

# Импульсная лазерная абляция Ni в вакууме и в атмосфере N<sub>2</sub> при различных плотностях потока энергии\*

Шазия Башир, Шазаиб Хуршид, Махрен Акрам, Нисар Али, Умм-и-Калсоом, Шахбаз Ахмад, Даниэль Юсуф

*С использованием эксимерного KrF-лазера исследованы механизмы абляции Ni в вакууме и в атмосфере N<sub>2</sub> при плотностях потока энергии 2.1–3.4 Дж/см<sup>2</sup>. Обнаружено формирование конических микроструктур, «ряби», каверн и углублений больших размеров и неправильной формы на поверхности никеля. Выявлено что при абляции Ni в вакууме не образуется никаких новых фаз, в то время как в окружении N<sub>2</sub> появляются новые фазы нитридов и нитрооксидов. Анализ микротвердости мишеней, облученных в вакууме, показывает ее уменьшение с увеличением плотности потока энергии, тогда в окружении N<sub>2</sub> наблюдается монотонный рост микротвердости с ростом плотности потока энергии.*

**Ключевые слова:** лазерная абляция, механические свойства, зерна, рябь.

## 1. Введение

Импульсная лазерная абляция металлов имеет широкий спектр применений: импульсное лазерное осаждение тонких пленок [1, 2], рост наноструктур [3], синтез наночастиц [4], очистка поверхности материалов и т. д. [5].

Микро- и наноструктурированные материалы могут быть использованы в электронных, жидкостных, механических и оптических устройствах [6, 7]. Никель является переходным металлом и имеет значительную химическую активность, малую скорость окисления и считается лучшим коррозионно-стойким и ферромагнитным материалом при комнатной температуре. Частицы Ni – важный магнитный материал для хранения информации. Насколько нам известно, опубликовано мало работ, в которых сообщается о лазерной абляции Ni в вакууме и в окружении азота.

О лазерно-индуцированном микро- и наноструктурировании поверхности Ni в различном окружении сообщалось в ряде работ [8–10]. Эксимерные лазеры часто используются для изготовления и роста микро/наноструктур на облучаемой поверхности мишени [7]. Тип и давление окружающей среды играют важную роль с точки зрения доставки энергии к мишени и модификации ее поверхности [11, 12]. Таким образом, роль окружающей среды является решающей для микро- и наноструктурирования материала. В [13] исследовано влияние окружающей среды (вакуум и атмосфера N<sub>2</sub>) на эффективность абляции различных металлов, таких как никель, молибден, медь, индий, золото и вольфрам. Показано, что вследствие экранирования излучения и усиленного обратного осаждения

распыленного материала абляция металла в окружении N<sub>2</sub> менее эффективна, чем в вакууме. В [14] сообщается о формировании самоорганизующихся микро- и наноструктур на поверхности Ni за счет механизмов надповерхностного и подповерхностного роста при использовании импульсного фемтосекундного лазерного излучения. В [15] исследованы морфологические и структурные свойства наночастиц, возникающих при сверхбыстрой лазерной абляции никеля. В [16] представлены экспериментальные и теоретические результаты по сверхбыстрой фемтосекундной лазерной абляции мишени из никеля.

В настоящей работе исследовано влияние плотности потока лазерной энергии и окружения (вакуум, атмосфера N<sub>2</sub>) на микро- и наноструктурирование поверхности Ni. Были использованы такие методы характеристики, как сканирующая электронная микроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния, рентгеновская дифракция (РД) и измерение микротвердости, для изучения поверхностной, структурной и твердостной модификации Ni, подвергающегося воздействию лазерного излучения.

## 2. Экспериментальная установка

В качестве материала мишени использовался металлический никель с чистотой 99.999%. Образцы цилиндрической формы размером 10×5 мм шлифовались, полировались и очищались ультразвуком в деионизованной воде в течение 30 мин. Приготовленные образцы помещались в вакуумную (10<sup>-3</sup> мбар) камеру, изготовленную из нержавеющей стали.

Для абляции использовалось излучение эксимерного KrF-лазера (EX GAM USA 200) с длиной волны 248 нм, длительностью импульсов 20 нс при частоте их следования 30 Гц, максимальной энергией импульса 150 мДж и пучком прямоугольной формы размером 11×7 мм. Пучок фокусировался на поверхность мишени с помощью линзы с фокусным расстоянием 50 см под углом 90° по отношению к поверхности. Мишени подвергались воздействию при четырех плотностях потока энергии – 2.1, 2.5, 2.9 и 3.4 Дж/см<sup>2</sup>, соответствующих энергиям лазерных импульсов 50, 60, 70 и 80 мДж, и при площади фокально-

\* Перевод с англ. В.В.Шувалова.

**Shazia Bashir, Mahreen Akram, Shahbaz Ahmad.** Centre for Advanced Studies in Physics, GC University Lahore, Pakistan; e-mail: shaziabashir@gcu.edu.pk

**Shazaib Khurshid, Nisar Ali, Umm-i-Kalsoom.** Centre for Advanced Studies in Physics, GC University Lahore, Pakistan; Department of Physics, GC University Lahore, Pakistan

**Daniel Yousaf.** Department of Physics, GC University Lahore, Pakistan

Поступила в редакцию 29 мая 2014 г., после доработки – 19 августа 2014 г.

го пятна 0.0235 см<sup>2</sup>. Были выполнены две серии экспериментов: в вакууме при давлении  $\sim 10^{-3}$  Торр и в окружающей среде N<sub>2</sub> при давлении 100 Торр. В каждом эксперименте облучение проводилось 1000 импульсами эксимерного лазера.

Морфология поверхности образцов Ni, подвергнутых лазерному воздействию, исследовалась с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) (JEOL JSM-6480 LV). Структурный анализ выполнялся с использованием спектрометров комбинационного рассеяния (LABRAM HR800 HORIBA JOBINYVON) и рентгеновского дифрактометра (X'Pert PRO, MPD). Тестер микротвердости (Zwick/Roell ZHU-5030) применялся для измерений на периферии облученного пятна.

### 3. Результаты и их обсуждение

Анализ СЭМ-изображений (рис.1) выявляет различия в морфологии поверхности центральной области абляции мишеней из Ni. На рис.1,*а* видно формирование конических выступающих образований с широким рифленным основанием и сферической вершиной, а также неправильной формы полостей крупных размеров, трещин, гребней и конических ям. На вставке к рис.1,*а* показана в увеличенном виде «рябь» у основания конических микроструктур, имеющая средний период  $\sim 2.2$  мкм. Увеличение плотности потока энергии до 2.5 Дж/см<sup>2</sup> приводит к увеличению площади рифленой области, размеров и плотности полостей неправильной формы, трещин и конических структур. На вставке к рис.1,*б* показана почти периодическая рябь (с периодом 800 нм) у основания конических структур. Дальнейшее повышение плотности потока энергии вплоть до 2.9 Дж/см<sup>2</sup> (рис.1,*в*) приводит к увеличению плотности ряби одновременно с заполнением ею неправильной формы полостей больших размеров. Наблюдается также увеличение размеров и плотности конических структур и уменьшение размеров и плотности трещин. При максимальной плотности потока энергии 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (рис.1,*г*) одновременно с увеличенной плотностью ряби наблюдается повышенная плотность конусов, углублений, капель и трещин.

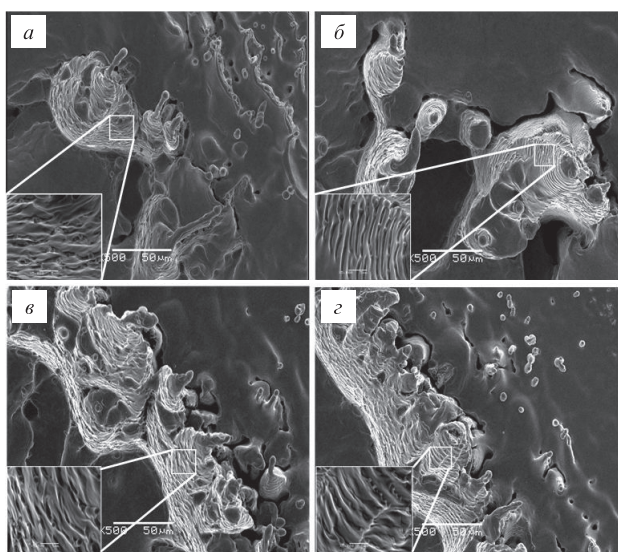


Рис.1. СЭМ-изображения, демонстрирующие формирование лазерно-индуцированных структур в центральной области абляции вследствие облучения никелевых мишеней в вакууме при плотности потока лазерной энергии 2.1 (*а*), 2.5 (*б*), 2.9 (*в*) и 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (*г*).

Появление лазерно-индуцированных периодических поверхностных структур связано с их нелинейным ростом, инициированным рассеянием части света из падающего лазерного пучка случайно распределенными нерегулярностями, изначально присутствующими на облучаемой поверхности. Сам лазерный пучок также может генерировать эти нерегулярности, и поэтому должны быть рассмотрены два режима облучения. Если плотность потока энергии достаточна только для того, чтобы локально расплавить поверхность, то сначала будут формироваться выступающие бугры, и рассеяние света на них приведет к образованию периодических полос. При более высоких плотностях потока энергии поверхность полностью расплавляется и формирование синусоидальной ряби обусловлено такими процессами, как дифракция и возбуждение капиллярных волн, а также механизмами, связанными с возникновением обратной связи [17].

Капиллярные волны обычно привлекаются для объяснения формирования твердых структур: на искривленной поверхности раздела жидкость–газ создается разность давлений, а затем под действием сил поверхностного натяжения эта разность давлений вызывает деформацию поверхности жидкости, известную как капиллярные волны. Будут ли эти капиллярные волны при оптической нагрузке заморожены в твердую структуру (в частности, в форме решетки), зависит от того, превысит ли время существования расплава время затухания волн [17].

Формирование ряби также объяснимо на основе неустойчивости Кельвина–Гельмгольца [18]. В этой модели микроразмерная рябь формируется, если лазерно-индуцированные поверхностные волны разбрызгиваются, вновь затвердевают, замораживаются и надолго отпечатываются на расплываемой поверхности материала мишени [18]. В случае, когда во время лазерной абляции температура достаточно высока для того, чтобы полностью расплавить поверхность, расплавленная поверхность превращается в жидкость [19]. Во время процесса повторной конденсации жидкость сносится в сторону благодаря твердому телу–жидкости все еще сохраняет извилистый синусоидальный контур, созданный за счет неоднородного распределения энергии по поверхности. Теплопроводность вызывает охлаждение расположенного ниже расплавленного материала. Фронт затвердевания движется вверх, что сохраняет извилистый профиль интерфейса [19]. Когда фронт повторного затвердевания достигает поверхности мишени, он становится ограниченным, эффективно разрушая тем самым поверхность и превращая ее в изолированные расплавленные «лужицы» [20]. Формирование конусов является следствием быстрого затвердевания расплавленного слоя. Это связано с различием эффективностей поглощения материалом в разных областях за счет полостей, неоднородностей и точечных дефектов рельефа поверхности [21].

Образование конических структур может рассматриваться как трехэтапный процесс. Первый этап – это формирование областей, содержащих предвестники – лазерно-индуцированные нано- и/или микромасштабные структуры либо поверхностные дефекты и шероховатости, присутствующие до обработки. Наличие этих областей значительно изменяет распределение облучающей энергии по поверхности на втором этапе. Падающее на них лазерное излучение рассеивается, что увеличивает плотность потока энергии и, следовательно, скорость



абляции во впадинах рельефа. В конечном счете в этих областях формируются конические структуры. Третьим этапом является рост и, возможно, слияние конусов [22]. Тепловая абляция на основе лазерно-индуцированного нагрева, термодесорбции, плавления и, в первую очередь, взрывного вскипания поверхности мишени является основной причиной удаления материала из обширных областей, появления ям и образования полостей [23]. В работе [24] сообщается, что при облучении излучением с плотностью энергии ниже определенного порога процесс абляции регулируется нормальным испарением, в то время как при превышении этого порога материал удаляется вследствие как нормального испарения, так и взрывного вскипания [24, 25]. Так, при интенсивностях, превышающих  $10^9$  Вт/см<sup>2</sup>, образец может быть нагрет до температуры выше температуры кипения, и в результате может быть сформирован перегретый слой метастабильной жидкости [24, 25]. В этом режиме жидкость представляет собой смесь паров и жидких капель, что приводит к зарождению однородных пузырьков, облегчающих взрывное вскипание. Во время многоимпульсного облучения за счет быстрого расширения микропузырьков создается большее давление, что и вызывает образование ямок на поверхности Ni. Формирование конических ямок показывает, что пары остались захваченными в ямках [26]. Тепловые напряжения, образующиеся при облучении, ответственны за образование трещин [27]. Резко сжиженный материал наполняет полости, поры и трещины, приводя к уменьшению их размера и плотности упаковки [28].

СЭМ-изображения на рис.2 демонстрируют морфологию периферийной области абляции никелевых мишеней, подвергнутых воздействию 1000 лазерных импульсов в вакууме для различных плотностей потока энергии. На рис.2,а видно образование зерен неправильной формы и больших размеров с четкими границами. Вдоль границ зерен наблюдаются трещины. Увеличение плотности потока энергии до 2.5 Дж/см<sup>2</sup> приводит к уменьшению раз-

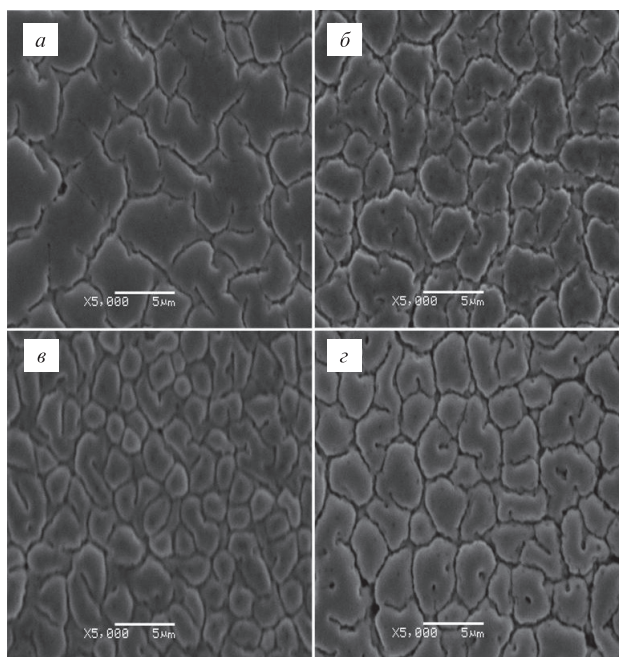


Рис.2. СЭМ-изображения, демонстрирующие формирование лазерно-индуцированных структур в периферийной области абляции вследствие облучения никелевых мишеней в вакууме при плотностях потока лазерной энергии 2.1 (а), 2.5 (б), 2.9 (в) и 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (г).

мера зерен с более отчетливыми и широкими границами. Также вдоль границ зерен видны поры. При плотности потока энергии 2.9 Дж/см<sup>2</sup> (рис.2,в) размер зерен становится еще меньше, а плотность их упаковки увеличивается, при этом поры исчезают, а границы зерен оказываются более размытыми. При максимальной плотности потока энергии 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (рис.2,г) размер зерен увеличивается, внутри них появляются полости и поры. Границы зерен снова становятся более отчетливыми и широкими.

Такая зерновидная морфология поверхности может быть связана с быстрым плавлением, охлаждением и перекристаллизацией металла [29]. Быстрый нагрев и охлаждение мишени порождает тепловые и структурные напряжения в поверхностном слое, обусловленные огромным градиентом температуры. Эти тепловые и структурные напряжения также связаны с изменениями объема при фазовых переходах. Таким образом, локальный нагрев и охлаждение приводят к преимущественной кристаллизации и росту зерен [30]. Плавление поверхности мишени после лазерного облучения активирует реакцию между расплавленной поверхностью и окружающей средой. После лазерного облучения происходит рекристаллизация, и азот проникает в поверхностный слой, что вызывает более четкие и широкие границы зерен [31].

СЭМ-изображения на рис.3 демонстрируют морфологию поверхности в центральной области абляции никелевых мишеней, подвергнутых воздействию 1000 лазерных импульсов в атмосфере N<sub>2</sub>. По сравнению со случаем облучения в вакууме здесь имеют место менее отчетливые диффузные структуры. При плотности потока энергии 2.1 Дж/см<sup>2</sup> (рис.3,а) формируются конусы, полости и нечеткая рябь у их оснований. Увеличение плотности потока энергии до 2.5 Дж/см<sup>2</sup> (рис.3,б) приводит к повышению плотности конусов, полостей и неоднородной ряби. Дальнейшее увеличение плотности потока энергии до 2.9 Дж/см<sup>2</sup> (рис.3,в) вызывает появление полостей больших размеров и неправильной формы, а при максимальной плотности потока энергии 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (рис.3,г) в области ряби формируются высокопористые микроструктуры.

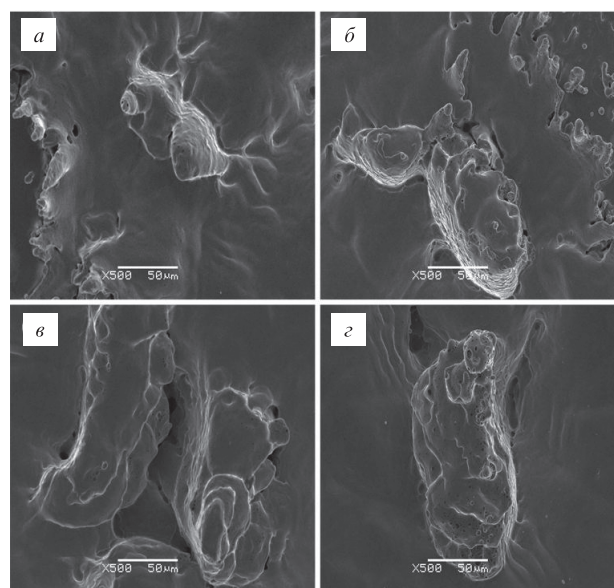


Рис.3. СЭМ-изображения, демонстрирующие формирование лазерно-индуцированных структур в центральной области абляции вследствие облучения никелевых мишеней в атмосфере N<sub>2</sub> при плотностях потока лазерной энергии 2.1 (а), 2.5 (б), 2.9 (в) и 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (г).

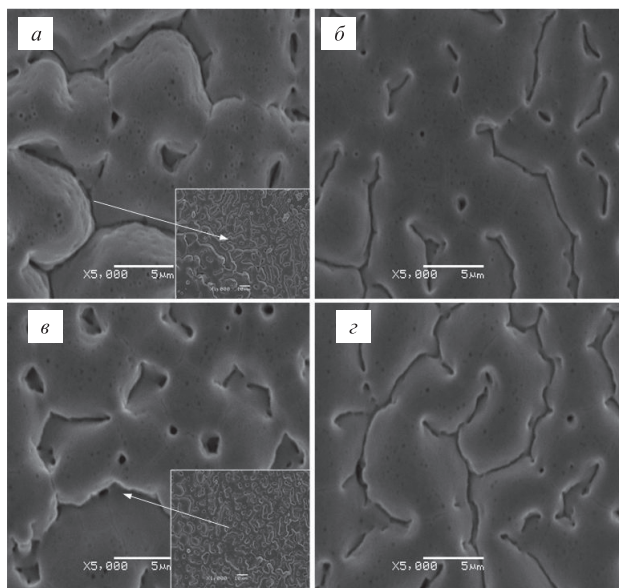


Рис.4. СЭМ-изображения, демонстрирующие формирование лазерно-индуцированных структур в периферийной области абляции вследствие облучения никелевых мишеней в атмосфере N<sub>2</sub> при плотностях потока лазерной энергии 2.1 (а), 2.5 (б), 2.9 (в) и 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (г).

На СЭМ-изображениях, приведенных на рис.4, видна морфология периферийной области абляции никелевых мишеней, подвергнутых воздействию 1000 лазерных импульсов в атмосфере N<sub>2</sub>. При плотности потока энергии 2.1 Дж/см<sup>2</sup> (рис.4,а) возникает большое число пор, сферических и неправильной формы ям, а также широких трещин больших размеров. Увеличение плотности потока энергии до 2.5 Дж/см<sup>2</sup> (рис.4,б) приводит к увеличению плотности трещин наряду с уменьшением их ширины и размера, тогда как плотность пор не меняется. На рис.4,б видна также ранняя стадия формирования зерен. Дальнейшее увеличение плотности энергии до 2.9 Дж/см<sup>2</sup> (рис.4,в) вызывает повышение плотности и размера трещин внутри зерен. Для максимальной плотности потока энергии 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (рис.4,г) границы зерен сливаются, что приводит к формированию больших зерен с высокопористой морфологией и более широкими трещинами с повышенной плотностью.

Таким образом, морфология поверхности распыляемого Ni различна при абляции в разных средах. При облучении в вакууме наблюдается формирование выступающих конических образований с хорошо выраженной рябью со средним периодом 2 мкм и зерен с отчетливыми границами. В случае облучения в атмосфере N<sub>2</sub> структура зерен не является хорошо определенной и отчетливой. Выявлены зерна с порами и коническими ямками внутри зерен. В случае N<sub>2</sub> на периферийной области абляции вырастают зерна большого размера. После лазерного облучения плавление поверхности мишени активирует реакцию между расплавленной поверхностью и окружающей средой, происходит рекристаллизация и N<sub>2</sub> проникает в поверхностный слой, что вызывает рост больших зерен.

Внешняя среда и ее давление играют существенную роль при развитии и расширении лазерной плазмы [32]. Было отмечено, что форма, размер и динамика расширяющегося факела полностью меняются введением окружающего газа. Физические процессы, такие как эффект ограничения, эффект экранирования [33, 34], формирование ударных волн [33] и взаимодействие факела с окру-

жающим газом, зависят от давления окружающей среды. Сообщалось также о том, что рост лазерно-индуцированных поверхностных структур сильно зависит от типа и давления окружающего газа [35, 36]. Большие температуры возбуждения и плотности генерируемой плазмы приводят к большому вкладу энергии в решетку мишени, что усиливает рост различных микро/наноструктур на облучаемой поверхности. Низкое давление окружающих газов (10–50 Тор) предотвращает свободное расширение факела и случайность в движении выброшенного материала в процессе лазерной абляции, что приводит к стабилизации генерации поверхностных волн [37] и к большим энергиям и давлению [38] по сравнению со случаем абляции в вакууме. При дальнейшем увеличении давления до 760 Тор плазма вблизи поверхности мишени удерживается сильнее, что обуславливает экранировку поверхности мишени [39] и, следовательно, снижает аблируемую массу [40].

На рис.5 приведены спектры комбинационного рассеяния необлученного и облученных лазером образцов Ni, подвергнутых воздействию 1000 лазерных импульсов в атмосфере N<sub>2</sub>. Комбинационные моды возникают на поверхности Ni после облучения вследствие образования

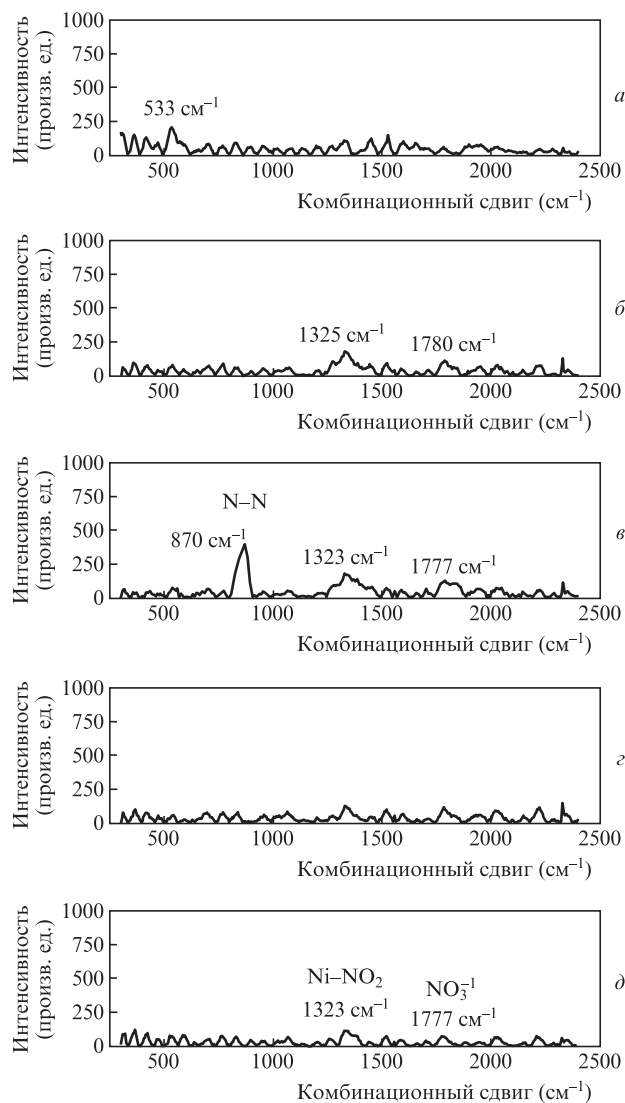


Рис.5. Спектры комбинационного рассеяния для необлученного (а) и облученных лазером образцов Ni в атмосфере N<sub>2</sub> при плотностях потока лазерной энергии 2.1 (б), 2.5 (в), 2.9 (г) и 3.4 Дж/см<sup>2</sup> (д).

нитридов и оксидов на металлической поверхности. Для облученных образцов идентифицируются два широких пика на частотах 1323 и 1777  $\text{см}^{-1}$ , отвечающих связям  $\text{Ni-NO}_2$  и  $\text{NO}_3^{-1}$  соответственно [41]. Пик на частоте 870  $\text{см}^{-1}$  отвечает связи N–N. При увеличении плотности потока энергии до 2.9 Дж/см<sup>2</sup> эта связь распадается и пик отсутствует. Никакого комбинационного сигнала не наблюдается для никелевых мишеней, облученных в условиях вакуума.

Метод РД использовался для идентификации фаз и оценки степени кристалличности, плотности дислокаций и остаточных напряжений. При абляции в вакууме фазовых изменений не наблюдалось, а в атмосфере  $\text{N}_2$  идентифицировались нитриды. Изменения межплоскостного расстояния  $d$ , пиковой интенсивности и полной ширины на полувысоте дифракционных максимумов наблюдались во всех измерениях.

Для оценки размеров кристаллитов  $D$  использовалась формула Шерера [42]

$$D = 0.9\lambda / (F \cos \theta), \quad (1)$$

где  $\lambda = 0.1546$  нм,  $F$  и  $\theta$  – длина волны рентгеновского излучения, ширина дифракционного максимума (FWHM) и угол Брэгга соответственно.

Для оценки плотности дислокационных линий  $\delta$  применялось соотношение [42]

$$\delta = 1/D^2. \quad (2)$$

Остаточное напряжение  $S$  оценивалось по формуле [42]

$$S = 0.9\lambda / (4D). \quad (3)$$

На рис.6 представлены кристаллографические данные для необлученного и облученных лазером образцов Ni в вакууме. На рис.6,а при углах 44.39° и 51.63° наблюдаются два дифракционных пика, соответствующих отражениям (111) и (200). Интенсивность пика, отвечающего плоскости дифракции (111), с увеличением плотности потока энергии от 2.1 до 2.5 Дж/см<sup>2</sup> уменьшается. Причиной этого является рекристаллизация в процессе повторного затвердевания. При увеличении плотности потока энергии до 2.9 Дж/см<sup>2</sup> происходит увеличение интенсивности пика, что связано с ростом размера кристаллитов вследствие атомной диффузии через границы зерен после лазерной абляции. При максимальной плотности потока энергии (3.4 Дж/см<sup>2</sup>) начинают протекать процессы повторного затвердевания и рекристаллизации из-за быстрого плавления и охлаждения: зерно большого размера распадается на более мелкие, что вызывает уменьшение

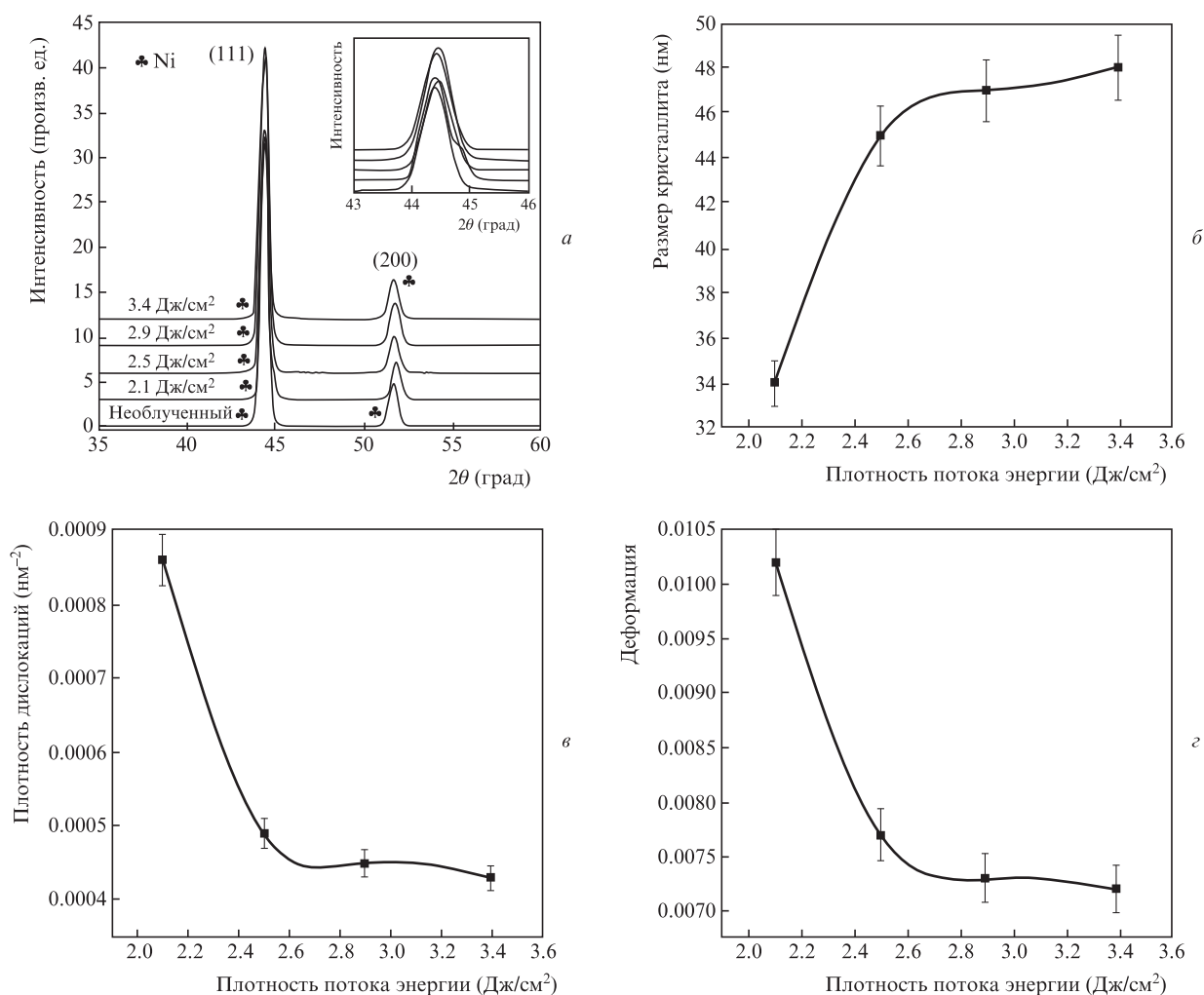


Рис.6. Данные РД для облученных лазером образцов Ni в вакууме при плотностях потока лазерной энергии 2.1, 2.5, 2.9 и 3.4 Дж/см<sup>2</sup>: РД-дифрактограммы (а), размеры кристаллитов (б), плотности дислокаций (в) и деформации (г).



интенсивности дифракционного пика. В процессе воздействия лазерного пучка на материал сначала генерируются дефекты, а когда энерговыделение возрастает с увеличением плотности потока энергии лазерного излучения, дефекты отжигаются. Дальнейшее увеличение плотности потока приводит к усиленной генерации дефектов. В целом, это и определяет сложную динамику интенсивности дифракционного пика.

На рис.6,б показана зависимость размера кристаллитов от плотности потока лазерной энергии, оцененная по данным для дифракционных пиков (111) и (200) и формуле (1). Видно, что размер кристаллитов увеличивается с увеличением плотности потока.

Остаточные деформации и напряжения, соответствующие плоскости (111) кристалла Ni, оценивались по формуле (3). Изменения плотности дислокаций и деформаций при воздействии в вакууме демонстрируют рис.6,в и г. Видно, что эти величины уменьшаются с ростом плотности потока энергии от 2.1 до 3.4 Дж/см<sup>2</sup>.

На рис.7 приведены кристаллографические данные для необлученной и облученных лазером мишеней из Ni в атмосфере N<sub>2</sub>. Для необлученной мишени наблюдаются два дифракционных пика, соответствующих отражениям (111) и (200). Для исходной мишени пик, идентифицированный под углом 44.39°, соответствует фазе кристаллического Ni, а для облученных мишеней эта фаза транс-

формируется в Ni<sub>3</sub>N, и при углах 44.51°, 44.55° и 44.58° появляются смещенные пики [43].

После лазерного воздействия в приповерхностном слое Ni появляются остаточные напряжения сжатия и растяжения, что приводит к смещению пиков на рентгенограммах: сдвиг в сторону больших углов указывает на напряжение сжатия, а сдвиг в сторону меньших углов – на напряжения растяжения (рис.7,а). Интенсивность пика, соответствующего дифракции на плоскости (111) Ni<sub>3</sub>N, растет с увеличением плотности потока энергии от 2.1 до 2.5 Дж/см<sup>2</sup>. Однако при плотности 2.9 Дж/см<sup>2</sup> наблюдается уменьшение интенсивности этого пика. Для максимальной плотности 3.4 Дж/см<sup>2</sup> интенсивность пика еще меньше. При плотности потока энергии лазерного излучения до 2.5 Дж/см<sup>2</sup> молекулы N<sub>2</sub> осаждаются на поверхность мишени и диффундируют через границы зерен вследствие нагрева поверхностного слоя. Концентрация N<sub>2</sub> в этом слое увеличивается, что соответствует увеличению амплитуды пика (111) Ni<sub>3</sub>N. При максимальной плотности 3.4 Дж/см<sup>2</sup> вследствие быстрого плавления и охлаждения происходит повторное затвердевание и рекристаллизация. При этом зерна большого размера разбиваются на более мелкие, что вызывает уменьшение амплитуды пика.

На рис.7,б приведена зависимость размера кристаллитов от плотности потока энергии. Видно, что он уменьшается при увеличении плотности потока. Аблированные

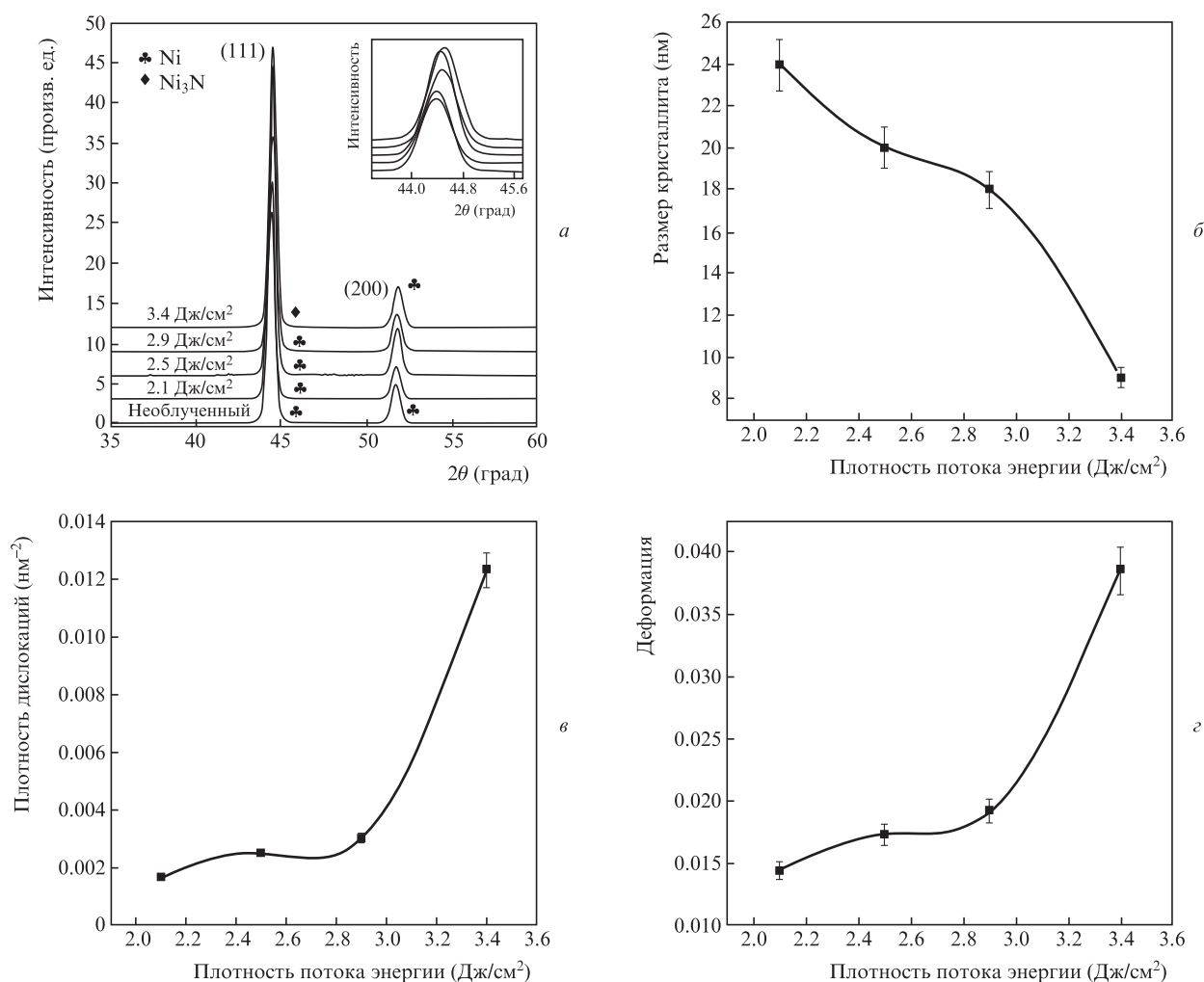


Рис.7. Данные РД для облученных лазером образцов Ni в атмосфере N<sub>2</sub> при плотностях потока лазерной энергии 2.1, 2.5, 2.9 и 3.4 Дж/см<sup>2</sup>: РД-дифрактограммы (а), размеры кристаллитов (б), плотности дислокаций (в) и деформации (г).

атомы Ni реагируют с молекулами азота и осаждаются обратно на поверхность после образования нитрида. Этот процесс, так же как и обсуждавшаяся выше диффузия азота в никель, приводит к уменьшению среднего размера кристаллитов.

Кроме того, уменьшение размеров может быть связано с наличием остаточных напряжений и генерацией дефектов. Данные, приведенные на рис.7,в,г показывают, что плотность дислокаций и напряжения увеличиваются с ростом плотности потока энергии.

Испаренный под действием лазерного излучения материал мишени взаимодействует с фоновым газом, нагревая его. Это вызывает быстрое расширение газа и создает на поверхности огромное давление – единицы гигапаскалей [44]. Недавно в [45] сообщалось о создании такого давления на поверхности циркониевой мишени, облучаемой импульсным излучением эксимерного KrF-лазера с длиной волны 248 нм и длительностью импульса 20 нс. Это давление приводит к появлению большого остаточного напряжения сжатия, однако увеличение скорости диффузии газа с ростом плотности потока энергии уменьшает остаточные напряжения [46].

Твердость поверхности необлученного образца никеля составила 262 НВ. На рис.8 показано изменение твердости поверхности облученных лазером никелевых мишеней в вакууме в зависимости от плотности потока энергии. Уменьшение твердости с ростом плотности потока энергии может быть обусловлено термическим отжигом поверхностного слоя, а также осаждением аблированного материала и последующим отверждением. Кроме того, оно может быть связано с увеличением растягивающих остаточных напряжений, а также с формированием крупных кристаллитов. Микроструктурные дефекты (полости и трещины, см. рис.1), созданные в мишенях в процессе облучения, также могут быть ответственны за изменение микротвердости.

На рис.9 приведена зависимость твердости поверхности образцов Ni после облучения в атмосфере N<sub>2</sub> от плотности потока энергии. Монотонное увеличение твердости в этом случае может быть связано с диффузией N<sub>2</sub> в решетку по щелям, что приводит к уменьшению размера кристаллитов [47]. Это препятствует движению дислокаций и обеспечивает высокие прочность и твердость поверхностного слоя. Повторное заполнение трещин и по-

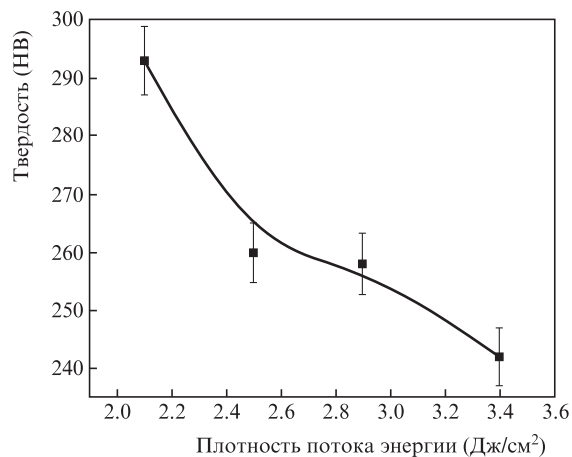


Рис.8. Зависимость твердости образцов Ni, облученных лазером в вакууме, от плотности потока лазерной энергии.

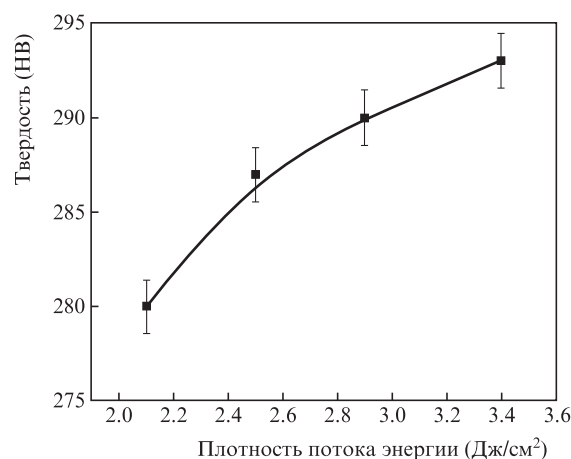


Рис.9. Зависимость твердости образцов Ni, облученных лазером в атмосфере N<sub>2</sub>, от плотности потока лазерной энергии.

лостей (см. рис.2,в,г) ответственно за увеличение твердости с ростом плотности потока энергии.

#### 4. Заключение

Исследовано влияние плотности потока энергии лазерного излучения после абляции Ni в вакууме и в атмосфере N<sub>2</sub> на поверхностные, структурные и механические свойства Ni. На основе анализа СЭМ-изображений показано, что лазерное облучение в вакууме приводит к формированию выступающих конических структур, ряби, зерен малого размера с четкими границами, полостей и трещин неправильной формы. При облучении в атмосфере N<sub>2</sub> формирующиеся конусы, рябь и зерна большого размера менее отчетливы. В тех же условиях исследованы спектры комбинационного рассеяния. В случае вакуумного окружения никаких полос комбинационного рассеяния не идентифицировано, а при облучении в атмосфере N<sub>2</sub> образуются нитриды и нитрооксиды. Рентгеновский дифракционный анализ показал, что при абляции Ni в вакууме новых фаз не образуется, тогда как в случае абляции Ni в атмосфере N<sub>2</sub> наблюдается фаза Ni<sub>3</sub>N. Обнаружено аномальное изменение амплитуды дифракционного пика (111), что связано с увеличением размера кристаллитов с ростом плотности потока энергии при абляции Ni в вакууме. При абляции Ni в атмосфере N<sub>2</sub> обнаружено уменьшение размера кристаллитов с ростом плотности потока энергии. Анализ микротвердости мишеней, подвергшихся воздействию в вакууме, показал ее уменьшение с ростом плотности потока энергии, а при воздействии в окружении N<sub>2</sub> наблюдался монотонный рост твердости с увеличением плотности потока энергии. Увеличение твердости материала, с учетом данных спектроскопии комбинационного рассеяния и РД, связано с диффузией N<sub>2</sub> через границы зерен.

Авторы благодарны Комиссии высшего образования Пакистана за финансовую поддержку проекта «Up Gradation of Laser Facilities at CASP, GCU». Авторы признательны директору CASP Riaz Ahmad за предоставление установки для РД, Muhammad Shahid Rafique и Waheed Anwar из отделения физики UET Lahore за предоставление установки для спектроскопии комбинационного рассеяния, а также д-ру Tauseef за доступ к установке СЭМ в CASP.

1. Yong T.K., Tan S.S., Nee C.H., Yap S.S., Kee Y.Y., Sáfrán G., Horváth Z.E., Moscatello J., Yap Y.K., Tou T.Y. *Mater. Lett.*, **66**, 280 (2012).
2. Bashir S., Rafique M.S., Husinsky W. *Nucl. Instrum. Methods B*, **275**, 1 (2012).
3. Kalsoom U., Bashir S., Ali N. *Surf. Coat. Technol.*, **235**, 297 (2013).
4. Dauscher A., Feregotto V., Cordier P., Thorny A. *Appl. Surf. Sci.*, **96-98**, 410 (1996).
5. Karimzadeh R., Anvari J.Z., Mansour N. *Appl. Phys. A*, **94**, 949 (2009).
6. Iyengar V.V., Nayak B.K., Gupta M.C. *Appl. Opt.*, **49**, 5983 (2010).
7. Duley W.W. *UV Lasers Effects and Applications in Materials Science* (New York: Cambridge University Press, 2006).
8. Henley S.J., Poa C.H.P., Adikaari A.A.D.T., Giusca C.E., Carey J.D., Silva S.R.P. *Appl. Phys. Lett.*, **84**, 4035 (2004).
9. Dan L., Ming Z.D. *Chin. Phys. Lett.*, **25**, 1368 (2008).
10. Корольков В.П., Ионин А.А., Кудряшов С.И., Селезнев Л.В., Синицын Д.В., Самсонов Р.В., Маслий А.И., Медведев А.Ж., Голденберг Б.Г. *Квантовая электроника*, **41**, 387 (2011).
11. Mahmood K., Farid N., Ghauri I.M., Afzal N., Idrees Y., Mubarik F.E. *Phys. Scr.*, **82**, 045606 (2010).
12. Lavis L., Jouvard J.M., Gallien J.P., Berger P., Grevey D., Naudy P. *Appl. Surf. Sci.*, **254**, 916 (2007).
13. Preuss S., Demchuk A., Stuke M. *Appl. Phys. A*, **61**, 33 (1995).
14. Zuhlke C.A., Anderson T.P., Alexander D.R. *Appl. Surf. Sci.*, **283**, 648 (2013).
15. Liu B., Hu Z., Che Y. *Appl. Phys. Lett.*, **90**, 044103 (2007).
16. Amoroso S., Bruzzese R., Wang X., Nedialkov N.N., Atanasov P.A. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **40**, 331 (2007).
17. Kolasinski K.W. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, **11**, 76 (2007).
18. Lu Y.F., Yu J.J., Choi W.K. *Appl. Phys. Lett.*, **71**, 3439 (1997).
19. Kerr N.C., Omar B.A., Clark S.E., Emmony D.C. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **23**, 884 (1990).
20. Stratakis E., Ranella A., Fotakis C. *Biomicrofluidics*, **5**, 013411 (2011).
21. Mansour N., Jamshidi-Ghaleh K., Ashkenasi D. *J. Laser Micro/Nanoeng.*, **1** (1), 12 (2006).
22. Zuhlke C.A., Anderson T.P., Alexander D.R. *Opt. Express*, **21** (7), 8460 (2013).
23. Oliveira V., Ausset S., Vilar R. *Appl. Surf. Sci.*, **255**, 7556 (2009).
24. Lu Q., Mao S.S., Mao X., Russo R.E. *Appl. Phys. Lett.*, **80**, 3072 (2002).
25. Yoo J.H., Jeong S.H., Greif R., Russo R.E. *J. Appl. Phys.*, **88**, 1638 (2000).
26. Yoo J.H., Jeong S.H., Mao X.L., Greif R., Russo R.E. *Appl. Phys. Lett.*, **76**, 783 (2000).
27. Bashir S., Vaheed H., Mahmood K. *Appl. Phys. A*, **110**, 389 (2013).
28. Ali N., Bashir S., Kalsoom U., Akram M., Mahmood K. *Appl. Surf. Sci.*, **270**, 49 (2013).
29. Hafeez S., Sheikh N.M., Rashid B., Baig M.A. *J. Appl. Phys.*, **103**, 083117 (2008).
30. Farid N., Bashir S., Mahmood K. *Phys. Scr.*, **85**, 01570200 (2012).
31. Mahmood K., Farid N., Ghauri I.M., Afzal N., Idrees Y., Mubarik F.E. *Phys. Scr.*, **82**, 045606 (2010).
32. Khan S., Bashir S., Hayat A., Khaleeq-ur-Rahman M., Faizan-ul-Haq. *Phys. Plasmas*, **20**, 073104 (2013).
33. Giacomo D.A., Dell'Aglio M., Gaudio R., Amoroso S., Pascale D.O. *Spectrochim. Acta, Part B*, **78**, 1 (2012).
34. Tognoni E., Palleschi V., Corsi M., Cristoforetti G. *Spectrochim. Acta, Part B*, **57**, 1115 (2002).
35. Farid N., Bashir S., Mahmood K. *Phys. Scr.*, **85**, 015702 (2012).
36. Chen Z., Qiang W., Ming Y., Baiquan T., Jianghong Y., Rupp R.A., Yaan C., Xu J. *Laser Part. Beams*, **13**, 1 (2013).
37. Ganeev R.A., Baba M., Ozaki T., Kuroda H. *J. Opt. Soc. Am. B*, **27**, 1077 (2010).
38. Harilal S.S., Bindhu C.V., Tillack M., Najmabadi F., Gaeris A. *J. Appl. Phys.*, **93**, 2380 (2003).
39. Bashir S., Farid N., Mahmood K., Rafique M.S. *Appl. Phys. A*, **107** (1), 203 (2012).
40. Knight K.A., Scherbarth N.L., Cremers D.A., Ferris M.J. *Appl. Spectrosc.*, **54**, 331 (2000).
41. Socrates G. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies* (England: John Wiley & Sons, 2010).
42. Cullity B.D. *Elements of X-ray Diffraction* (London: Addison-Wesley Publishing Company, 1978).
43. Cullity B.D., Stock S.R. *Elements of X-ray Diffraction* (New Jersey: Prentice Hall, 2001).
44. Juodkazis S., Nishimura K., Tanaka S., Misawa H., Gamaly E.G., Luther-Davies B., Hallo L., Nicolai P., Tikhonchuk V.T. *Phys. Rev. Lett.*, **96**, 166101 (2006).
45. Jelani M., Bashir S., Khaleeq-ur-Rehman M., Ahmad, R., Faizan-ul-Haq, Yousaf D., Akram M., Afzal N., Chaudhry M.U., Mahmood K., Hayat A., Ahmad S. *Eur. Phys. J. D*, **159**, 1 (2013).
46. Corengia P., Ybarra G., Moina C., Cabo A., Broitman E. *Surf. Coat. Technol.*, **200**, 2391 (2005).
47. Yousaf D., Bashir S., Akram M., Kalsoom U., Ali N. *Radiat. Eff. Defects Solids*, **169** (2), 1 (2013).