

# 0Cr18Ni9 不锈钢飞秒激光烧蚀特性的研究

彭丽勇 林家新 唐鹏 郭亮 张庆茂

广东省微纳光子功能材料与器件重点实验室, 广东 广州 510006

**摘要** 为研究飞秒激光烧蚀 0Cr18Ni9 不锈钢的特性, 采用掺 Nd:KGW 的飞秒激光进行了 0Cr18Ni9 不锈钢烧蚀实验。分析了飞秒激光烧蚀 0Cr18Ni9 不锈钢的表面形貌与烧蚀区域发生的相关效应。实验与分析表明 0Cr18Ni9 不锈钢烧蚀阈值为  $0.45 \text{ J/cm}^2$ ; 随辐照脉冲数增加, 烧蚀区域呈现光栅结构、微凸结构、乳突结构和凹陷结构, 烧蚀孔形成的表面结构变化规律, 并伴有热影响, 且不锈钢烧蚀区表面发生氧化现象; 烧蚀区形成的微观结构影响激光能量的进一步传输和沉积, 烧蚀区出现局部深熔。

**关键词** 激光技术; 飞秒激光烧蚀; 0Cr18Ni9 不锈钢; 热影响; 氧化现象

**中图分类号** TN249 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/LOP51.071401

## Research on Properties of Femtosecond Laser Ablation of 0Cr18Ni9 Stainless Steel

Peng Liyong Lin Jiaxin Tang Peng Guo Liang Zhang Qingmao

Laboratory of Nanophotonic Functional Materials and Devices, Guangzhou, Guangdong 510006, China

**Abstract** A doping Nd:KGW femtosecond laser is used to ablate 0Cr18Ni9 stainless steel, and its ablation characteristics are studied. The surface profile of the ablated stainless steel and the associated effect in the ablation area are detected. Studies indicate that the ablation threshold of 0Cr18Ni9 stainless steel is  $0.45 \text{ J/cm}^2$ ; the ablation area successively appears grating structure, micro-convex structure, mastoid structure and concave structure, ablation hole along with the increase of the pulse number, and accompanied by heat affected zone, oxidation occurs at the ablation region; Microstructure in the ablation zone influences laser energy transfer and deposition further, local deep penetrating appears.

**Key words** laser technique; femtosecond laser ablation; 0Cr18Ni9 stainless steel; heat effect; oxidation phenomenon

**OCIS codes** 140.3390; 140.3460; 140.6810

## 1 引言

近年来, 飞秒激光在微纳加工领域备受关注<sup>[1-3]</sup>。飞秒激光凭借其极短的脉冲持续时间、超高的峰值能量等特点, 突破了材料特性的限制, 丰富了材料加工的手段<sup>[4-7]</sup>, 飞秒激光微纳加工已成为世界激光界及材料界共同关注的课题。目前, 飞秒激光与材料的相互作用机理一直是人们研究的重点和热点<sup>[8-10]</sup>, 国内外学者对飞秒激光烧蚀材料做了大量研究工作。在基础理论方面, 对激光与材料作用过程中的热传导、热沉积、温度场等进行了系统研究<sup>[11-12]</sup>; 在加工工艺方面, 探索了激光脉冲参数(能量、频率、脉冲数等)、激光扫描方式、速度及环境气体等对加工质量的影响<sup>[8,13-15]</sup>; 在制备微结构方面, 目前可制备出光栅结构、乳突结构、圆形颗粒结构等表面结构<sup>[10,13,16]</sup>。然而, 对于飞秒激光烧蚀金属材料时材料表面的变化规律及材料烧蚀去除的演变过程仍缺乏系统深入的研究, 而揭示材料烧蚀变化规律及其去除演变过程是飞秒激光微纳加工技术大规模

收稿日期: 2014-01-13; 收到修改稿日期: 2014-02-22; 网络出版日期: 2014-06-17

基金项目: 国家 863 计划(2012AA040210)、中央财政支持地方高校专项资金(510-C10293)、广东省教育厅学科建设专项(CXZD1139)

作者简介: 彭丽勇(1987—), 男, 硕士研究生, 主要从事飞秒激光微纳加工技术方面的研究。

E-mail: pengliyong\_2013@163.com

导师简介: 张庆茂(1966—), 男, 博士, 教授, 主要从事激光先进制造技术应用基础理论方面的研究。

E-mail: zhangqm@scnu.edu.cn(通信联系人)

工业化应用的基础。本文以0Cr18Ni9奥氏体不锈钢为基材,从激光烧蚀阈值的理论计算及其表面微观结构的检测与分析等方面展开对飞秒激光烧蚀0Cr18Ni9不锈钢的研究,为飞秒激光0Cr18Ni9不锈钢烧蚀特性研究提供了相应的实验依据和理论分析,对飞秒激光烧蚀金属材料微纳加工具有一定的指导意义。

## 2 实验材料、设备及方法

### 2.1 实验材料

实验材料为0Cr18Ni9奥氏体不锈钢,几何尺寸为50 mm×25 mm×0.6 mm。

### 2.2 实验设备

采用法国Amplitude Systèmes公司生产的掺Nd:KGW飞秒激光精细微加工系统(LPMMS),飞秒激光参数见表1。

表1 飞秒激光参数

Table 1 Parameters of femtosecond laser

| Parameters | Power /W | Wavelength /nm | Pulse width /fs | Frequency /kHz | Beam quality |
|------------|----------|----------------|-----------------|----------------|--------------|
| Value      | 0~4      | 1030           | 400             | 1~300          | <1.3         |

实验装置示意图如图1所示,衰减镜用来调节激光输出功率,光闸用于控制辐照脉冲数,XY运动平台精密控制工件线性加工的方向和速率,FP旋光模组平台用于工件打孔和环切的精密控制,同轴CCD用于实时观察激光与试样的作用情况。

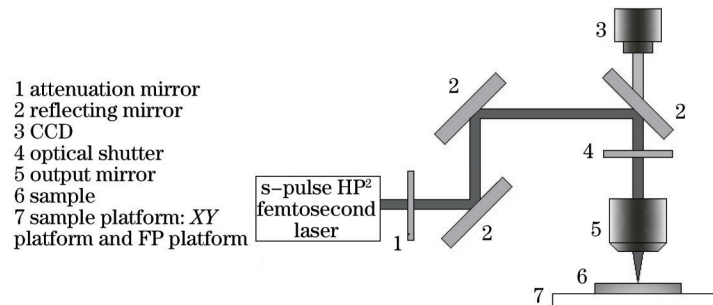


图1 飞秒激光烧蚀实验装置示意图

Fig.1 Experimental setup of femtosecond laser ablation

### 2.3 实验方法

采用单参量变化法进行实验设计。通过大量前期工艺实验,确定用于激光烧蚀的工艺参数见表2。分别通过改变激光功率 $P$ 和辐照脉冲数 $N$ ,对0Cr18Ni9不锈钢进行打孔烧蚀实验。

表2 实验参数

Table 2 Experimental parameters

| Parameters | Power /W | Frequency /kHz | Pulse number | Defocusing amount /mm | Auxiliary gas |
|------------|----------|----------------|--------------|-----------------------|---------------|
| Value      | 0~4      | 5              | 10~1000      | 0                     | air           |

采用Nikon SMZ800型体式光学显微镜测定烧蚀孔面积,采用S-4300型场发射扫描电子显微镜(SEM)观察烧蚀区微观形貌,采用能谱仪(EDAX)测定烧蚀区成分,采用激光共聚焦显微镜重建烧蚀孔的三维轮廓。

## 3 结果与分析

### 3.1 烧蚀阈值

烧蚀阈值是指材料表面被激光损毁时所对应的最低激光能量密度<sup>[17]</sup>,目前对飞秒激光与物质相互作用机理的研究尚未完全成熟,其中烧蚀阈值理论得到了广泛认同<sup>[18]</sup>,测定烧蚀阈值的主要方法有数值计算、形貌检测及在线观测等。采用数值计算的方法,以显微测量为基础,通过改变激光输出功率对0Cr18Ni9不锈钢进行烧蚀,单组激光输出功率下烧蚀3次,烧蚀区形貌如图2所示,利用烧蚀区面积与脉冲强度的函数关系,推导出在辐照脉冲数为10时0Cr18Ni9不锈钢的多脉冲烧蚀阈值。

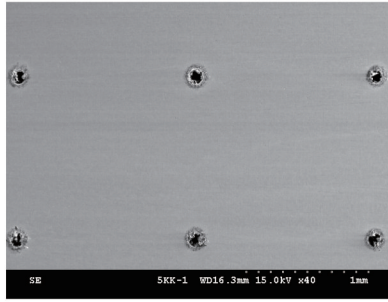


图2 烧蚀区形貌

Fig.2 Morphology of ablation zone

研究表明<sup>[19-20]</sup>,材料表面烧蚀区域的直径的平方  $D^2$  与激光的能量密度  $\phi_0$  之间满足下列关系式

$$D^2 = 2\omega_0^2 \ln \frac{\phi_0}{\phi_{th}}, \quad (1)$$

式中  $\omega_0$  为激光束腰半径,  $\phi_{th}$  为材料的烧蚀阈值。激光的能量密度  $\phi_0$  与脉冲能量  $E_p$  关系为

$$\phi_0 = \frac{2E_p}{\pi\omega_0^2}, \quad (2)$$

材料的烧蚀阈值  $\phi_{th}$  与阈值脉冲能量  $E_{th}$  关系为

$$\phi_{th} = \frac{2E_{th}}{\pi\omega_0^2}. \quad (3)$$

将(2)、(3)式代入(1)式并将直径  $D$  换算成面积  $S$  得

$$S = \frac{\pi\omega_0^2}{2} \ln E_p - \frac{\pi\omega_0^2}{2} \ln E_{th}. \quad (4)$$

图3为在激光重复频率为5 kHz, 累计辐照脉冲数  $N=10$  时测得的激光脉冲能量对数  $\ln E_p$  与烧蚀区域面积  $S$  之间的关系。由图中拟合直线得斜率  $k$  为546.12, 推算出激光光束束腰半径  $\omega_0 = 18.65 \mu\text{m}$ , 并令拟合直线与横坐标轴相交, 即  $S=0$ , 从而可得出脉冲宽度为400 fs、波长为1030 nm、重复频率为5 kHz、辐照脉冲数为10时, 0Cr18Ni9 不锈钢的烧蚀阈值  $\phi_{th}$  为  $0.45 \text{ J/cm}^2$ 。

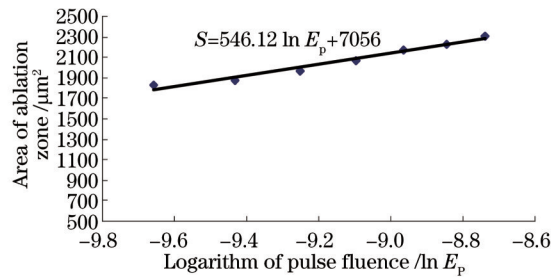


图3 脉冲能量对数与面积的关系曲线

Fig.3 Relationship between logarithm of pulse fluence and area

### 3.2 不锈钢烧蚀形貌及去除机理分析

图4是在激光重复频率为5 kHz、平均功率为4 W, 辐照脉冲数  $N$  分别为20、50、100和1000时得到的烧蚀区形貌。不锈钢表面呈从光栅条纹结构[图4(a)], 中心微凸结构、外围条纹结构[图4(b)], 凹陷结构和乳突结构并存[图4(c)], 到烧蚀孔形成[图4(d)]的演变规律。

图4(a)表明, 当飞秒激光辐照脉冲数  $N$  为20时, 不锈钢表面烧蚀区出现明显的周期性条纹结构, 经测定, 条纹结构的周期  $\Lambda$  在  $1\sim 2 \mu\text{m}$  之间。由于材料表面本身的粗糙、材料晶格分布或者烧蚀过程中产生的金属-空气混合等离子体对激光的散射作用等, 入射激光发生散射, 散射后的激光反射与入射激光发生干涉产生栅格, 使入射激光光波被周期性调制, 激光能量发生周期性变化, 因此, 材料吸收后产生周期性的烧蚀, 并出现周期性条纹结构。光栅条纹的方向和入射光波的偏振有关, 水平偏振光(p偏振光)诱导得到的光栅周期满足

$$\Lambda = \frac{\lambda}{1 \pm \sin \theta}, \quad (5)$$

式中  $\theta$  为激光入射角,  $\lambda$  为激光波长。本实验中, 激光垂直入射,  $\theta=0$ , 得光栅周期  $\Lambda = \lambda = 1030 \text{ nm}$ , 理论值与测定值近似相等。

图 4(b)~(d)表明, 当飞秒激光辐照脉冲数  $N=50$  时, 烧蚀区中心出现液体熔屑, 使周期性条纹结构变得模糊, 条纹“断开”形成了微米柱, 微米柱被进一步刻蚀形成微凸结构, 中心处外围仍为周期性条纹结构; 当辐照脉冲数  $N$  为 100 时, 烧蚀区出现了液体层, 激光照射液体层, 由于飞秒激光短脉宽与高能量的特性, 熔融液体进入过热状态, 引起了液相爆破, 表面材料形成的液滴向外抛离, 局部发生深熔, 形成凹陷结构, 未完全抛离的液滴快速冷却并重凝形成乳突结构, 乳突结构的直径约为  $5 \mu\text{m}$ ; 当辐照脉冲数  $N$  为 1000 时, 不锈钢表面出现烧蚀孔。观察图 4(a)~(d)发现, 烧蚀过程中伴有液滴溅射现象, 微孔周围存在烧蚀碎片, 表明飞秒激光烧蚀并非通常认为的非热熔性烧蚀和“冷”加工, 由于存在能量的累积, 烧蚀过程中伴有一定量的金属熔化, 热作用是不可避免的。

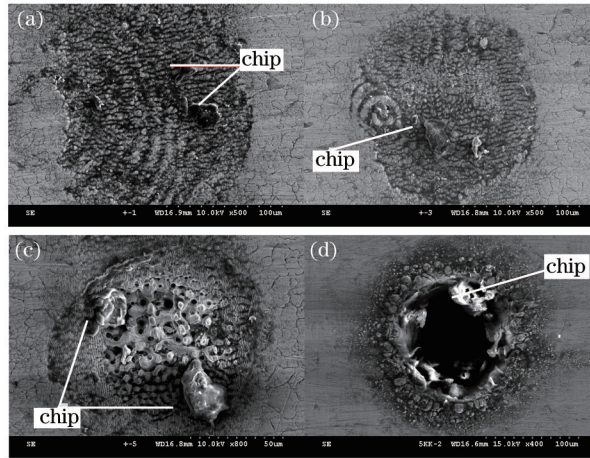


图 4 不同辐照脉冲数  $N$  下的烧蚀区形貌。(a)  $N=20$ ; (b)  $N=50$ ; (c)  $N=100$ ; (d)  $N=1000$

Fig.4 Morphology of ablation zone under different pulse numbers. (a)  $N=20$ ; (b)  $N=50$ ; (c)  $N=100$ ; (d)  $N=1000$

图 5 为 EDAX 分别测定的 0Cr18Ni9 不锈钢被飞秒激光烧蚀前后的元素成分, 对应的不锈钢各元素质量百分比如表 3 所示。表 3 表明, 在辐照脉冲数  $N$  为 50 时, 不锈钢被重复频率为  $5 \text{ kHz}$ 、平均功率为  $4 \text{ W}$  的飞秒激光烧蚀后, 氧元素从无到有, 增加量高达  $10.58\%$ 。据此推断: 尽管激光脉宽为飞秒量级, 但在大气条件下进行高能量、多脉冲烧蚀, 由于烧蚀区能量累积效应, 烧蚀材料表面发生了强烈的氧化反应。

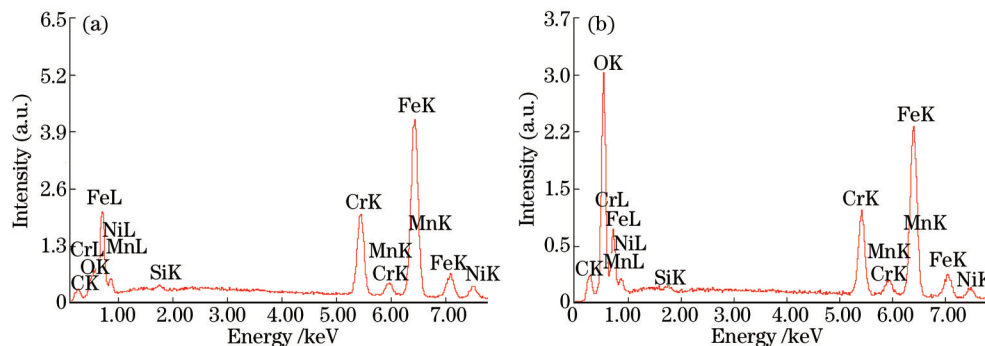


图 5 飞秒激光辐照脉冲数  $N$  为 50 时不锈钢烧蚀前后元素成分。(a) 烧蚀前; (b) 烧蚀后

Fig.5 Element composition of stainless steel before and after femtosecond laser ablation when pulse number is 50.

(a) Before ablation; (b) after ablation

表 3 飞秒激光烧蚀前后不锈钢元素质量分数

Table 3 Element mass fraction of stainless steel before and after femtosecond laser ablation unit: %

| Element     | C    | Si   | Cr    | Mn   | Fe    | Ni   | O     |
|-------------|------|------|-------|------|-------|------|-------|
| Unprocessed | 3.02 | 0.25 | 17.55 | 1.87 | 70.23 | 7.08 | 0     |
| Processed   | 5.42 | 0.23 | 16.04 | 1.02 | 61.16 | 5.55 | 10.58 |



### 3.3 烧蚀孔三维形貌分析

图6为采用激光共聚焦显微镜重建的0Cr18Ni9不锈钢在重复频率为5 kHz、平均功率为4 W,辐照脉冲数 $N$ 为1000时烧蚀孔的三维轮廓。观察图6(a)烧蚀孔三维形貌发现,烧蚀孔边缘被明显烧黑,孔底不平整,在孔的两侧出现较尖锐的深小孔;从图6(b)尺寸测量可看出,孔烧蚀最深处为13.4  $\mu\text{m}$ ,烧蚀浅处不足10  $\mu\text{m}$ 。这表明飞秒激光烧蚀不锈钢过程中,随辐照脉冲数的增加,不锈钢表面出现的微观形貌(包括条纹结构、凹陷结构、乳突结构等)、烧蚀碎片等对激光进一步烧蚀时的能量传输和沉积造成影响,烧蚀区各部分沉积的能量不同,不锈钢表面局部因为过热而出现深熔,出现深熔小孔,其他部分因为沉积的热量少,烧蚀较浅。

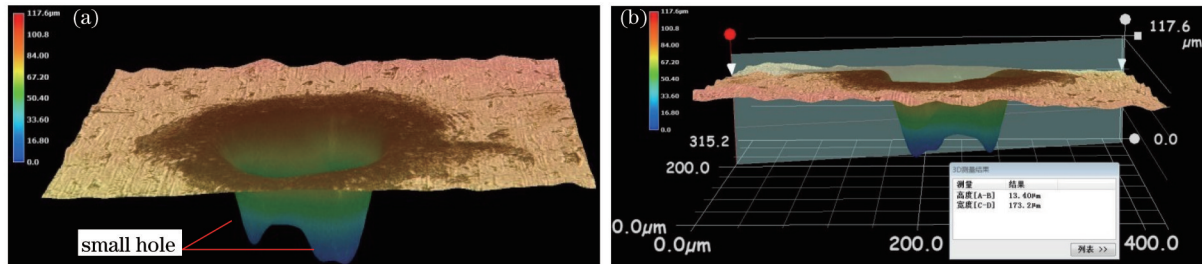


图6 烧蚀孔三维轮廓。(a) 孔的形貌;(b) 孔宽和孔深

Fig.6 Three-dimensional topography of ablation hole. (a) Morphology of ablation hole; (b) hole width and hole depth

## 4 结 论

1) 在脉宽为400 fs,波长为1030 nm,重复频率为5 kHz,辐照脉冲数为10时,计算出0Cr18Ni9不锈钢的烧蚀阈值为 $0.45 \text{ J/cm}^2$ ,光束束腰半径为18.65  $\mu\text{m}$ ;

2) 在重复频率为5 kHz、平均功率为4 W下,随着激光辐照脉冲数 $N$ 的增加,不锈钢烧蚀区先后呈现光栅结构、微凸结构、乳突结构和凹陷结构并存、烧蚀孔形成的烧蚀演变规律,并伴有烧蚀碎片,表明飞秒激光烧蚀并非通常认为的非热熔性烧蚀和“冷”加工,存在热影响;

3) EDAX能谱表明,烧蚀中氧元素大量增加,表明烧蚀过程中不锈钢表面发生了较强烈的氧化;

4) 烧蚀孔底烧蚀深度不一,出现深熔小孔,表明烧蚀中不锈钢表面形成的微观结构影响激光能量的进一步传输和沉积,烧蚀区各部分沉积的能量不同,出现局部深熔。

### 参 考 文 献

- Xia Bo, Jiang Lan, Wang Sumei, *et al.*. Femtosecond laser drilling of micro-holes[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(2): 0201001.  
夏 博,姜 澜,王素梅,等. 飞秒激光微孔加工[J]. 中国激光, 2013, 40(2): 0201001.
- C Y Lin, C W Cheng, K L Ou. Micro/nano-structuring of medical stainless steel using femtosecond laser pulses[J]. Physics Procedia, 2012, 39: 661-668.
- S Lo Turco, G Nava, R Osellame, *et al.*. Femtosecond laser micromachining for optofluidic and energy applications[J]. Optical Materials, 2013, 36(1): 102-105.
- Yang Huan, Huang Shan, Duan Jun, *et al.*. Contrastive study on laser ablation of single-crystal silicon by 1030 nm femtosecond laser and 355 nm nanosecond laser[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(1): 0103003.  
杨 焕,黄 珊,段 军,等. 飞秒与纳秒激光刻蚀单晶硅对比研究[J]. 中国激光, 2013, 40(1): 0103003.
- A Weck, T H R Crawford, D S Wilkinson, *et al.*. Laser drilling of high aspect ratio holes in copper with femtosecond, picosecond and nanosecond pulses[J]. Appl Phys A, 2008, 90(3): 537-543.
- K H Leitz, A Otto, B Redlingsfer, Y Rge, *et al.*. Metal ablation with short and ultrashort laser pulses[J]. Physics Procedia, 2011, 12: 230-238.
- J Cheng, C Liu, S Shng, *et al.*. A review of ultrafast laser materials micromachining[J]. Optics & Laser Technology, 2013, 46: 88-102.
- Wu Xuefeng. Studies on Theories and Experiments in Femtosecond Laser Ablation of Metal[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2006.

- 吴雪峰. 飞秒激光烧蚀金属的理论及试验研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2006.
- 9 W Wang, G Jiang, X Mei, *et al.*. Damage mechanism and morphology characteristics of chromium film in femtosecond laser rear-side ablation[J]. *Applied Surface Science*, 2010, 256(11): 3612–3617.
- 10 Liu Kui, Feng Guoying, Deng Guoliang, *et al.*. Difference in microstructures induced by femtosecond laser scanning on silicon surface at different temperatures[J]. *Chinese J Lasers*, 2012, 39(8): 0803003.  
柳 崧, 冯国英, 邓国亮, 等. 飞秒激光扫描不同温度下的硅片诱导形成微结构的差别[J]. *中国激光*, 2012, 39(8): 0803003.
- 11 Ni Xiaochang, Wang Qingyue. Finite difference method for thermal analysis of femtosecond–picosecond pulse laser ablation on metal surface[J]. *Chinese J Lasers*, 2004, 31(3): 277–280.  
倪晓昌, 王清月. 飞秒、皮秒激光烧蚀金属表面的有限差分热分析[J]. *中国激光*, 2004, 31(3): 277–280.
- 12 Y Ren, C W Cheng, J K Chen, *et al.*. Thermal ablation of metal films by femtosecond laser bursts[J]. *International Journal of Thermal Sciences*, 2013, 70: 32–40.
- 13 Huang Yongguang. Fundamental Researches of Femtosecond Laser Inducing Micro/Nano Structures on the Metal Surface[D]. Beijing: Beijing University of Technology, 2010.  
黄永光. 飞秒激光诱导金属表面微纳米结构的基础研究[D]. 北京: 北京工业大学, 2010.
- 14 T L Chang. Micromachining of microfluidic channels in glass by microjoule femtosecond laser pulses[J]. *Microelectronic Engineering*, 2013, 110: 450–456.
- 15 X Zhao, Y C Shin. Femtosecond laser ablation of aluminum in vacuum and air at high laser intensity[J]. *Applied Surface Science*, 2013, 283: 94–99.
- 16 Y Xing, J Deng, Y Lian, *et al.*. Multiple nanoscale parallel grooves formed on  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiC}$  ceramic by femtosecond pulsed laser[J]. *Applied Surface Science*, 2013, 289: 62–71.
- 17 J Cheng, W Perrie, M Sharp, *et al.*. Single-pulse drilling study on Au, Al and Ti alloy by using a picosecond laser[J]. *Appl Phys A*, 2009, 95(3): 739–746.
- 18 Zhang Duanming. Pulsed Laser Deposition Dynamics and Thin Film Deposited onto Glass[M]. Beijing: Science Press, 2011. 315–316.  
张端明. 脉冲激光沉积动力学原理[M]. 北京: 科学出版社, 2011. 315–316.
- 19 M Huang, F Zhao, Y Cheng, *et al.*. Large area uniform nanostructures fabricated by direct femtosecond laser ablation [J]. *Optics Express*, 2008, 16(23): 19354–19365.
- 20 Zhao Qingliang, Jiang Tao, Dong Zhiwei, *et al.*. Ablation threshold and material removal mechanisms of SiC processed by femtosecond laser[J]. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2010, 46(21): 172–177.  
赵清亮, 姜 涛, 董志伟, 等. 飞秒激光加工 SiC 的烧蚀阈值及材料去除机理[J]. *机械工程学报*, 2010, 46(21): 172–177.