

Эволюция лазерного факела в процессе получения нанопорошка с использованием волоконного иттербиевого лазера

В.В.Осипов, Г.С.Евтушенко, В.В.Лисенков, В.В.Платонов, А.В.Подкин,
Е.В.Тихонов, М.В.Тригуб, К.В.Фёдоров

Исследована динамика лазерного факела с помощью скоростной съемки в собственном свете, а также теньевым способом с помощью лазерного монитора. Установлено, что лазерный факел, возникающий под действием импульса излучения волоконного иттербиевого лазера мощностью 670 Вт на мишени из $Nd:Y_2O_3$ с концентрацией Nd 1 мол.%, сначала является плазмой из пара материала мишени, а затем смесью из пара и капель. Первые капли в этой плазме появляются спустя ~ 200 мкс после образования лазерного факела, а через 400–500 мкс основная часть вещества удаляется именно в виде потока жидких капель. Обнаружено, что глубина лазерного кратера линейно зависит от длительности импульса излучения, указывая тем самым на отсутствие существенного экранирования лазерного излучения каплями расплава. Найдено, что чем выше прозрачность мишени, тем больше время запаздывания образования лазерного факела и больше его разброс. При этом иногда вместо образования лазерного факела наблюдается вспышка света внутри полупрозрачной мишени. Дано объяснение этим результатам.

Ключевые слова: лазерный факел, лазерный монитор, газофазный метод получения наночастиц, волоконный иттербиевый лазер.

1. Введение

Возможность получения с высокой производительностью нанопорошков оксидов методом лазерной абляции с помощью непрерывного CO_2 -лазера с мощностью излучения 4 кВт впервые обоснована в [1] и в дальнейшем развита в [2]. Этот метод заключается в испарении твердой мишени соответствующего состава излучением мощного лазера с последующей конденсацией пара в потоке буферного газа (воздуха). Перспективность такого подхода была подтверждена при использовании для этих целей импульсно-периодического CO_2 -лазера со средней мощностью излучения 600 Вт [3–5]. В ходе этих исследований были получены нанопорошки оксидов самых различных составов ($Y_2O_3:ZrO_2$ (YSZ), Al_2O_3 , $Nd:Y_2O_3$, $CeGdO$). При этом установлено, что порошки, синтезированные данным методом, имеют ряд уникальных достоинств: малые средние размеры наночастиц, узкое распределение их по размерам, слабая агломерация наночастиц, чистота, соответствующая чистоте исходного материала. В дальнейшем были исследованы динамика и спектр собственного свечения лазерного факела, позволившие определить тем-

пературу и состав факела [4–7], влияние состава и давления буферного газа на характеристики нанопорошков и производительность их получения, а также на энергетическую эффективность такого подхода [2, 3, 8]. В результате был создан метод, дающий возможность получать нанопорошки, состоящие из частиц практически сферической формы. При испарении мишеней из тугоплавких оксидов излучением импульсно-периодического CO_2 -лазера в потоке воздуха атмосферного давления среднеарифметический размер наночастиц равен 10–15 нм. Функция распределения наночастиц по размерам имеет сильно асимметричный вид и близка к логарифмически-нормальной, ее ширина составляет 35–40 нм. Путем варьирования сорта и давления буферного газа, а также режима работы лазера (непрерывный или импульсно-периодический) удается изменять средний размер получаемых частиц в пределах 7–40 нм. Производительность получения нанопорошков зависит от теплофизических свойств материала мишени, средней мощности лазерного излучения и может достигать 100 г/ч [1]. Затраты энергии лазерного излучения при этом составляют $\sim 7.5\text{--}24$ Вт·ч·г⁻¹ [3].

Нанопорошки на основе Y_2O_3 и Al_2O_3 нашли применение для синтеза высокопрозрачных керамик, являющихся активными элементами твердотельных лазеров [9], а наночастицы YSZ и CeGdO используются для создания топливных элементов на твердых электролитах [10].

В последнее время для испарения мишеней начали использовать мощные непрерывные волоконные иттербиевые лазеры [11–15], КПД которых значительно больше, чем у CO_2 -лазера и достигает 25%–30%. Однако физические процессы воздействия излучения CO_2 - и волоконного лазеров на мишени из оксида иттрия существенно различаются из-за того, что в процессе получения наночастиц в ряде случаев поверхность мишени покрывается оплавленным слоем [12, 13, 15], который прозрачен на длине волны излучения волоконного лазера (1.07 мкм) и непрозрачен для излучения CO_2 -лазера (10.6 мкм).

В.В.Осипов, В.В.Платонов, А.В.Подкин, Е.В.Тихонов. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амундсена, 106; e-mail: platonov@iep.uran.ru

Г.С.Евтушенко. Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, 634050 Томск, просп. Ленина, 30

В.В.Лисенков. Институт электрофизики УрО РАН, Россия, 620016 Екатеринбург, ул. Амундсена, 106; Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина, Россия, 620002 Екатеринбург, ул. Мира, 19

М.В.Тригуб, К.В.Фёдоров. Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, 634050 Томск, просп. Ленина, 30; Институт оптики атмосферы им. В.Е.Зуева СО РАН, Россия, 634055 Томск, пл. Акад. Зуева, 1

Поступила в редакцию 22 июня 2016 г., после доработки – 1 августа 2016 г.

В связи с этим в [13] был предложен механизм начальной стадии воздействия лазерного излучения на полупрозрачные мишени. Согласно этому механизму поглощение излучения происходит глубоко внутри мишени на дефектах кристаллической структуры материала, которые в результате поглощения нагреваются, причем передняя по отношению к лазерному пучку область нагревается больше. Вследствие резкой температурной зависимости коэффициента поглощения лазерного излучения образуется тепловая волна, которая начинает распространяться от дефекта к поверхности мишени по оси лазерного пучка. В дальнейшем возможны два варианта. Если температура в волне достигнет температуры плавления с возникновением скачка давления, то передняя поверхность мишени должна отколоться. Если нет, то по приходу волны к поверхности мишени происходит ее нагрев вплоть до плавления и испарения материала, причем отколы поверхности мишени вокруг кратера наблюдались в экспериментах [13]. Кроме того, в [15] на основании косвенных данных было предположено, что значительная часть материала удаляется из мишени не путем испарения, а за счет разбрызгивания из кратера капель жидкого расплава. Образование на мишени полупрозрачного оплава и разбрызгивание капель могут являться причинами образования очень неровного рельефа на поверхности мишени из Y_2O_3 , активированного Nd ($Nd:Y_2O_3$), по мере ее испарения и двукратного снижения производительности получения нанопорошка и его массового выхода [14]. В то же время при испарении мишени излучением импульсно-периодического CO_2 -лазера производительность получения этого нанопорошка не снижается. В результате при одинаковой средней мощности излучения (600 Вт) производительность получения нанопорошка $Nd:Y_2O_3$ с помощью CO_2 -лазера в среднем оказывается в 1.4 раза больше, чем с помощью волоконного лазера [14].

Однако для экспериментального обоснования упомянутого выше механизма разрушения полупрозрачной мишени из $Nd:Y_2O_3$ излучением волоконного лазера необходимо обнаружить разлет крупных частиц в момент образования лазерного факела либо зарегистрировать свечение внутри мишени, возникающее при формировании тепловой волны. С технологической точки зрения важно знать, когда происходит переход от испарения мишени в основном в виде пара к капельной абляции. При правильном выборе длительности импульса излучения это позволит уменьшить содержание крупных частиц в нанопорошке, а также повысить производительность получения и массовый выход порошка.

В связи с этим целью настоящей работы являлось исследование динамики лазерного факела, образующегося при воздействии импульса излучения волоконного итербиевого лазера на мишени из $Nd:Y_2O_3$, YSZ и графита, путем скоростной покадровой съемки в собственном свете и с помощью лазерного монитора [16], а также фотографирования свечения внутри полупрозрачной мишени из $Nd:Y_2O_3$.

2. Экспериментальная установка

Схемы использованных нами экспериментальных установок приведены на рис.1. Для испарения мишеней применялся волоконный итербиевый лазер ЛС-07Н (НТО «ИРЭ-Полус», Фрязино), который может генерировать излучение на длине волны $\lambda = 1.07$ мкм в непрерывном ре-

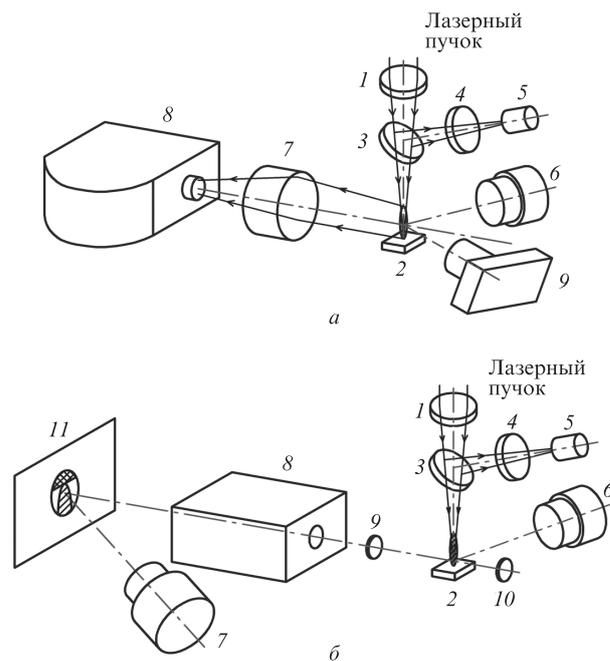


Рис.1. Схемы экспериментальных установок для скоростной съемки разлета лазерного факела в собственном свечении (а) и с помощью лазерного монитора (б). Обозначения элементов установок приведены в тексте.

жиме с мощностью до 700 Вт или в импульсном режиме с мгновенной мощностью до 720 Вт. В наших экспериментах одиночные прямоугольные импульсы этого лазера длительностью 50–4000 мкс фокусировались на мишень 2 с помощью кварцевой линзы 1. Ее фокусное расстояние F почти во всех экспериментах было равно 400 мм. В некоторых опытах мы фокусировали излучение на мишень линзой с $F = 200$ мм. Ниже будут специально оговариваться случаи ее использования в экспериментах. Мишень устанавливалась таким образом, чтобы ее поверхность располагалась в середине перетяжки лазерного пучка. Лазерное пятно на мишени имело форму круга с диаметром 250 или 430 мкм в зависимости от фокусного расстояния линзы. Распределение интенсивности излучения в пятне было близким к гауссову. Для измерения формы импульсов устанавливалась кварцевая пластина 3, которая отражала часть пучка сквозь фильтр 4 на pin-фотодиод SFN2500FA 5. Мгновенная мощность излучения импульса на выходе лазера составляла 720 Вт. С учетом частичного отражения излучения от пластины 3 мощность излучения на мишени была равна 670 Вт, а усредненная по пятну плотность мощности излучения I составляла 1.4 МВт/см² (линза с $F = 200$ мм) или 0.46 МВт/см² (линза с $F = 400$ мм). После каждого импульса излучения мишень передвигалась. Свечение лазерного факела в видимом свете регистрировалось с помощью фотоэлемента ФЭК-22 СПУ-М 6. Его выходной сигнал и сигнал с pin-фотодиода измерялись цифровыми осциллографами Tektronix TDS520A и TDS5034B. Для скоростной съемки факела в собственном свете использовалась фотоустановка ВФУ-1 (8, рис.1,а) с дополнительным объективом (7, рис.1,а), которая позволяла регистрировать 49 последовательных изображений за один импульс излучения лазера. Интервал между соседними кадрами в зависимости от длительности импульсов излучения волоконного лазера составлял от ~5 до ~36 мкс. Для регистрации изображений, по-

лучаемых на фотоустановке, использовалась черно-белая фотопленка ILFORD DELTA с чувствительностью 400 единиц ISO в спектральном диапазоне 400–665 нм. Кроме того, лазерный факел фотографировался фотоаппаратом CANON 350D (9, рис.1,а).

Высокая интенсивность собственного свечения лазерного факела затрудняет детальное изучение разбрызгивания крупных капель из устья кратера. Это удалось сделать с помощью активной оптической системы – лазерного монитора на основе CuBr-лазера (рис.1,б), работа которого подробно описана в [16]. В наших экспериментах он использовался следующим образом. Активный элемент на парах CuBr (8, рис.1,б) одновременно генерировал на двух длинах волн (578.2 и 510.6 нм) импульсы сверхизлучения длительностью 40 нс с частотой следования ~ 22 кГц. Средняя мощность сверхизлучения была равна 0.3 Вт. Излучение проходило сквозь линзу (9, рис.1,б) и частично рассеивалось лазерным факелом. Затем прошедшее сквозь него сверхизлучение частично отражалось назад от полированной стеклянной пластины или листа белой бумаги (10, рис.1,б), снова рассеивалось лазерным факелом и опять проходило сквозь усиливающую среду активного элемента (8, рис.1,б). С другой стороны активного элемента располагался экран (11, рис.1,б), на котором с помощью линзы (9, рис.1,б) строилось усиленное по яркости теневое изображение лазерного факела. На экране изображение факела в собственном свете имеет по сравнению с его теневым изображением несоизмеримо меньшую яркость, поскольку ширины полос усиления активной среды на парах CuBr очень малы (менее 0.005 нм). Построенное на экране изображение лазерного факела регистрировалось скоростной видеокамерой FastCam HiSpec 1 (7, рис.1,б) с интервалом между кадрами 88 мкс.

Нами исследовались мишени из Nd:Y₂O₃ с разной плотностью и степенью прозрачности. Первый тип мишени – это таблетки из спрессованного и спеченного порошка с размером частиц 1–10 мкм. Ее относительная плотность ρ_{rel} (относительно плотности монокристалла Y₂O₃) составляет 51%. Показатель поглощения α лазерного излучения с $\lambda = 1.07$ мкм данной мишенью составляет $1.7 \times 10^3 \text{ см}^{-1}$, что соответствует глубине проникновения излучения в мишень ~ 6 мкм. Поэтому такую мишень можно условно назвать «непрозрачной». Другой тип мишени представлял собой образцы керамики, спеченной из нанопорошка с ρ_{rel} около 100%. Показатель поглощения данных образцов варьировался в пределах $\alpha = 13\text{--}23 \text{ см}^{-1}$, что соответствует глубине проникновения излучения 430–770 мкм. Эти керамические образцы условно назовем «полупрозрачными». Способы приготовления мишеней обоих типов приведены в [14, 15].

Нами исследовались также непрозрачные мишени из YSZ (концентрация Y₂O₃ 8.5 вес.%) с $\rho_{\text{rel}} \approx 50\%$. В ряде опытов испарению подвергался пиролитический графит марки МПГ.

Глубина и форма кратеров, образующихся в мишенях под действием излучения волоконного лазера, измерялась с помощью оптического микроскопа Olympus BX51.

3. Результаты экспериментов и их обсуждение

На начальном этапе исследовалось поведение во времени интегрального свечения лазерного факела. Полученные с помощью фотозлемента ФЭК-22 СПУ-М данные приведены на рис.2. Видно, что характер изменения во

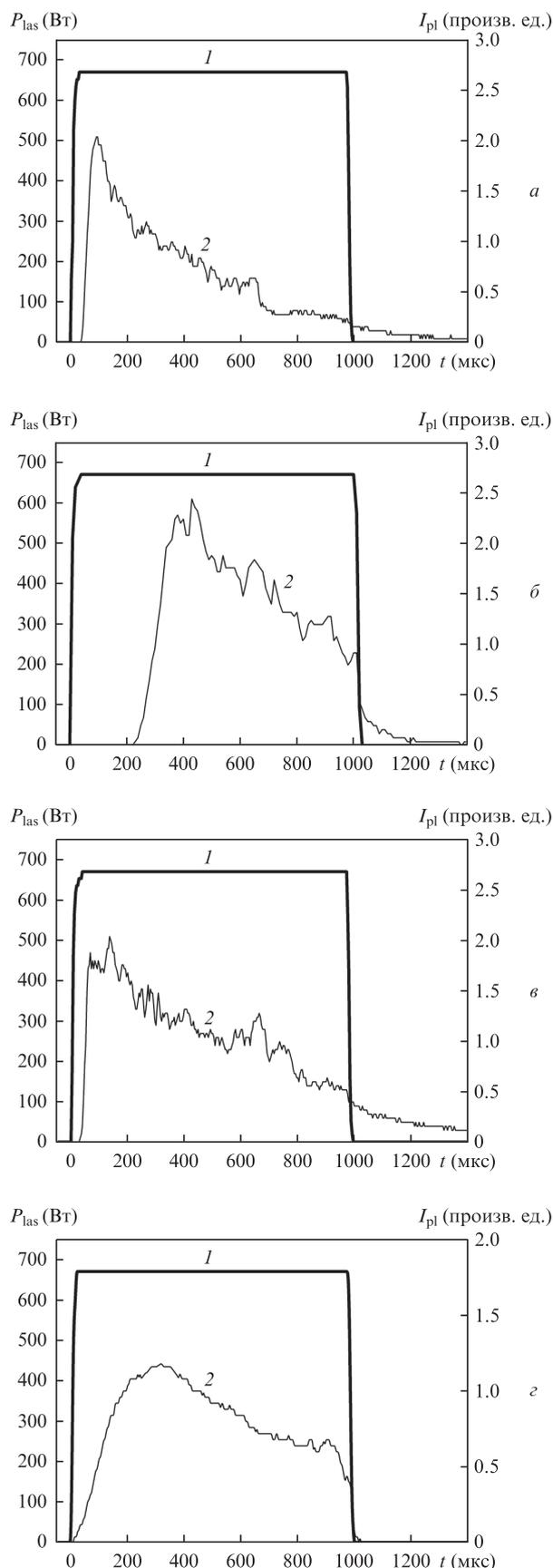


Рис.2. Осциллограммы импульса излучения волоконного лазера P_{las} (1) и интенсивности свечения лазерного факела I_{pl} (2), образующегося при испарении непрозрачной (а) и полупрозрачной ($\alpha \approx 21.8 \text{ см}^{-1}$) (б) мишеней из Nd:Y₂O₃, а также мишеней из YSZ (в) и графита (з).

времени свечения факела при испарении непрозрачных мишеней из $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3$ или YSZ оказался примерно одинаковым (рис.2,а и в). В таких случаях интенсивность свечения лазерного факела достигает максимума в течение ~ 100 мкс после начала лазерного импульса. Затем наблюдается снижение яркости факела, хотя мощность лазерного излучения в течение импульса не изменяется. После прекращения действия излучения на мишень на осциллограмме остается «хвост» послесвечения длительностью более 400 мкс, обусловленный свечением капель расплава, как это будет показано далее.

При воздействии на более плотную полупрозрачную керамическую мишень из $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3$ характер осциллограмм свечения лазерного факела практически не меняется. Отличия заключаются в увеличении задержки появления свечения факела относительно начала лазерного импульса и длительности фронта нарастания свечения. Это легко объяснить, если учесть, что лазерное излучение в такой полупрозрачной мишени первоначально поглощается расположенным внутри нее на глубине в десятки–сотни микрометров дефектом структуры, в результате чего образуется тепловая волна [13]. Она должна достичь поверхности мишени, чтобы образовался лазерный факел. Этим и объясняется увеличение задержки образования лазерного факела по сравнению со случаем непрозрачной мишени, в которой излучение волоконного лазера поглощается в приповерхностном слое толщиной ~ 6 мкм.

Кроме того, на всех указанных выше осциллограммах свечения факела наблюдаются флуктуации его интенсивности, хотя мгновенная мощность лазерного излучения остается неизменной. Наиболее вероятной причиной этого является переход от абляции путем испарения к парокпельной абляции, при которой экранирование излучения каплями ведет к изменению его интенсивности в фокальном пятне.

Капли должны отсутствовать при использовании в качестве мишени графита, поскольку он переходит в паровую фазу путем возгонки без образования расплава. Действительно, в этом случае на осциллограмме (рис.2,з) видны следующие особенности. Время запаздывания появления факела минимально, свечение лазерного факела прекращается фактически в момент окончания лазерного импульса, нарастание интенсивности свечения происходит за большее время. И наконец, самое важное – осциллограмма является достаточно гладкой, без ярко выраженных выбросов, а некоторые ее искажения, по-видимому, обусловлены малым отношением сигнал/шум из-за намного меньшей яркости лазерного факела от графитовой мишени по сравнению с мишенями из оксидов.

Наибольшие трудности вызывает объяснение причин снижения яркости лазерного факела через 100–300 мкс после его образования при испарении всех мишеней (рис.2). Это может быть вызвано уменьшением температуры в устье лазерного кратера и, как следствие, температуры лазерного факела в целом. Кроме того, снижение интенсивности свечения может быть обусловлено увеличением глубины кратера в процессе действия лазерного импульса и экранированием части излучения разбрызгивающимися каплями. Для выяснения этого вопроса исследовалась зависимость глубины кратера от длительности импульса лазерного излучения при неизменной его пиковой мощности. Это позволило установить, при какой глубине кратера и длительности импульса излучение перестает

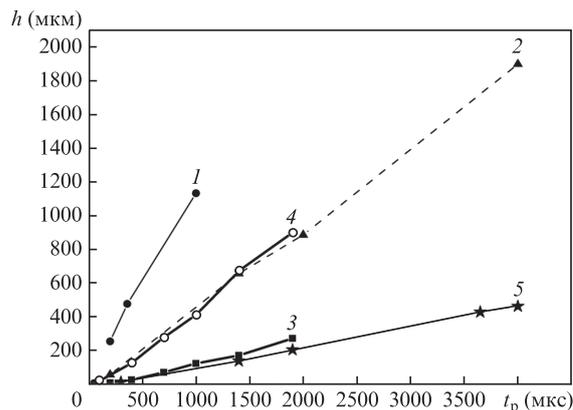


Рис.3. Зависимости от длительности t_p импульсов лазерного излучения средней глубины кратеров h , образующихся в непрозрачной (1, 2) и полупрозрачной (3, 4; $\alpha = 21.8 \text{ см}^{-1}$) мишенях из $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3$, а также в графите (5). Мгновенная мощность импульсов на мишени 670 Вт, фокусное расстояние линзы 200 мм (1, 4; $I = 1.4 \text{ МВт/см}^2$) и 400 мм (2, 3, 5; $I = 0.46 \text{ МВт/см}^2$).

достигать дна, поглощаясь и рассеиваясь на каплях. Данные для мишеней из $\text{Nd}:\text{Y}_2\text{O}_3$ с различной прозрачностью приведены на рис.3. Для учета статистического разброса были измерены и усреднены глубины пяти–десяти кратеров, образовавшихся при одних и тех же условиях облучения. Для повышения достоверности исследования выполнялись на мишенях с различной прозрачностью, а также при разных плотностях мощности излучения, что реализовывалось за счет использования линз с различными фокусными расстояниями.

Сопоставление полученных результатов показывает, что глубина кратера в непрозрачной мишени в среднем оказывается примерно в три раза больше, чем в полупрозрачной мишени. Например, при длительности импульсов 1.9 мс и использовании линзы с $F = 400$ мм глубина кратера в непрозрачной мишени достигает ~ 900 мкм, а в полупрозрачной с показателем поглощения $\alpha = 21.8 \text{ см}^{-1}$ – только 280 мкм. Столь большое различие объясняется несколькими причинами. Во-первых, относительная плотность непрозрачной мишени в два раза меньше, чем полупрозрачной, т.е. удаление одного и того же количества материала приводит к различию глубин кратера в два раза. Во-вторых, при испарении полупрозрачной мишени лазерное излучение первоначально проникает в мишень на большую глубину, что вызывает необходимость затраты большей энергии до того, как мишень начнет испаряться. Нетрудно заметить, что независимо от прозрачности мишени при фокусировке излучения в пятно диаметром 250 мкм ($I = 1.4 \text{ МВт/см}^2$) на мишени образуются в среднем в три–четыре раза более глубокие кратеры, чем в случае пятна с большим диаметром (430 мкм) и меньшей плотностью мощности излучения в нем ($I = 0.46 \text{ МВт/см}^2$).

Полученные данные убедительно показывают, что независимо от интенсивности излучения и плотности мишени во всем исследованном диапазоне зависимость глубины кратера от длительности импульса излучения имеет линейный характер. Отсутствуют какие-либо перегибы, указывающие на ускорение выхода материала из мишени в результате изменения механизма абляции. Это означает, что температура расплава в кратере в течение действия импульса не уменьшается, а разбрызгивающиеся из кратера капли не препятствуют поступлению энергии лазерного излучения в мишень. Следовательно, одной из

основных причин снижения интенсивности свечения лазерного факела является снижение плотности мощности лазерного излучения на наклонных стенках кратера по мере его углубления, что приводит к уменьшению потока испаренного вещества. Это подтверждается тем, что при испарении графита спустя ~400 мкс после образования факела тоже наблюдается снижение яркости его свечения. При этом также образуются кратеры глубиной до 460 мкм (длительность импульса 4 мс, $I = 0.46 \text{ МВт/см}^2$) и зависимость данного параметра от длительности лазерного импульса является линейной. Таким образом, путем анализа только динамики яркости свечения лазерного факела и глубин образующихся в мишени из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ кратеров не удалось однозначно определить момент времени, когда удаление вещества за счет разбрызгивания капель начинает преобладать над его испарением. Это стало еще одной из причин исследования динамики лазерного факела методами скоростной съемки.

На рис.4 приведены полученные с помощью фотоустановки ВФУ-1 негативные изображения лазерных факелов, возникших в процессе воздействия лазерного импульса на мишени из различных материалов. Время на этих кинограммах для удобства отсчитывается от момента возникновения лазерного факела. В частности, на рис.4,а показаны фотографии лазерного факела для случая непрозрачной мишени из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$. Этот случай реализуется при получении нанопорошка, когда мишень еще не успела покрыться оплавленным слоем. Здесь разрушение мишени начинается через 36 мкс после начала лазерного импульса, в течение которого излучение плавит вещество мишени и доводит его до кипения (для Y_2O_3 температура кипения $T_{\text{boil}} = 4300^\circ\text{C}$ [17]). После начала испарения над поверхностью мишени появляется светящийся столб пара, высота которого сначала увеличивается и через 178 мкс после появления лазерного факела достигает максимальной величины, равной ~12 мм. В течение последующих

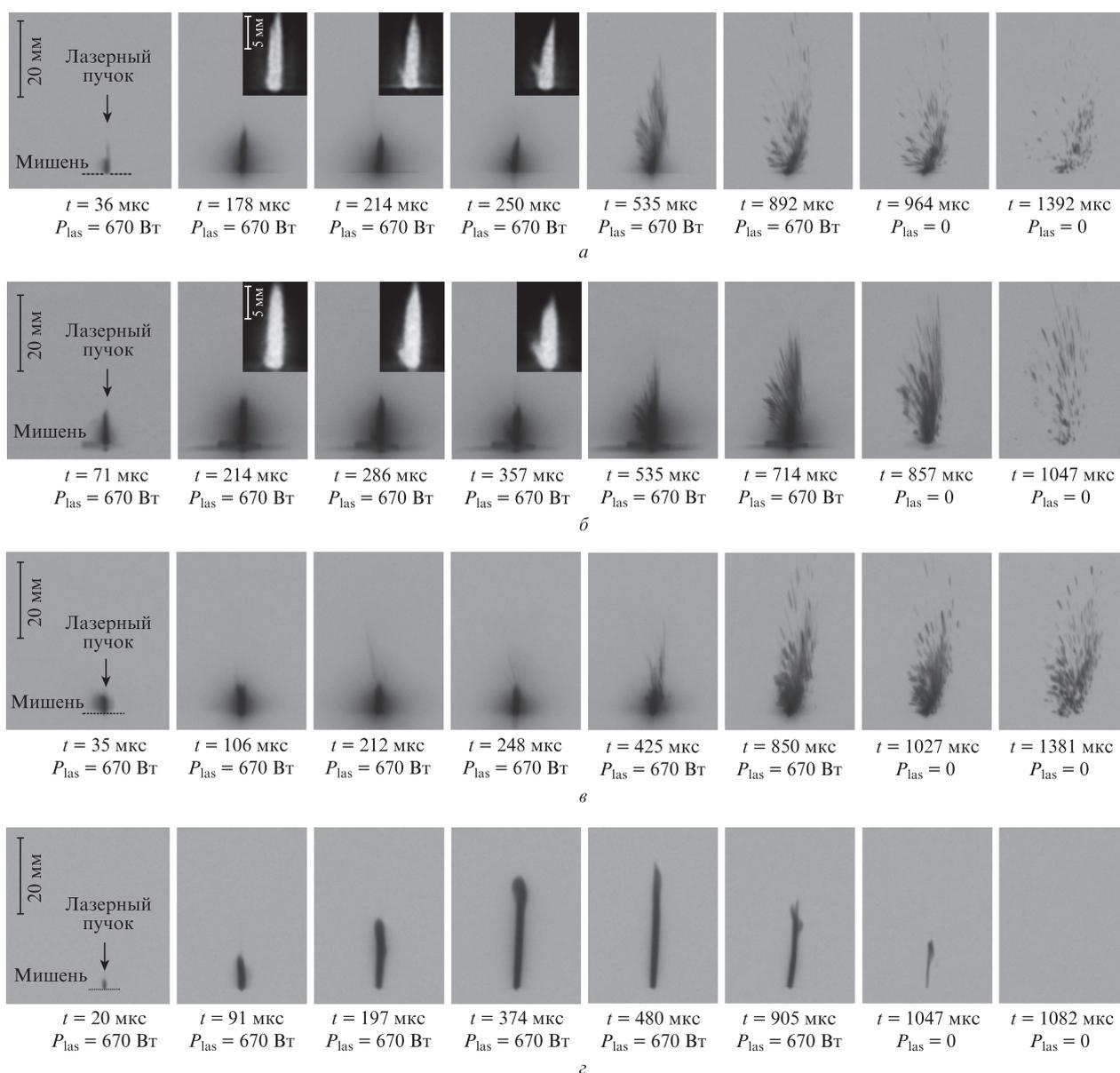


Рис.4. Фотографии в собственном свете лазерного факела, образовавшегося при испарении непрозрачной (а) и полупрозрачной ($\alpha = 21.8 \text{ см}^{-1}$) (б) мишеней из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$, а также мишеней из YSZ (в) и графита (г) импульсом излучения длительностью 1.0 мс. Время t отсчитывается от момента появления факела. Задержка появления факела относительно начала лазерного импульса $t_{\text{del}} = 38$ (а), 285 (б), 28 (в) и 8 мкс (г); P_{las} – мгновенная мощность излучения волоконного лазера.

72 мкс, несмотря на неизменную мгновенную мощность лазерного излучения, высота столба несколько уменьшается (до 10 мм). В первые ~ 200 мкс после образования лазерного факела его форма (в виде столба) и динамика качественно совпадают с наблюдавшимися в [4, 7] при испарении в воздухе мишеней из YSZ и Nd:YAG импульсом излучения CO₂-лазера с длительностью 330 мкс и интенсивностью $I = 1 - 1.3$ МВт/см². В этих работах установлено, что свечение столба обусловлено свечением пара радикалов YO, ZrO, AlO и NdO с температурой у поверхности мишени ~ 4300 °С. При конденсации этого пара и образуются наночастицы. Следует ожидать, что и в наших экспериментах свечение лазерного факела на этой стадии вызвано свечением радикалов YO и NdO. Однако через ~ 200 мкс после начала испарения мишени излучением волоконного лазера факел начинает развиваться иначе, чем в случае CO₂-лазера. При этом на фотографиях лазерного факела появляется множество треков, обусловленных разлетом крупных объектов. Проведенный нами ранее анализ содержимого испарительной камеры при синтезе нанопорошка [13] показал, что такими объектами в большинстве случаев являются именно капли расплава. В той же работе приведена функция распределения капель по размерам. Через ~ 500 мкс от начала испарения мишени лазерный факел состоит преимущественно из капель, а доля светящихся паров существенно снижается.

Представляет интерес выяснить, когда начинают вылетать из образующегося кратера первые крупные объекты, но высокая яркость свечения парового столба на фотографиях факела (рис.4) мешает это сделать. Поэтому несколько фотографий были подвергнуты дополнительной цифровой обработке и представлены на вставках на рис.4,а в увеличенном виде. На фотографии, соответствующей моменту времени $t = 214$ мкс, хорошо виден трек какого-то крупного объекта, который вылетел из кратера и находится недалеко от его устья. Однако на предыдущей фотографии, соответствующей моменту $t = 178$ мкс, его еще нет. Как уже было сказано выше, эти крупные объекты, по всей вероятности, являются каплями жидкого расплава размером в несколько десятков (вплоть до сотни) микрометров [13], которые разбрызгиваются из кратера под действием давления пара. С течением времени количество вылетевших из кратера капель только увеличивается. На сделанных после момента времени $t = 535$ мкс фотографиях видно, что большая часть вещества начинает удаляться из кратера путем разбрызгивания капель, а не их испарения. После окончания лазерного импульса светящиеся капли видны на фотографиях в течение еще ~ 400 мкс, что объясняет длительное послесвечение факела на осциллограмме (рис.2,а). Разлет множества жидких капель происходит и при воздействии импульса излучения волоконного лазера на полупрозрачную мишень из Nd:Y₂O₃ с показателем поглощения $\alpha = 21.8$ см⁻¹ на длине волны 1.07 мкм (рис.4,б), а также на мишень из YSZ (рис.4,в). При испарении полупрозрачного оксида иттрия треки разлетающихся первых капель отчетливо появляются около устья кратера на фотографии, экспонированной в момент времени $t = 286$ мкс. Капли образуются также при фокусировке лазерного излучения с помощью линзы с $F = 200$ мм на мишени из YSZ, полупрозрачные и непрозрачные мишени из Nd:Y₂O₃, а также на кусочек непрозрачной мишени из Nd:Y₂O₃, покрытого полупрозрачным оплавленным слоем.

В то же время разлет крупных частиц при испарении в тех же условиях графитовой мишени не наблюдался (рис.4,г). В этом случае лазерный факел состоит только из столба пара, который спустя 480 мкс после его образования достигает максимальной высоты – 32 мм. Отсутствие разлетающихся капель мы связываем с тем, что графит при атмосферном давлении и температуре 4200 °С возгорается без образования жидкого расплава [17]. Это подтверждает наше представление о том, что наблюдаемые при испарении мишеней из Nd:Y₂O₃ и YSZ крупные частицы являются именно каплями жидкого расплава, которые разбрызгиваются из кратера под действием давления пара.

Кроме того, полученные экспериментальные результаты, на первый взгляд, указывают на отсутствие крупных осколков, которые откалывались бы от поверхности мишени в момент образования лазерного факела и затем разлетались бы в воздух. Отметим также, что отсутствие перегиба в зависимости глубины кратера от длительности импульса лазерного излучения обусловлено ранним переходом от паровой к парок капельной абляции и малым количеством материала, испаряемого в виде пара.

Установление момента появления крупных частиц и жидких капель является принципиальным результатом настоящей работы. Однако из-за слишком яркого свечения пара радикалов на фотографии, сделанных в собственном свете, наблюдаются только за пределами парового столба, а также после его исчезновения. В этих условиях невозможно точно определить момент образования первых капель и тем более обнаружить отрыв и разлет осколков мишени в момент образования лазерного факела.

Однозначно можно обнаружить разлет твердых частиц на начальной стадии, подавив сильную засветку от свечения пара и сфотографировав их тени с помощью монохроматического и интенсивного излучения другого лазера. Это было сделано при использовании лазерного монитора [16] для скоростной видеосъемки лазерного факела. На рис.5,а показаны фотографии факела, образовавшегося при испарении полупрозрачной мишени из Nd:Y₂O₃ с показателем поглощения $\alpha \approx 30.7$ см⁻¹. Они представляют собой теневые изображения лазерного факела, а его собственное свечение на них отсутствует. На фотографиях хорошо видно, что в зоне, освещенной пучком излучения CuBr-лазера, сначала появляется протяженный столб пара. Его высота увеличивается, и через 277 мкс после образования столба его верхний край выходит за пределы поля зрения лазерного монитора (9.5×6.7 мм). В этот момент возле самого устья кратера можно разглядеть первую крупную каплю, которая вылетела из кратера под действием давления пара. Затем, несмотря на неизменную мощность излучения волоконного лазера, изображение столба начинает уменьшаться в размерах и исчезает совсем к моменту времени $t = 717$ мкс. Одновременно увеличивается и число разлетающихся капель. Была подсчитана начальная скорость разлета некоторых из них. Для разных капель она составляла 12–60 м/с. Зная скорость самой первой вылетевшей из кратера капли (23 м/с), можно оценить, что она покинула кратер через ~ 200 мкс после появления лазерного факела. Аналогичная картина наблюдалась и при испарении в тех же условиях непрозрачной мишени из Nd:Y₂O₃ (рис.5,б). Оценки показывают, что разлет первых капель начинается через 150 мкс,

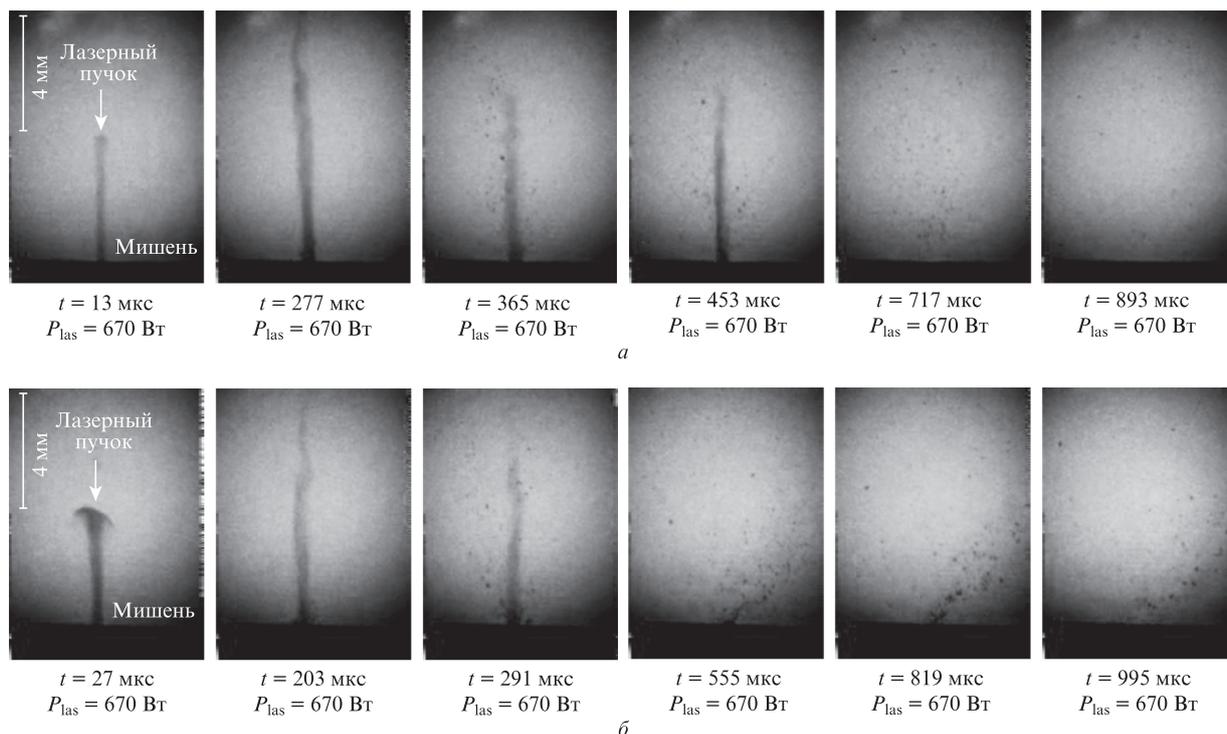


Рис.5. Полученные с помощью лазерного монитора фотографии лазерного факела, образовавшегося при испарении полупрозрачной ($\alpha \approx 30.7 \text{ см}^{-1}$) (а) и непрозрачной (б) мишеней из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ импульсом излучения длительностью 1400 мкс (время t отсчитывается от момента появления факела, P_{las} – мгновенная мощность излучения волоконного лазера).

т.е. несколько раньше, чем при испарении полупрозрачной мишени. Это объясняется меньшей относительной плотностью непрозрачной мишени и, следовательно, более быстрым образованием кратера. Полученные в этом эксперименте данные о начале разлета первых крупных капель хорошо согласуются с результатами скоростной съемки лазерного факела в собственном свете.

Полученные с помощью лазерного монитора фотографии процесса абляции излучением волоконного лазера полупрозрачной мишени из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ прямо указывают на то, что в момент возникновения лазерного факела крупные частицы с размерами в десятки и сотни микрометров не образуются и не разлетаются в воздух. Это вызывает сомнение в правомерности механизма тепловых волн [13], казалось бы достаточно убедительно объясняющих необычное разрушение мишени. Однако сильная зависимость времени запаздывания появления лазерного факела t_{del} от показателя поглощения излучения в мишени и огромный его статистический разброс хорошо объясняются только с помощью этого механизма. Действительно, при $\alpha = 21.1 \text{ см}^{-1}$ полученный нами диапазон $\Delta t_{\text{del}} = 20 - 1000 \text{ мкс}$, а при $\alpha = 1700 \text{ см}^{-1}$ имеем $\Delta t_{\text{del}} = 11 - 57 \text{ мкс}$, что обусловлено, согласно действию этого механизма, разной глубиной расположения дефектов.

С целью подтверждения существования указанного механизма проводилась визуализация тепловой волны в полупрозрачной мишени из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$. Для этого край образца керамики толщиной 2 мм полировался. Тепловую волну удалось зафиксировать при съемке фотоаппаратом процесса воздействия излучения лазера на полупрозрачную мишень из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ (рис.6). Видно, что свечение начинается на глубине 1.0–1.2 мм и светящийся канал простирается до поверхности мишени. Очевидно, что энергия излучения, вводимая в мишень, достаточна для формирования световой вспышки внутри распространяющейся тепловой

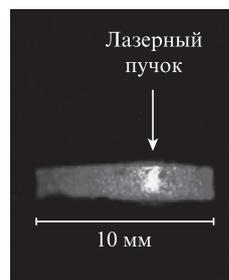


Рис.6. Фотография свечения тепловой волны в полупрозрачной мишени из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ ($\alpha = 21.6 \text{ см}^{-1}$).

волны, но недостаточна для доведения температуры в ней до температуры плавления материала и, как следствие, для механического откола передней поверхности мишени. Отсутствие лазерного факела на этой фотографии говорит о том, что лазерный импульс в данном случае закончился раньше, чем начала испаряться поверхность мишени. Наблюдаемые в устье некоторых кратеров отколы поверхности, очевидно, обусловлены другими механизмами, возможно значительным температурным градиентом вблизи кратера. Объяснение их появления требует дополнительных исследований.

4. Заключение

В ходе исследований динамики лазерного факела, возникающего под действием импульса излучения волоконного иттербиевого лазера с мощностью 670 Вт и длительностью 50–4000 мкс, сфокусированного на полупрозрачные (из $\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$) и непрозрачные ($\text{Nd:Y}_2\text{O}_3$ или YSZ с концентрацией Y_2O_3 8.5 вес.%) мишени, установлено следующее. Лазерный факел на начальном этапе является столбом пара материала мишени, в который спустя

~200 мкс из образующегося кратера начинают разбрызгиваться капли расплава размером более 10 мкм. Их количество со временем увеличивается, и спустя еще ~500 мкс лазерный факел состоит в основном именно из капель. Показано, что зависимость глубины кратера от мощности излучения лазера имеет линейный характер, указывая тем самым на отсутствие существенного экранирования лазерного излучения каплями расплава. Таким образом, при длительности импульсов лазерного излучения более 500–700 мкс основная доля материала удаляется из мишени путем разбрызгивания капель расплава, а доля пара при этом оказывается малой. Естественно, что для существенного увеличения доли пара необходимо прекратить воздействие лазерного излучения на мишень до того момента, когда из кратера начнут разбрызгиваться крупные капли. Это условие будет выполняться при длительности лазерных импульсов менее 200 мкс.

В полупрозрачной мишени из Nd:Y₂O₃ с концентрацией Nd 1 мол.% обнаружен светящийся канал, появление которого связано с движением вдоль лазерного пучка тепловой волны от первоначально поглощающего излучение дефекта кристаллической структуры к поверхности мишени. Вводимая в канал энергия излучения лазера достаточна для образования свечения, но недостаточна для плавления материала в нем. Это объясняет отсутствие скачка давления в канале и, как следствие, отсутствие механического разрушения поверхности мишени и крупных частиц на фотографиях, сделанных в момент образования факела.

Настоящая работа выполнена при частичной поддержке грантов РФФИ №13-08-00529-а и 14-08-00181-а, а также в рамках темы государственного задания №0389-2014-0027. Разработка лазерного монитора для съемки факела выполнена в рамках гранта РФФИ №14-19-00175.

1. Müller E., Oestreich Ch., Popp U., Michel G., Staupendahl G., Henneberg K.-H. *KONA Powder and Particle J.*, **13**, 79 (1995).
2. Kurland H.-D., Grabow J., Muller F.A. *J. Eur. Ceram. Soc.*, **31**, 2559 (2011).
3. Osipov V.V., Kotov Yu.A., Ivanov M.G., Samatov O.M., Lisenkov V.V., Platonov V.V., Murzakayev A.M., Medvedev A.I., Azarkevich E.I. *Laser Phys.*, **16** (1), 116 (2006).
4. Osipov V.V., Solomonov V.I., Platonov V.V., Snigireva O.A., Lisenkov V.V., Ivanov M.G. *Laser Phys.*, **16** (1), 134 (2006).
5. Осипов В.В., Соломонов В.И., Платонов В.В., Снигирева О.А., Иванов М.Г., Лисенков В.В. *Квантовая электроника*, **35**, 467 (2005).
6. Осипов В.В., Соломонов В.И., Платонов В.В., Снигирева О.А., Иванов М.Г., Лисенков В.В. *Квантовая электроника*, **35**, 633 (2005).
7. Осипов В.В., Платонов В.В., Лисенков В.В. *Квантовая электроника*, **39**, 541 (2009).
8. Osipov V.V., Platonov V.V., Lisenkov V.V., in *Handbook of Nanoparticles* (Switzerland: Springer International Publishing, 2015, Vol.2). DOI 10.1007/978-3-319-13188-7_8-1.
9. Bagaev S.N., Osipov V.V., Ivanov M.G., Solomonov V.I., Platonov V.V., Orlov A.N., Rasuleva A.V., Vatnik S.M. *Opt. Mater.*, **31**, 740 (2009).
10. Ivanov V.V., Lipilin A.S., Kotov Yu.A., Khrustov V.R., Shkerin S.N., Pararin S.N., Spirin A.V., Kaygorodov A.S. *J. Power Sources*, **159**, 605 (2006).
11. Ivanov M.G., Kopylov Yu.L., Kravchenko V.B., Zayats S. *Phys. Status Solidi C*, **10** (6), 940 (2013).
12. Osipov V.V., Platonov V.V., Lisenkov V.V., Podkin A.V., Zakharova E.E. *Phys. Status Solidi C*, **10** (6), 926 (2013).
13. Лисенков В.В., Осипов В.В., Платонов В.В. *ЖТФ*, **83** (10), 78 (2013).
14. Осипов В.В., Лисенков В.В., Платонов В.В., Орлов А.Н., Подкин А.В., Саввин И.А. *ЖТФ*, **84** (5), 97 (2014).
15. Осипов В.В., Лисенков В.В., Платонов В.В., Орлов А.Н., Подкин А.В., Саввин И.А. *ЖТФ*, **84** (5), 88 (2014).
16. Evtushenko G.S., Trigub M.V., Gubarev F.A., Evtushenko T.G., Torgaev S.N., Shiyanov D.V. *Rev. Sci. Instrum.*, **85** (3), 033111 (2014).
17. *Физические величины: справочник*. Под ред. И.С.Григорьева, Е.З.Мейлихова (М.: Энергоатомиздат, 1991).