

# Контактная и бесконтактная ультразвуковая диагностика ударных волн при одноимпульсной фемтосекундной лазерной абляции поверхности титана

Э. И. Агеев, В. П. Вейко, С. И. Кудряшов<sup>1)</sup>, А. А. Петров, А. А. Самохвалов

*С.-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, 197101 С. Петербург, Россия*

Поступила в редакцию 22 сентября 2015 г.

После переработки 9 октября 2015 г.

С помощью времяпролетных бесконтактных ультразвуковых измерений установлены начальные давления и скорости ударной волны, формирующейся и распространяющейся в воздухе при разлете абляционного факела с поверхности титана при ее одноимпульсной фемтосекундной лазерной абляции в диапазоне плотности энергии до  $6 \text{ Дж/см}^2$ . При аналогичных контактных ультразвуковых измерениях на тыльной стороне титановой мишени обнаружена общая корреляция зависимостей измеренного акустического давления от плотности энергии для контактного и бесконтактного режимов измерений при высоких давлениях (выше  $\sim 10^2$  ГПа, суперэластический режим) и сильное расхождение кривых (режим сильного затухания ударной волны) при давлениях ниже  $\sim 10^2$  ГПа без видимых признаков появления новых фаз титана на фоне исходной  $\alpha$ -фазы.

DOI: 10.7868/S0370274X15220129

1. Настольная генерация сверхвысоких локальных давлений (в диапазоне от ГПа до ТПа) при лазерной абляции поверхности материалов ультракороткими (фемтосекундными) лазерными импульсами (УКИ) [1–5] представляет большой интерес для упрочняющей ударно-волновой обработки металлорежущего инструмента в машиностроении [6] и структурно-фазовой модификации сплавов для биомедицины [7]. Бесконтактная диагностика таких сверхвысоких локальных абляционных давлений и сопровождающих их ударных волн (УВ) в настоящее время возможна с помощью ультразвуковых измерений во времяпролетном режиме [3–5]. При этом когда абляционный факел порождает в окружающей атмосфере ударную волну, для нее на известном расстоянии измеряются время пробега и амплитуда акустического давления (в зависимости от плотности энергии лазерного излучения). Затем с их помощью восстанавливаются амплитуда давления и начальная скорость разлета в абляционном источнике на поверхности мишени. Возможна и бесконтактная оптическая (например, интерферометрическая – VISAR, ORVIS, фемтосекундная интерференционная микроскопия [1, 2, 8]) диагностика абляционных УВ на тыльной стороне мишени с поверхностью оптического качества. Впрочем, она позволяет

охарактеризовать скорее не параметры абляционного источника, а процессы распространения и взаимодействия УВ с мишенью (диссипации, генерации фаз высокого давления), существенно зависящие от ее толщины [9]. Так, в частности, недавно был экспериментально обнаружен [1, 2] и теоретически исследован [10, 11] режим суперэластического (сверхпрочного) распространения УВ в мишени алюминия при ее амплитуде давления свыше 10 ГПа. Возникновение такого режима было связано с ультракороткой (пикосекундной) длительностью УВ, генерируемой при абляции алюминиевой мишени УКИ, что не позволяло сформироваться пластической УВ [10, 11]. В последних работах предлагалось исследовать суперэластичный режим распространения УВ при высоких давлениях ( $\sim 10^1$ – $10^3$  ГПа), используя взаимодействие еще более интенсивных УКИ (плотность энергии  $\Phi \sim 10 \text{ Дж/см}^2$ ) со свободностоящими ультратонкими пленками и тонкими фольгами (субмикронной и микронной толщины соответственно). Однако такие экспериментальные исследования, равно как и исследования взаимодействия сверхмощных ультракоротких УВ с мишенями, представляющие интерес для технологических процессов упрочнения и структурно-фазовой модификации поверхностей материалов, до сих пор не проводились.

В настоящей работе приводятся результаты сравнительных настольных бесконтактных и контактных

<sup>1)</sup>e-mail: sikudr@lebedev.ru

ультразвуковых измерений параметров мегабарных УВ, возникающих при интенсивной одноимпульсной фемтосекундной лазерной абляции поверхности толстой пластины и тонкой фольги титанового сплава, демонстрирующие не только параметры лазерно-абляционного источника, но и, по-видимому, суперэластичный режим распространения УВ при высоких давлениях ( $\sim 10^2 - 10^3$  ГПа) наряду с ее сильным взаимодействием с материалом при меньших давлениях. При этом, по данным дифракции рентгеновских лучей, структурно-фазовая модификация поверхности титана на фоне исходной  $\alpha$ -фазы не обнаруживалась.

**2.** Одноимпульсная абляция свежих участков титановой мишени в наших исследованиях осуществлялась линейно поляризованными УКИ фундаментального излучения лазерной системы, состоящей из задающего титан-сапфирового лазерного генератора TiF-100-F4 и регенеративного усилителя RAP1500 (Avesta Project Ltd.), со следующими основными параметрами: центральная длина волны 800 нм, длительность на полувысоте  $\approx 100$  фс (в области взаимодействия), максимальная энергия в импульсе 1.2 мДж в TEM<sub>00</sub>-режиме, частота следования импульсов 10 Гц. Лазерное излучение фокусировалось на поверхность образца в воздухе под углом 45° сферической стеклянной линзой (K-8,  $f = 40$  мм) (рис. 1) в эллиптическое пятно с радиусами  $R_{1/e,x(y)} \approx 60$

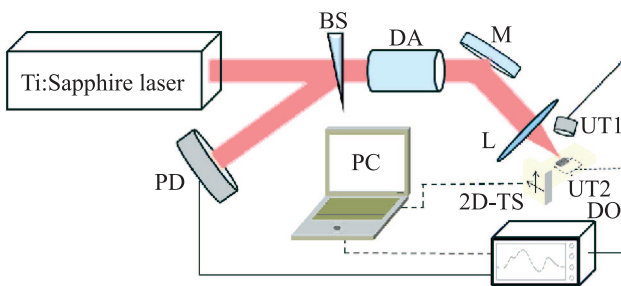


Рис. 1. (Цветной онлайн) Блок-схема экспериментальной установки для контактных и бесконтактных ультразвуковых измерений при фемтосекундной лазерной абляции: BS — делитель пучка, DA — дифракционный ослабитель, M — зеркало, L — линза, UT1 — ультразвуковой датчик в бесконтактной моде, UT2 — в контактной моде, DO — цифровой осциллограф, 2D-TS — двухкоординатная моторизованная трансляционная платформа, PC — компьютер для сбора данных и управления трансляционной платформой, PD — фотодиод

и 80 мкм. Перед линзой энергия УКИ ослаблялась бинарным дифракционным ослабителем DVA-8-800 (Avesta Project Ltd.) в диапазоне 0.008–0.9 мДж, что обеспечивало на мишени пиковые (в центре фо-

кального пятна) значения плотности энергии  $\Phi$  до 6 Дж/см<sup>2</sup> в дофиламентационном режиме.

В качестве образцов использовались пластины титанового сплава BT1-0 (состав: Ti — 98.3 %, Al — 1.3 %, прочие примеси — 0.4 %) размером  $1 \times 1$  см<sup>2</sup> и толщиной 0.4 мм с механически полированной поверхностью (среднеквадратичный размер шероховатости 0.2 мкм), а также, для сравнения, титановая фольга (состав: Ti — 99.5 %, прочие примеси — 0.5 %) размером  $1 \times 1$  см<sup>2</sup> и толщиной  $\approx 20$  мкм с поверхностью оптического качества. Мишени для абляции размещались на двухкоординатной моторизованной трансляционной платформе 8MT175 (Standa Ltd) с минимальным шагом 0.4 мкм и перемещались от импульса к импульсу.

Ультразвуковой датчик MiniWAT-2 (активный пьезоэлемент — ПЭТФ-пленка толщиной 20 мкм сразу за передним электродом из алюминиевой фольги толщиной 30 мкм, полоса приема 30 МГц (с усилителем), чувствительность 10 В/атм) [3–5] в бесконтактной моде располагался на расстоянии  $L_{tr} \approx 6$  мм по нормали к поверхности мишени, построенной в центре фокального пятна. В этом случае размеры фокального пятна  $R_{1/e,x(y)}$  и длина пробега  $L_{tr}$  определяли дальнюю акустическую зону регистрации ультразвукового сигнала с дифференциальным (практически симметричным биполярным) временным переходным профилем абляционного импульса сжатия [12] (рис. 2а). В контактной моде датчик располагался на тыльной поверхности мишени с центрированием его оси по центру фокального пятна на ее лицевой поверхности. Акустический контакт обеспечивался тонким слоем вакуумной смазки [3–5], который вместе с передним электродом задавал “мертвое” время датчика ( $\approx 120$  нс). При этом как для относительно толстой титановой пластины (толщина  $\approx 0.4$  мм), так и для тонкой (толщина  $\approx 20$  мкм) фольги регистрация происходила в ближней акустической зоне и сигнал имел недифференцированную однополярную форму абляционного импульса сжатия с небольшим постимпульсом разрежения вследствие дифракции [12] (рис. 2с). Импульсный электрический сигнал с датчика поступал на 50-омный вход цифрового осциллографа TDS-3032C (Tektronix), запускавшегося импульсом синхронизации с быстрого кремниевого фотодиода DET-210 (THORLABS, время отклика  $\approx 1$  нс). В ходе измерений определялись амплитуда  $P$  следующего первым импульса сжатия и время пробега  $T$  импульса от аблированной поверхности мишени до датчика (рис. 2b и d).

**3.** Для титановой пластины (Slab, S) бесконтактная (NC) диагностика показывает, что одно-

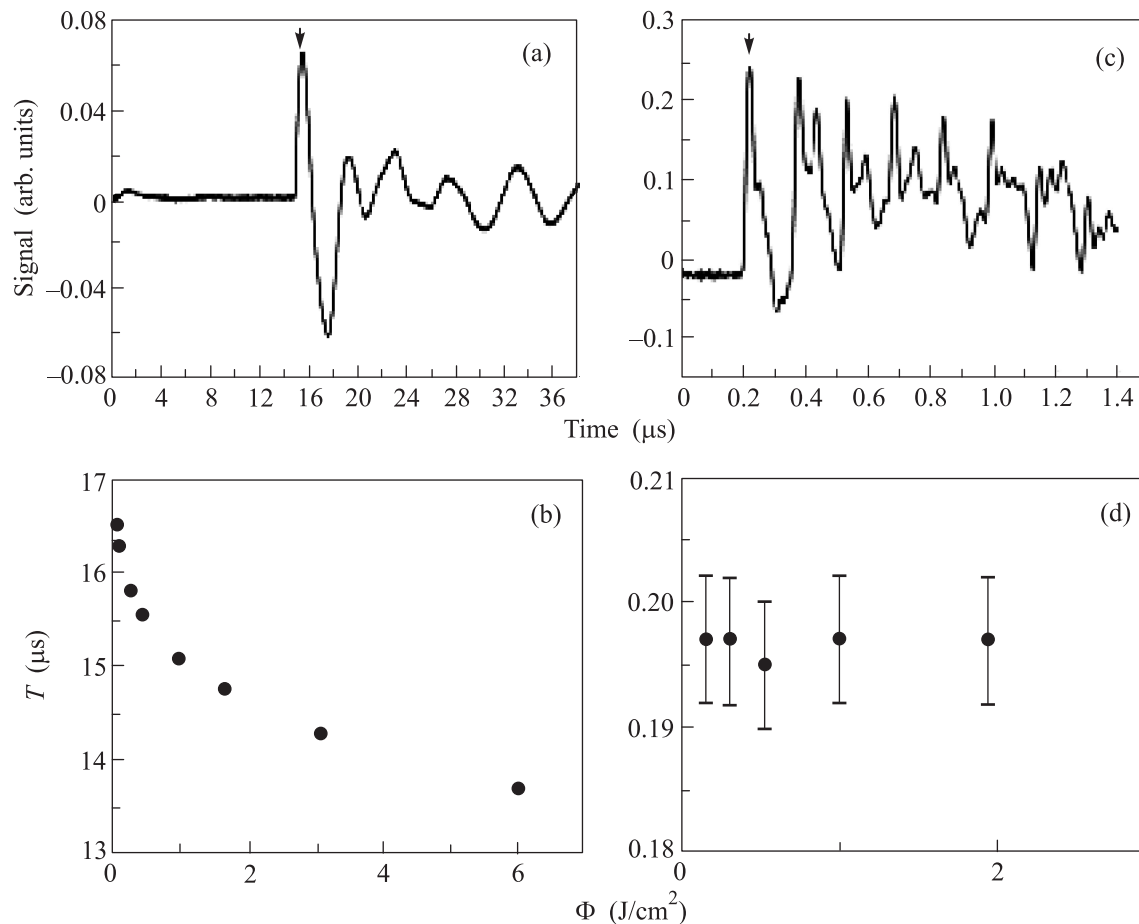


Рис. 2. Импульсные электрические сигналы, регистрируемые на выходе ультразвукового датчика при нагрузке 50-омного входа осциллографа, отвечающие абляции титановой пластины при  $\Phi \approx 1.5$  Дж/см<sup>2</sup> в бесконтактной (а) и контактной (с) модах (“мертвое время” регистрации  $\approx 120$  нс), а также соответствующие зависимости от плотности энергии времени пробега волны давления до датчика (b и d, погрешность на панели b не превосходит размера символов). Стрелками показаны первичные импульсы сжатия на фоне других, переотраженных импульсов

импульсное абляционное лазерное воздействие на ее поверхность приводит к резкому росту измеряемого в дальней зоне акустического давления  $P_{S-NC}$  и спаду времени пробега волны давления  $T_{S-NC}$  при превышении порогового значения плотности энергии  $\approx 0.2$  Дж/см<sup>2</sup> (рис. 2b и 3), согласующегося с порогом абляции титана УКИ ( $\Phi_{exp} \approx 0.3$  Дж/см<sup>2</sup>) через взрывное гидродинамическое расширение его сверхкритического флюида [13], с дальнейшим монотонным изменением этих величин (в частности,  $P_{S-NC} \propto \sqrt{\Phi}$ ). Обработка данных по временам пробега  $T_{S-NC}(\Phi)$  (рис. 2b) с использованием кода PEFS-2 с учетом режимов сверхзвукового распространения в фазе точечного взрыва и последующего звукового распространения при падении скорости до звуковой и давления за фронтом практически до атмосферного [4, 5] позволила

рассчитать начальные давления и скорости расширения в абляционном факеле в зависимости от  $\Phi$  ( $P_{calc}(\Phi)$  и  $D_{calc}(\Phi)$  на рис. 3, соответственно). При превышении порога  $\Phi_{exp}$  величины  $P_{calc}$  слегка суперлинейно изменяются с ростом  $\Phi$  (рис. 3), отражая примерно линейно возрастающий с увеличением  $\Phi$  энерговыклад в области абляции, и характеризуют возникающие на поверхности мишени при ее абляции ударные волны мегабарного уровня. Величины же  $D_{calc}$  изменяются согласно примерно квадратно-коренной зависимости от  $\Phi$ , а соответствующие диапазоны их изменения согласуются с предшествующими измерениями и имеющимися расчетами (см. библиографию в [4, 5]). При этом подпороговые значения  $P_{calc} \approx 0.4$  ГПа попадают в диапазон типичных критических давлений твердых веществ ( $\sim 0.1-1$  ГПа) [14].

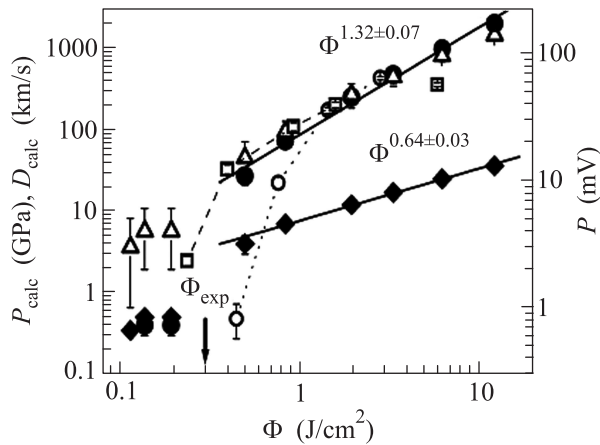


Рис. 3. Зависимости расчетного начального давления абляционного факела  $P_{\text{calc}}$  (темные кружки) и его скорости расширения  $D_{\text{calc}}$  (темные ромбы) (левая/нижняя оси, погрешность не превосходит размера символов), их линейные аппроксимации в двойных логарифмических координатах с указанными степенными формами, а также зависимости амплитуд измеренных акустических давлений  $P_{S-NC}$  в бесконтактной моде для титановой пластины (светлые треугольники),  $P_{S-C}$  и  $P_{F-C}$  в контактной моде для пластины (светлые кружки) и фольги (светлые квадраты) соответственно от плотности энергии  $\Phi$ . Стрелкой показан порог  $\Phi_{\text{exp}}$  для абляции титана УКИ через взрывное гидродинамическое расширение сверхкритического флюида [13]

Примечательно, что экспериментальная зависимость  $P_{S-NC}(\Phi)$ , построенная в двойных логарифмических координатах (рис. 3), демонстрирует во всем диапазоне  $\Phi$  определенную корреляцию с расчетной зависимостью  $P_{\text{calc}}(\Phi)$ , установленной независимым путем с использованием времен пробега волны давления. При этом очевидно, что отличные размерные соотношения для этих зависимостей ( $P_{S-NC} \propto \sqrt{\Phi}$  и  $P_{\text{calc}} \propto \Phi$  соответственно) отражают нелинейный, но практически не зависящий от начальных значений  $\Phi$  и  $P_{\text{calc}}$  (т.е. самоподобный) характер распространения волны давления в воздухе от источника к датчику.

Аналогично экспериментальные зависимости  $P_{S-C}(\Phi)$  и  $P_{F-C}(\Phi)$ , полученные в контактной (С) моде для титановой пластины (S) и фольги (Foil, F) соответственно при их абляции в том же диапазоне  $\Phi$ , с точностью до множителя совпадают с зависимостью  $P_{S-NC}(\Phi)$  и коррелируют с зависимостью  $P_{\text{calc}}(\Phi)$  в области высоких значений  $\Phi$  (рис. 3). Напротив, в области низких значений  $\Phi \sim \Phi_{\text{exp}}$  наблюдается сильное расхождение кривой  $P_{S-NC}(\Phi)$  для бесконтактной моды и кривых  $P_{S-C}(\Phi)$ ,  $P_{F-C}(\Phi)$  для контактной моды. При этом для многократно более тонкой фольги это расхождение незначи-

тельно. Поскольку в контактной моде измеряемые величины  $P_{S-C}$  и  $P_{F-C}$  характеризуют уже не только абляционную генерацию волн давления, но и их возможное интенсивное взаимодействие с титановыми мишенями в ходе их ударно-волнового взаимодействия, с учетом очевидного эффекта толщины мишени можно предположить довольно сильную диссипацию в толстых мишенях УВ умеренной амплитуды ( $\sim 10\text{--}10^2$  ГПа), например в результате пластической деформации материала мишени и инициирования его фазовых превращений [15] (на это указывает также практически неизменное в пределах ошибки измерений время пробега волны давления в титановой пластине; см. рис. 2d). Напротив, при более высоких амплитудах генерируемой УВ ( $\sim 10^2\text{--}10^3$  ГПа) ее практически схожее (с точностью до множителя 3 между величинами  $P_{S-C}$  и  $P_{F-C}$  при одинаковых значениях  $\Phi$ ) распространение в разных мишенях (как в относительно толстой титановой пластине, так и в тонкой фольге), а также некоторая корреляция зависимостей  $P_{S-C}(\Phi)$  и  $P_{F-C}(\Phi)$  с зависимостью  $P_{S-NC}(\Phi)$  для распространения в воздухе, по-видимому, указывают на суперэластический режим распространения УВ, теоретически предсказанный для таких условий эксперимента в работах [10, 11].

Возможная структурно-фазовая модификация поверхности титановой пластины, подвергнутой одноимпульсной абляции УКИ при  $\Phi \approx 6$  Дж/см<sup>2</sup> на участке размером  $8 \times 8$  мм<sup>2</sup>, изучалась методом дифракции рентгеновских лучей в геометрии съемки по Брэггу–Брентано. Однако видимых признаков изменения структурно-фазового состава мишени по сравнению с исходным образцом ( $\alpha$ -фаза) при этом не наблюдалось. На самом деле, при наблюдении структурно-фазовой модификации поверхности при ее обработке УКИ предполагается выполнение целого ряда условий. Во-первых, наблюдаемая post factum модификация предполагает закалку промежуточных короткоживущих высокотемпературных фаз или фаз высокого давления. Во-вторых, угол падения рентгеновских лучей для преимущественного зондирования тонкого ( $\sim 100$  нм) модифицированного слоя с целью поиска новых фаз должен быть скольльзящим [7]. В-третьих, абляция поверхности УКИ при  $\Phi > \Phi_{\text{exp}}$  отчасти удаляет модифицированный слой, а также создает итоговую шероховатость ее рельефа, которая вызывает значительное снижение интенсивности и сильное уширение линий рентгеновских рефлексов, маскирующие эффекты остаточных напряжений в форме линий и возможные слабые линии новых

фаз в широких крыльях линий исходной  $\alpha$ -фазы. В результате задача идентификации новых фаз на поверхности титана, модифицированной в режиме абляции УКИ, является нетривиальной и требует отдельной проработки.

4. Таким образом, в настоящей работе впервые с помощью методов бесконтактной и контактной ультразвуковой диагностики абляционных ударных волн мегабарного уровня при фемтосекундной лазерной абляции мишени титанового сплава экспериментально обнаружены суперэластический и диссипативный режимы распространения ударной волны в мишени при ее высоких ( $10^2$ – $10^3$  ГПа) и низких ( $10$ – $10^2$  ГПа) амплитудах соответственно. Структурно-фазовой модификации поверхности методом дифракции рентгеновских лучей в этих режимах не наблюдалось. При этом бесконтактная диагностика позволяла осуществлять контроль начальных давлений УВ, а контактные измерения характеризовали распространение и взаимодействие УВ с мишенью.

Работа выполнена при государственной финансовой поддержке ведущих университетов Российской Федерации (субсидия 074-U01).

1. М. Б. Агранат, С. И. Анисимов, С. И. Ашитков, В. В. Жаховский, Н. А. Иногамов, П. С. Комаров, А. В. Овчинников, В. Е. Фортов, В. А. Хохлов, В. В. Шепелев, Письма в ЖЭТФ **91**, 517 (2010).
2. С. И. Ашитков, М. Б. Агранат, Г. И. Канель, П. С. Комаров, В. Е. Фортов, Письма в ЖЭТФ **92**, 568 (2010).
3. S. I. Kudryashov, S. Paul, K. Lyon, and S. D. Allen, Appl. Phys. Lett. **98**, 254102 (2011).
4. А. А. Ионин, С. И. Кудряшов, С. В. Макаров, Л. В. Селезнев, Д. В. Синицын, Письма в ЖЭТФ **94**, 35 (2011).
5. S. I. Kudryashov, A. A. Ionin, S. V. Makarov, N. N. Mel'nik, L. V. Seleznev, and D. V. Sinitsyn, AIP Conf. Proceed. **1464**, 244 (2012).
6. H. Nakano, S. Miyauti, N. Butani, T. Shibayanagi, M. Tsukamoto, and N. Abe, J. Nano/Microengin. **4**, 35 (2009).
7. Yu. R. Kolobov, T. N. Vershinina, M. V. Zhidkov, E. V. Golosov, A. A. Ionin, S. I. Kudryashov, S. V. Makarov, L. V. Seleznev, D. V. Sinitsyn, and A. E. Ligachev, Appl. Phys. A **119**, 241 (2015).
8. Г. И. Канель, В. Е. Фортов, С. В. Разоренов, УФН **177**, 809 (2007).
9. С. И. Ашитков, П. С. Комаров, Е. В. Струлева, М. Б. Агранат, Г. И. Канель, Письма в ЖЭТФ **101**, 294 (2015).
10. В. В. Жаховский, Н. А. Иногамов, Письма в ЖЭТФ **92**, 574 (2010).
11. Н. А. Иногамов, В. В. Жаховский, В. А. Хохлов, В. В. Шепелев, Письма в ЖЭТФ **93**, 245 (2011).
12. В. Э. Гусев, А. А. Карабутов, *Лазерная оптоакустика*, Наука, М. (1991).
13. M. Ye and C. P. Grigoropoulos, J. Appl. Phys. **89**, 5183 (2001).
14. И. С. Григорьев, Е. З. Мейлихов, *Физические величины*, Энергоатомиздат, М. (1991).
15. K. Kadau, T. C. Germann, P. S. Lomdahl, and B. L. Holian, Phys. Rev. B **72**, 064120 (2005).