

# 飞秒激光脉冲诱导不锈钢表面微结构研究

吴勃<sup>1,2</sup> 周明<sup>2</sup> 李保家<sup>2</sup> 蔡兰<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> 江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013  
<sup>2</sup> 江苏大学光子制造科学技术中心, 江苏 镇江 212013)

**摘要** 采用中心波长 800 nm、脉宽 130 fs、频率 1 kHz 的飞秒激光脉冲对 316L 不锈钢样品, 在高真空环境中进行了微结构制备研究。实验获得了飞秒激光对 316L 不锈钢的单脉冲烧蚀阈值; 并分别对高于和低于能量阈值的激光在多次脉冲下激光能量的累积效应进行了实验研究。实验结果表明: 高于阈值的单脉冲能量 100  $\mu\text{J}$ , 随着脉冲次数的增加, 分别获得了亚微米级激光诱导周期性表面结构(LIPSS)、微米级波纹结构和微米级锥状钉结构; 低于阈值的单脉冲能量 20  $\mu\text{J}$ , 在累积脉冲下也能获得 LIPSS 和微米级波纹结构。

**关键词** 激光技术; 超快光学; 烧蚀; 能量阈值; 脉冲累积; 316L 不锈钢; 周期性表面结构

**中图分类号** TN249 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/LOP50.111406

## Microstructures on Stainless Steel Surface Induced by Femtosecond Laser Pulse

Wu Bo<sup>1,2</sup> Zhou Ming<sup>2</sup> Li Baojia<sup>2</sup> Cai Lan<sup>2</sup>

(<sup>1</sup> School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China  
<sup>2</sup> Center for Photon Manufacturing Science and Technology, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China)

**Abstract** We investigate microstructures on 316L stainless steel surface induced through using femtosecond laser with central wavelength of 800 nm and pulse duration of 130 fs at a repetition rate of 1 kHz in high vacuum. The single-pulse threshold of 316L stainless steel is obtained by experiment. The multi-pulse laser energy accumulation is experimentally studied with the laser fluences higher and lower than the single-pulse threshold, respectively. Experimental results show that with the laser fluence increasing, laser-induced periodic surface structures (LIPSSs) on the submicron scale, ripples and cone-shaped spikes on the micron scale are fabricated with single-pulse energy of 100  $\mu\text{J}$  which is higher than the threshold. And LIPSS on the submicron scale and ripples on the micron scale can also be obtained by multiple pulses with single-pulse energy of 20  $\mu\text{J}$  which is lower than the threshold.

**Key words** laser technique; ultrafast optics; ablation; energy threshold; multi-pulse accumulation; 316L stainless steel; periodic surface structure

**OCIS codes** 140.3390; 160.3900; 320.7090

## 1 引言

飞秒激光诱导周期性表面微结构是研究者非常感兴趣的领域<sup>[1-3]</sup>。飞秒激光的能量密度峰值极高, 在激光精加工中具有可忽略的热传导效应、精确的消融阈值、高的可重复性和高效率等优点<sup>[4-6]</sup>。飞秒激光辐照材料表面, 有时会在烧蚀区域出现有序的微纳结构, 如波纹状结构。形成周期性微纳结构的机理还在讨论中, 理论模型包括库仑爆炸-自组织模型、干涉模型、二次谐波模型和分子动力学模型等<sup>[7]</sup>。这类周期性微结

**收稿日期**: 2013-06-05; **收到修改稿日期**: 2013-08-02; **网络出版日期**: 2013-09-10

**基金项目**: 国家 973 计划(2011CB013000)、国家自然科学基金(50975128, 50975129)、江苏省光子制造科学与技术重点实验室开放基金(GZ200714)

**作者简介**: 吴勃(1977—), 男, 讲师, 博士, 主要从事激光微结构制备与方面的研究。E-mail: wubobh@sina.com

**导师简介**: 周明(1972—), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事光子制造与测试方面的研究。E-mail: zm\_laser@126.com (通信联系人)

构可应用于超疏水表面、生物相容性表面以及高吸波表面的制备。飞秒激光微加工技术可以应用于金属<sup>[8]</sup>、半导体<sup>[9]</sup>和电介质<sup>[7]</sup>等各种材料<sup>[10]</sup>。因此,飞秒激光在超精密加工领域有非常好的应用前景。目前许多研究对象主要集中于半导体和金属材料,而对不锈钢的研究相对较少。本文利用飞秒激光对 316L 不锈钢进行脉冲烧蚀,研究了单脉冲和累积脉冲下微结构的形成机理,对实际应用和理论研究具有一定的指导意义。

## 2 实验

### 2.1 激光加工系统

图 1 为飞秒激光微加工示意图。实验中所采用的是 Integra-C 飞秒激光系统(美国 Quantronix 公司),激光参数为:波长 800 nm,脉冲宽度 130 fs,频率 1 kHz,最大单脉冲能量 2.5 mJ。飞秒激光器输出的激光束经滤波片、扩束镜后被焦距 40 cm 的聚焦镜聚焦,经过聚焦的激光束通过石英玻璃窗进入真空靶室,垂直聚焦于样品台上的样品表面,光斑直径约 180  $\mu\text{m}$ 。激光的输出功率由放置在滤波片前的能量计测量,能量的大小由激光控制器控制,测量后能量计被移开;样品位置由三维移动轴控制,精度为 0.1  $\mu\text{m}$ ,真空靶室有多个玻璃窗口,可以用于观察和控制样品的位置;通过时间延迟系统(DG535)来控制脉冲的数量;样品室用一个机械泵和一个分子泵抽成所需要的真空度,真空靶室内的真空度由真空靶室控制箱控制。

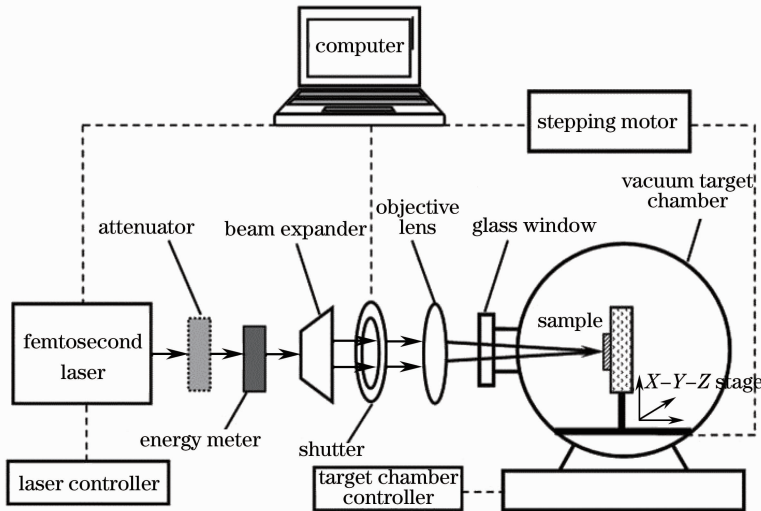


图 1 飞秒激光微加工系统示意图

Fig. 1 Schematic illustration of the femtosecond laser micromachining system

### 2.2 样品制备

实验中采用的样品为厚 0.5 mm 的 316L 不锈钢圆片(质量分数 C 0.018%、Cr 16.70%、Ni 10.48%、Mo 2.09%、Mn 1.10%、Si 0.65%、P 0.025%、S 0.002%、N 0.02%),直径 15 mm。样品抛光后用超声清洗机在去离子水和丙酮中分别超声清洗 30 min;将吹干后的样品安装于真空靶室中的样品座上,将靶室抽成高真空( $3.5 \times 10^{-3}$  Pa);调节飞秒激光器,用所需要的参数进行飞秒激光微加工;采用 EVO MA 10 扫描电子显微镜(SEM,德国 ZEISS 公司)飞秒激光制备的样品表面的形貌,加速电压 10 kV。

## 3 结果与讨论

### 3.1 316L 不锈钢的单脉冲烧蚀阈值研究

高斯光束中各点的能流密度在空间分布上是不均匀的,在激光能流密度高于烧蚀阈值  $I_{th}$  的一定直径  $D_{ab}$  范围内的区域,材料发生烧蚀破坏,而在低于烧蚀阈值的光斑外围区域,材料不发生烧蚀破坏。到达样品表面的激光光斑中心激光强度  $I_0$  与激光单脉冲能量关系为<sup>[11]</sup>

$$I_0 = \frac{2E}{\pi\omega_0^2}, \quad (1)$$

式中  $E$  为激光单脉冲能量(单位: J),  $\omega_0$  为激光束腰半径(单位:  $\mu\text{m}$ )。消融直径与消融阈值以及能流密度的关系为<sup>[12]</sup>

$$D^2 = 2\omega_0^2 \ln\left(\frac{I_0}{I_{\text{th}}}\right), \quad (2)$$

将(1)式代入(2)式整理得

$$D^2 = 2\omega_0^2 \ln E + 2\omega_0^2 \ln\left(\frac{2}{\pi\omega_0^2 I_{\text{th}}}\right). \quad (3)$$

从(3)式可以看出,烧蚀直径的平方与激光单脉冲能量  $E$  的对数成线性关系,且斜率为  $2\omega_0^2$ 。

图 2 为飞秒激光辐照 316L 不锈钢样品时,烧蚀直径的平方与单脉冲能量的对数之间的关系曲线图。图中方点表示一定单脉冲能量的对数所对应的烧蚀直径的平方值,直线为这些数据点的拟合曲线。拟合曲线的斜率为  $2\omega_0^2 = 18396$ ,则激光束的束腰半径  $\omega_0 = 95.9 \mu\text{m}$ 。当  $D=0$  时,即激光束在样品表面刚要产生而未产生烧蚀破坏时,所对应的单脉冲能量就是单脉冲能量阈值,从图中的拟合曲线反推可以获得能量阈值  $E_{\text{th}} = 94 \mu\text{J}$ ,再根据(1)式可计算得到 316L 不锈钢的能流密度阈值为  $I_{\text{th}} = 0.65 \text{ J}/\text{cm}^2$ 。

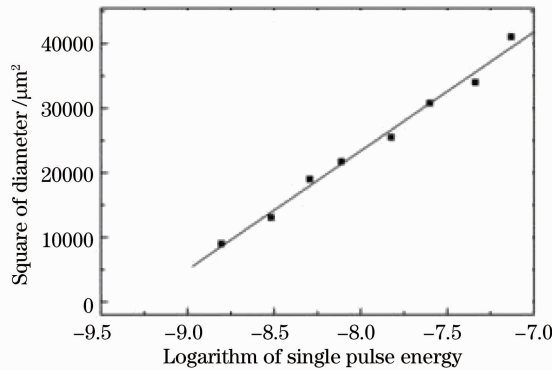


图 2 烧蚀直径的平方与单脉冲能量的对数之间的关系图

Fig. 2 Square of ablation diameter as a function of logarithm of single pulse energy

### 3.2 316L 不锈钢的多脉冲累积效应研究

图 3 为 316L 不锈钢在单脉冲能量  $E = 100 \mu\text{J}$  时,不同脉冲个数的飞秒激光冲击下获得的微结构形貌图。样品表面经过 5 次激光脉冲后,获得了与偏振方向垂直的典型的激光诱导周期性波纹结构(LIPSS)[图 3(a),(b)],其周期约为 500 nm,略低于光波波长,且垂直于激光偏振方向,这种形貌的形成是由于之前

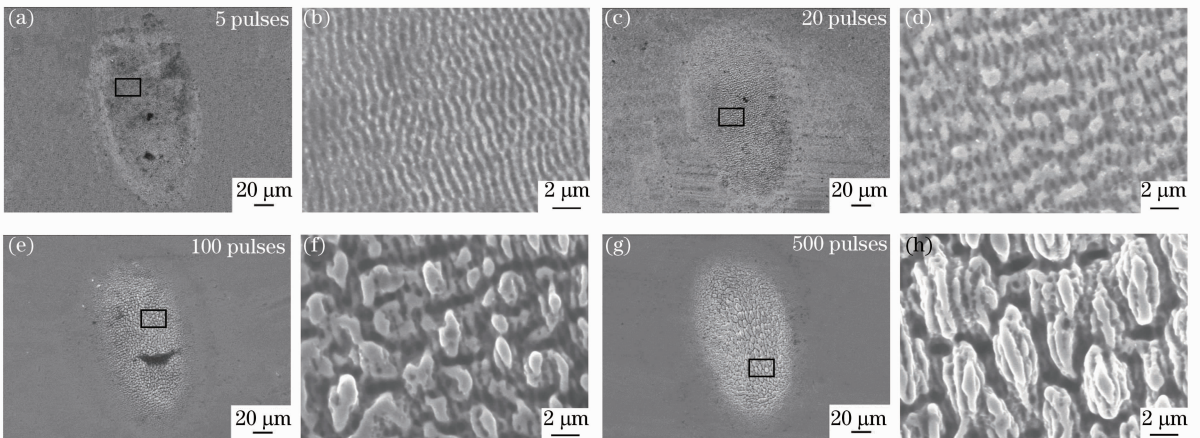


图 3 单脉冲能量为  $100 \mu\text{J}$  的飞秒激光不同个数脉冲在 316L 不锈钢表面冲击成型的 SEM 图。

(a),(c),(e),(g)总体图;(b),(d),(f),(h)局部放大图

Fig. 3 SEM images of of 316L stainless steel after femtosecond laser treatment with different numbers of pulses at  $E = 100 \mu\text{J}$ . (a), (c), (e), (g) Overall views; (b), (d), (f), (h) magnified views



的激光脉冲在材料表面产生散射波与后续脉冲发生干涉<sup>[13]</sup>。当样品经过 20 次激光脉冲后[图 3(c),(d)],光斑中心部位出现了垂直于 LIPSS 结构的大尺度波纹结构,其周期约  $3.5 \mu\text{m}$ 。当脉冲次数增加至 100 次时[图 3(e),(f)],大尺度波纹被截断形成一个个孤岛。在脉冲继续增加至 500 次的过程中,这些锥状钉结构的尺寸随之增大至约  $5 \mu\text{m}$ [图 3(g),(h)]。

飞秒激光照射材料表面时,由于表面的不规则会激发出散射光波,后续的激光脉冲与之前脉冲产生的散射光波相互干涉,形成了能量在空间上的周期性分布,从而在材料表面产生类似干涉条纹的周期性 LIPSS 结构<sup>[14]</sup>。通常 LIPSS 结构和分布方向与入射光的脉宽、波长、偏振态以及材料表面性质相关。通过大量实验总结论证出的金属表面波纹周期与入射激光波长之间的关系为<sup>[15]</sup>

$$d = \lambda / (1 \pm \sin \theta), \quad (4)$$

式中  $d$  为波纹周期; $\lambda$  为激光波长; $\theta$  为激光光束的入射角,实验中激光为垂直入射, $\theta=0^\circ$ 。(4)式表明,可以通过改变入射激光波长和入射角度来控制波纹周期。

在小于能量阈值的条件下,图 4 为 316L 不锈钢在单脉冲能量  $E=20 \mu\text{J}$  时,飞秒激光不同脉冲个数冲击下获得的微结构形貌图。在 10 个激光脉冲后表面获得了典型的 LIPSS 结构,方向垂直于偏振方向[图 4(a)]。激光脉冲数目增加到 50 个时[图 4(b)],表面出现了平行于激光偏振方向的大尺度波纹,但波纹并不明显。脉冲数目 10 个和 50 个时获得的 LIPSS 中,大量的波纹被累积的脉冲剖分成两条波纹,这些二次波纹的周期约  $340 \text{ nm}$ ,波纹宽度约  $220 \text{ nm}$ [图 4(a),(b)中的椭圆区域]。当表面被激光冲击 500 次后[图 4(c)],表面还是典型的 LIPSS 结构,周期约  $520 \text{ nm}$ ,波纹表面与较少脉冲获得的波纹表面相比较为粗糙,密布了大量的纳米级颗粒,而大尺度波纹结构同样很不明显。10000 次累积脉冲后的结构中出现了微米级波纹结构,这与单脉冲能量  $100 \mu\text{J}$  的激光 20 次累积脉冲后的结构相似[图 4(d)]。

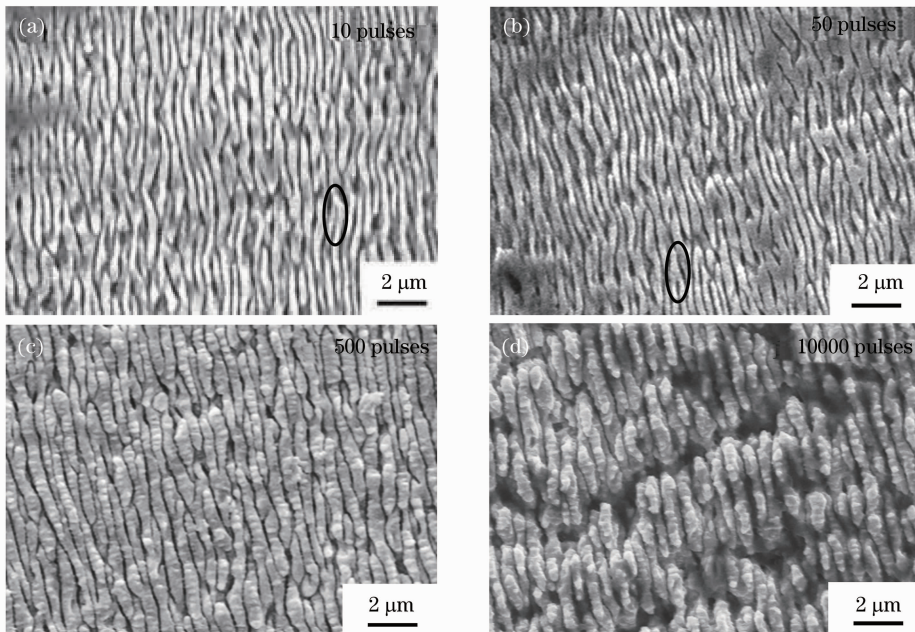


图 4 单脉冲能量为  $20 \mu\text{J}$  的飞秒激光不同个数脉冲在 316L 不锈钢表面冲击成型的 SEM 图

Fig. 4 SEM images of 316L stainless steel after femtosecond laser treatment with different numbers of pulses at  $E=20 \mu\text{J}$

低于能量阈值的  $20 \mu\text{J}$  的飞秒激光在多次累积脉冲后也能获得 LIPSS 结构和微米级波纹结构,这是由于累积效应的结果。在累积脉冲辐照时,获得 LIPSS 和大尺度波纹的能量阈值与脉冲次数有关,当脉冲次数增加时,能量阈值下降,这就是累积效应的结果。因为在多次脉冲过程中,表面的微结构在每次脉冲后有所不同,这就影响了表面对后续脉冲能量的吸收能力。同时多次累积脉冲时能量除了向靶材纵深的热扩散、热辐射等外,一直不断积累,晶格的温度不断升高,达到更好的能量累积效果<sup>[16]</sup>。

## 4 结 论

采用中心波长 800 nm、脉宽 130 fs、频率 1 kHz 的飞秒激光脉冲在 316L 不锈钢样品表面制备微结构,通过扫描电子显微镜表征和研究微结构的形貌及其形成机理。实验结果表明:316L 不锈钢的单脉冲能量阈值为  $0.65 \text{ J/cm}^2$ ;由于累积效应,单脉冲能量  $100 \mu\text{J}$  时,随着脉冲次数的增加,分别获得了 LIPSS 结构(周期约 500 nm)、微米级波纹结构(周期约  $3.5 \mu\text{m}$ )和微米级锥状钉结构(周期约  $5 \mu\text{m}$ );单脉冲能量  $20 \mu\text{J}$  时,在累积脉冲下也能获得 LIPSS 结构。

## 参 考 文 献

- 1 W Chang, M Choi, J Kim, *et al.*. Sub-micron scale patterning using femtosecond laser and self-assembled monolayers interaction [J]. *Appl Surf Sci*, 2005, 240(1-4): 296–304.
- 2 S Bera, A J Sabbah, C G Durfee, *et al.*. Development of a femtosecond micromachining workstation by use of spectral interferometry [J]. *Opt Lett*, 2005, 30(4): 373–375.
- 3 Shao Yunliang, Zhou Ming, Zhang Wei, *et al.*. Nanoscale period surface structure of graphite induced by femtosecond laser [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2009, 46(7): 41–44.  
邵云亮, 周 明, 张 伟, 等. 飞秒激光诱导石墨表面周期性纳米结构[J]. *激光与光电子学进展*, 2009, 46(7): 41–44.
- 4 Wang Yuerong, Li Yi, He Shutong, *et al.*. Femtosecond laser directly writing two dimensional metal sub-wavelength hole array applicable to terahertz band [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2011, 48(5): 051402.  
汪月容, 李 毅, 何书通, 等. 飞秒激光直写太赫兹波段二维金属亚波长孔阵列[J]. *激光与光电子学进展*, 2011, 48(5): 051402.
- 5 Xu Bin, Wu Xiaoyu, Ling Shiquan, *et al.*. Numerical simulation of thermal electron emission in metal films ablated by multi-pulse femtosecond laser [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2012, 49(8): 083201.  
徐 斌, 伍晓宇, 凌世全, 等. 多脉冲飞秒激光烧蚀金属箔的热电子发射数值分析[J]. *激光与光电子学进展*, 2012, 49(8): 083201.
- 6 J M Shieh, Z H Chen, B T Dai, *et al.*. Near-infrared femtosecond laser-induced crystallization [J]. *Appl Phys Lett*, 2004, 85(7): 1232–1234.
- 7 Guo Xiaodong, Li Ruxin, Yu Bingkun, *et al.*. Recent developments in nanostructures on material surface induced by femtosecond laser [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2006, 43(8): 3–12.  
郭晓东, 李儒新, 余昺鲲, 等. 飞秒激光诱导材料表面纳米结构研究新进展[J]. *激光与光电子学进展*, 2006, 43(8): 3–12.
- 8 A Chimmalgi, C P Grigoropoulos, K Komvopoulos. Surface nanostructuring by nano-/femtosecond laser-assisted scanning force microscopy [J]. *J Appl Phys*, 2005, 97(10): 104319.
- 9 A Borowiec, H K Haugen. Subwavelength ripple formation on the surfaces of compound semiconductors irradiated with femtosecond laser pulses [J]. *Appl Phys Lett*, 2003, 82(25): 4462–4464.
- 10 Wu Xiaolin, Gao Chuanyu, Zhou Ming, *et al.*. The ablation study on Ag film by femtosecond laser [J]. *J Functional Materials*, 2011, 42(Z1): 179–182.  
吴小麟, 高传玉, 周 明, 等. 飞秒激光烧蚀 Ag 膜的研究[J]. *功能材料*, 2011, 42(Z1): 179–182.
- 11 P T Mannion, J Magee, E Coyne, *et al.*. The effect of damage accumulation behaviour on ablation thresholds and damage morphology in ultrafast laser micro-machining of common metals in air [J]. *Appl Surf Sci*, 2004, 233(1–4): 275–287.
- 12 Yuan Dongqing, Zhou Ming, Cai Lan, *et al.*. Micromachining of Au film by femtosecond pulse laser [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2009, 29(5): 1209–1212.  
袁冬青, 周 明, 蔡 兰, 等. 飞秒激光微加工 Au 膜[J]. *光谱学与光谱分析*, 2009, 29(5): 1209–1212.
- 13 J E Sipe, J F Young, J S Preston, *et al.*. Laser-induced periodic surface structure. I. Theory [J]. *Phys Rev B*, 1983, 27(2): 1141–1154.
- 14 H M van Driel, J E Sipe, J F Young. Laser-induced periodic surface structure on solids: a universal phenomenon [J]. *Phys Rev Lett*, 1982, 49(26): 1955–1958.
- 15 A M Bonch-Bruевич, M N Libenson, V S Makin, *et al.*. Surface electromagnetic waves in optics [J]. *Opt Eng*, 1992, 31(4): 718–730.
- 16 Li Zhihua, Fan Jingqin, Li Punian, *et al.*. Effect of laser energy accumulation on surface periodic structures induced by femtosecond laser [J]. *Chinese J Lasers*, 2010, 37(1): 68–73.  
李智华, 范敬钦, 李普年, 等. 能量累积效应对飞秒激光诱导表面周期结构的影响[J]. *中国激光*, 2010, 37(1): 68–73.