

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи

Кочуев Дмитрий Андреевич

**ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ И ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОЛЯ НА ДИНАМИКУ СИНТЕЗА
МИКРО- И НАНОЧАСТИЦ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ФЕМТОСЕКУНДНЫХ
ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ НА ПОВЕРХНОСТЬ МАТЕРИАЛА В ЖИДКИХ И
ГАЗОВЫХ СРЕДАХ**

Специальность 01.04.21 – «Лазерная физика»

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Автор:



Москва – 2021

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых».

Научный руководитель:

Прокошев Валерий Григорьевич

доктор физико-математических наук, профессор кафедры ФиПМ, советник при ректорате ВлГУ

Хорьков Кирилл Сергеевич

кандидат физико-математических наук, директор института прикладной математики, физики и информатики ВлГУ

Официальные оппоненты:

Новодворский Олег Алексеевич

доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией наноструктур и оптических покрытий ИПЛИТ РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Ямщиков Владимир Александрович

доктор технических наук, член-корреспондент РАН, директор филиала федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук» (ИЭЭ РАН)

Герасименко Александр Юрьевич

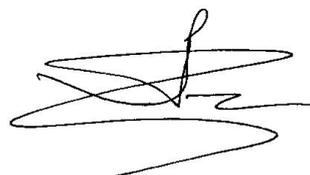
кандидат физико-математических наук, доцент, заведующий лабораторией «Биомедицинских нанотехнологий», федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники»

Защита состоится «24» ноября 2021 г. в 15 час. 00 мин. на заседании диссертационного совета МИФИ.01.04 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <https://ds.mephi.ru> федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Автореферат разослан «__» _____ 2021 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета МИФИ.01.04
кандидат физ.-мат. наук



Степаненко А.А.

Общая характеристика работы

Актуальность работы

Эффективным методом получения материалов с заданными свойствами является применение нанопорошков. Сферические нанопорошки используются в качестве сырья для синтеза новых материалов в направлениях оптики, фотоники и биомедицинских применений. Например, для изготовления высококачественной оптической керамики требуется монодисперсный материал с характерным размером сфер в десятки и сотни нанометров. В частном случае полученные по керамической технологии из порошков полупроводниковые оксиды используются для изготовления активных элементов твердотельных лазеров и магнитоактивных элементов и магнитоактивной керамики. При решении задач диагностики и лечения онкологических заболеваний применяют светочувствительные, магнитные и комбинированные наночастицы. Поэтому развитие методов синтеза сферических наноматериалов является актуальной задачей современных исследований.

Основным методом синтеза сферических наноразмерных порошков является лазерная абляция. Использование лазерного излучения позволяет получать сферические микро- и наночастицы, свойства которых зависят от условий воздействия из различных материалов. В процессе лазерной абляции создаются условия, при которых возможно получение материалов в метастабильном состоянии, синтез которых недоступен при других условиях. Применение лазерных систем с субпикосекундной длительностью импульса позволяет передавать энергию световой волны среде за времена существенно меньшие характерных длительностей релаксационных процессов. Такой механизм воздействия позволяет синтезировать чистые наноматериалы, наночастицы сложных сплавов, композитов, холодных растворов, в том числе оболочечные частицы из широкого круга материалов. Получение таких материалов возможно, как при абляции исходных образцов, содержащих необходимые компоненты, так и при их обработке в активных газовых или жидких средах. Пассивирование поверхности позволяет предотвратить коагуляцию продуктов абляции. Рабочие среды служат для сбора наночастиц, выноса аблированного материала из области воздействия и протекания химических реакций. Параметры рабочей среды также влияют на фракционный состав наночастиц.

Лазерная абляция материалов в среде представляет собой сложный физический процесс, зависящий от параметров лазерного излучения, свойств рабочей среды, дополнительных источников физического воздействия. Дополнительным источником воздействия может быть, как тепловая нагрузка, вызванная действием лазерно-индуцированного плазменного факела, образующегося над обрабатываемой поверхностью, так и энергия, приложенная к области обработки совместно с лазерным лучом. Комбинирование различных методов воздействия позволяет добиться синергетического эффекта, и, как следствие, повышения эффективности операции абляции. Эффективными методами комбинированного воздействия в задачах лазерной обработки материалов является использование электрического поля. Электрическое поле может способствовать удалению продуктов абляции из области распространения лазерного луча, либо для формирования электрической дуги, стабилизируемой лазерно-индуцированным плазменным каналом (ЛИПК), образующемуся при прохождении через среду интенсивных субпикосекундных лазерных импульсов в области каустики лазерного луча. В диссертационной работе рассмотрены процессы, протекающие при взаимодействии лазерного излучения с обрабатываемым материалом и средой, в которой осуществляется обработка. Проведена оценка влияния различных факторов на процесс абляционной обработки и получаемые продукты лазерной абляции. Решена практическая задача повышения эффективности лазерной абляции материалов путем совместного применения методов физического воздействия, обеспечивающих возможность получения фракции наноматериалов заданной дисперсности.

Цели и задачи исследования

Целью настоящей диссертации является исследование физических процессов взаимодействия лазерного излучения с веществом, приводящего к синтезу микро- и наночастиц материалов и микроструктурированных покрытий под действием лазерных импульсов при различном давлении среды в сосуде где происходила обработка. Поставленная цель достигалась путем решения следующих **задач**:

- I. Провести анализ современных исследований в рамках направлений лазерного синтеза микро- и наночастиц, протекающих процессов, методов интенсификации процесса абляции.
- II. Разработать экспериментальную установку для проведения работ по исследованию процессов взаимодействия лазерного излучения с веществом в различных средах, а также синергетического эффекта комбинированного воздействия лазерного луча и электрического поля.
- III. Провести исследования продуктов абляции и поверхностных структур, образующихся в результате воздействия лазерных импульсов на поверхности материалов при различных режимах обработки.
- IV. Изучить характер взаимодействия лазерного излучения со средой, оценить влияние среды на свойства лазерного луча и результат воздействия на материал.
- V. Изучить влияние совокупного воздействия лазерных импульсов в электрическом поле при различной конфигурации электродов.

Научная новизна работы

Проведен комплекс исследований взаимодействия лазерного излучения с различными материалами в среде н-гексана (в жидкой среде, в присутствии паров) и аргона. Исследовано взаимодействие лазерного излучения непосредственно со средой, в которой осуществляется обработка. Показаны результаты комбинированной обработки материалов в электрическом поле. Получены 2 патента на изобретения, 4 свидетельства о государственной регистрации программ для ЭВМ.

При выполнении диссертационной работы впервые получены следующие результаты:

- Впервые показано, что при воздействии фемтосекундного лазерного излучения на поверхность титана в среде жидкого н-гексана можно получить микроструктурированный слой карбида титана (патент RU 2603751).
- Впервые показано, что в процессе лазерной абляции титана в среде жидкого н-гексана возможно получать высокодисперсные сферические гранулы титана узкого гранулометрического состава с содержанием карбида титана (патент RU 2688001).
- Показана возможность управления дисперсностью размеров сферических нанопорошков и периодом микро- и наноструктур образующихся при воздействии лазерных импульсов на поверхность титана в жидком н-гексане и газообразном аргоне за счет изменения давления среды в рабочем сосуде.
- Показано, что, повышение интенсивности эрозионного воздействия может быть достигнуто путем динамической локализации импульсно-периодического высоковольтного разряда (ИПВР) с помощью ЛИПК на обрабатываемой поверхности.
- Показано, что наличие электростатического поля при лазерной абляционной обработке материалов способствует удалению продуктов абляции из области распространения лазерного луча и приводит к повышению производительности абляции, получению продуктов абляции более узкого фракционного состава.

•

Научная и практическая значимость работы

Результаты исследований применимы: для создания микро- и нанопорошков сферической формы из широкого спектра материалов; для формирования микроструктурированных покрытий на поверхности различных материалов, обладающих антифрикционными, коррозионностойкими, гидрофильными или гидрофобными свойствами. Высокая локализация воздействия обеспечивает получение сферических частиц узкого гранулометрического состава. Полученные порошковые материалы могут быть использованы, например, в медицинских приложениях, в коллоидной химии, при создании оптической керамики, и т.д.

Результаты, полученные при выполнении диссертационного исследования, были положены в основу государственных заданий ВлГУ (задание в сфере научной деятельности №3.5531.2017/БЧ, № темы FZUN-2020-015), грантов РФФИ №16-42-330651, №16-32-00760 и №14-02-97508. Разработанные в рамках диссертационной работы экспериментальные установки использовались в организации учебного процесса при проведении лабораторных и практических работ в ВлГУ.

Положения, выносимые на защиту:

I. Воздействие фемтосекундного лазерного излучения на поверхность титана в среде н-гексана позволяет сформировать микроструктурированный слой карбида титана и сферических гранул титана с содержанием карбида титана (патенты на изобретения № RU 2603751 и № RU 2688001).

II. Установлена зависимость дисперсности сферических наночастиц и периода получаемых лазерно-индуцированных поверхностно-периодических структур (ЛИППС) при обработке лазерными импульсами субпикосекундной длительности от давления газа в сосуде, при атмосферном давлении дисперсность наночастиц 250 - 40 нм при давлении 25 бар 50 - 20 нм, период ЛИППС при атмосферном давлении 0.8 мкм, при 25 барах 0.2 мкм.

III. Повышение эффективности эрозионного воздействия по сравнению с методом электродугового распыления материалов заключается в локализации энергии электрического разряда в области воздействия, что достигается совместным действием импульсно-периодического высоковольтного разряда, локализованного лазерно-индуцированным плазменным каналом.

IV. Повышение производительности синтеза сферических наночастиц оксида алюминия на 70%, титана на 85% и уменьшение размеров частиц фракции оксида алюминия с 10 – 40 нм до 10 – 30 нм, титана с 10 – 60 нм до 10 – 30 нм по сравнению с лазерной абляционной обработкой, за счет выноса продуктов абляции под действием электростатического поля из области распространения лазерного луча в межимпульсный промежуток времени при совместном воздействии с субпикосекундными лазерными импульсами.

Личный вклад автора

Положения, выносимые на защиту, научные результаты, представленные в рамках диссертационной работы получены автором лично, либо при его непосредственном участии. Автор принимал участие в постановке задач исследования, подготовке и проведении экспериментальных работ, обработке и анализе всех представленных в работе результатов.

Апробация работы

Результаты диссертационного исследования были представлены на следующих всероссийских и международных конференциях: Международная конференция по современным нанотехнологиям и нанофотонике для науки и промышленности (г.Суздаль, 2018, 2017, 2016); International Conference «Laser Optics» (г.Санкт Петербург, 2018, 2016, 2014); XIII Международные чтения по квантовой оптике IWQO-2019 (г.Владимир, 2019г.),

III Междисциплинарный молодежный научный форум с международным участием «Новые материалы» (г.Москва, 2019, 2018, 2017); Международная научно-техническая конференция «Современные направления и перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении» (г.Севастополь, 2019, 2018), Международная научно-техническая конференция «Пром-Инжиниринг» (г.Сочи, 2019; Москва, 2018), VIII Международной молодежной научной школе-конференции «Современные проблемы физики и технологий» (г.Москва, апрель 2019 г.), Международная конференция «Лазерные, плазменные исследования и технологии» ЛаПлаз (г.Москва, 2019, 2018), IX Международная конференция «Лучевые технологии и применение лазеров» (г.Санкт-Петербург, 2018г.); XXVI Annual International Laser Physics Workshop «LPHYS'17» (г.Казань, 2017); X Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов - 2016» (г.Москва, 2016г.); XII Международная научная конференция Физика и радиоэлектроника в медицине и экологии» ФРЭМЭ'2016 (г.Суздаль, 2016г.); Квантовая физика ВлГУ, ПТСПИ-2019 (г.Владимир, 2019г.).

Публикации по теме работы

Результаты диссертационного исследования отражены в 37 работах, опубликованных в рецензируемых научных изданиях: 4 работы представлены в журналах, входящих в перечень ВАК; 11 работ - в журналах, состоящих в базах данных Web of Science и Scopus, 14 тезисов в сборниках трудов международных и всероссийских конференций. Получены 3 патента на изобретения и 5 свидетельств о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа изложена на 133 страницах, содержит введение, 4 оригинальных главы, заключение, список литературы, включающий в себя 120 наименований, и приложения. В работу включен графический материал, состоящий из 65 рисунков и 4 таблицы.

Достоверность полученных результатов

Достоверность подтверждается повторяемостью и воспроизводимостью получаемых результатов. Для проведения измерений использовалось современное поверенное и аттестованное оборудование. Результаты измерения температуры и расчета проводимости ЛИПК подтверждались путем сопоставления результатов, полученных путем использования различных методов измерений.

Содержание диссертации

Во введении представлена актуальность, отражена новизна работы и ее практическая значимость. На основании проведенного обзора работ, сформулированы цель и задачи диссертационного исследования, кратко изложено содержание работы.

В первой главе «МЕТОДЫ СИНТЕЗА МИКРО- И НАНОМАТЕРИАЛОВ, ФИЗИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ, ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ» описаны распространенные методы получения нанопорошков, представлены данные о производительности синтеза и свойствах получаемых материалов, характерные для каждого метода. Представлены методы комбинированного воздействия на материалы с целью получения сферических нанопорошков. Рассмотрены процессы, протекающие при лазерной абляционной обработке, механизмы энергообмена лазерное излучение – среда обработки - обрабатываемый материал. Проведен анализ работ, посвященных влиянию внешних условий на процесс абляционной обработки (химический состав среды, в которой происходит обработка, ее агрегатное состояние, давление среды). В заключении первой главы сформулированы задачи проведения дальнейших экспериментальных исследований в рамках темы диссертационной работы.

Во второй главе «ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ФЕМТОСЕКУНДНЫХ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ С ТИТАНОМ В ЖИДКОЙ И ГАЗОВОЙ СРЕДАХ ПРИ РАЗЛИЧНОМ ДАВЛЕНИИ» приведено описание разработанной экспериментальной установки, результаты взаимодействия ЛИ с поверхностью титана при различных условиях и режимах обработки. На рисунке 1 изображена схема экспериментальной установки, используемая для проведения работ.

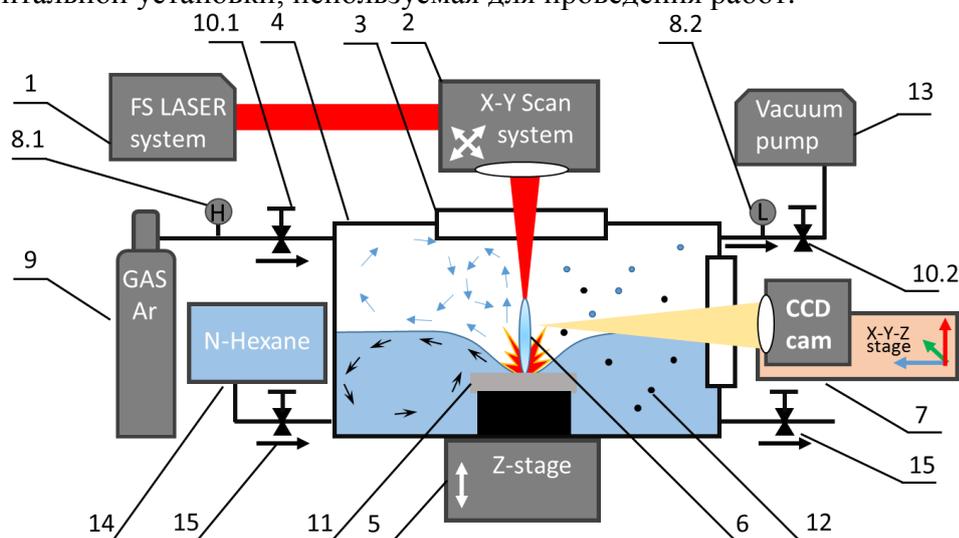


Рисунок 1 – Схема разработанной экспериментальной установки для обработки материалов в жидких и газовых средах при различном давлении, 1 – источник лазерного излучения; 2- блок гальваносканаторов с объективом $f=200$ мм; 3 – вводное окно рабочей камеры; 4 – рабочая камера; 5 – платформа вертикального подъема; 6 – ЛИПК; 7 - трехкоординатный столик с установленной CCD-камерой; 8.1, 8.2 – манометры высокого и низкого давления; 9 – сосуд с газом; 10.1, 10.2 – вентили высокого и низкого давления соответственно; 11 – титановый образец; 12 – микрогранулы; 13 – вакуумный насос; 14 – сосуд с н-гексаном; 15 – вентили для заполнения и слива н-гексана.

Для получения сферических нанопорошков с узкой дисперсностью основной фракции необходимо не допускать образования жидкой фазы на обрабатываемой поверхности. При этом длительность воздействия лазерного импульса должна лежать в диапазоне до 10пс. Воздействие лазерного луча должно осуществляться на поверхность заготовки, не содержащую жидкой фазы обрабатываемого материала. Принимая во внимание остаточный нагрев поверхности материала в результате воздействия лазерного излучения (ЛИ) необходимо динамичное смещение лазерного луча относительно области воздействия. Согласно данным литературных исследований эффективная абляция возможна при достижении режима накопления тепла, когда следующий импульс тратит энергию на разрушение ранее нагретой поверхности. Данные условия обеспечивались путем использования источников ЛИ с длительностью импульса, лежащей в фемто- и субпикосекундном временном диапазоне: 1) Ti:Sapphire с длительностью импульса 50фс, частотой следования импульса 1кГц, энергией в импульсе до 1мДж; 2) «ГЕТА-10» с длительностью импульса 280фс, частотой следования импульса 10кГц, энергией в импульсе 150мкДж. Использование двух лазерных систем обусловлено необходимостью проведения исследования влияния энергии в импульсе лазерного излучения на изменение микроструктуры поверхности и свойств продуктов лазерной абляции.

На рисунке 2 представлена приграничная область воздействия лазерного излучения на поверхность титанового образца, размещенного в н-гексане. Представлены изображения, полученные с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) и данные полученные методом спектроскопии комбинационного рассеяния (СКР). Зарегистрировано образование карбида титана в области, подверженной воздействию лазерного излучения.

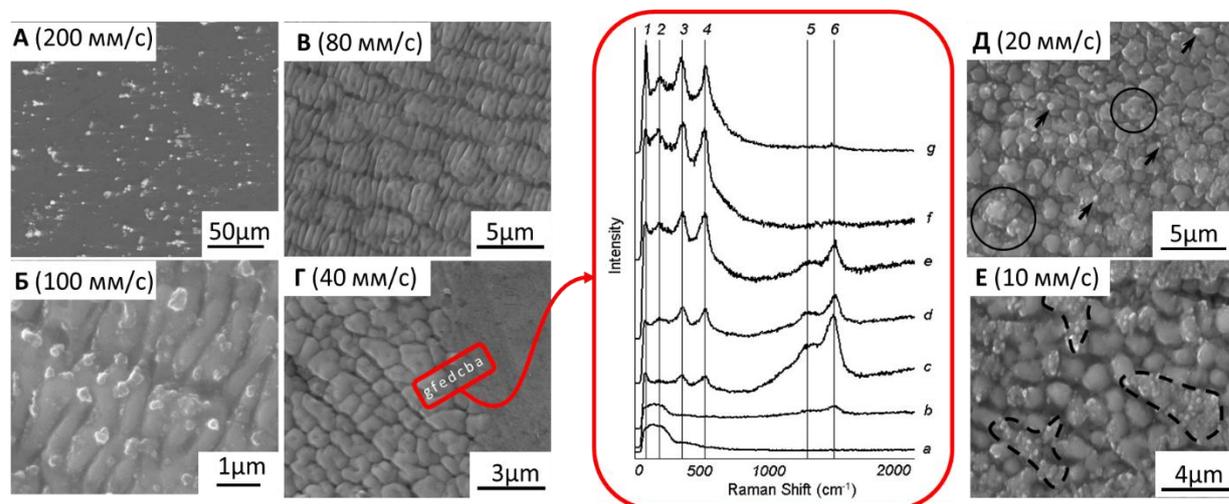


Рисунок 2 – РЭМ-изображения структуры поверхности, СКР приграничной области воздействия на поверхность титана в н-гексана при энергии в импульсе 0,8 мДж, СКР TiC соответствуют положениям маркеров 1-4, где 1 – 145 см⁻¹, 2 – 249 см⁻¹, 3 – 431 см⁻¹, 4 – 600 см⁻¹, углероду в фазе графита 5 – 1100 см⁻¹ и 6 – 1590 см⁻¹.

Анализ полученных методом СКР данных, позволяет судить о динамике изменения фазового состава приграничной области, подверженной воздействию ультракоротких лазерных импульсов в среде н-гексана с использованием фемтосекундной лазерной системы (ЛС).

Представлены результаты исследования влияния режима сканирования лазерного излучения и изменения давления на формирование ЛИППС при облучении ультракороткими лазерными импульсами с использованием лазерной системы «ГЕТА-10» в среде н-гексана со скоростью 10мм/сек и частотой следования импульсов 10кГц. Титановый образец помещался в рабочий сосуд, заполненный н-гексаном. Давление в сосуде создавалось с помощью буферного газа – аргона в диапазоне 6.3 мбар – 22 бара. В результате обработки получена зависимость периода образуемых ЛИППС от давления. На рисунке 3 представлены РЭМ-изображения поверхности обработанных титановых образцов. Анализируя полученные результаты, установлено, что величина давления влияет на период ЛИППС при обработке титанового образца в среде жидкого н-гексана.

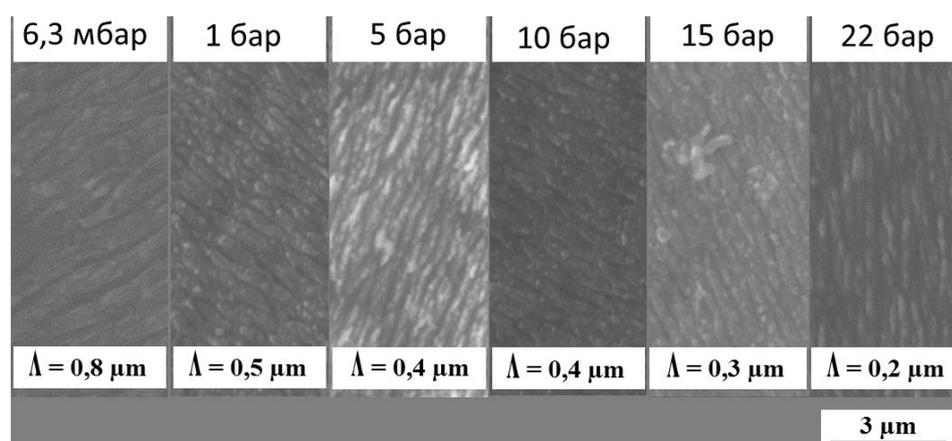


Рисунок 3 – Зависимость периода ЛИППС на поверхности титана, обработанного ЛИ в среде н-гексана от давления буферного газа.

Представлена одна из областей практического применения результатов микроструктурирования поверхности. Поверхность, содержащая ЛИППС структуры, использовалась для снижения коэффициента трения.

На рисунке 4 представлено РЭМ-изображение обработанной поверхности и краевой угол смачивания индустриальным маслом И-20 полированной поверхности, и поверхности, содержащей ЛИППС.

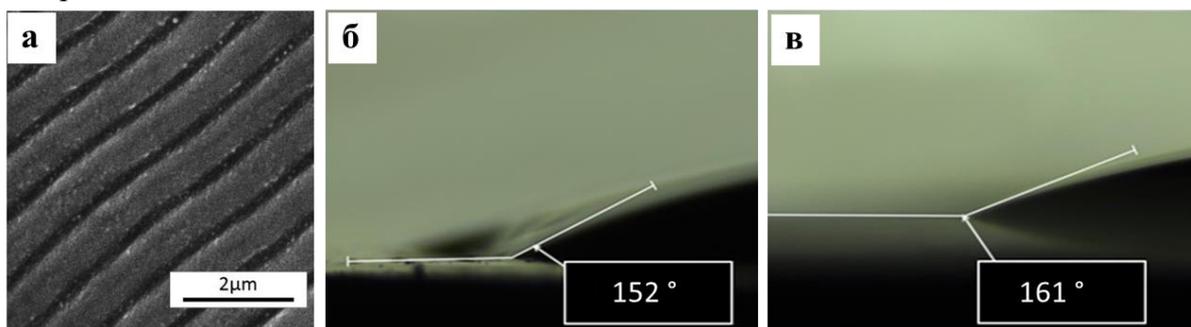


Рисунок 4 – Поверхность, содержащая ЛИППС, а – РЭМ-изображение полученной поверхности (ЛИППС), б – краевой угол смачивания маслом И-20 полированной поверхности молибдена, в – краевой угол смачивания маслом И-20 поверхности, содержащей ЛИППС.

ЛИППС на поверхности пар трения способствует удержанию смазывающих материалов. Коэффициент трения по полированной поверхности молибдена составил 0.110. Коэффициент трения по поверхности молибдена содержащей ЛИППС составил 0.055. Данный эффект является известным и, зачастую, достигается путем механической обработки (например, хонингование цилиндров ДВС). Использование ЛИ позволяет получать ЛИППС на поверхности широкого круга материалов независимо от твердости и температуры плавления.

Энергия в импульсе ЛИ является фактором, во многом определяющим результат воздействия на поверхность. Исследовано влияние энергии в импульсе лазерного излучения на свойства получаемых продуктов абляции. В работе использовались «Ti:Sapphire»-лазерная система, и лазерная система «ТЕТА-10». Обработка производилась в среде н-гексана. Воздействие с энергией 1мДж приводит к формированию сферических микрогранул, основная фракция которых лежит в диапазоне 1-3мкм (порядка 90%). Для проведения исследований аблированные частицы собирались со дна кюветы. Около 6% гранул имеют сложную поверхность, содержащую различные дефекты, как правило, развивающиеся из-за повторного попадания под источник теплового воздействия, например, лазерного эрозионного факела. Процесс формирования гранул схематично представлен на рисунке 5.

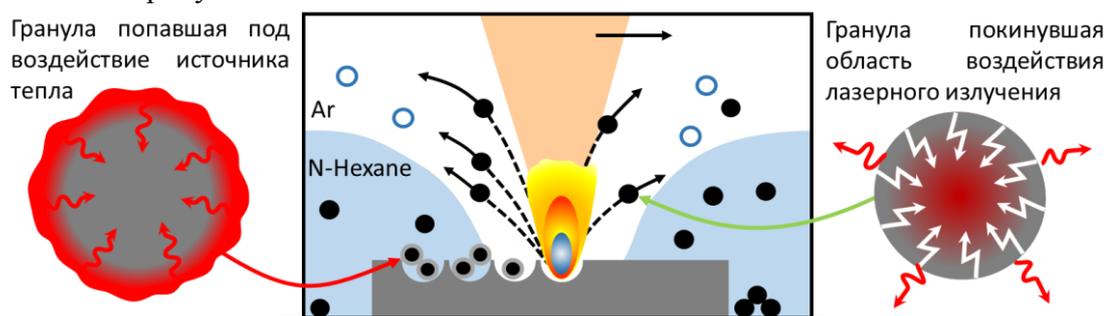


Рисунок 5 – Формирование продуктов абляции при обработке поверхности титана в среде жидкого н-гексана при воздействии ЛИ.

Обработка титана в среде н-гексана ЛИ с энергией в импульсе менее 150мкДж не приводит к формированию гранул размером более 1мкм, основная фракция лежит в диапазоне 10-250нм. При обработке поверхности лазерными импульсами порядка 1мДж наблюдается интенсивный разогрев образца в результате теплового воздействия лазерного эрозионного факела и остаточного тепла, накопленного в материале. Для получения наночастиц эффективно использование лазерной системы с меньшей энергией в импульсе и большей частотой повторения.

Исследовано влияние давления в рабочем сосуде при обработке титанового образца в среде н-гексана, результаты представлены на рисунке 6. Изменение давления осуществлялось закачкой буферного газа – аргона в объем сосуда.

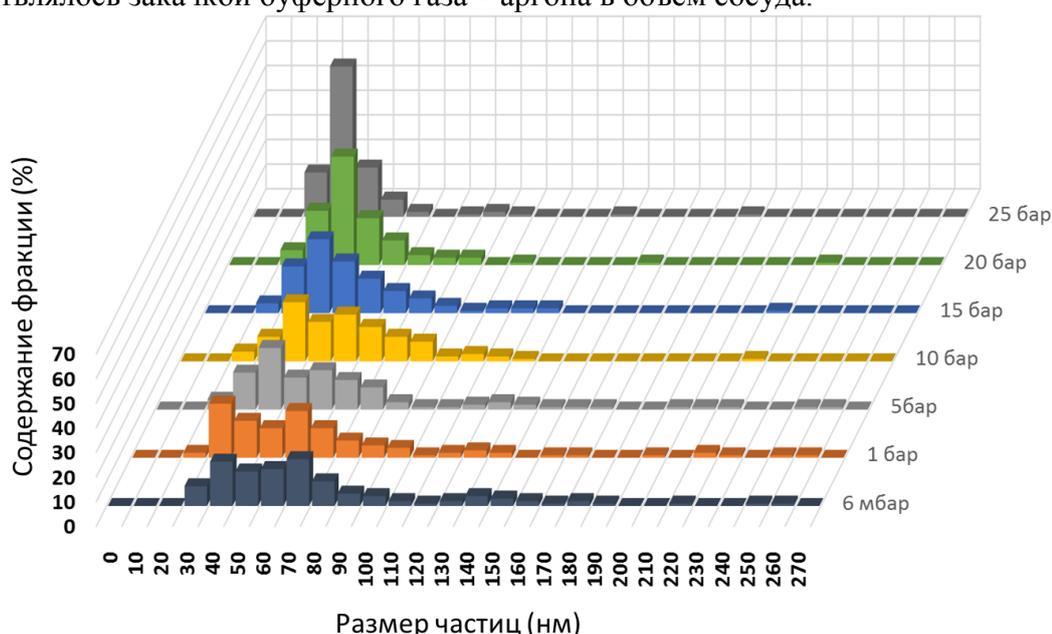


Рисунок 6 – Гистограмма распределения размеров наночастиц, полученных в результате абляции титана ультракороткими лазерными импульсами в н-гексанае при давлении 0,006-25 бар.

На основании представленных гистограмм распределения размеров частиц в зависимости от давления в рабочей камере (см. рисунок 6), выявлена тенденция уменьшения размеров гранул нанопорошков и снижения дисперсности размеров фракции при повышении давления в рабочей камере. Установлено, что изменением давления в рабочей камере при синтезе нанопорошков возможно контролировать фракционный состав. Помимо величины давления в рабочей камере рассмотрено влияние режима воздействия на производительность абляционной обработки. Зависимость производительности абляции от изменяемых условий представлена на рисунке 7.

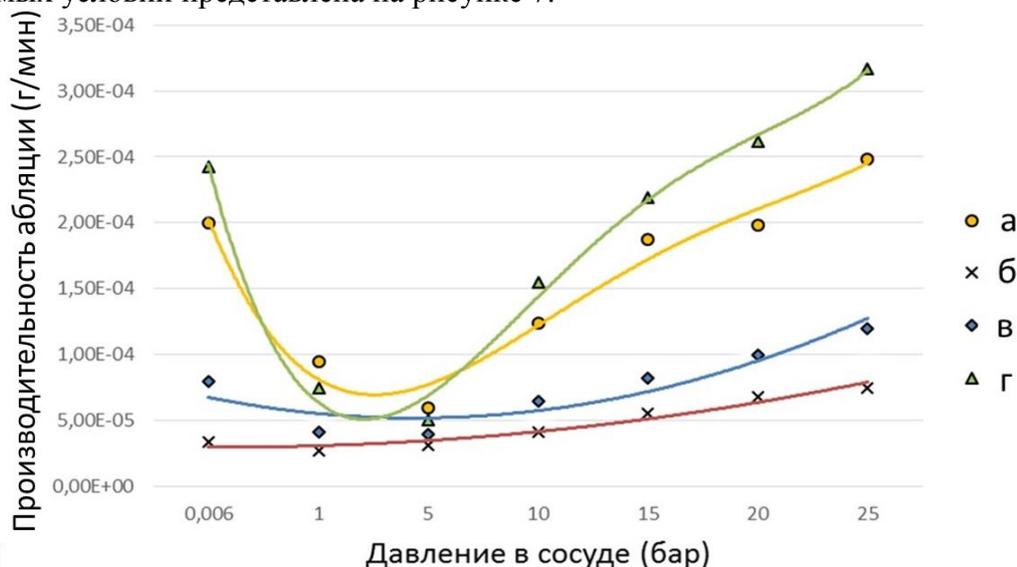


Рисунок 7 – Зависимость производительности абляции титана в среде жидкого н-гексана от режима воздействия: а – сканирование с перекрытием точек воздействия, скорость 10 мм/сек, б – сканирование с перекрытием точек воздействия, скорость 100 мм/сек, в – сканирование без перекрытия областей воздействия, 100 импульсов в точку, г – сканирование без перекрытия областей воздействия, 10 импульсов в точку.

В результате проведенных работ установлено, что производительность синтеза наноматериалов повышается при увеличении частоты следования ЛИ и снижении энергии в импульсе при сохранении значения средней мощности на том же уровне. Получены зависимости периода поверхностных микро- и наноструктур, размеров продуктов абляции от параметров воздействия и условий обработки. Величина давления оказывает доминирующее влияние на период ЛИПКС при структурировании поверхности, нежели режим сканирования. Изменение давления в рабочей камере, также позволяет изменять дисперсность размеров фракции получаемых наночастиц и производительность операции при абляционной обработке. Повышение производительности абляции титана в среде н-гексана на величину до 15-20% происходит при увеличении давления в рабочем сосуде до 25 бар относительно производительности абляции при атмосферном давлении. Обнаружено образования ЛИПК в области каустики лазерного луча в широком диапазоне режимов обработки. Использование ЛИПК возможно в качестве инструмента для локализации ИПВР при проведении комбинированной обработки. Далее проведено исследование взаимодействия ЛИ со средой, в которой осуществляется обработка с целью выявления доминирующих механизмов, приводящих к повышению производительности абляции. Исследование свойств ЛИПК необходимо для оценки возможности комбинированного воздействия совместно с электрическим полем.

В третьей главе «ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СУБПИКОСЕКУНДНЫХ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ С АРГОНОМ И Н-ГЕКСАНОМ ПРИ ДАВЛЕНИИ 1 – 25 БАР» рассмотрено взаимодействие лазерного излучения с аргоном и жидким н-гексаном при различном давлении в рабочем сосуде. В данной главе изучены пространственные характеристики: яркость свечения, концентрация свободных электронов в лазерно-индуцированном плазменном канале (ЛИПК) при различных давлениях. Данные исследования необходимы для определения оптимального метода стимуляции процесса абляции при комбинированном воздействии. Для оценки возможности локализации электрической дуги лазерным излучением на поверхности обрабатываемого материала проведена оценка значения проводимости ЛИПК. Для обработки в жидкой среде исследовалось взаимодействие проходящего ЛИ с н-гексаном при различном давлении. Разработанная экспериментальная установка представлена на рисунке 8, где ЛИПК (5) формировался источником фемтосекундного лазерного излучения (1), фокусировался линзой (2) через входное окно (3) рабочей камеры (4). Пространственные характеристики ЛИПК фиксировались CCD камерой, установленной на 3х координатной прецизионной платформе (17). Поперечный профиль лазерного пучка после прохождения ЛИПК регистрировался измерителем поперечного профиля распределения ЛИ (7). Поперечный профиль лазерного пучка после прохождения ЛИПК регистрировался измерителем поперечного профиля распределения ЛИ (7).

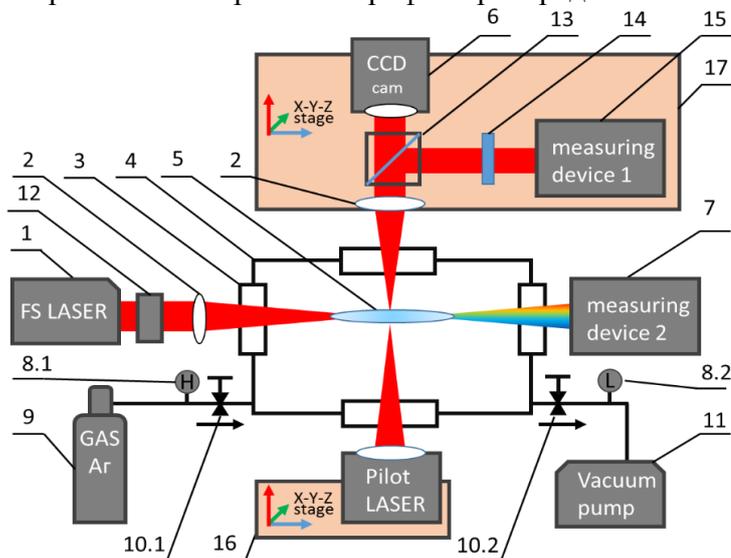


Рисунок 8 – Схема разработанной установки для измерения свойств ЛИПК.

Регулировка и контроль давления в рабочей камере осуществлялся с помощью вентилях (10.1, 10.2) и на основании показаний манометров высокого и низкого давления (8.1, 8.2). Заполнение рабочей камеры осуществлялось из сосуда с газом (9), откачка – вакуумным насосом (11). Для проведения измерения коэффициента прозрачности ЛИПК, при измерении температуры методом яркостной пирометрии использовались механический модулятор (12), синхронизированный с маломощным юстировочным лазером «Pilot» (16), светоделитель 50:50 (13) и спектральный светофильтр (14). На позиции 15 устанавливался прецизионный измеритель мощности ЛИ или спектрометр в зависимости от решаемой задачи. Для исследования взаимодействия ЛИ с жидкой средой сосуд заполнялся н-гексаном, давление создавалось путем закачки газообразного аргона.

На рисунке 9 представлена зависимость протяженности и яркости свечения ЛИПК в зависимости от давления аргона в рабочей камере. Направление распространения лазерного излучения с верхней стороны рисунка к нижней, F – фокальная плоскость фокусирующего объектива, b_1 – передняя граница ЛИПК, b_2 – задняя граница ЛИПК.

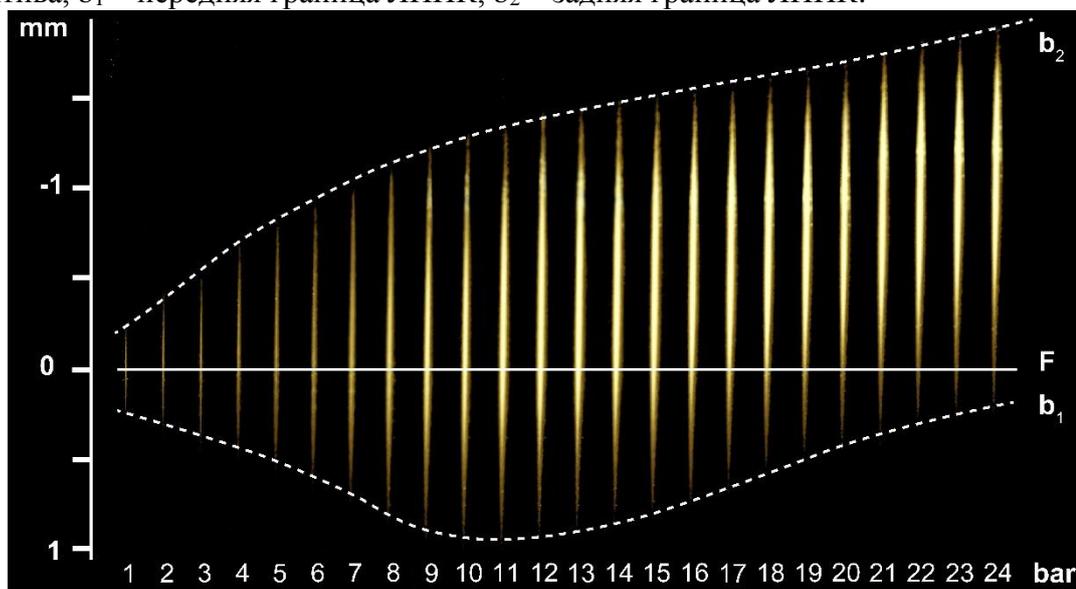


Рисунок 9 – Зависимость положения и яркости свечения ЛИПК от давления аргона в рабочем сосуде, направление распространения ЛИ сверху – вниз.

При повышении давления до 10 бар наблюдается рост протяженности ЛИПК, за счет достижения условий развития филаментации ЛИ. Дальнейшее повышение давления приводит к снижению протяженности ЛИПК. Данный эффект объясняется повышением концентрации вещества в области каустики, повышением частоты упругих и неупругих взаимодействий электронов, ионов, атомов, что приводит к снижению интенсивности светимости ЛИПК.

Оценка проводимости ЛИПК сделана на основании данных температуры плазменного канала. В данной работе представлены результаты двух методов измерений, измерение яркостной температуры и метод оценки относительной интенсивности спектральных линий (ООИСЛ).

Для метода ООИСЛ использовалось соотношение (1), где вычисляется температура электронного газа – T_e в ЛИПК (при этом полагаем, что в межимпульсный промежуток плазма является равновесной, то есть выполняется соотношение $T_e \approx T_i \approx T_n$, где T_e – электронная температура, T_i – температура ионов, T_n – температура нейтральных атомов).

$$T_e = \frac{-\Delta E}{k \left(\ln \frac{I_2}{I_1} - \ln \left(\frac{g_2 f_2 (\lambda_1)^3}{g_1 f_1 (\lambda_2)^3} \right) \right)}, \quad (1)$$

где k – приведенная постоянная Больцмана ($k = 8.6 \cdot 10^{-5}$ ЭВ/град), λ_1 и λ_2 – длина волны пары спектральных линии (нм), I_1, I_2 – относительная интенсивность линий зарегистрированных спектрометром, ΔE – разность перехода энергетический уровней, $\Delta E = E_{ev2} - E_{ev1}$, E_{ev} –

энергия перехода уровня в электрон-вольтах соответствующих спектральных линий, $\lg(g \cdot f)$ – логарифм произведения стат. веса на силу осциллятора. Интенсивность наблюдаемых спектральных линий регистрировалась при изменении давления аргона в рабочей камере.

В качестве другого метода измерения температуры ЛИПК использовался метод яркостной пирометрии. Яркостная температура ($T_{я}$) получена путем прямого измерения микропирометром, с последующим пересчетом в истинную ($T_{ист}$) с использованием соотношения (2).

$$T_{ист} = \frac{T_{я} \cdot C_2}{C_2 + \lambda T_{я} \cdot \ln \alpha}, \quad (2)$$

где опорная/калиброванная длина волны микропирометра $\lambda = 652 \text{ нм}$, α – степень черноты, $C_2 = 0.014388 \text{ м} \cdot \text{К}$ – вторая постоянная Планка определяется как $C_2 = h \cdot c / k$, h – постоянная Планка, k – постоянная Больцмана, c – скорость света в вакууме.

Для вычисления концентрации свободных электронов в ЛИПК использовалось приведенное уравнение Саха (3). Значение концентрации свободных электронов необходимо для расчета проводимости ЛИПК.

$$n_e^2 = n_a \cdot 3 \cdot 10^{21} \cdot \frac{g_e \cdot g_i}{g_o} \cdot T^{\frac{3}{2}} \cdot e^{-\frac{U_i}{T}}, \quad (3)$$

где n_a – концентрация атомов, g_e – стат. вес электрона, g_i – иона, g_o – атома, T – значение температуры в [эВ], U_i – энергия ионизации [эВ]. Проводимость плазменного канала - σ рассчитывалась с использованием соотношения (4).

$$\sigma = \frac{n_e e^2}{m_e \nu_{ea}}, \quad (4)$$

где n_e – концентрация электронов, e – заряд электрона, m_e – масса электрона, ν_{ea} – средняя частота столкновений электронов с атомами ионами различной кратности ионизации, в наших условиях кратность ионизации I. Графики зависимости электронной температуры и проводимости ЛИПК в зависимости от давления представлены на рисунке 10.

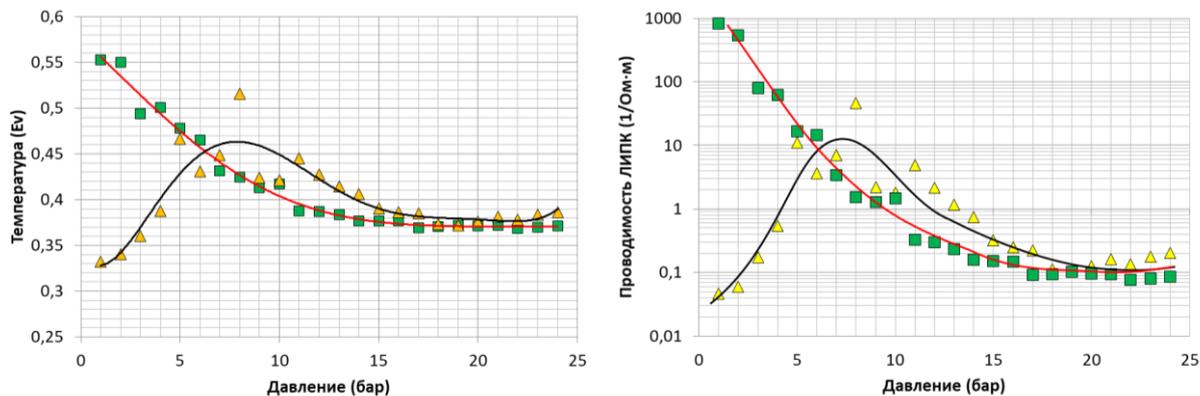


Рисунок 10 – Слева представлена зависимость электронной температуры ЛИПК от давления в среде аргона, справа – проводимость ЛИПК, треугольники – данные, полученные методом оценки относительной интенсивности свечения спектральных линий, квадраты – данные, полученные путем измерения яркостной температуры.

На рисунке 11 представлены изображения взаимодействия н-гексана и лазерного излучения при различном давлении. Наблюдается выраженная зависимость интенсивности кипения н-гексана в области каустики лазерного луча от давления в камере. Газообразование при обработке материалов в жидких средах приводит к значительному ухудшению качества пучка и потере энергии в виду рассеяния и переотражения на оптических неоднородностях. При давлении порядка 1 бара наблюдается интенсивное газообразование. При повышении давления до 2 бар наблюдается выраженное горизонтальное движение газовых пузырьков, ортогонально оси распространения лазерного луча. Исходя из проведенного исследования проведение абляционной обработки в жидкой среде эффективнее проводить при повышенном давлении, что исключает

образование пузырьков газа вносящих искажения в профиль поперечного распределения энергии в лазерном луче.

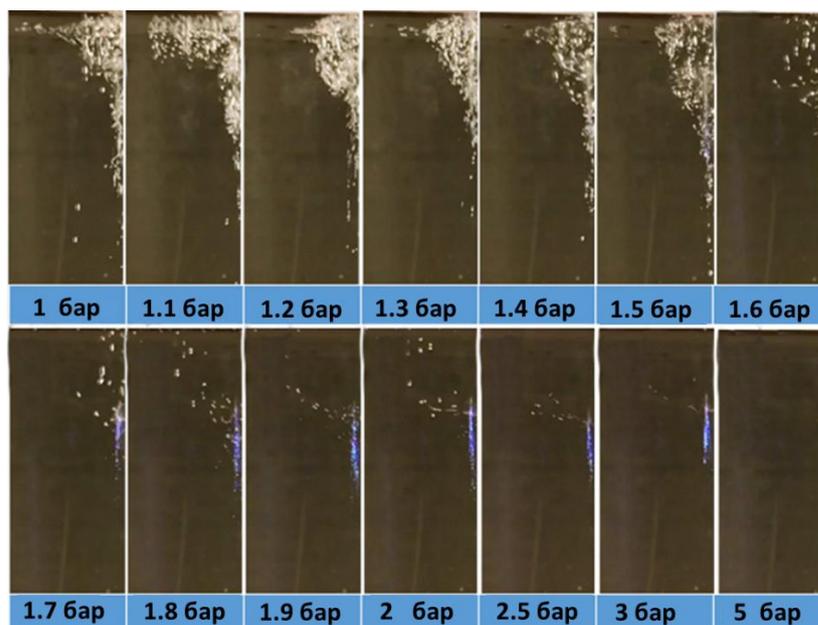


Рисунок 11 – Взаимодействие лазерного излучения в области каустики с жидким н-гексаном при различном давлении, давление указано под соответствующей микрофотографией.

При повышении давления в сосуде в диапазоне 5-25 бар, изменений в характере взаимодействия, регистрируемых используемой камерой в видимом диапазоне, не наблюдается.

Величина давления в рабочем сосуде оказывает существенное влияние на характер распространения лазерного излучения в газовой и жидкой среде, в том числе на свойства ЛИПК. При распространении в среде жидкого н-гексана снижается интенсивность газообразования в области каустики лазерного луча. При абляции материалов в среде жидкого н-гексана наблюдается снижение дисперсности получаемой фракции наночастиц одновременно с ростом производительности. В результате проведенных работ, установлено, что ЛИПК, образованный в среде аргона, обладает величиной проводимости на десятки порядков превышающую проводимость аргона при нормальных условиях, что позволяет осуществлять динамическую локализацию импульсно-периодического высоковольтного разряда при комбинированной обработке поверхности материала. При распространении в газовой среде, с ростом давления, наблюдается рост температуры и проводимости ЛИПК. Дальнейшие исследования посвящены комбинированной абляционной обработке материалов в среде аргона и паров н-гексана.

Четвертая глава «СИНТЕЗ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ПОЛЕ» посвящена исследованию влияния комбинированного воздействия при синтезе наноматериалов. На рисунке 12 представлена схема экспериментальной установки.

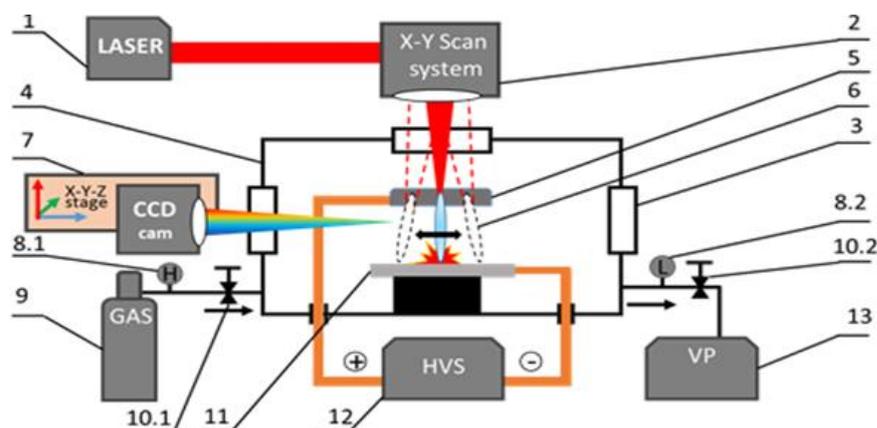


Рисунок 12 – Принципиальная схема экспериментальной установки комбинированной обработки материалов в электрическом поле, где 1 – источник лазерного излучения; 2 – блок гальваносканаторов с объективом $f=200$ мм; 3 – вводное окно рабочей камеры; 4 – рабочая камера; 5 – положительный электрод; 6 – ЛИПК с электрическим дуговым разрядом; 7 – трехкоординатный столик с установленной CCD камерой; 8.1, 8.2 – манометры высокого и низкого давления; 9 – сосуд с газом; 10.1, 10.2 вентили высокого и низкого давления соответственно; 11 – образец материала; 12 – источник высокого напряжения; 13 – вакуумный насос.

Взаимодействие ИПВР и ЛИПК при различных режимах генерации ЛИ представлено на рисунке 13, на изображениях представлен процесс распространения дуги между электродами 5 и 11 согласно схеме, представленной на рисунке 12.

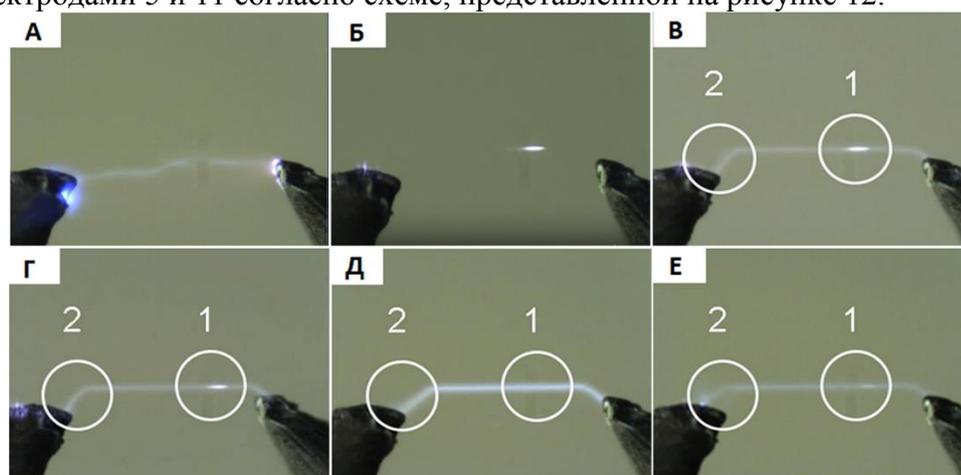


Рисунок 13 – Взаимодействие ИПВР и ЛИПК при различных параметрах ЛИ.

На изображении А – ИПВР распространяется на разрядном промежутке случайным образом. Б – ЛИПК без ИПВР, энергия лазерного импульса 150мкДж, частота 10кГц. В – параметры ЛИ те же, ИПВР распространяется строго по траектории лазерного луча, область 1 – зона нахождения ЛИПК, зона 2 – замыкание дуги на отрицательный электрод. Результаты, представленные на изображении Г получены при энергии в импульсе ЛИ 100мкДж, частота генерации ЛИ 10кГц. Д – отсутствие выраженного свечения области оптического пробоя (обозначено область 1), при энергии ЛИ 100мкДж, частоте генерации ЛИ 1кГц. Е – Энергия лазерного импульса 150мкДж и частота генерации ЛИ 1кГц в области 1 регистрируется образование лазерной искры. Локализация ИПВР с помощью ЛИПК наблюдается в широком диапазоне работы ЛС, наибольшая стабильность достигается при частоте в 10кГц и энергии 150мкДж.

Результаты оценки скорости движения продуктов абляции под действием электростатического поля исходя из условий (разрядный промежуток 2 см напряженность поля 15кВ/см) представлены на рисунке 14. Для исключения взаимодействия ЛИ с продуктами абляции, частица должна покинуть область распространения лазерного

излучения в межимпульсный промежуток времени (100 мкс), частица должна приобрести скорость порядка 5 м/с. Оценка представлена с использованием соотношения (5).

$$v(t) = \frac{qE}{3\pi\mu D} \left(1 - \exp\left(-\frac{3\pi\mu D}{m} t\right) \right) \quad (5)$$

где $v(t)$ – скорость в момент времени, q – заряд частицы, определяется из отношения $q = c \cdot \varphi$, где c – емкость частицы, φ – потенциал, D – диаметр сферической частицы, m – масса частицы, μ – коэффициент динамической вязкости, E – напряженность поля, размеры продуктов абляции принимались от 5 нм до 1 мкм.

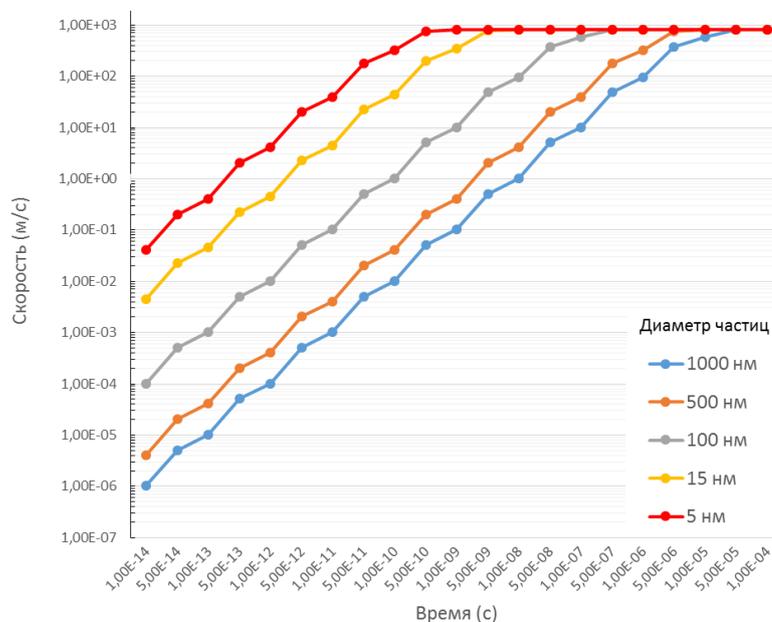


Рисунок 14 – Зависимость скорости сферических частиц титана от диаметра в электростатическом поле 15 кВ/см.

На рисунке 15 представлена зависимость массы аблированного материала с использованием электростатического поля и без него. Обработка осуществлялась в среде аргона и паров n-гексана. Параметры эксперимента: обрабатываемый материал – титан, частота генерации ЛИ 10 000 Гц, энергия изменялась в диапазоне 55-150 мкДж, фокусное расстояние объектива – 200 мм, площадь обработки 8x1 мм, скорость сканирования 10 мм/с, общее число лазерных импульсов $1.2 \cdot 10^7$, напряженность поля 15 кВ/см, измерение массы производилось высокоточными весами с погрешностью +/- 0.001 г, осуществлялось не менее 5 измерений, учитывалось среднее значение, результаты измерений отличавшиеся более чем на 20% не учитывались.

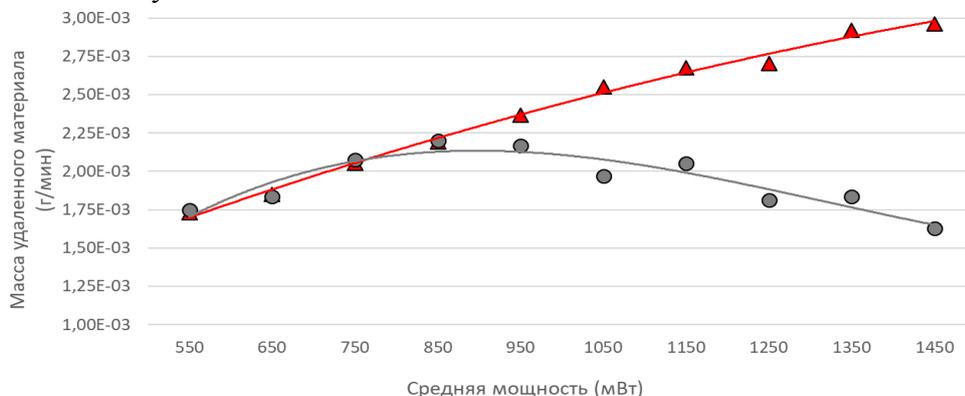


Рисунок 15 – Зависимость массы удаленного материала (титана) от средней мощности ЛИ и наличия электростатического поля, красные треугольники – обработка материала с использованием электростатического поля, серые точки – без электростатического поля.

При обработке образца с энергией 150мкДж использование электростатического поля для удаления продуктов абляции из области распространения ЛИ позволяет на треть повысить эффективность диспергирования данного материала. Наблюдается практически линейная зависимость увеличения массы удаленного материала с ростом энергии в импульсе ЛИ при прочих неизменных параметрах обработки.

На рисунке 16 представлены результаты исследования продуктов абляции, гистограмма распределения размеров частиц и РЭМ-изображения продуктов абляции с различным масштабом.

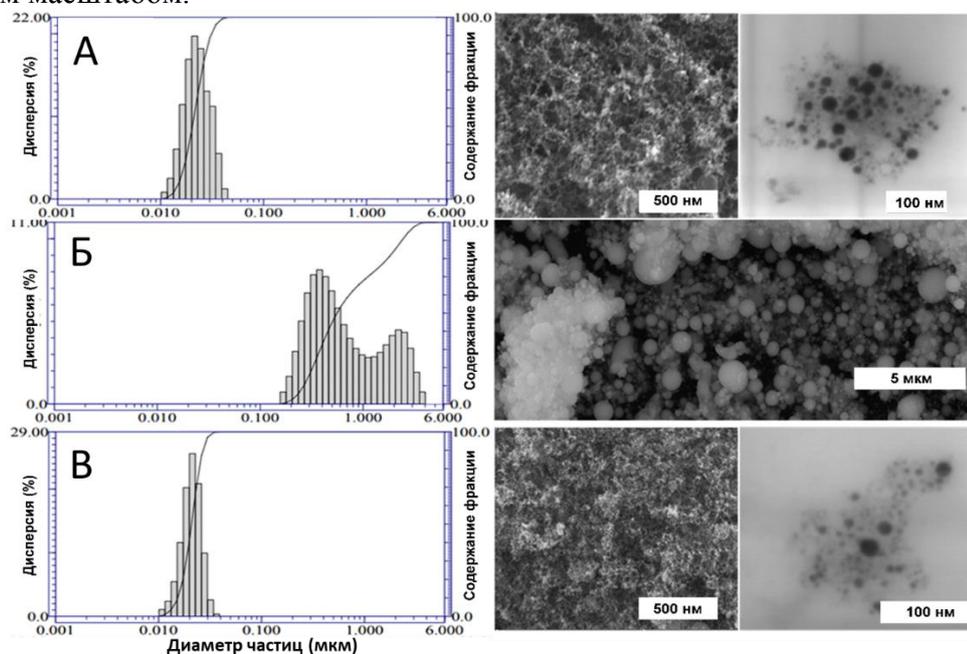


Рисунок 16 – Дисперсность фракции и РЭМ-изображения наночастиц титана: А - лазерная абляционная обработка, Б – комбинированная обработка (лазерный луч + электрическая дуга), В - лазерная обработка в электростатическом поле.

В результате проведенных работ экспериментально подтверждено, что ЛИПК обладает достаточной проводимостью для динамической локализации ИПВР в процессе лазерной абляционной обработки. Использование комбинированного воздействия ЛИ и ИПВР приводит как к увеличению производительности абляции, так и к увеличению дисперсности размеров частиц получаемой фракции в результате коагуляции продуктов абляции. При обработке в электростатическом поле наблюдается близкий к линейному рост производительности абляции как при обработке титана, так и при обработке оксида алюминия в исследуемом диапазоне энергии лазерного излучения. Дисперсность размеров частиц снижается (относительно обработки только лазерным лучом без электростатического поля). Использование комбинированного воздействия ЛИПК и ИПВР эффективно при эрозионной обработке поверхности. При синтезе наноматериалов заданного фракционного состава, эффективно использование электростатического поля. Обработка в электростатическом поле позволяет повысить производительность абляции, за счет вывода из области распространения ЛИ аблированных частиц, осуществлять сбор наночастиц, предотвращать повторное взаимодействия продуктов абляции с ЛИ. Производительность комбинированной обработки ЛИ в электростатическом поле при нормальном давлении в среде аргона и паров н-гексана на порядок превосходит обработку в среде жидкого н-гексана при давлении 25 бар.

В заключении диссертационной работы сформулированы основные результаты, которые состоят в следующем:

1. Разработана технология импульсного лазерного воздействия в жидких средах на поверхность титана для ее микроструктурирования или формирования сферических наночастиц с управляемой дисперсностью гранул.

2. Разработан экспериментальный стенд, позволяющий изменять условия обработки материалов (использовать жидкие, газовые среды, различное давление среды, электрический дуговой разряд, электростатическое поле), осуществлять регистрацию наблюдаемых процессов с помощью видеокамеры, спектрометра, монохроматора.

3. Разработано программное обеспечение для анализа слабых сигналов с отношением сигнал-шум 1:400, что позволяет определять максимальное среднее и минимальное среднее значение при обработке большого объема полученных данных.

4. Получена зависимость размеров гранул, дисперсности синтезируемых микро- и нанопорошков, производительность обработки в среде n-гексана ультракороткими лазерными импульсами от энергии лазерного импульса и давления буферного газа в рабочей камере.

5. Выявлены зависимости следующих характеристик ЛИПК, образованных субпикосекундными лазерными импульсами в среде аргона от давления в рабочем сосуде: протяженность ЛИПК, коэффициент экстинкции, получен коэффициент прозрачности, относительная интенсивность спектральных линий ЛИПК в среде аргона, электронная температура и проводимость.

6. Получена динамическая локализация импульсно-периодического высоковольтного разряда в пространстве и времени с помощью ЛИПК при различных режимах генерации лазерного излучения.

7. Разработан подход повышения производительности лазерной абляционной обработки путем удаления продуктов абляции из области распространения ЛИ с помощью электростатического поля.

8. Получены данные производительности комбинированной абляционной обработки в среде n-гексана и аргона, при абляционной обработке ЛИ в электростатическом поле производительность абляции на порядок превосходит производительность абляции в жидкой среде.

Список работ, в которых опубликованы основные положения диссертации:

1. Кочуев Д. А., Галкин А.Ф., Вознесенская А.А., Хорьков К.С., Чкалов Р.В. Исследование свойств лазерно-индуцированных плазменных каналов, образованных фемтосекундным лазерным излучением // Краткие сообщения по физике Физического института им. П.Н. Лебедева РАН. 2020. Т. 47. №. 2.

2. Кочуев Д.А., Хорьков К.С., Абрамов Д.В., Аракелян С.М., Прокошев В.Г. Формирование карбида титана под действием фемтосекундных лазерных импульсов в среде жидкого углеводорода// Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2018. № 12. С. 81-85.

3. Чкалов Р.В., Хорьков К.С., Кочуев Д.А., Прокошев В.Г., Аракелян С.М. КОМПЛЕКС Фемтосекундной лазерной микрообработки: техническая конфигурация, программное управление и примеры применения// Приборы и техника эксперимента. 2018. № 5. С. 153-154.

4. Хорьков К.С., Абрамов В.Д., Кочуев Д.А., Башкиров Е.Р., Черников А.С., Аракелян С.М., Прокошев В.Г. Лазерное фемтосекундное наноструктурирование поверхности вольфрама// Известия Российской академии наук. Серия физическая. 2017. Т. 81. № 12. С. 1619-1623.

5. Kochuev D. A. et al. Laser-Induced Spatially Periodic Structures on the Titanium Surface in n-Hexane at Different Pressures //Technical Physics Letters. – 2020. – V. 46. – №. 8. – p. 779-782.

6. Arakelyan S.M., Zhirnova S.V., Galkin A.F., Kochuev D.A., et al. The temperature characteristics of plasma induced by femtosecond laser radiation // EPJ Web of Conferences, V. 220, 2019. p. 03034.
7. Kochuev D.A., et al. Laser radiation impact on a solid surface and formation of micro- and nanostructures // EPJ Web of Conferences, V. 220, 2019. p. 01010.
8. Kochuev D.A. Formation of powder materials under the combined influence of pulse laser radiation and electric arc discharge // EPJ Web of Conferences, V. 220, 2019. p. 03019.
9. Kochuev, D.A., et al. Titanium-Carbide Formation in a Liquid Hydrocarbon Medium by Femtosecond Laser Irradiation // Journal of Surface Investigation, 2018.12(6), p. 1220-1223.
10. Kochuev, D.A., et al. Laser ablation of materials by femtosecond laser pulses in liquid media // Proceedings - International Conference Laser Optics 2018, ICLO 2018, 2018, 8435807, p. 335.
11. Tarasova, M.A., Khorkov, K.S., Kochuev, et al. Study of the Filamentation Phenomenon of Femtosecond Laser Radiation // Bulletin of the Lebedev Physics Institute, 2018, V.45(8), p.246-250.
12. Kochuev, D.A., et al. Formation of microspheres under the action of femtosecond laser radiation on titanium samples in hydrocarbons // Journal of Physics: Conference Series, 2018, V.951(1), p.012015.
13. Khorkov, K.S., Kochuev, D.A., Chernikov, A.S., et al. Processing materials in the mode of multiple filamentation of femtosecond laser radiation // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, 2017, V.81(12), p. 1438-1441.
14. Khorkov, K.S., Abramov, D.V., Kochuev, et al. Femtosecond laser nanostructuring of a tungsten surface // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics, 2017, V.81(12), p. 1429-1432.
15. Kochuev, D.A., et al. Manufacturing of draw plates for textile industry // Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii, Seriya Tekhnologiya Tekstil'noi Promyshlennosti, 2016-January(5), p. 105-108.

Патенты на изобретения:

1. Вознесенская А.А., Иващенко А.В., Кочуев Д.А., и др. Способ получения титановых микросфер узкого гранулометрического состава с содержанием карбида титана // Патент на изобретение № 2688001 17.05.2019.
2. Абрамов Д.В., Аракелян С.М., Кочуев Д.А., и др. Способ получения покрытия из микроструктурированного карбида титана на поверхности изделия из титана или титанового сплава с использованием лазерного излучения // Патент на изобретение № 2603751 07.11.2016.
3. Абрамов Д.В., Кочуев Д.А., Маков С.А., и др. Способ формирования микроструктурированного слоя нитрида титана // Патент на изобретение №2522919 21.05.2014.

Свидетельства о государственной регистрации программы для ЭВМ:

1. Кочуев Д.А., Васильченкова Д.Г. ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДЛЯ АВТОМАТИЧЕСКОЙ ОЦЕНКИ СЛАБЫХ СИГНАЛОВ // Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ №2020614950 05.06.2020.
2. Васильченкова Д.Г., Кочуев Д.А., Чкалов Р.В. ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДЛЯ ОЦЕНКИ ТЕМПЕРАТУР ЭЛЕКТРОННОГО ГАЗА // Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ №2019619053 09.07.2019.
3. Чкалов Р.В., Хорьков К.С., Кочуев Д.А., Прокошев В.Г. ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДЛЯ КОНФИГУРИРОВАНИЯ ОЕМ-ДРАЙВЕРА СУПЕРЛЮМИНИСЦЕНТНЫХ И ЛАЗЕРНЫХ ДИОДОВ // Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ №2018663365 25.10.2018
4. Чкалов Р.В., Лоханов А.В., Хорьков К.С., Кочуев Д.А. ПРОГРАММА ОБЕСПЕЧЕНИЯ УПРАВЛЕНИЯ КОМПЛЕКСОМ ФЕМТОСЕКУНДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ

МИКРООБРАБОТКИ // Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ №2017613881
03.04.2017.

5. Шамин П.Ю., Кочуев Д.А. ПЕРЕХОДНАЯ БИБЛИОТЕКА ДЛЯ
УПРАВЛЕНИЯ ШАГОВЫМИ ДВИГАТЕЛЯМИ STANDA С КОНТРОЛЛЕРАМИ 8SMC1-
USBHF ИЗ ПРИЛОЖЕНИЙ НА ПЛАТФОРМЕ MICROSOFT.NET // СВИДЕТЕЛЬСТВО О
РЕГИСТРАЦИИ ПРОГРАММЫ ДЛЯ ЭВМ №2015619968 18.09.2015.

Подписано в печать _____ Формат 60x84 1/16. Печ. л. 1,25.

Тираж 100 экз.

Типография Владимирского государственного университета имени Александра
Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых, 600000, г. Владимир,
ул. Горького, 87.