

文章编号: 0258-7025(2010)Supplement 1-0339-06

高重复频率飞秒激光在 45[#] 钢表面产生微浮雕结构

李 毅 胡明列* 贾 威 刘博文 宋有建 王清月

(天津大学光电信息技术科学教育部重点实验室, 天津 300072)

摘要 利用 50 MHz 和 1 MHz 的重复频率光子晶体光纤飞秒激光分别在 45[#] 钢表面产生了微浮雕结构。实验发现微浮雕结构的高度和宽度与入射激光功率、激光扫描速度以及脉冲重复频率有关。通过调整这些参数,可以实现对微浮雕形态结构的精确控制。对微浮雕结构的产生机制进行了初步分析,发现微浮雕结构的产生与高重复频率飞秒激光的热积累效应有关。热积累导致了 45[#] 钢的表面熔化,在液体表面张力和温度梯度力共同作用下,产生了微浮雕结构。

关键词 激光技术;飞秒激光微纳加工;微浮雕结构;光子晶体光纤飞秒激光器;高重复频率

中图分类号 TN249 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL201037s1.0339

Micro-Relief Structures Forming on 45[#] Steel Induced by High Repetition Rate Femtosecond Laser

Li Yi Hu Minglie Jia Wei Liu Bowen Song Youjian Wang Qingyue

(Key Laboratory of Optoelectronic Information Technical Science of Ministry of Education,

Tianjin University, Tianjin 300072, China)

Abstract Micro-relief lines were formed on the surface of 45[#] steel by photonic crystal fiber femtosecond laser with a repetition rate of 50 MHz and 1 MHz respectively. The heights and the widths of the micro-relief lines were affected by the input laser power, the laser scanning velocity and the pulse repetition rate. The specific structure of the micro-relief can be controlled by properly adjusting these parameters. The mechanism for the formation of the micro-relief was also analyzed preliminarily. The heat accumulation of the high repetition rate femtosecond laser induces the surface melting of the 45[#] steel, which results in the micro-relief structures by the combination of the liquid surface-tension and the temperature gradient.

Key words laser technique; femtosecond laser micromachining; micro-relief structures; photonic crystal fiber femtosecond laser; high repetition rate

1 引 言

飞秒激光作为一种微纳米加工的工具已经被广泛应用到很多领域,如制作三维微流体器件^[1]、实现半导体表面纳米颗粒形成^[2]、金属表面微结构化^[3]等。目前,这些应用主要还依赖于传统的钛宝石飞秒激光系统。而钛宝石飞秒激光系统由于造价昂

贵、操作复杂、输出重复频率低,难以进行大规模高速应用。光子晶体光纤飞秒激光系统恰恰可以克服上述缺点,实现低成本可靠运行,而且能够在高脉冲能量情况下实现高重复频率的输出,最高可达 50 MHz,且可以调整到 1 MHz^[4,5]。这就为高速微纳米加工的实现提供了可能。利用这种高重复频率

收稿日期: 2010-03-16; 收到修改稿日期: 2010-05-11

基金项目: 国家 963 计划(2006CB806002, 2010CB327604)、国家 863 计划(2007AA03Z447)、国家自然科学基金(60838004, 60978022)、教育部科学技术研究重点项目(108032)、全国优秀博士学位论文作者专项资金资助项目(2007B34)和教育部新世纪优秀人才支持计划(NCET-07-0597)资助课题。

作者简介: 李 毅(1986—),男,博士研究生,主要从事飞秒激光微纳加工方面的研究。E-mail: liyixy@tju.edu.cn

导师简介: 王清月(1938—),男,教授,博士生导师,主要从事光子晶体光纤及超短脉冲激光技术等方面的研究。

E-mail: chywang@tju.edu.cn

* 通信联系人。E-mail: huminglie@tju.edu.cn

的飞秒激光系统在 45° 钢样品上进行了微纳米加工实验。与低重复频率飞秒激光在金属上产生微沟槽结构^[6]不同,高重复频率的飞秒激光在 45° 钢表面产生了微浮雕结构。

一般的飞秒激光加工都采用低重复频率的钛宝石系统,材料经飞秒激光加工后被除蚀掉,留下凹坑结构。飞秒激光加工后形成浮雕结构的报道比较少见。2007 年,韩泽华等^[7]利用钛宝石飞秒激光振荡级在镀有铬层的玻璃和石英基片上产生了微突起结构,突起饱和高度为 300 nm,他们认为这种微突起结构是由基片而非铬膜自身产生的。随后,在 2008 年他们用热弹性模型来解释突起结构的产生,认为铬膜受热产生塑性形变,当应力超过屈服力时就会产生不可恢复的塑性变形^[8]。2009 年,Guo 等^[9]利用 532 nm 的纳秒脉冲激光在玻璃基底的 Sn 膜上产生了最大高度为 12 nm 的浮雕结构,他们认为凸起是由氧化作用和 Sn 晶粒受热熔化形成 Sn/SnO_x 交界面的球化效应造成的。本文利用高重复频率的光子晶体光纤飞秒激光器直接在 45° 钢块状样品上进行划线加工,完全排除了基底的影响。采用 50 MHz 和 1 MHz 两种重复频率,分别在 45° 钢表面产生了微浮雕结构。这些浮雕结构的产生完全是由 45° 钢自身产生的,不存在塑性形变的问题。浮雕结构的最大凸起高度达到 18 μm。

2 实验装置

激光加工实验装置如图 1 所示,由飞秒光源系

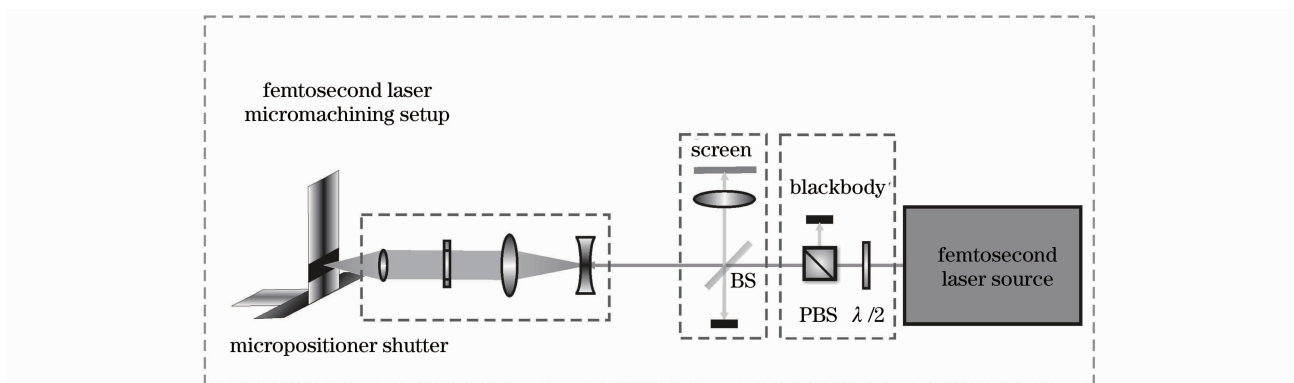


图 1 飞秒激光微纳加工实验装置图

Fig. 1 Femtosecond laser micromachining experimental setup

3 实验结果

样品为经过机械抛光的 45° 钢圆片,厚度为 6 mm。实验全部在室温和空气中进行。加工时将样品固定在微位移平台上,通过控制平台移动来

实现激光对样品的扫描,激光聚焦在样品表面。调节输入激光功率,分别采用两种不同的激光重复频率对样品进行划线加工。加工完后,用乙醇对样品表面进行超声清洗。使用扫描电镜(SEM)观察加

统、能量控制系统、同轴观测系统、扩束聚焦系统及微位移系统五部分组成。其中飞秒激光光源为实验室自行研制的掺 Yb 双包层大模场面积偏振型光子晶体光纤飞秒激光放大系统^[4]。在振荡级和放大级之间加入声光调制器来调整激光器输出脉冲的重复频率,可以使激光器脉冲重复频率从 50 MHz 降低到 1 MHz。飞秒激光光源输出的脉冲中心波长为 1040 nm,脉冲宽度为 150 fs,水平偏振输出。在重复频率为 50 MHz 情况下,输出平均功率最高可达 12 W;在重复频率为 1 MHz 时,最高可输出 3 W。能量控制系统由半波片($\lambda/2$)、偏振分光棱镜(PBS)和电子快门(Shutter)构成。通过旋转半波片可以调整激光器输出的脉冲能量,通过 Shutter 可控制激光脉冲的通断。同轴观测系统是利用分束片(BS)将样品表面反射回来的一部分激光成像在屏上,从而可以实时监测激光加工样品的状况以及判断激光的聚焦点位置。扩束聚焦系统由一个望远扩束镜组和最后的聚焦透镜组成。聚焦透镜选用数值孔径为 0.5 的非球面透镜(LightPath 350240)。非球面透镜具有体积小、消球差等优势。整个加工系统中除了望远镜组外,其余透镜均采用了非球面透镜,因而易于维护且整个加工系统结构显得更加紧凑。微位移系统是一个由计算机控制的三维精密位移台。分辨率为 0.1 μm,重复定位精度为 1 μm,行程为 100 mm,最高速度为 100 mm/s,能够保证加工系统用于高速度高精度微纳加工实验。

工的刻线形貌；使用台阶仪(Dektak 6M)对刻线截面轮廓进行测量。

3.1 脉冲重复频率为 50 MHz 时的加工结果

扫描速度固定为 0.1 mm/s。不同功率情况下典型的加工刻线形貌如图 2(a)和(b)所示。测量发现加工的刻线呈浮雕结构,如图 2(c)所示。这些浮雕结构在较低功率下(1 W)呈现出中间有凹陷的凸

起形态,但凹槽的底部仍高于样品初始表面;在较高功率下(3~7 W)呈现出完全的凸起圆弧结构;在更高功率下(11.5 W),凸起结构的顶部出现了一些调制性起伏。高度和宽度测量结果如图 2(d)所示,浮雕的宽度随输入功率几乎呈线性增加,在功率为 11.5 W时宽度达到 104 μm;而浮雕的高度初始时随功率线性增加,达到 18 μm后呈现出饱和趋势。

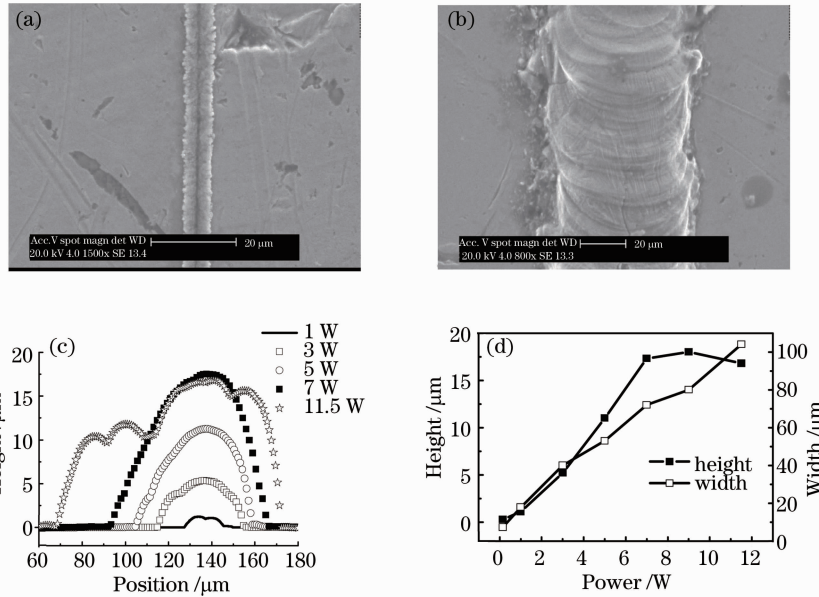


图 2 重复频率为 50 MHz,扫描速度为 0.1 mm/s 时,激光功率为 1 W (a)和 11 W (b)产生的刻线形貌 SEM 图, (c)台阶仪测量的刻线截面轮廓, (d)浮雕最大高度和宽度与输入激光功率的关系曲线

Fig. 2 SEM pictures of the micro-reliefs induced by different laser powers 1 W (a) and 11 W (b) with 50 MHz repetition rate and the scanning velocity of 0.1 mm/s, (c) cross section profile for the micro-reliefs measured by the surface profiler, (d) heights and widths of the micro-reliefs dependence on laser powers

3.2 脉冲重复频率为 1 MHz 时的加工结果

扫描速度固定在 100 mm/s,逐渐增加输入功率(从 400 mW 增加到 3 W)。加工的刻线截面轮廓仍用台阶仪进行测量,发现刻线仍呈浮雕结构,但浮雕

结构中既有凸起区域也有凹陷区域,如图 3(a)所示。从图中可以看出,随着激光功率的增加,浮雕结构中凸起的高度逐渐升高,但凹槽底部高度先是逐渐下降,后又逐渐上升。需要指出的是,当功率在

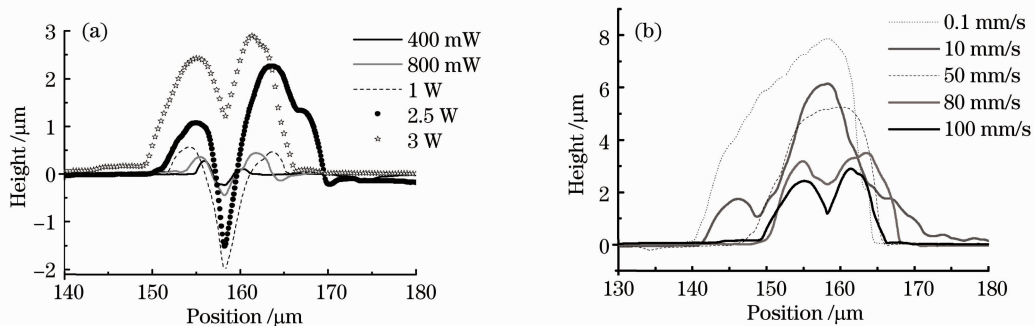


图 3 (a)重复频率为 1 MHz,扫描速度为 100 mm/s 时,不同激光功率加工的刻线截面轮廓图, (b)重复频率为 1 MHz,激光功率为 3 W 时,不同扫描速度加工的刻线截面轮廓图

Fig. 3 (a) Cross section profiles induced by different laser powers with the repetition rate of 1 MHz and the scanning velocity of 100 mm/s, (b) cross section profiles induced by different scanning velocities with the repetition rate of 1 MHz and the laser power of 3 W

2.5 W 以下时,凹槽底部已经低于样品初始表面,但在凹槽的两边仍是高于样品初始表面的凸起结构。凹槽深度最低时为表面下 $2 \mu\text{m}$ 。

然后将输入激光功率维持在 3 W,调整激光的扫描速度(从 100 mm/s 降低到 0.1 mm/s)。刻线截面轮廓如图 3(b)所示。从图中可以看出,随着扫描速度的降低,浮雕结构中的凹陷区域逐渐消失,而凸起高度逐渐升高,直至形成完全的凸起结构。

4 分析讨论

对比两种重复频率下的加工结果,发现加工的刻线都呈浮雕结构,且在较高的重复频率(50 MHz)下浮雕结构几乎全是凸起区域。而在 1 MHz 情况下,浮雕结构有凸起区域也有凹陷区域。可见激光脉冲的重复频率对浮雕结构的形状有很大影响。

50 MHz 情况下,激光的最高脉冲能量为 230 nJ,而光点聚焦半径约为 $15 \mu\text{m}$,因此激光聚焦能量密度(约为 $33 \text{ mJ}/\text{cm}^2$)仍低于样品的加工阈值^[10],飞秒激光对样品的作用主要是热作用。飞秒激光作用在金属表面时,自由电子首先吸收激光能量被加热,然后电子通过电声耦合将能量传递给晶格,最终达到热平衡^[11]。电声耦合时间的典型值在皮秒量级^[11],因此即使在较高重复频率(50 MHz)情况下,20 ns 的脉冲间隔也远远大于电声耦合时

间。下一个脉冲到来之前,电子晶格已经达到了热平衡。所以,可以只考虑晶格的热响应。

下面对不同重复频率下入射激光对金属产生的热效应进行数值模拟。模拟时,假定激光聚焦在金属内部,聚焦的飞秒激光脉冲相当于一个点热源,在金属内部以焦点为中心向四周进行均匀热传导。采用空间球面坐标下的一维热传导方程进行分析^[12],为

$$k\left(r - \frac{\Delta r}{2}\right)^2 [T(r - \Delta r) - T(r)] + k\left(r + \frac{\Delta r}{2}\right)^2 [T(r + \Delta r) - T(r)] = \rho r^2 \Delta r^2 C_p \frac{T(r)' - T(r)}{\Delta t}, \quad (1)$$

式中 k 为热传导系数, r 为空间半径, T 为晶格温度值, ρ 为金属密度, C_p 为金属的体积热容。 k , ρ 和 C_p 均采用室温下的数值。当一个脉冲到来时,金属内部各点瞬间增加一定的温度值 $\Delta T(r) = E(r)/C_p \rho$,其中 $E(r)$ 为激光脉冲的能量密度分布函数。单脉冲能量设定为 200 nJ。分别入射 20 个激光脉冲,计算 4 种重复频率(10 kHz, 100 kHz, 1 MHz 和 50 MHz)下 $r_0 = 15 \mu\text{m}$ 处的金属晶格温度值。利用有限差分法进行求解,得到 4 种激光重复频率下金属晶格的温度 $T(r_0)$ 随入射脉冲数 N 的变化曲线,如图 4 所示。

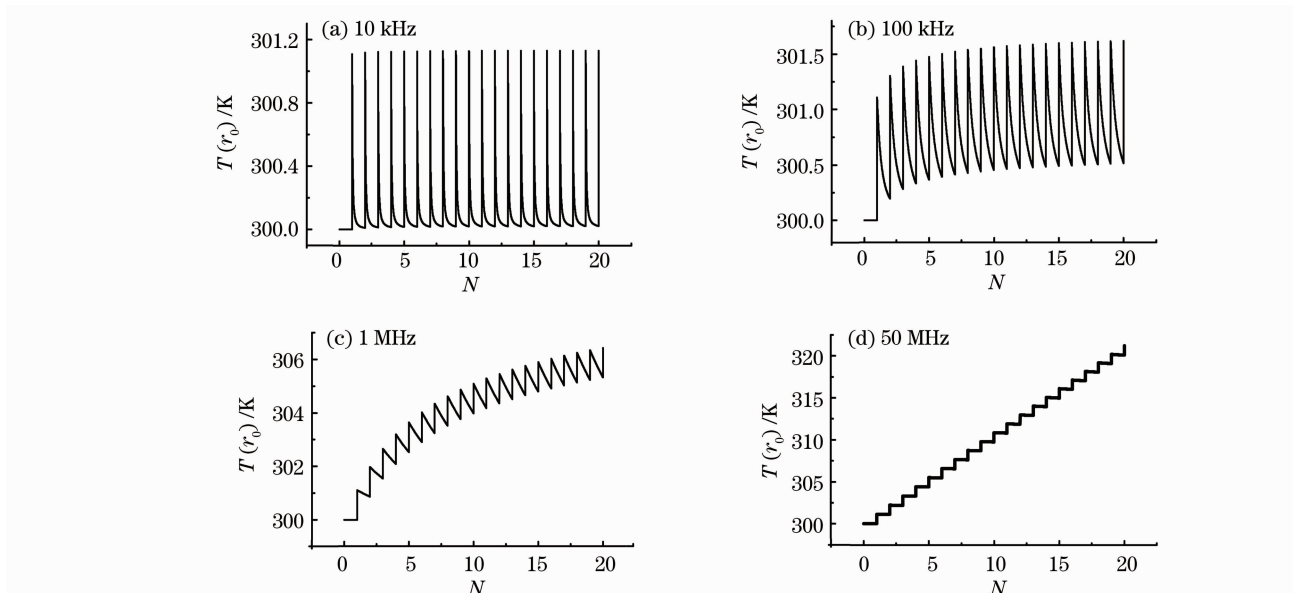


图 4 不同重复频率情况下, $r_0 = 15 \mu\text{m}$ 处的金属晶格温度随入射脉冲数 N 的变化曲线

Fig. 4 Metal lattice temperature at $r_0 = 15 \mu\text{m}$ dependence on input pulse number N with different repetition rates

从图 4 中可以看出,随着重复频率的升高,激光脉冲间的热积累效应越来越显著。50 MHz 时的热积累效应比 10 kHz 时要显著得多,金属晶格温度

随入射脉冲数几乎呈线性增长。1 MHz 时,晶格温度随入射脉冲数呈近似抛物线增加。而在 10 kHz 情况下,入射激光导致的晶格温度升高在下一个脉

冲到来前已经完全恢复到了初始状态。

4.1 50 MHz 时的浮雕结构分析

当重复频率为 50 MHz 时,金属样品在低于阈值的激光脉冲高重复频率照射下,温度很快升高,能在很短时间内达到金属的熔点。金属熔化后密度变小,沿着熔化区域向外膨胀溢出,同时受到温度梯度力以及液体表面张力的共同作用会形成圆弧状凸起结构^[13]。另外,对浮雕结构的成分进行了分析,发现里面掺入了大量的氧元素,这应该是金属在熔化时继续被激光加热在空气中被氧化所致。这一部分氧元素的加入也对微浮雕的形成有一定的贡献。

对加工的刻线横剖面进行 SEM 观察,并对熔化区域的深度和宽度进行了测量,如图 5 所示。发现样品熔化区域的深宽比 (H/W) 随着入射功率的

增加而逐渐加大。这就解释了为什么在低功率下浮雕呈现出两边凸起中间凹陷的结构,而在高功率下是完全的凸起结构。功率较低时,熔化区域深度小而宽度相对大[图 5(a)所示],使得中心熔化的液体在光压作用下可以沿槽壁向外排出,然后沉积凝固在槽的两侧形成凸起结构,而中间部位则形成凹陷。由于脉冲能量小,光压的作用小于热膨胀的作用,所以凹槽底部仍高于样品初始表面。在功率较高时,熔化区域深度大而宽度相对小[图 5(b)所示],熔化的液体不易沿槽壁排出,继续受热膨胀向外溢出,受表面张力和温度梯度力等因素影响最终形成圆弧状凸起结构。功率继续加大,则更多的熔化区域向外膨胀凸起,相互竞争结果使得凸起顶部有调制性起伏。

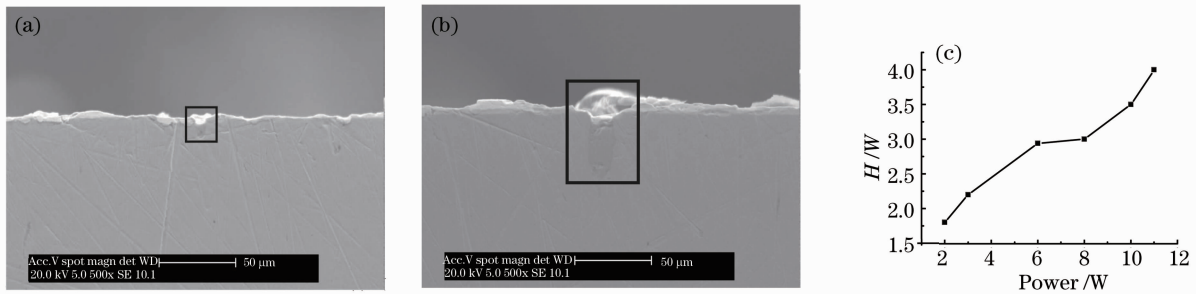


图 5 50 MHz 情况下,不同入射功率[(a) 2W, (b) 6 W]下的刻线横剖面 SEM 图, (c) 样品熔化区域的深宽比随入射功率的变化

Fig. 5 SEM pictures for the transverse profile of the lines induced by different laser powers [(a) 2 W, (b) 6 W] with the repetition rate of 50 MHz, (c) aspect ratio H/W of the molten regions induced by different laser powers

有效脉冲数 N_{eff} 与激光重复频率 f 及激光扫描速度 v 的关系为^[14]

$$N_{\text{eff}} = \sqrt{\frac{\pi}{2}} \frac{\omega_0 f}{v}, \quad (2)$$

所以当激光重复频率和扫描速度固定时,激光入射的有效脉冲数也就固定。那么当入射激光功率增加时,金属的熔化区域就逐渐变大,因而凸起宽度增加,同时熔化体积增加,所以凸起高度也会增加,但是凸起高度还要受到不同部位的液体压强差的制约而不可能一直增加下去,因而会有一个饱和值。

4.2 1 MHz 时的浮雕结构分析

在 1 MHz 情况下,激光脉冲的热积累仍比较明显,如图 4(c)所示。先考虑固定扫描速度时的情况[图 3(a)所示]。功率较低时,由于此时的扫描速度 (100 mm/s) 很高而且重复频率较低 (1 MHz),由 (2) 式知,有效脉冲数比较少,因此热效应相比 50 MHz 时明显减少,但此时单脉冲能量比较高 (400 nJ),较强的光压可以使熔化区域产生真正的凹槽结构,而两旁

则是被喷出后堆积形成的凸起。随着功率的增加,光压逐渐增强,因此凹槽深度也逐渐加大,同时两旁堆积的凸起高度逐渐增加。功率增加到一定程度时,热效应变得明显起来,使得两旁的凸起也发生熔化回流到中间凹槽内,使得凹槽底部高度升高。

再考虑入射功率固定时的情况。此时,浮雕结构随扫描速度减小时的变化趋势[图 3(b)所示]与 50 MHz 情况下固定扫描速度增加功率时[图 2(c)所示]浮雕结构的变化趋势十分类似。因为在功率一定时,由 (2) 式,扫描速度的减小意味着有效脉冲数的增加,那么在同一地方接收的总的脉冲能量就提高了,因而热效应增强,这与固定扫描速度时提高入射激光功率产生的效果是一样的。

综上所述,浮雕结构的形成受到激光入射功率、扫描速度和激光重复频率的影响。因而通过调整这些参数,可以在 45° 钢表面得到一定形状的浮雕结构。

5 结 论

利用实验室自行研制的光子晶体光纤飞秒激光系统搭建了高重复频率的飞秒激光微纳加工系统,并在 45[#] 钢表面产生了微米级的浮雕结构。分析了不同激光加工参数对微浮雕结构的影响,发现是较高的激光脉冲重复频率造成了热积累效果,从而导致 45[#] 钢表面熔化膨胀,最终形成微米级浮雕结构。通过优化选择激光入射功率、脉冲重复频率及扫描速度等参数,可实现对浮雕结构高度和宽度的精确控制。特别是在 1 MHz 情况下,既可以实现微凸起又可以实现微凹槽结构。由于这种微浮雕结构形成的主要机制是热效应,对样品来说,影响最终浮雕结构的参数只是热参数(如热容等)。由于金属都具有近似的热特性,所以这种通过对激光加工参数的精确控制来产生表面微结构的方法也可以应用于其他金属。因而这种方法将会在微流体器件制造、金属表面等离子激元功能器件制造等领域有重要应用。

参 考 文 献

- 1 He Fei, Cheng Ya. Femtosecond laser micromachining, Frontier in laser precision micromachining[J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(5): 595~622
何 飞, 程 亚. 飞秒激光微加工: 激光精密加工领域的新前沿[J]. *中国激光*, 2007, **34**(5): 595~622
- 2 Wu Xiaojun, Jia Tianqing, Zhao Fuli *et al.*. Fabrication of nanostructures on 6H SiC crystal induced by femtosecond laser [J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(1): 105~110
吴晓君, 贾天卿, 赵福利 等. 飞秒激光在 6H SiC 晶体表面制备纳米微结构[J]. *光学学报*, 2007, **27**(1): 105~110
- 3 L. Qi, K. Nishii, Y. Nambal. Regular subwavelength surface structures induced by femtosecond laser pulses on stainless steel [J]. *Opt. Lett.*, 2009, **34**(12): 1846~1848
- 4 Liu Bowen, Hu Minglie, Song Youjian *et al.*. 39 fs, 16 W all photonic crystal fiber laser system[J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(6): 811~814
刘博文, 胡明列, 宋有建 等. 39 fs, 16 W 全光子晶体光纤飞秒激光系统[J]. *中国激光*, 2008, **35**(6): 811~814
- 5 Wu Yinzong, Liu Bowen, Song Youjian *et al.*. Micromachining system based on photonic crystal fiber femtosecond laser amplifier [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(7): 1078~1082
巫殷忠, 刘博文, 宋有建 等. 基于光子晶体光纤飞秒激光放大器的微纳加工系统[J]. *中国激光*, 2008, **35**(7): 1078~1082
- 6 X. Wang, P. Lu, N. Dai *et al.*. Noncrystalline micromachining of amorphous alloys using femtosecond laser pulses[J]. *Mater. Lett.*, 2007, **61**(21): 4290~4293
- 7 Han Zehua, Zhou Changhe, Dai Enwen. Microripple structures induced by femtosecond laser pulses [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(5): 715~718
韩泽华, 周常河, 戴恩文. 飞秒激光诱导波纹状微突起结构[J]. *中国激光*, 2007, **34**(5): 715~718
- 8 Zehua Han, Changhe Zhou, Enwen Dai. Ultrafast thermoelasticity modeling of microbump formation irradiated by femtosecond laser[J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2008, **6**(8): 619~621
- 9 C. Guo, Z. Zhang, S. Cao *et al.*. Laser direct writing of nanorelifs in Sn nanofilms [J]. *Opt. Lett.*, 2009, **34**(18): 2820~2822
- 10 G. Kamlage, T. Bauer, B. N. Chichkov *et al.*. Deep drilling of metals by femtosecond laser pulses [C]. *SPIE*, 2002, **4760**: 394~397
- 11 Y. Yao, H. Chen, W. Zhang. Time scale effects in laser material removal: a review[J]. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2005, **26**: 598~608
- 12 S. Eaton, H. Zhang, P. R. Herman *et al.*. Heat accumulation effects in femtosecond laser-written waveguides with variable repetition rate[J]. *Opt. Express*, 2005, **13**(12): 4708~4716
- 13 T. R. Anthony, H. E. Cline. Surface rippling induced by surface-tension gradients during laser surface melting and alloying [J]. *J. Appl. Phys.*, 1977, **48**(9): 3888~3894
- 14 A. Borowiec, H. K. Haugen. Femtosecond laser micromachining of grooves in indium phosphide[J]. *Appl. Phys. A*, 2004, **79**(3): 521~529