

Акустическое зондирование зоны плавления в субмикронной пленке титана, нагреваемой фемтосекундным лазерным импульсом

С. И. Ашитков¹, П. С. Комаров¹, Е. В. Струлева¹ и С. А. Евлашин²

¹ Объединенный институт высоких температур РАН, Ижорская ул., 13, стр.2, Москва 125412, Россия

² Сколковский институт науки и технологий, Большой бульвар д.30, стр.1, Москва 121205, Россия

E-mail: struleva.evgenia@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 4 декабря 2023 г.

Аннотация. В работе исследованы генерация и распространение мощных пикосекундных акустических импульсов в субмикронном пленочном образце титана толщиной 410 нм, нагреваемом через стеклянную подложку лазерными импульсами длительностью 0.8 пс. Высокоскоростная лазерная спектральная интерферометрия была применена для регистрации движения тыльной свободной поверхности пленочного образца с пространственным разрешением (вдоль поверхности мишени), достигающим 3 мкм и временным разрешением — 1 пс. Погрешность величины смещения поверхности не превышала ± 1 нм. По временной задержке выхода откольного импульса на тыльную поверхность образца, возникающего в результате кавитации в расплаве при релаксации растягивающих напряжений, оценена толщина расплава, образующегося вблизи фронтальной поверхности после нагрева ультракоротким лазерным импульсом. Оценена верхняя граница порога кавитации. <https://doi.org/10.33849/2023404>

1. ВВЕДЕНИЕ

Повышенное внимание продолжает уделяться изучению высокоскоростной деформации и разрушения материалов в условиях воздействия ударных нагрузок предельно малых длительностей, которые могут быть реализованы только с помощью лазерных импульсов пико- и фемтосекундной длительности. Данный интерес обусловлен фундаментальными вопросами механики и физики конденсированного состояния вещества [1–8]. Кроме того, данные, полученные в ударно-волновых экспериментах с импульсами ультракороткой длительности, по пространственно-временным параметрам близки к условиям, реализуемым в молекулярно-динамических расчетах [5], и могут быть использованы для тестирования межатомных потенциалов взаимодействия. В особенности эти данные актуальны для разработки новых потенциалов в форме модели погруженного атома ЕАМ (Embedded Atom Model) [9], хорошо описывающие большие деформации материала на сжатие и растяжение, которые реализуются в лазерных экспериментах.

Фундаментальный интерес также обусловлен изучением физики метастабильных состояний и особенностей поведения конденсированного вещества вблизи теоретического предела прочности. Жидкости, включая расплавы металлов, при отрицательном давлении находятся в метастабильном состоянии [10], распад которого при разрушении происходит в результате кавитационного процесса образования, роста и слияния зародышей паровой фазы. Поскольку разрушение представляет собой кинетический процесс, то прочность конденсированного вещества зависит от скорости деформации. Согласно современным представлениям [11] прочность жидкости и время развития кавитационного разрушения при растяжении определяются скоростью спонтанного зарождения пузырьков критического размера, которая сильно возрастает с ростом температуры. При этом прочность расплавов растет с ростом скорости растя-

жения и быстро уменьшается с увеличением температуры [12].

Фемтосекундные лазеры в последние годы становятся перспективным инструментом для обработки пленочных материалов толщиной десятки и сотни нанометров, широко применяемых в электронике и солнечной энергетике [13–17]. Одной из причин является малая пространственная область лазерного воздействия из-за ультракороткой длительности фемтосекундного лазерного импульса (ФЛИ). В то же время особенностью взаимодействия ФЛИ с металлами является возникновение на начальной стадии двухтемпературного состояния с различными температурами электронов и решетки. В этом состоянии теплопроводность материала может заметно превосходить равновесное значение. В связи с этим определение глубины прогрева материала остается в настоящее время одной из актуальных задач описания основ лазерной обработки с помощью ФЛИ.

В работе [18] был предложен способ экспериментальной оценки глубины области плавления субмикронной металлической пленки, облучаемой ФЛИ через стеклянную подложку. В случае превышения порога плавления часть нагретого металлического слоя плавится. Быстрый нагрев металлического слоя приводит к формированию в нем импульса сжатия, который далее распространяется вглубь вещества. При отражении импульса сжатия от свободной поверхности в образце возникают растягивающие напряжения, которые могут приводить к разрушению вблизи тыльной поверхности в твердом состоянии, если их величина превышает значение откольной прочности. В противном случае, отражаясь от свободной поверхности, импульс сжатия трансформируется в волну разрежения, которая, достигая границу области плавления, вызывает в ней кавитацию. Глубина, на которой возникла кавитация, может быть определена по времени выхода акустического откольного импульса.

Для экспериментальной реализации данного метода в [18] была применена многоимпульсная pump-probe

методика фемтосекундной интерференционной микроскопии с дискретно варьируемой задержкой [1, 19]. Ее основным недостатком является необходимость проведения многократных измерений каждый раз на новом месте мишени, что может вносить дополнительную погрешность, и накладывает существенные ограничения на однородность свойств, постоянство толщины испытуемых образцов, стабильность лазерных импульсов.

В настоящей работе для измерения динамики нанодеформаций в пикосекундном временном диапазоне применен метод лазерной спектральной интерферометрии с непрерывной регистрацией смещения поверхности мишени и применением частотно-модулированного (чирпированного) диагностического импульса [4, 7, 20–22]. Принцип основан на том, что разные спектральные компоненты чирпированного импульса приходят на образец в разные моменты времени. Данный метод позволяет регистрировать динамику процессов высокоскоростной деформации с пространственным и временным разрешением при однократном лазерном воздействии. Ранее данный метод акустического зондирования зоны расплава в тонкопленочных образцах при нагреве ФЛИ был реализован для алюминия и магния [8, 18]. В данной работе сообщается о реализации данного метода для титана, являющегося широко распространенным конструкционным металлом. Полученные в работе результаты могут представлять интерес для изучения физики метастабильных состояний, совершенствования физических моделей теплопроводности, оценки размера области термического воздействия при нагреве ФЛИ, развития атомистического моделирования ударно-волновых явлений и процессов плавления и кавитации на наноразмерных масштабах в пикосекундном временном диапазоне.

2. МЕТОД И МАТЕРИАЛЫ

Эксперименты проводились на пленочном образце титана толщиной 410 нм, напыленного на стеклянную подложку толщиной 150 мкм (покровное стекло микроскопа) методом магнетронного распыления. Толщина металлической пленки измерялась с помощью атомно-силового микроскопа Veeco 5. Источником лазерного излучения служила титан-сапфировая фемтосекундная лазерная система, реализованная по схеме усиления чирпированных импульсов, и состоящая из задающего генератора, стретчера (временного расширителя), регенеративного усилителя, двухпроходного усилителя мощности и оптического компрессора. Нагревающий лазерный импульс после компрессора фокусировался через прозрачную подложку на поверхность титановой пленки линзой с фокусным расстоянием 20 см в пятно с гауссовым пространственным распределением радиусом 25 мкм по уровню e^{-1} , интенсивность составила 0.9×10^{12} Вт/см². Часть чирпированного диагностического импульса длительностью 300 пс, жестко синхронизированного с нагревающим, отводилась из лазерного тракта перед компрессором и направлялась в интерферометрическую схему измерений. Для регистрации движения тыльной свободной поверхности образца при выходе генерируемого лазером импульса сжатия применялся интерферометр Майкельсона, собранный по схеме переноса изображения (конфигурация Линника) и совмещенный с дифракцион-

ным спектрометром Acton-2300i (схема Черни–Тернера) с дифракционной решеткой 600 штр/мм. Перенос изображения осуществлялся с помощью микрообъектива Olympus с числовой апертурой $NA = 0.3$, обеспечивающий пространственное разрешение в плоскости мишени 3 мкм. Регистрация интерферограмм на выходе спектрометра производилась с помощью ПЗС-камеры SensiCam QE. Применяемая оптическая схема обеспечивала непрерывную регистрацию процесса с временным разрешением $\delta t \approx 1$ пс в интервале $\Delta t = 0\text{--}220$ пс. При обработке данных применялся метод двумерного Фурье-анализа интерферограмм, позволяющий восстановить пространственно-временное распределение изменения фазы $\Delta\varphi(x, t)$ отраженной диагностической волны. Здесь x — пространственная координата вдоль щели спектрометра. Величина смещения поверхности Δz при этом связана с изменением фазы посредством соотношения $\Delta z = \lambda \Delta\varphi / 4\pi$. Применяемый алгоритм обработки интерферограмм обеспечивал погрешность величины смещения поверхности на уровне ± 1 нм. Методика измерений и обработки интерферограмм подробно описана в работах [8, 23].

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ АНАЛИЗ

На рисунке 1 показано пространственно-временное распределение фазы $\Delta\varphi(x, t)$ диагностического импульса при выходе импульса сжатия на тыльную поверхность пленочного образца титана толщиной 410 нм. Начальный момент отсчета времени $t = 0$ выбран произвольно.

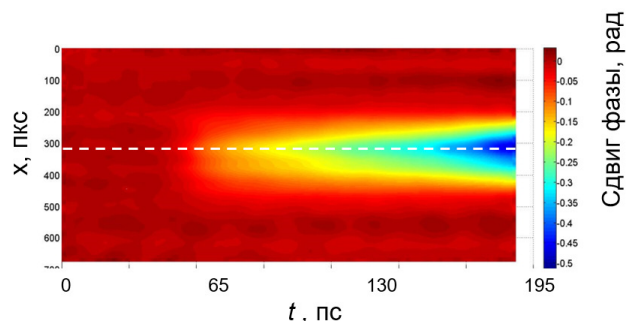


Рисунок 1. Пространственно-временное распределение фазы диагностического импульса. Энергия нагревающего лазерного импульса $E = 13$ мкДж, длительность 0.8 пс. Пространственный масштаб в плоскости мишени по вертикальной оси равен 0.3 мкм/пкс. Цветовая шкала дана в радианах.

На рисунке 2 показан волновой профиль смещения $z_{fs}(t)$ тыльной свободной поверхности пленочного образца титана, построенный для центральной части области воздействия и соответствующий максимальной плотности энергии лазерного излучения в центре фокального пятна $F_0 = 0.7$ Дж/см². Место построения профиля на рисунке 1 отмечено пунктиром. На рисунке 3 приведен соответствующий профиль скорости свободной поверхности $u_{fs}(t)$, полученный путем дифференцирования зависимости $z_{fs}(t)$ и последующего ее сглаживания. Форма профиля $u_{fs}(t)$ близка к треугольной с характерной длительностью на полувысоте равной примерно 30 пс и максимальным значением ско-

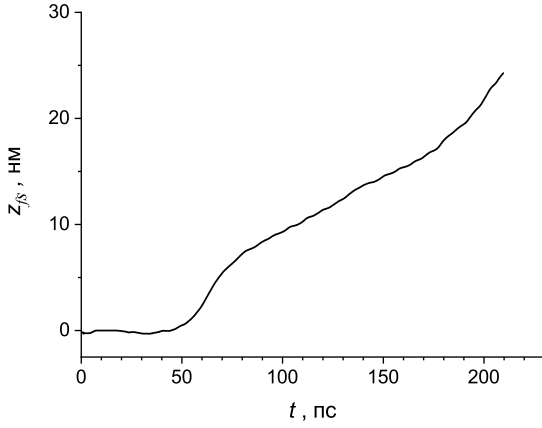


Рисунок 2. Волновой профиль смещения свободной поверхности пленочного образца титана толщиной 410 нм в момент выхода импульса сжатия; $F_0 = 0.7$ Дж/см².

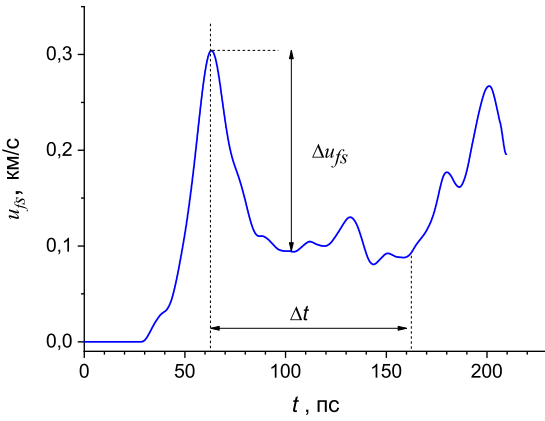


Рисунок 3. Волновой профиль скорости свободной поверхности пленочного образца титана толщиной 410 нм; $F_0 = 0.7$ Дж/см².

рости поверхности $u_{fs}^{max}(t) = 0.3$ км/с. Оценка пикового значения напряжения сжатия в импульсе из соотношения $\sigma_{peak} = \rho_0 c_l u_p$ дает величину 4.3 ГПа. Здесь $\rho_0 = 4.5$ г/см³ и $c_l = 6.3$ км/с — соответственно значения плотности и продольной скорости звука в титане [24], $u_p = u_{fs}^{max}/2$ — значение массовой скорости. Оцененное значение σ_{peak} примерно в 2 раза меньше измеренного ранее в [25] значения динамического предела упругости титана в аналогичных условиях. Учитывая малое время нарастания параметров в импульсе сжатия, и отсутствие двухволновой конфигурации позволяет сделать вывод об упругом характере регистрируемой волны сжатия. Отражение импульса сжатия от свободной поверхности образца приводит к возникновению вблизи тыльной поверхности растягивающих напряжений [10], величина которых в линейном приближении может быть оценена из выражения $\sigma^- = \rho_0 c_l \Delta u_{fs}/2 \approx 3$ ГПа. Здесь $\Delta u_{fs} = 0.21$ км/с — регистрируемая величина декремента скорости (рисунок 3).

Однако, согласно [26], данная величина σ^- существенно меньше значения динамической откольной

прочности титана и является недостаточной для разрушения образца в твердом состоянии. При этом образующаяся волна разряжения распространяется вглубь образца по направлению к фронтальной нагреваемой поверхности. Наблюдаемое спустя примерно $\Delta t \approx 100$ пс (рисунок 3) повторное достаточно резкое увеличение скорости $u_{fs}(t)$, очевидно, обусловлено разрушением образца на глубине $L_{spall} \approx c_l \Delta t/2$ [1] относительно тыльной свободной поверхности. Здесь $\Delta t = t_{spall} - t_{max}$ — разность времен между моментом выхода откольного импульса и временем достижения максимального значения скорости u_{fs}^{max} . Из этого соотношения следует, что место разрушения в данном случае находится на глубине $L_{spall} \approx 310\text{--}320$ нм от тыльной поверхности образца. Таким образом, из полученной оценки L_{spall} следует, что разрушение возникает на расстоянии 90–100 нм от фронтальной нагреваемой поверхности пленочного образца и происходит либо на границе с расплавом, либо в расплаве, где прочность вещества ниже, чем в твердом состоянии. При этом, очевидно, разрушение имеет кавитационную природу, а оцененное значение растягивающего напряжения $\sigma^- \approx 3$ ГПа является оценкой сверху прочности титана в жидком состоянии при скорости растяжения $\sim 10^8$ с⁻¹. Данная оценка хорошо согласуется с результатами атомистического моделирования [12].

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом высокоскоростной спектральной интерферометрии с применением частотно-модулированных (чирпированных) диагностических импульсов в пикосекундном диапазоне проведено исследование лазерно-индуцированных ударно-волновых явлений в субмикронном пленочном образце титана. Диагностика обеспечивала непрерывную регистрацию движения поверхности при однократном лазерном воздействии во временном интервале 0–220 пс с временным разрешением 1 пс и погрешностью определения величины смещения на уровне 1 нм. Регистрируемый волновой профиль скорости свободной поверхности свидетельствует о возникновении кавитации в слое расплава вблизи нагреваемой поверхности. Показано, что порог возникновения кавитации в жидком титане при скорости растяжения $\sim 10^8$ с⁻¹ не превышает 3 ГПа. По измеренному времени выхода откольного импульса проведена оценка толщины расплава снизу, составившая 90–100 нм при рассматриваемых параметрах лазерного импульса. Результаты работы могут быть использованы для развития технологий лазерной обработки металлов и методов атомистического моделирования ударно-волновых взаимодействий в тонкопленочных материалах.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (Соглашение с ОИВТ РАН № 075-00270-24-00) на оборудовании ЦКП “Лазерный фемтосекундный комплекс” ОИВТ РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ashitkov S I, Agranat M B, Kanel G I, Komarov P S and Fortov V E 2010 *JETP Lett.* **92** 516–520

2. Whitley V H, McGrane S D, Eakins D E, Bolme C A, Moore D S and Bingert J F 2011 *Appl. Phys.* **109** 013505
3. Crowhurst J C, Armstrong M R, Knight K B, Zaug J M and Behymer E M 2011 *Phys. Rev. Lett.* **107** 144302
4. Ashitkov S I, Komarov P S, Agranat M B, Kanel G I and Fortov V E 2013 *JETP Lett.* **98** 384–388
5. Demaske B J, Zhakhovsky V V, Inogamov N A and Oleynik I I 2013 *Phys. Rev. B* **87** 054109
6. Crowhurst J C, Reed B W, Armstrong M R, Radousky H B, Carter J A, Swift D C, Zaug J M, Minich R W, Teslich N E and Kumar M 2014 *J. Appl. Phys.* **115** 113506
7. Ashitkov S I, Komarov P S, Struleva E V, Agranat M B and Kanel G I 2015 *JETP Lett.* **101** 276–281
8. Ashitkov S, Komarov P, Romashevskiy S, Struleva E and Evlashin S 2023 *Phys. Fluids* **35** 107107
9. Inogamov N A, Zhakhovskii V V, Ashitkov S I, Khokhlov V A, Petrov Yu V, Komarov P S, Agranat M B, Anisimov S I and Nishihara K 2009 *Appl. Sur. Sci.* **255** 9712–16
10. Канель Г И, Фортвов В Е и Разоренов С В 2007 *УФН* **177** 809–830
11. Balibar S and Caupin F 2003 *J. Phys.: Condens. Matter* **15** S75–82
12. Mayer A E and Mayer P N 2015 *J. Appl. Phys.* **118** 035903
13. Heise G, Domke M, Konrad J, Sarrach S, Sotrop J and Huber H 2012 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **45** 315303
14. Viertel T, Pabst L, Ebert R and Exner H 2019 *Appl. Phys. A* **125** 739
15. Romashevskiy S A, Tsygankov P A, Ashitkov S I and Agranat M B 2018 *Appl. Phys. A* **124** 376
16. Kudryashov S I, Gakovic B, Danilov P A, Petrovic S M, Milovanovic D, Rudenko A A and Ionin A A 2018 *Appl. Phys. Lett.* **112** 023103
17. Bonse J and Kruger J 2023 *Appl. Phys. A* **129** 14
18. Agranat M B, Anisimov S I, Ashitkov S I, Zhakhovskii V V, Inogamov N A, Komarov P S, Ovchinnikov A V, Fortov V E, Khokhlov V A and Shepelev V V 2010 *JETP Lett.* **91** 471–477
19. Gahagan K T, Moore D S, Funk D J, Reho J H and Rabie R L 2002 *J. Appl. Phys.* **92** 3679–3682
20. Geindre J P, Audebert P, Rebibo S and Gauthier J C 2001 *Opt. Lett.* **92** 1612–1614
21. Bolme C A, McGrane S D, Moore D S and Funk D J 2008 *Proc. of SPIE.* **7005** 70050M
22. Ашитков С И, Комаров П С, Овчинников А В, и др 2013 *Квантовая электроника* **43** 242–245
23. Струлева Е В, Комаров П С и Ашитков С И 2018 *Вестник ОИВТ* **1** 130–135
24. Григорьев И С и Мейлихов Е З 1991 *Физические величины* (Москва: Энергоатомиздат)
25. Ashitkov S I, Komarov P S, Struleva E V and Agranat M B 2018 *High Temp.* **56** 873–877
26. Струлева Е В, Комаров П С и Ашитков С И 2020 *ТВТ* **58** 823–825