алюминиевого зеркала и фокусировали кварцевой линзой ($F = 70$ мм) на торец волоконного кабеля, который доставлял излучение в спектрометр (Shamrock 303i, Andor), оборудованный ПЗС камерой с усилителем яркости (iStar, Andor). Для синхронизации момента действия наносекундного лазерного импульса и работы непрерывного лазера использовали фотодиод (ФД-24К), который запускал генератор импульсов DG-535, а тот стартовал наносекундный лазер.

Синхроимпульс от генератора наносекундного лазера использовали для запуска спектрометра. Температуру поверхности мишени измеряли с помощью пирометра с исчезающей нитью (Проминь), к которому подключили цифровую КМОП камеру (асA1920-40um, Basler) для возможности стробированных измерений (минимальная экспозиция 50 μs , шаг 50 μs). Точность измерений температуры пирометром оценили как ± 60 °C с помощью калиброванной вольфрамовой лампы. Перед проведением экспериментов железный образец полировали (до P2500) для удаления оксидных пленок.

Результаты и обсуждение. Высокая температура поверхности мишени и наличие внешнего поля непрерывного лазера приводят к возникновению приповерхностной плазмы, поэтому мощность непрерывного лазера повысили до 2 кВт, при этом происходило плавление образца и формирование ванны расплава с диаметром ~ 5 мм. По данным спектральной базы данных NIST [11] было проведено моделирование спектра плазмы при температуре в 2000 К, которое показало, что наиболее интенсивные линии в спектре должны присутствовать в диапазоне 360–375 нм для железа, и в диапазоне 415–425 нм для аргона. На рис. 1(б) представлены спектры поверхности твердой нагретой мишени (1200 °C) и расплава (1590 °C) во время воздействия пучка непрерывного лазера. Для твердой горячей мишени нам не удалось зарегистрировать спектральные линии, в то время как для расплава были обнаружены линии железа, что свидетельствует о наличии плазмы над поверхностью расплава. Для оценки температуры приповерхностной плазмы использовали нерезонансные атомные линии Fe I 370.56, Fe I 372.75, Fe I 373.49, Fe I 374.56 нм [12]. Расчет электронной плотности плазмы проводили по величине штарковского уширения атомной линии Fe I 538.34 нм, с корректировкой на спектральную функцию спектрометра. Температура приповерхностной плазмы была оценена как 6500 К, а электронная плотность составила $7 \cdot 10^{16}$ см^{-3} , что свидетельствует о значительном влиянии поля непрерывного лазера на свойства лазерной плазмы.

Для корректной оценки влияния приповерхностной плазмы на наносекундную лазерную абляцию требуется учитывать влияние высокой температуры мишени. При выключении непрерывного лазера происходит не только релаксация приповерхностной плазмы, но и снижается температура поверхности мишени. Однако вследствие большого объема ванны расплава скорость охлаждения поверхности расплава значительно ниже скорости диссипации приповерхностной плазмы. Отключая непрерывный лазер на короткий промежуток времени, можно добиться того, чтобы приповерхностная плазма уже диссипировала, а температура поверхности мишени не успела снизиться. Для экспериментальной проверки этого предположения, задавали специальную программу ра-

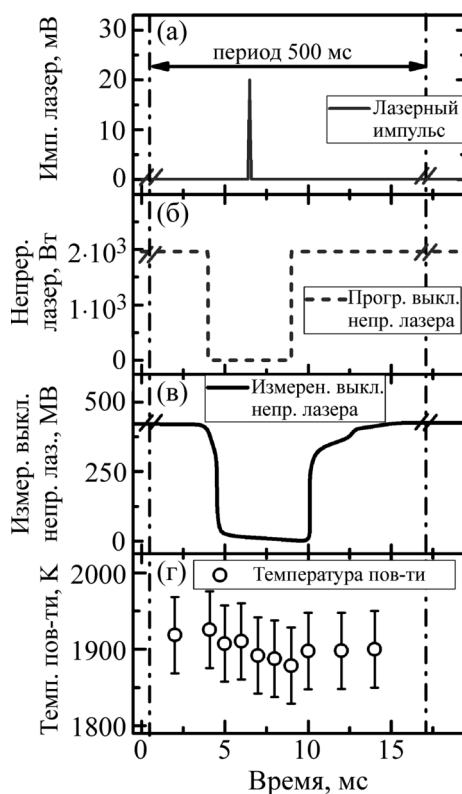


Рис. 2: Синхронизация выключения непрерывного лазера и момента действия наносекундного лазера: (а) наносекундный лазерный импульс с задержкой через 3 мс после выключения непрерывного лазера; (б) программа выключения непрерывного лазера на 5 мс каждые 500 мс; (в) измеренный профиль интенсивности при выключении непрерывного лазера (фотодиод ФД24к, осциллограф Tektronix 2024В); (г) температура поверхности мишени в момент выключения непрерывного лазера.

боты непрерывного лазера, при которой лазер должен быть отключен в течение периода 5 мс. Измеренная длительность момента выключения (рис. 2) была немногим больше (фотодиод ФД24К и осциллограф Tektronix 2024В). Для измерения температуры ванны расплава с помощью оптического пирометра с исчезающей нитью синхронизовали измерения КМОП камеры по переднему фронту сигнала фотодиода. Представленные на рис. 2(г) импульсные измерения (строб 100 μ с, шаг 1 мс) температуры поверхности расплава до и во время момента выключения непрерывного лазера показали, что при столь коротком отключении температура расплава не успевает снизиться.

Исследование влияния приповерхностной плазмы на процесс лазерной абляции наносекундными импульсами проводили, регистрируя эволюцию спектров лазерного фа-

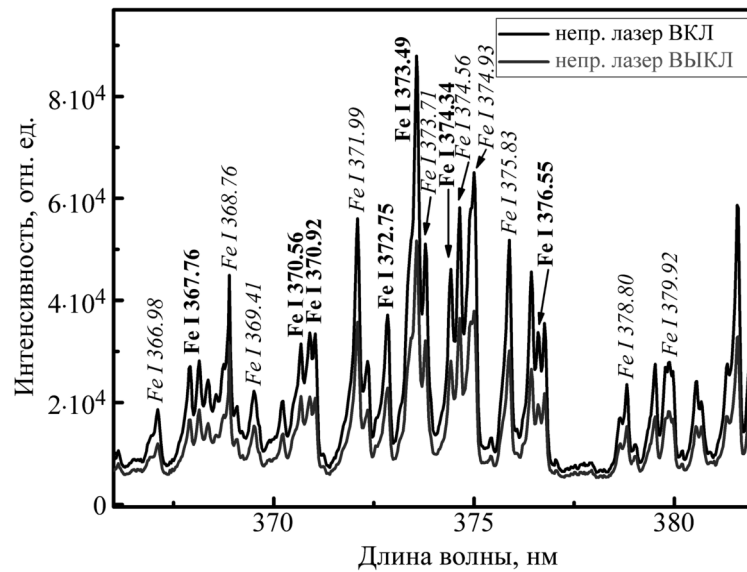


Рис. 3: Сравнение спектров плазмы, индуцированной наносекундным импульсом, при наличии (непрерывный лазер включен, черный цвет) и отсутствии (непрерывный лазер выключен, серый цвет) приповерхностной плазмы. Жирным шрифтом выделены спектральные линии, которые были использованы для расчета температуры.

кела (экспозиция $1 \mu\text{s}$, шаг задержки $1 \mu\text{s}$), при различной синхронизации моментов действия импульсного лазера и выключения непрерывного лазера: при задержке 3 мс после выключения непрерывного лазера (“ВЫКЛ”) – приповерхностная плазма отсутствует; при задержке 450 мс (“ВКЛ”) – приповерхностная плазма существует. Сравнение спектров лазерной плазмы в один из моментов ее эволюции (экспозиция $1 \mu\text{s}$, задержка $1 \mu\text{s}$) представлено на рис. 3. Интенсивности основных атомных линий железа для наносекундной лазерной плазмы были в два раза выше в случае лазерного пробоя в приповерхностной плазме. Сравнение эволюции эмиссии атомной линии железа, температуры и электронной плотности плазмы при наличии/отсутствии приповерхностной плазмы приведено на рис. 4. В случае присутствия приповерхностной плазмы, интенсивность атомной линии Fe I 372.75 нм была выше в течение всего времени расширения лазерного факела. При этом температура и электронная плотность плазмы отличались только в течение первых $2 \mu\text{s}$ после лазерного пробоя. Полученные результаты хорошо согласуются с ранее опубликованными данными Лиу и др. [7], когда было зарегистрировано четырехкратное увеличение свечения лазерного факела при наносекундной абляции в плазме пламени. В работе Уиггенса и др. [9] при наносекундном пробое в азотной плазме, полученной при действии непрерывного волоконного лазера, было об-

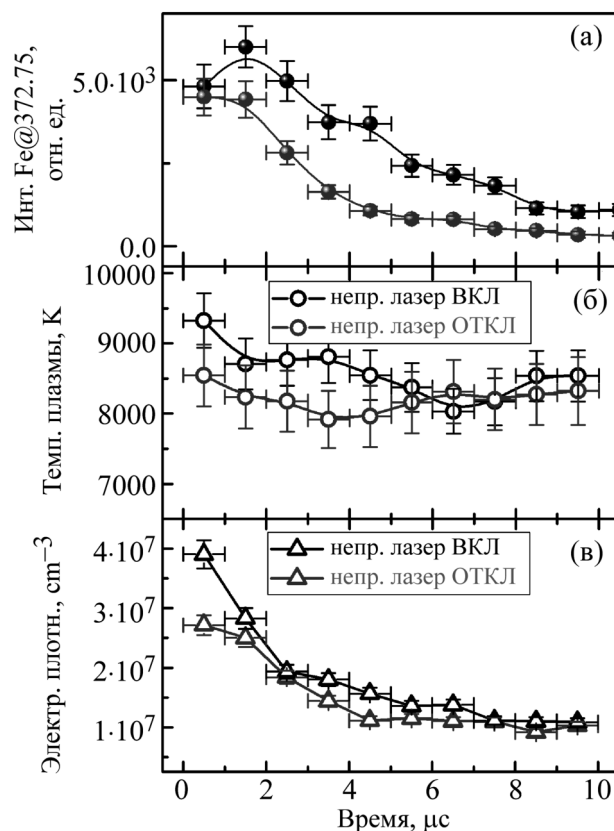


Рис. 4: Эволюция интенсивности атомной линии Fe I 372.75 нм (а), температуры (б) и электронной плотности (в) плазмы, индуцированной наносекундным лазерным импульсом.

наружено, что температуры и электронная плотность лазерного факела увеличивается на 5–10%. В наших экспериментах было зарегистрировано увеличение температуры и электронной плотности на такую же величину, однако точность измерений была ниже.

Выводы. Таким образом, впервые проведено исследование влияния приповерхностной плазмы на свойства лазерного факела, индуцированного наносекундными лазерными импульсами. Приповерхностную плазму создавали при плавлении железной мишени пучком непрерывного волоконного лазера. Для выявления влияния только приповерхностной плазмы на процесс лазерной абляции, непрерывный лазер отключали на период 5 мс, при этом согласно пирометрическим измерениям температура расплава оставалась постоянной. Сравнение эволюции свечения лазерного факела выявило, что в случае приповерхностной плазмы интенсивность спектральных линий выше, а температура и электронная плотность больше на 5–15% в течение первых 5 мс.

Работа была выполнена при финансовой поддержке РФФ, соглашение № 16–19–10656.

Л И Т Е Р А Т У Р А

- [1] L. Peter, V. Sturm, and R. Noll, *Appl. Opt.* **42**, 6199 (2003); doi: 10.1364/AO.42.006199.
- [2] G. Hubmer, R. Kitzberger, and K. Mörwald, *Anal. Bioanal. Chem.* **385**, 219 (2006); doi: 10.1007/s00216-006-0321-9.
- [3] V. Sturm, R. Fleige, M. de Kanter, et al., *Anal. Chem.* **86**, 9687 (2014).
- [4] A.-M. Matiaske, I. B. Gornushkin, and U. Panne, *Anal. Bioanal. Chem.* **402**, 2597 (2012); doi: 10.1007/s00216-011-5165-2.
- [5] V. N. Lednev, M. Y. Grishin, P. A. Sdvizhenskii, et al., *Addit. Manuf.* **25**, 64 (2019); doi: 10.1016/j.addma.2018.10.043.
- [6] S. Z. Shoursheini, P. Parvin, B. Sajad, and M. A. Bassam, *Appl. Spectrosc.* **63**, 423 (2009).
- [7] L. Liu, S. Li, X. N. He, et al., *Opt. Express.* **22**, 7686 (2014); doi: 10.1364/OE.22.007686.
- [8] L. Liu, X. Huang, S. Li, et al., *Opt. Express.* **23**, 15047 (2015); doi: 10.1364/OE.23.015047.
- [9] D. L. Wiggins, C. T. Raynor, and J. A. Johnson, *Phys. Plasmas.* **17**, 103303 (2010); doi: 10.1063/1.3501995.
- [10] G. Colonna, A. Laricchiuta, and L. D. Pietanza, *Acta Part B-Atomic Spectrosc.* **141**, 85 (2018); doi: 10.1016/j.sab.2018.01.009.
- [11] Y. Ralchenko, A. E. Kramida, J. Reader, and N. Team, *NIST Atomic Spectra Database (version 5.4)*, (2018); <http://physics.nist.gov/asd>.
- [12] C. Aragón and J. A. Aguilera, *Acta – Part B At. Spectrosc.* **63**, 893 (2008); doi: 10.1016/j.sab.2008.05.010.

Поступила в редакцию 26 ноября 2018 г.

После доработки 26 ноября 2018 г.

Принята к публикации 4 декабря 2018 г.