

# SiC<sub>p</sub>/Al 复合材料纳秒脉冲光纤激光刻蚀

张寰臻<sup>1,2</sup>, 黄 婷<sup>1</sup>, 肖荣诗<sup>1</sup>,

<sup>1</sup>北京工业大学激光工程研究院高功率及超快激光先进制造实验室, 北京 100124;

<sup>2</sup>河北工程大学数理科学与工程学院, 河北 邯郸 056038

**摘要** 研究了在高压辅助气体作用下运用纳秒脉冲激光刻蚀 SiC 陶瓷颗粒增强 Al 基复合材料的可行性。结果表明,刻蚀深度随激光能量的增加而增大。由于刻蚀过程中发生了复杂的冶金反应,在刻蚀表面很难观察到独立的 SiC 颗粒。重凝层内 Al、Si、C、O 元素空间分布相对均匀,其厚度和表面粗糙度随激光能量的增加而增加,并呈饱和趋势。高压同轴气体的机械作用是材料蚀除的主要机制。

**关键词** 激光制造; 激光刻蚀; 复合材料; 铝合金; 碳化硅

中图分类号 O493

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201744.0102017

## Nanosecond Pulsed Fiber Laser Ablation of SiC<sub>p</sub>/Al Composite Materials

Zhang Huanzhen<sup>1,2</sup>, Huang Ting<sup>1</sup>, Xiao Rongshi<sup>1</sup>

<sup>1</sup>High-power and Ultrafast Laser Manufacturing Laboratory, Institute of Laser Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China;

<sup>2</sup>College of Mathematical and Physical Sciences and Engineering, Hebei University of Engineering, Handan, Hebei 056038, China

**Abstract** The possibility of using nanosecond pulsed laser ablation of aluminium matrix composite reinforced with SiC ceramic particles under the assistance of high pressure gas is investigated. The results indicate that the ablation depth increases with the increase of pulse energy. It is very difficult to find the isolate SiC particle on the ablated surface due to the occurrence of complicated metallurgical reaction during the ablation process. The Al, Si, C, and O elements within the re-solidified layers have a relatively uniform distribution, and the thickness and surface roughness of the re-solidified layers increase with the increase of pulse energy, which presents a tendency of saturation. The mechanical action of high pressure co-axial gas is the key mechanism of material removal.

**Key words** laser manufacturing; laser ablation; composite material; aluminum alloy; SiC

**OCIS codes** 140.3390; 320.4240; 160.3380

## 1 引 言

SiC 颗粒增强 Al 基(SiC<sub>p</sub>/Al)复合材料具有高比强度、低热膨胀系数以及优良的耐磨性,广泛应用于航天航空、汽车等领域<sup>[1-2]</sup>。SiC 颗粒的引入使得传统机械加工存在刀具寿命短、加工成本高、表面质量差、次表层损伤等一系列问题<sup>[3-6]</sup>。电火花加工效率低、周期长<sup>[7-9]</sup>,难以满足批量加工和商业化应用的需求。SiC 具有较好的化学稳定性<sup>[10]</sup>,但基于 SiC 化学反应的刻蚀加工方法的刻蚀效率很低,如反应离子刻蚀、光电化学刻蚀,以及感应耦合等离子体和电子回旋共振方法刻蚀<sup>[11]</sup>。此外, SiC 颗粒和 Al 基体的刻蚀效率不同也

收稿日期: 2016-09-29; 收到修改稿日期: 2016-10-27

基金项目: 北京市自然科学基金重点项目(B类)(KZ201510005006)、河北省教育厅青年基金项目(QN2014033)

作者简介: 张寰臻(1982—),女,博士研究生,主要从事激光先进制造方面的研究。E-mail: zhanghz@emails.bjut.edu.cn

导师简介: 肖荣诗(1965—),男,博士,教授,博士生导师,主要从事激光先进制造理论与技术方面的研究。

E-mail: rsxiao@bjut.edu.cn

造成很难用化学加工方法加工 SiC<sub>p</sub>/Al 复合材料。近年来,激光辅助的机械加工方法被用来加工 SiC 颗粒增强的 A359 Al 基复合材料,该方法使用连续激光作为前置热源,通过局部加热软化材料,可大大降低切削力、刀具的磨损程度、表面粗糙度及次表层损伤程度<sup>[12-13]</sup>。

脉冲激光刻蚀是利用脉宽压缩技术产生的高能量密度激光在短时间内将材料气化的一种先进加工手段,可实现金属、半导体、陶瓷等各种材料的加工<sup>[14-16]</sup>。例如,采用纳秒和飞秒激光刻蚀 AISI H13 工具钢,刻蚀的垂直度和表面精度都较高<sup>[17]</sup>;利用飞秒激光刻蚀 SiC 材料可获得竖直和 V 型精密结构<sup>[18]</sup>等。金属基颗粒增强复合材料具有优异的物理及机械性能,逐步成为研究的热点。目前,利用激光手段已实现对 SiC 材料的焊接<sup>[19]</sup>、切割<sup>[20]</sup>和表面改性<sup>[21-22]</sup>。但是,关于利用脉冲激光对 SiC<sub>p</sub>/Al 复合材料的刻蚀加工的研究鲜有报道。

本文采用红外纳秒光纤激光器在同轴 Ar 气辅助下刻蚀 SiC<sub>p</sub>/AA2024 复合材料,探讨了 SiC<sub>p</sub>/AA2024 复合材料脉冲激光刻蚀的可行性,并对刻蚀机制进行了讨论。

## 2 实验材料及方法

### 2.1 实验材料

实验材料为 SiC<sub>p</sub>/AA2024。机械抛光 SiC<sub>p</sub>/AA2024 表面后,将其放入丙酮液体中进行超声清洗,并利用压缩空气进行干燥,处理后的母材扫描电镜(SEM)照片如图 1 所示。SiC 颗粒体积分数  $V_d$  为 45%,平均颗粒直径约为 30 μm,基体为 2024 铝合金,实验前测量得到的母材表面粗糙度为 219 nm。

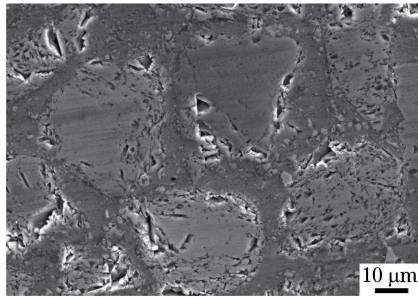


图 1 SiC<sub>p</sub>/AA2024 复合材料母材显微组织

Fig. 1 Microstructure of SiC<sub>p</sub>/AA2024 composite base material

### 2.2 实验方法

实验采用 IPG 公司生产的波长为 1064 nm 的 YLPM-1-A4-20-20 光纤激光器,其最大平均功率为 20 W 且脉宽可调。准直后的光束直径为 8 mm,聚焦镜焦距为 50 mm,聚焦光斑直径约为 10 μm。实验时重复频率固定为 3 kHz,平均脉冲光强  $\bar{I}$  为  $7 \times 10^9$  W/cm<sup>2</sup>,通过调节脉宽  $\tau$  来改变脉冲能量密度  $F(F = \bar{I} \cdot \tau)$ 。图 2(a)为实验布置示意图,采用 1 MPa 高压同轴 Ar 气辅助激光刻蚀。在样品上扫描刻蚀 1 mm×1 mm 正方形区域,扫描速度  $v$  为 3 mm/min,扫描行间距为 5 μm,光斑重叠率为 99.8%,激光刻蚀路径如图 2(b)所示。激光刻蚀后,将样品放入丙酮液体中进行超声清洗以去除表面碎屑。

利用 HITACHI 公司生产的 S-3400N SEM 在 15 kV 条件下观察刻蚀表面微结构,利用 BRUKER 公司

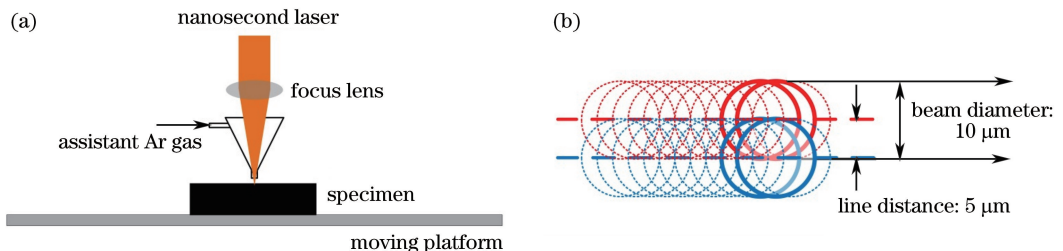


图 2 (a)实验布置示意图;(b)激光刻蚀路径示意图

Fig. 2 (a) Schematic diagram of experimental setup; (b) schematic diagram of laser ablation path

生产的 QUANTAX 能谱仪(EDS)对刻蚀表面进行元素分析,分别使用 WYKO 公司生产的 NT1100 三维(3D)表面轮廓仪及 KEYENCE 公司生产的 VK-X260K 3D 激光共聚焦显微镜测量刻蚀表面深度及粗糙度。

### 3 实验结果与讨论

#### 3.1 刻蚀规律

当脉冲能量密度为  $140 \text{ J/cm}^2$  时,刻蚀表面 SEM 照片及 3D 激光共聚焦显微镜图如图 3(a)、(b)所示,可见采用纳秒脉冲激光可以实现对  $\text{SiC}_p/\text{AA2024}$  复合材料的刻蚀加工。对比图 3(a)与图 1 母材显微组织,很难观察到独立的  $\text{SiC}$  颗粒,表明刻蚀表层发生了冶金反应。由图 3(c)刻蚀横截面图可见,刻蚀表面存在高低起伏的重凝层,图 3(d)为重凝物的放大图。

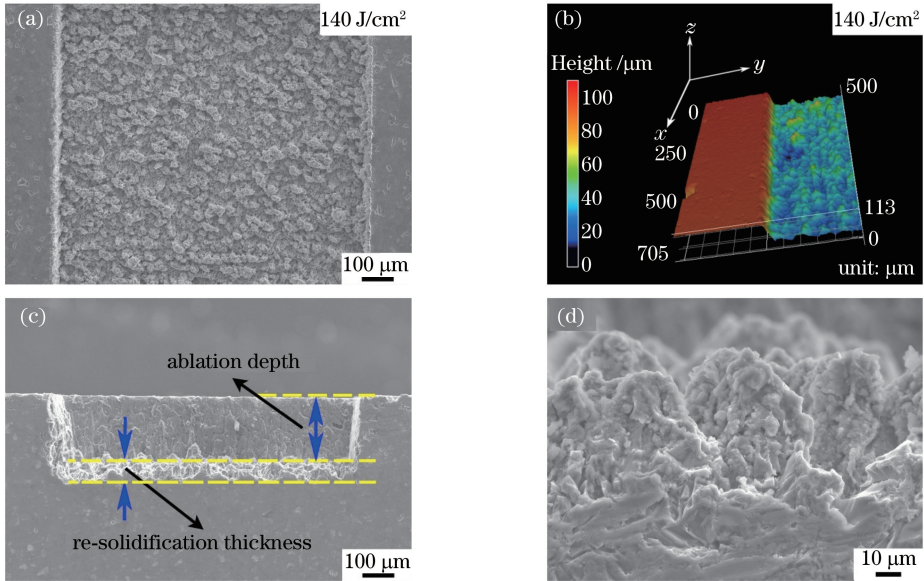


图 3 刻蚀表面形貌图。(a)SEM; (b)3D 激光共聚焦显微镜图; (c)截面 SEM; (d) 表面重凝物放大图

Fig. 3 Morphology of ablated surface. (a) SEM; (b) 3D confocal laser scanning microscopy; (c) SEM of cross-section; (d) re-solidification on the surface with a high magnification

激光刻蚀深度、重凝层厚度、刻蚀表面粗糙度随激光脉宽的变化规律如图 4 所示。由图 4(a)可以看出,刻蚀深度随脉宽的增加呈线性增加,200 ns 脉宽下刻蚀深度接近  $200 \mu\text{m}$ ;表面重凝层厚度也随脉宽的增加而增加,但在脉宽大于 30 ns 后增加变缓慢并呈饱和趋势。由图 4(b)可见,刻蚀表面粗糙度随脉宽的增加而增加,当增加到一定程度时呈饱和倾向。

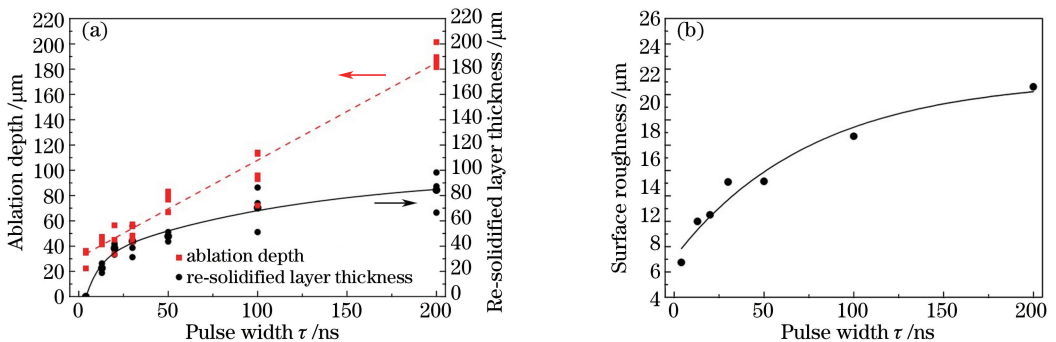


图 4 激光刻蚀结果随脉宽变化曲线。(a)刻蚀深度及重凝层厚度;(b)表面粗糙度

Fig. 4 Variations of laser ablation results with pulse width. (a) Ablation depth and re-solidified layer thickness; (b) surface roughness

### 3.2 刻蚀表面成分分析

刻蚀表面重凝层 SEM 图及其元素分布 EDS 面扫描结果如图 5(a)、(b)所示,图 5(c)为重凝层表面的 EDS 化学元素组成分析结果。由 EDS 面扫描结果可以看出,重凝层主要由 Al、Si、C、O 四种元素组成,各元素在重凝表层相对均匀地分散分布;与母材中 SiC 颗粒在 Al 基体中的独立分布相比,Al 与 Si 元素得到了充分混合;重凝物中 O 元素的原子数分数相对较高,达到 30%以上。

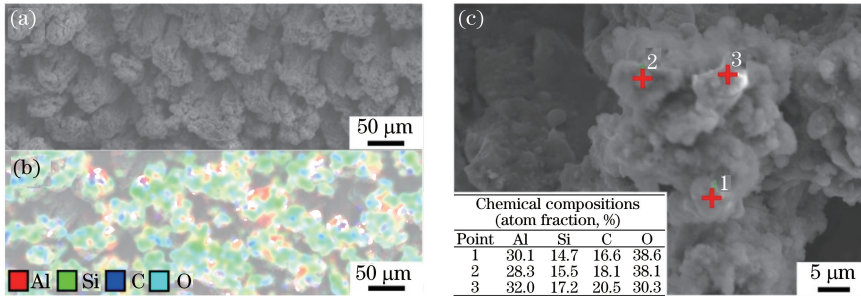
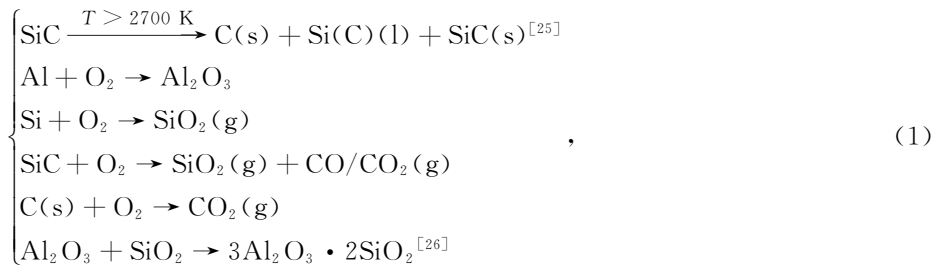


图 5 刻蚀表面重凝层。(a)SEM;化学元素分布 EDS(b)面和(c)点扫描

Fig. 5 Re-solidified layer of ablated surface. (a) SEM; EDS (b) surface and (c) point scanning analyses of chemical element distribution

利用纳秒脉冲激光刻蚀时,材料一般会经历熔化、气化等相变过程。SiC 材料在不同温度阶段除了发生熔化、气化外,还会伴随一定的升华、分解。Pehrsson 等<sup>[23]</sup>指出  $\beta$ -SiC 热加工过程中,在 2100~2300 K 之间开始升华,但直到 3000 K 都不发生熔化。Gupta 等<sup>[24]</sup>指出,4H-SiC 和 6H-SiC 在 1600~2400 K 范围内会生成液态 Si 及固态 C。该现象称为包晶反应,即 SiC 在热平衡条件下,当达到一定温度时会发生化学反应,生成液态 Si(溶解部分 C)及固态 C。在激光的快速加热和冷却的非热平衡过程中,除了上述包晶反应外,还存在尚未熔化的 SiC<sup>[25]</sup>。

综合上述,将刻蚀过程中可能出现的化学反应列举如下



式中 s、g、l 分别表示固体、气体、液体,  $T$  为温度。除了上述反应外,液态 Al 与 Si 还可能形成 AlSi 合金。

上述材料相变及冶金反应进一步说明了脉冲激光对 SiC<sub>p</sub>/AA2024 复合材料的刻蚀是一个复杂的过程。SiC 颗粒大小不一、形状各异、位置分布随机,导致每个光脉冲辐照对象及其组分的不确定性,因此重凝层为上述可能反应产物的随机混合,重凝物元素比例及氧含量都具有一定的不确定性,但相对均匀。

### 3.3 刻蚀机制探讨

在纳秒脉冲激光与材料相互作用过程中,电子与晶格已达到热平衡,材料不断升温并经历熔化、气化等热相变过程<sup>[27]</sup>。据相关研究<sup>[28-29]</sup>报道,5 ns 脉宽、1064 nm 波长 Nd:YAG 激光对 Al 的刻蚀阈值为 5.2 J/cm<sup>2</sup>,6 ns 脉宽、1064 nm 波长 Nd:YAG 激光对 SiC 的刻蚀阈值为 7.8 J/cm<sup>2</sup>。实验过程中平均光强  $\bar{I} = 7 \times 10^9$  W/cm<sup>2</sup> 保持不变,脉冲能量密度  $F$  随脉宽  $\tau$  呈正比增加;最小脉宽 4 ns 激光作用材料时脉冲能量密度为 28 J/cm<sup>2</sup>,超过了 Al 及 SiC 的刻蚀阈值。可见,此实验条件下 Al 基体和 SiC 增强相都已发生气化蚀除。

图 6 为不同气压下脉冲激光刻蚀效果对比,图中下方为 3D 表面轮廓仪测量的蓝色线条所在位置表面高度变化。采用 0.1 MPa Ar 气时,辅助气体气压很小,材料蚀除极少,刻蚀表面起伏不平,平均刻蚀深度几乎为零;当 Ar 气气压为 1 MPa 时,平均刻蚀深度达到 20  $\mu\text{m}$  左右。可见,相比于激光的直接气化蚀除,高压辅助气体的机械蚀除作用更加明显。



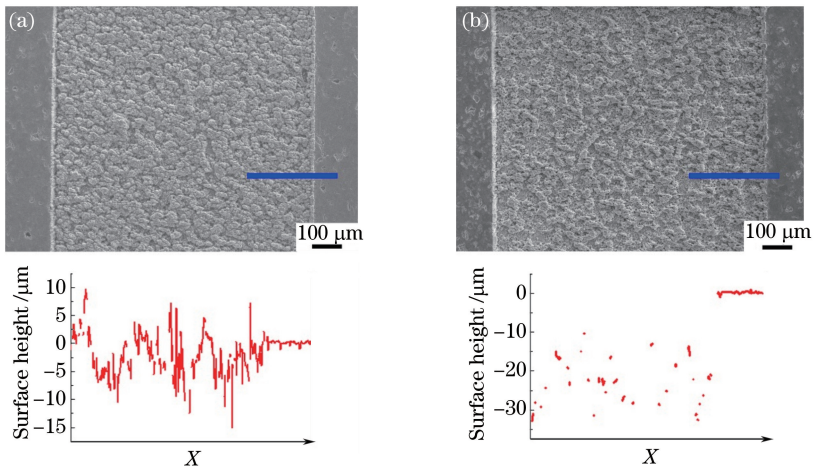


图 6 不同气压条件下,  $28 \text{ J/cm}^2$  脉冲激光刻蚀效果。(a) 0.1 MPa; (b) 1 MPa

Fig. 6 Ablation results by  $28 \text{ J/cm}^2$  laser under different gas pressures. (a) 0.1 MPa; (b) 1 MPa

在纳秒脉冲激光与材料的相互作用过程中,激光会使材料熔化形成熔池。实验中单光斑范围内脉冲数高达 600,因此熔池内 Al、SiC 及  $\text{O}_2$  有较充足的时间发生冶金反应并混合均匀,且高压 Ar 气可将熔融物从熔池中吹除,从而实现对复合材料的刻蚀加工。图 7 所示为两种条件下激光刻蚀机制对比示意图。在光强不变的条件下,随着脉冲宽度的增加,激光能量增加,激光作用时间增长,熔池变大,高压辅助气体吹除物质增多,刻蚀深度增加。

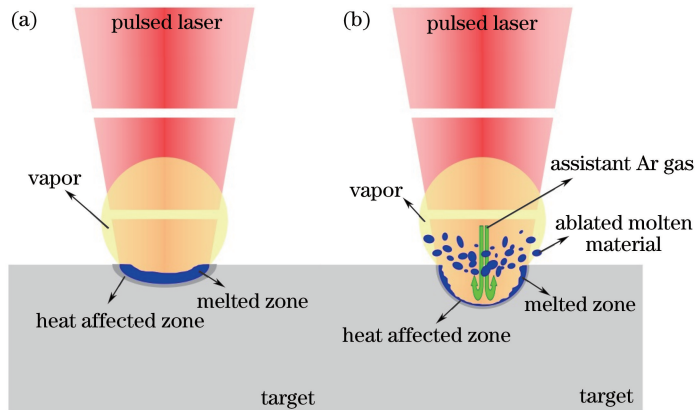


图 7 不同气压条件下,纳秒脉冲激光刻蚀材料示意图。(a) 0.1 MPa; (b) 1 MPa

Fig. 7 Schematic diagrams of nanosecond-pulsed laser ablation of materials under different gas pressures. (a) 0.1 MPa; (b) 1 MPa

## 4 结 论

在高压同轴气体辅助下,采用红外纳秒激光器可以实现  $\text{SiC}_p/\text{AA2024}$  复合材料相对均匀的刻蚀加工,高压同轴气体的机械作用是材料蚀除的主要机制。在激光刻蚀过程中存在复杂的冶金反应,刻蚀表面粗糙度和重凝层厚度随激光能量的增加而增加,但最后均呈饱和趋势。

## 参 考 文 献

- [1] Ibrahim I A, Mohamed F A, Lavernia E J. Particulate reinforced metal matrix composites—a review[J]. Journal of Materials Science, 1991, 26(5): 1137-1156.
- [2] Zhang Q, Ma X Y, Wu G H. Interfacial microstructure of  $\text{SiC}_p/\text{Al}$  composite produced by the pressureless infiltration technique[J]. Ceramics International, 2013, 39(5): 4893-4897.
- [3] El-Gallab M, Sklad M. Machining of Al/SiC particulate metal-matrix composites: Part I: Tool performance [J]. Journal of Materials Processing Technology, 1998, 83(1-3): 151-158.

- [4] Wang T, Xie L J, Wang X B, *et al.* Surface integrity of high speed milling of Al/SiC/65p aluminum matrix composites [J]. *Procedia CIRP*, 2013, 8: 475-480.
- [5] El-Gallab M, Sklad M. Machining of Al/SiC particulate metal-matrix composites: Part II: Workpiece surface integrity [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1998, 83(1-3): 277-285.
- [6] Dandekar C R, Shin Y C. Multi-step 3-D finite element modeling of subsurface damage in machining particulate reinforced metal matrix composites[J]. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2009, 40(8): 1231-1239.
- [7] Muller F, Monaghan J. Non-conventional machining of particle reinforced metal matrix composites [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 118(1-3): 278-285.
- [8] Singh P N, Raghukandan K, Rathinasabapathi M, *et al.* Electric discharge machining of Al-10% SiC<sub>p</sub> as-cast metal matrix composites[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, 155: 1653-1657.
- [9] Rozenek M, Kozak J, Dabrowski L, *et al.* Electrical discharge machining characteristics of metal matrix composites [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, 109(3): 367-370.
- [10] Harris G L. Properties of silicon carbide[M]. London: Institution of Electrical Engineers, 1995: 134.
- [11] Molian P, Pecholt B, Gupta S. Picosecond pulsed laser ablation and micromachining of 4H-SiC wafers [J]. *Applied Surface Science*, 2009, 255(8): 4515-4520.
- [12] Dandekar C R, Shin Y C. Experimental evaluation of laser-assisted machining of silicon carbide particle-reinforced aluminum matrix composites[J]. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2013, 66(9-12): 1603-1610.
- [13] Dandekar C R. Multi-scale modeling and laser-assisted machining of metal matrix composites[D]. Indiana: Purdue University, 2010.
- [14] Desbiens J P, Masson P. ArF excimer laser micromachining of Pyrex, SiC and PZT for rapid prototyping of MEMS components[J]. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2007, 136(2): 554-563.
- [15] Neuenschwander B, Bucher G F, Nussbaum C, *et al.* Processing of metals and dielectric materials with ps-laser pulses: Results, strategies, limitations and needs[C]. SPIE, 2010, 7584: 75840R.
- [16] Momma C, Nolte S, Chichkov B N, *et al.* Precise laser ablation with ultrashort pulses[J]. *Applied Surface Science*, 1997, 109: 15-19.
- [17] Teixidor D, Ferrer I, Ciurana J, *et al.* Optimization of process parameters for pulsed laser milling of micro-channels on AISI H13 tool steel[J]. *Robotics and Computer-Integrated Manufacturing*, 2013, 29(1): 209-218.
- [18] Vanko G, Zehetner J, Choleva P, *et al.* Laser ablation: A supporting technique to micromachining of SiC[C]. Ninth International Conference on Advanced Semiconductor Devices and Microsystems, 2012: 259-262.
- [19] Dahotre N B, Mccay M H, Mccay T D, *et al.* Pulse laser processing of a SiC/Al-alloy metal matrix composite[J]. *Journal of Materials Research*, 1991, 6(3): 514-529.
- [20] Hong L, Vilar R M, Wang Y M. Laser beam processing of a SiC particulate reinforced 6061 aluminum metal matrix composite[J]. *Journal of Materials Science*, 1997, 32(20): 5545-5550.
- [21] Mahanty S, Gouthama. Surface refinement of metal-matrix composites (MMC) Al-Si/SiC<sub>p</sub> by pulse-laser treatment and its wear characteristics[J]. *Journal of Russian Laser Research*, 2015, 36(3): 269-275.
- [22] Qian D S, Zhong X L, Hashimoto T, *et al.* Effect of excimer laser surface melting on the corrosion performance of a SiC<sub>p</sub>/Al metal matrix composite[J]. *Applied Surface Science*, 2015, 330: 280-291.
- [23] Pehrsson P E, Kaplan R. Excimer laser cleaning, annealing, and ablation of  $\beta$ -SiC[J]. *Journal of Materials Research*, 1989, 4(6): 1480-1490.
- [24] Gupta S, Pecholt B, Molian P. Excimer laser ablation of single crystal 4H-SiC and 6H-SiC wafers [J]. *Journal of Materials Science*, 2011, 46(1): 196-206.
- [25] Salama I A, Quick N R, Kar A. Microstructural and electrical resistance analysis of laser-processed SiC substrates for wide bandgap semiconductor materials[J]. *Journal of Materials Science*, 2005, 40(15): 3969-3980
- [26] Salama I A, Kar A, Quick N R. Laser direct-metallization of silicon carbide without metal deposition[J]. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 2003, 764: 75-80.
- [27] Miotello A, Kelly R. Laser-induced phase explosion: New physical problems when a condensed phase approaches the thermodynamic critical temperature[J]. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 1999, 69: S67-S73.
- [28] Porneala C, Willis D A. Time-resolved dynamics of nanosecond laser-induced phase explosion[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2009, 42(15): 155503.
- [29] Duc D H, Naoki I, Kazuyoshi F. A study of near-infrared nanosecond laser ablation of silicon carbide[J]. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2013, 65: 713-718.