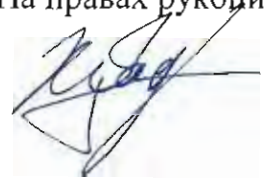


На правах рукописи



**Хасая Радмир Рюрикович**

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ ПРЯМОГО  
ЛАЗЕРНОГО МИКРО- И НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ  
РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ**

Специальность 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

**Автореферат**

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2019

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук

**Научный руководитель:** доктор технических наук, член-корреспондент РАН  
Ямщиков Владимир Александрович

**Официальные оппоненты:** Поволоцкий Алексей Валерьевич, доктор физико-математических наук, Санкт-Петербургский государственный университет, доцент кафедры лазерной химии и лазерного материаловедения

Дунаевский Михаил Сергеевич, кандидат физико-математических наук, Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, старший научный сотрудник лаборатории оптики поверхности

**Ведущая организация:** Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Науки Институт Проблем Машиноведения Российской Академии Наук (ИПМаш РАН)

Защита состоится “22” ноября 2019 г. в 15:00 часов на заседании диссертационного совета Д002.034.01 на базе Института аналитического приборостроения РАН (ИАП РАН) по адресу 198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, д.31-33, лит. А.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке ИАП РАН по тому же адресу и на сайтах [www.iairas.ru](http://www.iairas.ru) и [www.iai.rssi.ru](http://www.iai.rssi.ru). Отзывы на диссертацию и автореферат направлять по адресу 190103, Санкт-Петербург, Рижский пр., д.26, а/я 207.

Автореферат разослан “ \_\_\_\_\_ ” \_\_\_\_\_ 2019 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

доктор физико-математических наук

А.Л. Буляница

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

Субмикро- и наноструктуры в твёрдых телах в последние годы привлекают всё большее внимание как важный объект исследования, имеющий широкие перспективы применения в различных областях науки и техники. Наноструктурирование поверхности приводит к улучшению электрических, тепловых, электронно-эмиссионных и излучательных свойств материалов, повышению биосовместимости с живыми тканями имплантантов и протезов, также находит применение в селективном нанокатализе, микроэлектронике и записи информации со сверхвысокой плотностью, в нанофотонике для разработки светоизлучающих устройств и спектроскопии. Поэтому представляет интерес поиск и развитие эффективных методов создания одно-, двух-, и трехмерных структур с характерными размерами менее 1 мкм на поверхности и в объеме таких материалов, как металлы и их сплавы, керамики, алмазные пленки, кварц, полимеры, биоматериалы и полупроводники.

Современное состояние исследований в этой области требует, накопления практического опыта по изучению механизмов и процессов формирования наноструктур, которые могут быть различны в зависимости от конкретных условий, применяемых в технологическом процессе. Актуальность представленной работы во многом определяется необходимостью разработки и создания установки для проведения экспериментальных исследований по получению нано-, субмикро- и микроструктур при облучении поверхности материалов лазерными импульсами высокой интенсивности с различными длинами волн.

В данной работе для создания поверхностных микро- и нанорельефов предлагается использовать лишь один лазерный пучок без каких-либо масок и без вспомогательной иглы атомно-силового микроскопа, т.е. так называемое «прямое» лазерное наноструктурирование. Такой метод модификации поверхности представляется существенно более простым и гибким, поскольку позволяет

достичь высокой локальности воздействия, соответствующей размерам отдельного лазерного пятна, а с другой стороны, при применении сканирования пучка по поверхности с высокой частотой повторения импульсов излучения открывает возможность наноструктурировать достаточно большие протяженные площади поверхности в пределах границ произвольных очертаний. Данный метод не требует применение специальной вакуумной камеры и принятия повышенных мер безопасности по радиационной защите персонала.

Для практических применений целесообразно использовать наносекундные лазерные источники, как более дешевые, простые и надежные в эксплуатации, имеющие более высокие выходную энергию и стабильность импульсов излучения, по сравнению с пико- и фемтосекундными лазерами, применявшимися ранее. Таким образом, создание экспериментальной установки на основе импульсно-периодических лазеров, генерирующих наносекундное излучение с разными длинами волн, которая предназначена для реализации и исследования метода прямого лазерного наноструктурирования, позволяющего достаточно надежно и эффективно получать микро и наноструктуры на поверхности твёрдых тел является актуальной задачей.

### **Объект и предмет исследований**

Объектом исследования является метод прямого лазерного микро- и наноструктурирования поверхности твердых материалов с интенсивным локальным воздействием, с соответствующим размером сфокусированного лазерного пятна и шагу его сканирования по поверхности.

Предметом исследования является экспериментальная установка, позволяющая облучать синхронизированными импульсами от разных лазеров, от ВУФ до видимого диапазона излучения, с регулируемой задержкой между импульсами при неподвижном пятне и сканировании луча по поверхности, для реализации выше приведенного метода.

### **Цель работы**

Основной целью настоящей диссертационной работы является создание экспериментальной установки для реализации метода прямого лазерного микро-,

субмикро- и наноструктурирования поверхности твердых материалов, исследование влияния параметров облучения наносекундными лазерными импульсами на их размеры и форму, при неподвижном пятне и сканировании луча по поверхности и возможности облучения синхронизированными импульсами от разных лазеров с регулируемой задержкой между импульсами, а также исследование с помощью атомно-силовой микроскопии характерных особенностей и условий возникновения микро- и нанорельефов на поверхности твердых тел.

### **Постановка задач**

Провести оценку возможности реализации метода прямого лазерного наноструктурирования поверхности твердых тел с использованием импульсно-периодических лазеров с наносекундными импульсами излучения.

На основе рассмотренного метода прямого лазерного наноструктурирования создать экспериментальную установку, которая наиболее полно удовлетворяет требованиям реализации этого метода.

Исследовать возможность увеличения длительности импульсов лазерного излучения с целью улучшения оптических характеристик эксимерных лазеров и определения параметров установки. Исследовать влияние напряжения накачки, состава и давления газовых смесей в разрядном промежутке на выходную энергию и длительность лазерного излучения.

Экспериментально исследовать возможность получения микро-, субмикро- и наноструктур на поверхности таких материалов как германий, никель, силицид платины, нитрид кремния, нержавеющая сталь и титан путем облучения одним пучком наносекундных лазеров на длинах волн 193 нм, 355 нм, 510 нм и 578 нм с числом импульсов облучения от 10 до 1000 импульсов и изменении плотности энергии лазерного пучка от 1 Дж/см<sup>2</sup> до 10 Дж/см<sup>2</sup>.

С использованием методов атомно-силовой микроскопии в зоне облучения поверхности данных материалов провести анализ облученных поверхностей, выявить наиболее характерные формы и особенности условий формирования полученных структур.

### **Методы исследований**

Теоретическая оценка возможности прямого лазерного наноструктурирования проводилась для процессов массопереноса, способных приводить к изменению поверхностного рельефа в отсутствие плавления материала, выполнена на основе представлений о развитии лазерно-индуцированной неустойчивости рельефа поверхности.

В экспериментах по облучению поверхности образцов использовался метод прямого лазерного наноструктурирования, для реализации которого были выбраны эффективные лазерные источники такие как эксимерный ArF-лазер (193 нм), твердотельный Nd:YAG-лазер (355 нм), лазер на парах меди (510 нм, 578 нм), оптические элементы на основе флюорита кальция.

В исследованиях по увеличению длительности импульса лазерного излучения использовался метод синхронной регистрации осциллограмм импульсов разрядного напряжения и излучения. В ходе экспериментов измерялась энергия выходного оптического излучения, с помощью измерителя энергии NOVA II, одновременно регистрировались импульсы напряжения генератора накачки на разрядном промежутке высоковольтным щупом Tektronix P6015A и импульсы лазерной генерации коаксиальным фотоэлементом ФЭК29 КПУ, сигналы от которых поступали в осциллограф LeCroy WaveSurfer 432.

Исследование поверхностей твердых тел облученных наносекундным лазерным излучением производилось с использованием оптического профилометра NewView 7300 и атомно-силовых микроскопов Alpha 300 и P47. Результаты были представлены в виде 2D и 3D изображений, а так же трехмерных проекции.

### **Научная новизна**

Научная новизна данной диссертационной работы обусловлена тем, что автором впервые создана экспериментальная установка для реализации метода прямого лазерного наноструктурирования поверхности твердых тел с возможностью воздействовать двумя импульсами от разных лазеров с регулируемой задержкой между импульсами излучения, облучать неподвижным или сканирующим пучком импульсно-периодических ArF- лазера и лазера на парах

меди, с полностью твердотельными высоковольтными генераторами накачки на основе IGBT транзисторов, а также Nd:YAG- лазером с длиной волны излучения 355 нм, воздействие которого ранее было мало изучено.

Впервые был предложен, реализован и исследован метод увеличения длительности импульсов излучения электроразрядного эксимерного лазера с накачкой активной среды в режиме периодически затухающего напряжения на разрядном промежутке.

Экспериментально продемонстрирована возможность формирования субмикро- и наноструктур различной формы на поверхности твердых тел, в частности впервые обнаружены наноструктуры в виде гексагональных ячеек на германии и эллиптических нанократеров на нержавеющей стали.

### **Практическая значимость**

Созданная автором экспериментальная установка может применяться для облучения практически всех видов материалов одним пучком наносекундных лазеров на длинах волн 193 нм, 355 нм, 510 нм и 578 нм в широком диапазоне изменения числа импульсов и плотности энергии лазерного пучка. Имеется возможность сканирования пучка по заданному контуру и площади облучаемой поверхности в пределах установленных границ.

Обработанная методом прямого лазерного наноструктурирования поверхность проявляет уникальные свойства, например, позволяет увеличить адгезионные свойства поверхности и повысить прочность сварного шва на разрыв до 30% и относительное удлинение шва в 2 раза при диффузионной сварке, сгладить шероховатость поверхности в два раза для уменьшения трения подвижных частей в машиностроении. В энергетике применение структурированных каталитических мембран из диоксида циркония в топливных элементах приводит к увеличению их проводимости ионов кислорода на 18%.

Предложенный и исследованный в диссертации метод увеличения длительности излучения позволяет снизить пиковую интенсивность и улучшить качество оптического пучка эксимерных лазеров.

Основными преимуществами предложенной установки являются:

использование недорогих, надежных и простых в использовании наносекундных лазеров, стабильность и управляемость характеристик лазерных источников, возможность обработки образцов как в воздухе, так и в газовых смесях. Применение специальной системы управления лазерами позволяет проводить облучение синхронными импульсами на двух длинах волн как при неподвижном пучке, так и при его сканировании по поверхности.

### **Реализация результатов работы**

Результаты настоящей диссертационной работы были использованы при разработке научно-методического материала к курсу лекций «Введение в теоретические основы наноструктурирования поверхности материалов» для студентов старших курсов и аспирантов, а также «Лабораторная практическая работа по прямому лазерному наноструктурированию поверхности материалов». Данные материалы были включены в учебные программы высшего профессионального образования и НОЦ в рамках выполнения ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы, ГК № 02.740.11.0411

Результаты диссертационной работы и созданная экспериментальная установка для получения микро-, субмикро- и наноструктур при облучении поверхности твердых тел наносекундными лазерными импульсами использованы в ФГБУН Российской академии наук: Институте электрофизики и электроэнергетики РАН, Институте общей физики им. А.М. Прохорова РАН, ОАО «Российские космические системы», Институт сильноточной электроники СО РАН, АО «Ордена Ленина Научно исследовательский и конструкторский институт энерготехники им. Н.А. Доллежала».

Достоверность и обоснованность научных положений обеспечивается большим объемом накопленных экспериментальных данных, стабильностью параметров и воспроизводимостью результатов измерений. Все экспериментальные данные получены с использованием современных измерительных средств. Опубликованный материал достаточно полно отражает содержание диссертации.



### Защищаемые положения:

- Новый метод увеличения длительности импульсов излучения эксимерных лазеров, основанный на накачке активной среды в режиме периодически затухающего напряжения на разрядном промежутке с изменяемым числом полупериодов. Экспериментальные зависимости энергии и длительности лазерного излучения электроразрядного KrF-лазера с максимальной выходной энергией до 30 мДж от параметров напряжения накачки, состава и давления газовых смесей в разрядном промежутке показали возможность увеличения длительности лазерных импульсов с 15 нс до 45 нс не приводя к потерям выходной энергии лазера более чем на 10%.
- Созданная экспериментальная установка на основе ArF-лазера, лазера на парах меди с полностью твердотельными высоковольтными генераторами накачки, а также Nd:YAG- лазера позволяет облучать одним или несколькими последовательно синхронизированными пучками импульсов излучения с длительностью от 5 до 20 нс с плотностью энергии до 10 Дж/см<sup>2</sup> в вакуумном ультрафиолетовом, ультрафиолетовом и видимом диапазонах спектра и обладает возможностью в широких пределах регулировать частоту следования импульсов, время задержки между импульсами как в неподвижном пятне, так и при его сканировании по поверхности.
- При многократном облучении наносекундными импульсами ArF-лазера с длиной волны 193 нм поверхности германия, никеля, силицида платины, нитрида кремния, нержавеющей стали и титана методом прямого лазерного наноструктурирования наблюдается изменение формы, увеличение амплитуды и характерного периода образующихся структур рельефа от края к центру пятна по мере возрастания лазерной интенсивности.
- Обнаруженные с использованием методов атомно-силовой микроскопии в зоне облучения поверхности твердых тел наносекундными лазерными импульсами с длинами волн 193 нм, 355 нм, 510 нм и 578 нм микро- и субмикронные структуры имеют волнообразную и выпуклую форму, а также форму периодических структур с периодом порядка одного микрона и наноструктур пирамидальной формы, а

также впервые обнаружены наноструктуры - в виде гексагональных ячеек на германии и в виде эллиптических нанократеров на нержавеющей стали.

### **Вклад автора**

Все основные результаты диссертационной работы получены лично автором или при его непосредственном участии.

Личное участие заключается в обосновании возможности использования наносекундных лазеров при реализации метода прямого лазерного наноструктурирования поверхности твердых материалов.

Автор принимал непосредственное участие в разработке конструкции и создании уникальной экспериментальной установки, лично проводил эксперименты по получению и исследованию субмикро и наноструктур на поверхности твердых тел путем многократного облучения одним лазерным пучком при неподвижном пятне облучения и сканировании пучка по поверхности. Также им реализован новый метод увеличения длительности импульсов излучения лазеров и возможность синхронизированного облучения от нескольких лазеров.

Автор принимал непосредственное участие в постановке конкретных задач исследований в обработке, научном анализе и интерпретации полученных экспериментальных данных.

### **Апробация работы и научные публикации**

По теме диссертационной работы автором опубликовано 14 научных работ, из которых 5 в рецензируемых журналах, из списка ВАК.

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на научных семинарах ИЭЭ РАН, АО «НИКИЭТ» им. Н.А. Доллежала и ОАО "ОРКК"-«НИИ КП», а также на следующих международных конференциях: X International Conference Laser & Laser Information Technologies – ILLA&LTL 2009, Smolyan, Bulgaria, 2009; 29<sup>th</sup> International Congress on App. of Lasers and Electrooptics, Anaheim, USA, 2010; 8<sup>th</sup> International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies - NN11, Thessaloniki, Greece, 2011; 3rd International workshop on laser-matter interaction – WLMi 2012, Porquerolles, France, 2012; 14<sup>th</sup> Sino-Russian symposium on Advanced Materials and Technology, 2017, Sanya, China.

## **Объем и структура работы**

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Диссертация содержит 177 страниц машинописного текста, 6 таблиц, 94 рисунка по тексту и список литературы, который состоит из 213 источников отечественных и зарубежных авторов.

## **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность представленной работы, произведена постановка исследуемых задач, дана оценка новизны, практической значимости и оригинальности методов и подходов к решению поставленных задач. Сформулированы цель и защищаемые положения диссертационной работы, описаны основные методы экспериментального исследования. Кратко изложено содержание диссертационной работы по главам.

**Первая глава** диссертации посвящена обзору литературы существующих методов и установок для получения субмикро- и наноструктур на поверхности твердых тел, а также исследованиям параметров этих структур.

Проведенный анализ литературы показал, что наиболее перспективным с точки зрения простоты осуществления является метод прямого лазерного наноструктурирования. Термин «прямое» означает здесь, что такое наноструктурирование рельефа поверхности происходит наиболее просто – без использования каких-либо масок, одним лазерным лучом, а не двумя, сведенными для создания на поверхности или в объеме интерференционной картины, а также без использования в дополнение к лазерному лучу иглы атомно-силового микроскопа, как это было в ряде первых работ по наноструктурированию. Большинство работ по прямому лазерному наноструктурированию было выполнено ранее с применением пико- и фемтосекундных лазеров. Однако для практического применения целесообразно рассмотреть возможность использования более доступных и простых в эксплуатации лазерных источников, каковыми являются наносекундные лазеры.

В конце первой главы сформулированы задачи исследования.

**Вторая глава** диссертационной работы посвящена теоретической оценке возможности реализации метода прямого лазерного наноструктурирования и созданию экспериментальной установки.

В данной работе на основе анализа процессов массопереноса, способных приводить к изменению поверхностного рельефа и представлений о развитии лазерно-индуцированной неустойчивости рельефа поверхности обоснована перспективность выбранного метода прямого лазерного наноструктурирования, с возможностью применения наносекундных источников излучения с длинами волн  $\lambda = 193$  нм (экцимерный ArF-лазер имеет самое коротковолновое излучение для использования при атмосферном воздухе и поглощается большинством материалов);  $\lambda = 355$  нм (твердотельный Nd:YAG-лазер, его применение для получения структур мало изучено);  $\lambda = 510$  нм, 578 нм (лазер на парах меди, имеет высокое качество пучка и частоту следования импульсов до 15 кГц). При этом ArF-лазер и лазер на парах меди питаются от полностью твердотельных высоковольтных генераторов накачки на основе IGBT транзисторов. В главе приведены все технические характеристики наносекундных источников излучения.

Для создания экспериментальной установки были разработаны блок схема и принципиальная схемы установки. Использование трех лазеров, генерирующих наносекундные импульсы с длиной волны от видимого до вакуумного ультрафиолетового диапазона излучений, позволяет создавать субмикро- и наноструктуры на самых различных материалах. Форма и размеры получающихся субмикро- и наноструктур зависят в том числе и от числа импульсов, энергии, длины волны излучения, частоты следования лазерных импульсов. Оптическая схема установки показана на рисунке 1. Излучение от выбранного лазера при помощи системы из дихроичных зеркал направляется в формирующую оптическую систему, состоящую из конденсора, диафрагмы и проекционных объективов. Система создает в плоскости обрабатываемой поверхности пятно определенных размеров. Облучаемый образец закрепляется на трехкоординатном моторизованном предметном столике. Для контроля энергии лазерного импульса используется измеритель энергии с пироэлектрическим датчиком. Управление

лазерами и ретранслятором осуществляется при помощи персонального компьютера.

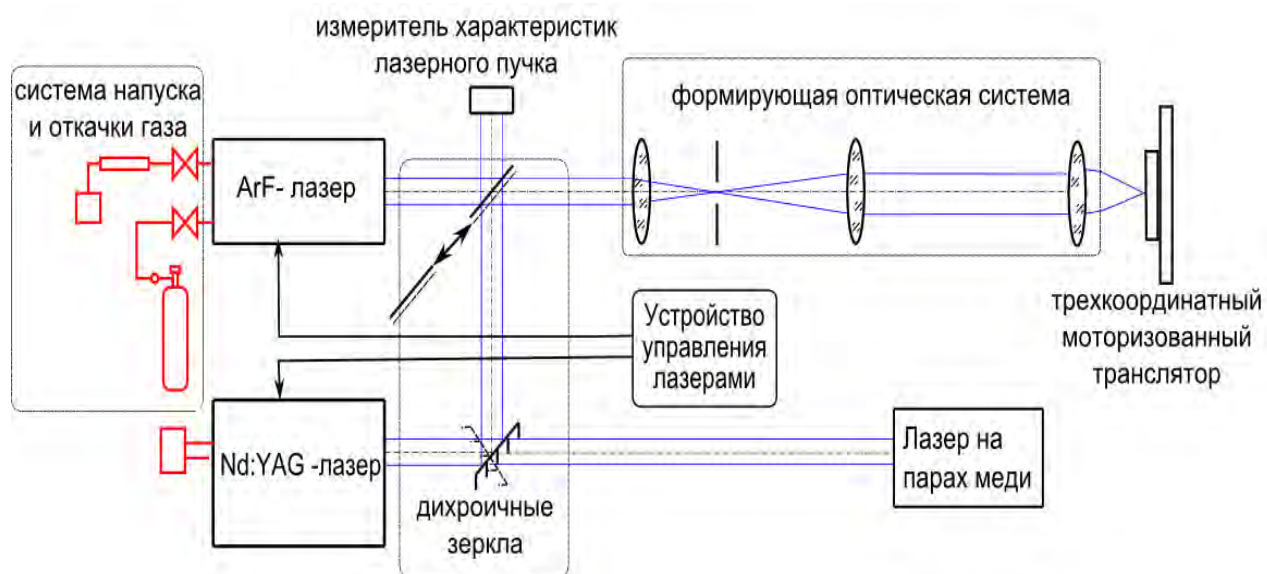


Рисунок 1 – Оптическая схема лазерной установки для субмикро- и наноструктурирования при атмосферном воздухе.

Другим важным аспектом лазерного структурирования поверхности твердых тел является изучение процессов формирования микро-, субмикро и наноструктур при облучении синхронизированными импульсами наносекундной длительности различной длины волны с определенной задержкой между ними. Данная область недостаточно изучена и потому представляет интерес обеспечить возможность воздействия двумя лазерными импульсами с разной длиной волны излучения. Последние исследования в синхронном облучении с ультракороткими (фемтосекундными) импульсами, показали, что последовательность импульсов с короткой и длинной волной играют большую роль в характере и морфологии образующихся структур на поверхности. При этом время задержки между импульсами тоже играет большую роль.

В связи с этим было предложено реализовать на данной экспериментальной установке возможность проведения работ по облучению поверхности задержанными относительно друг друга наносекундными импульсами лазерного излучения с различными длинами волн. На рисунке 2 представлены типичные осциллограммы сдвоенного синхронизированного облучения излучением ArF- и Nd:YAG лазеров при задержке между импульсами в 300 нс.

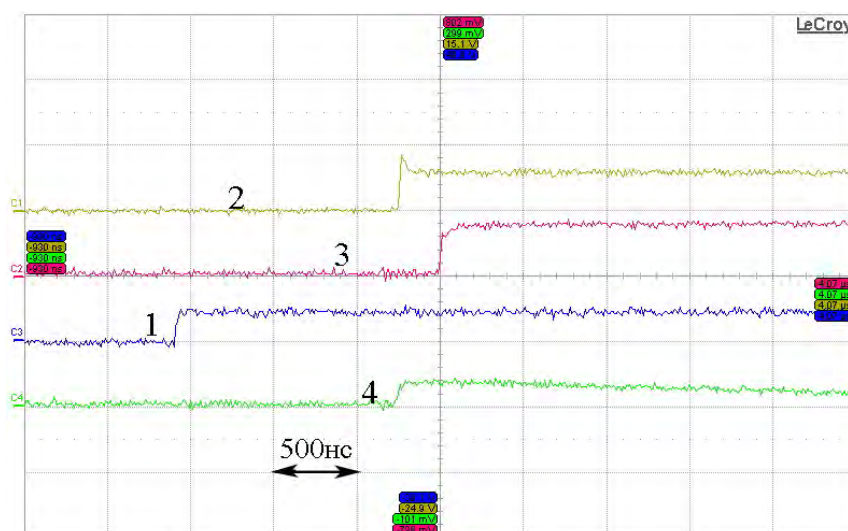


Рисунок 2 – Осциллограмма электрических импульсов синхронизации и импульсов регистрации счетчиком излучения ArF-лазера и Nd:YAG-лазера с задержкой 300 нс. Синхроимпульсы от генератора ArbStudio 1102: 1- на ArF-лазер, 2 - на Nd:YAG-лазер. Импульсы от счетчика импульсов излучения: 3 - излучение Nd:YAG-лазера, 4 - излучение ArF-лазера.

Устройство управления лазерами на основе генератора импульсов ArbStudio 1102 формирует запускающие импульсы в заданной последовательности и задержкой (синхроимпульсы; 1- на ArF-лазер, 2 - на Nd:YAG-лазер), которая может изменяться в широких пределах. Счетчики импульсов на основе фотодиода ФД-24К выдают электрические импульсы напряжением до сотен милливольт в зависимости от энергии импульса излучения лазера и длительностью до 10 мкс. Насыщение фотодиода происходит за время длительности лазерного импульса потому на осциллограмме фиксируется фронт импульса (импульсы излучения; 3 - Nd:YAG-лазер, 4 - ArF-лазер).

Для обработки больших площадей требуется сканирование по поверхности объекта. Это можно осуществлять перемещением образца, так же была разработана



**В третьей главе** приведены результаты экспериментальных исследований параметров экспериментальной установки таких как: длительность импульса эксимерного лазера, определение характеристик плотности энергии излучения и скорости сканирования лазерного пучка.

Электроразрядные эксимерные лазеры широко используются для микрообработки материалов. Большое внимание уделяется улучшению характеристик выходного пучка и продлению срока службы оптических элементов лазерной установки, что требует решения ряда проблем. Сравнительно низкая монохроматичность и высокая расходимость оптического пучка эксимерных лазеров обусловлена коротким временем существования инверсной населенности,  $\tau \approx 7$  нс. С другой стороны, воздействие мощного УФ и ВУФ излучения оказывает влияние на оптические элементы установки, приводя к их помутнению и выходу из строя. Для решения указанных проблем используется метод увеличения длительности импульса лазерного излучения, который позволяет повышать число проходов излучения по резонатору, что улучшает пространственную когерентность пучка и сужает ширину спектра излучения. Также, в результате увеличения длительности излучения снижается пиковая интенсивность пучка и ослабляется негативное влияние на оптические элементы системы.

Обычно увеличение длительности импульса излучения достигается за счет более высоких параметров емкости и индуктивности в цепи питания электроразрядных лазеров. Однако, данный путь влечет ухудшение однородности разряда, которым осуществляется накачка активной среды, что негативно сказывается на выходных характеристиках и ресурсе работы лазера. В настоящей работе исследован новый более простой и эффективный метод увеличения длительности генерации эксимерного лазера, основанный на использовании режима накачки активной среды с периодически затухающим напряжением на разрядном промежутке. Для реализации такого режима необходимо, чтобы выходное напряжение генератора  $U$  превышало напряжение  $U_{qs}$  квазистационарного горения разряда более, чем в два раза. Поскольку величина  $U_{qs}$  зависит от состава и давления газовой смеси, то появляется возможность управлять



числом затухающих полупериодов напряжения за счет изменения  $U$  и  $U_{qs}$  и, тем самым, варьировать форму и длительность импульсов излучения.

Получены экспериментальные зависимости энергии и длительности лазерного излучения от напряжения накачки, состава и давления газовых смесей в разрядном промежутке. Экспериментальные зависимости  $T$  (длительность импульсов) и  $W$  (выходная энергия лазера) от  $U_1$  при различных значениях  $p_{Kr}$  и  $p_{F_2}$  представлены на рисунке 4.

Показано, что этот метод позволяет достаточно эффективно изменять длительность лазерных импульсов, не приводя к существенным потерям выходной энергии. В рассмотренных условиях накачки KrF-лазера, оптимальной для увеличения длительности излучения оказалась смесь  $F_2/Kr/Ne = 40/20/2500$  (кривые 2 и 5), на которой наибольшие значения  $T$  и  $W$  достигались при максимальном  $U_1$ .

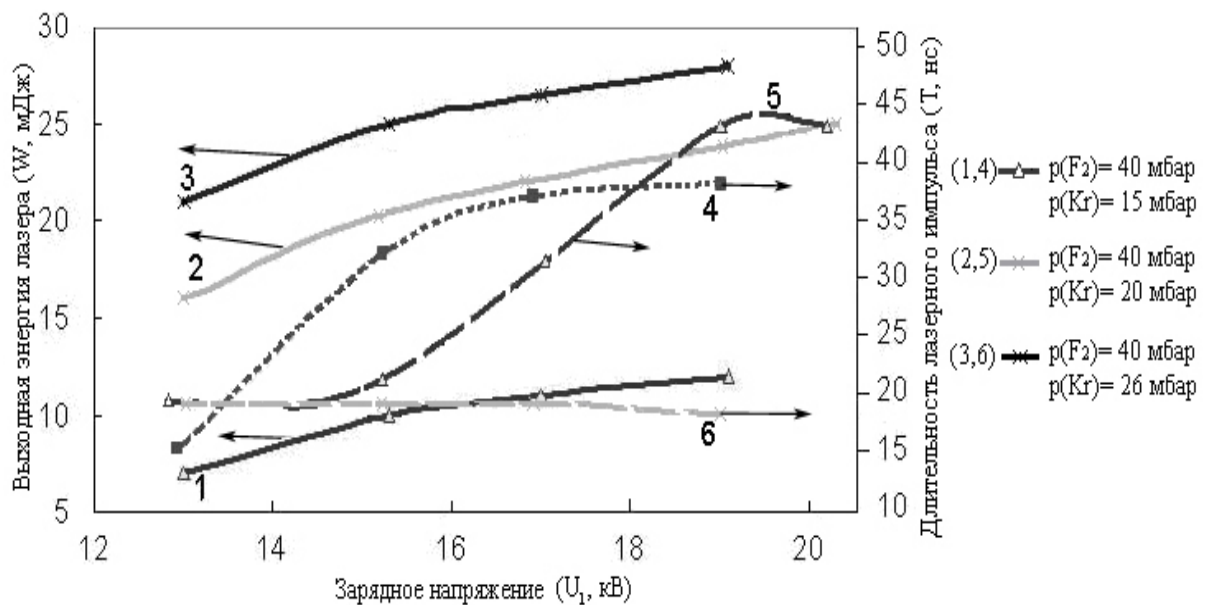


Рисунок 4 – Экспериментальные зависимости длительности лазерных импульсов  $T$  и выходной энергии лазера  $W$  от зарядного напряжения  $U_1$  при разных давлениях  $p_{Kr}$  и  $p_{F_2}$

Таким образом для KrF лазера с максимальной выходной энергией до 30 мДж получено излучение с  $T = 15 - 45$  нс соответственно. Данный метод так же может быть использован для применяемого в установке ArF лазера и позволяет увеличить длительность импульса излучения от 6 до 18 нс.

**В четвёртой главе** представлены результаты экспериментальных исследований возможности формирования субмикронных и наноструктур с

помощью созданной установки.

Методом прямого лазерного наноструктурирования были получены субмиро- и наноструктуры на поверхности германия, никеля, силицида платины, нитрида кремния, нержавеющей стали и титана. Выбор данных материалов был продиктован их широким применением в науке, технике и промышленности.

Эксперименты по многократному облучению поверхности образцов проводились в соответствии с разработанной методикой.

Исследование и получение характеристик топографии облученной поверхности производилось посредством оптического профилометра NewView 7300 и атомно-силового микроскопа Alpha 300 и P47.

Профилометрия позволяет определить форму микронных поверхностных структур в различных частях пятна облучения: в центре, периферии и краях пятна, где предположительно произошло формирование наноструктур, для последующего изучения их на атомно-силовом микроскопе (АСМ), который имеет разрешение в тысячи раз превосходящее разрешение профилометра. АСМ применяется для измерения топографии поверхности, высоты выступов, критических размеров кратеров и рельефа поверхности с высокой точностью.

На рисунке 5 приведены 3D изображения АСМ наиболее характерных структур после многократного облучения поверхности германия одним лазерным пучком в неподвижном пятне: центр, периферия и край пятна соответственно.

На рисунке 5а в центральной области пятна облучения наблюдается волнообразный рельеф поверхности периодом 1,5 мкм и амплитудой до 700 нм. В периферийной низкоинтенсивной области пятна вблизи границы существования расплава (рисунок 5б) обнаружено образование наноструктур в виде гексагональных ячеек, по-видимому, за счет импульсного лазерного оплавления материала при интенсивности вблизи порога плавления. Период ячеек около 300 - 500 нм, высота перегородок между ячейками 20 - 25 нм, толщина перегородок 40 - 60 нм. На рисунке 5в наблюдаются наноструктуры в виде выпуклостей с закругленными вершинами в периферийной низкоинтенсивной области пятна облучения. Их появление может быть обусловлено осаждением и окислением

материала, аблированного из центральной высокоинтенсивной зоны облучения. Период структур около 40 - 120 нм, амплитуда 40 - 70 нм. Исходная необлученная поверхность германия представлена на рисунке 5г, видна шероховатость в виде выпуклостей с характерными размерами вдоль поверхности 40 - 90 нм и высотой около 40 нм, а также шероховатость длинных линейных царапин шириной 40 - 80 нм – следов механической обработки поверхности.

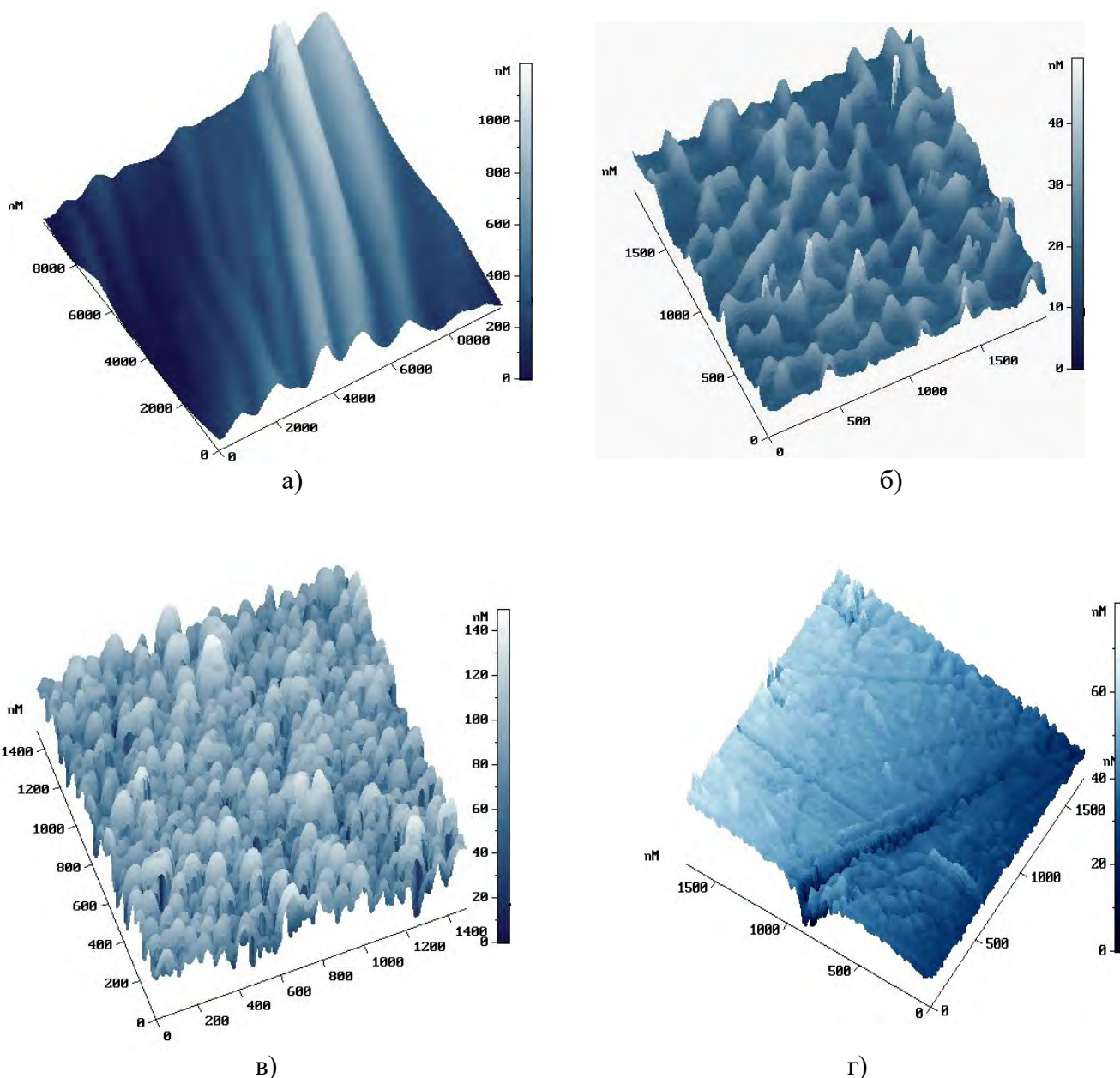


Рисунок 5 – 3D изображения АСМ исследования поверхности германия после многократного облучения пучком ArF-лазера ( $\lambda=193$  нм, 20 импульсов; 4 Дж/см<sup>2</sup>, частота 2 Гц). а) – центральная часть (расплав), б) – периферия вблизи расплава, в) – периферия вблизи края, г) – исходная необлученная поверхность.

Нержавеющая сталь, как многокомпонентный сплав, демонстрирует интересные особенности в образовании нанорельефов. На рисунке 6а, вблизи границы зоны расплава в периферийной области пятна (где интенсивность близка к порогу плавления), видно наличие другого весьма необычного рельефа - в виде круговых и эллиптических нанократеров с размерами осей  $d_1 = 180 - 270$  нм,  $d_2 = 375$  нм и высотой брустверов около 60 нм и менее. При этом виден также и мелкомасштабный рельеф, характерный для исходной необлученной поверхности, который для сравнения приведен на рисунке 6б, с характерными размерами вдоль поверхности 45-70 нм и высотой около 50 нм.

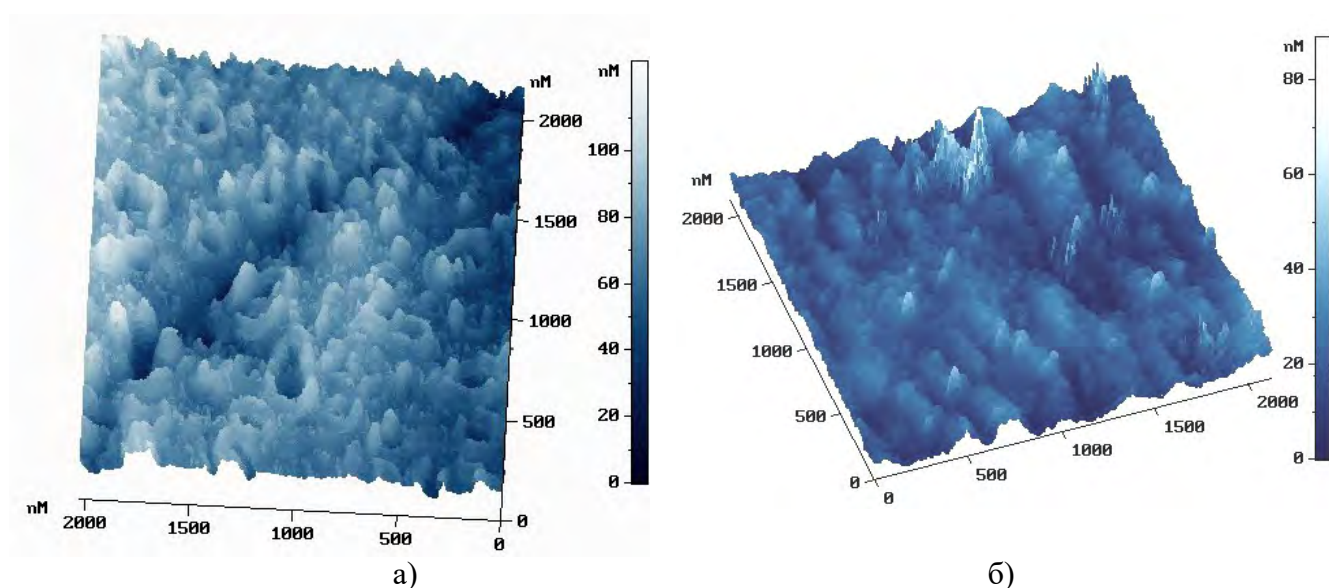


Рисунок 6 – 3D изображения АСМ исследовании рельефа на поверхности нержавеющей стали: а - АСМ изображение в периферийной низкоинтенсивной части пятна облучения ArF-лазером ( $\lambda = 193$  нм, 20 импульсов; 4 Дж/см<sup>2</sup>, частота 2 Гц); б - исходная необлучённая поверхность.

При многократном облучении поверхности указанных материалов одним неподвижным пучком излучения ArF-лазера было экспериментально обнаружено, что по мере увеличения интенсивности излучения в направлении от периферии к центру лазерного пятна происходит увеличение характерного периода образующихся нанорельефов с возрастанием лазерной интенсивности.

**В заключении** приводятся основные результаты диссертационной работы.

1. Теоретически и экспериментально обоснована эффективность использования наносекундных лазерных источников, генерирующих ВУФ и

УФ излучения для получения субмикро- и микроструктур с контролируемыми параметрами при облучении поверхности твердых тел. Благодаря сочетанию короткой длины волны излучения, поглощающейся в микрометровом слое и наносекундной длительности импульсов, такие лазеры позволяют оказывать воздействие на приповерхностный слой, в котором создаются высокие температурные градиенты, способствующие образованию новых микро и наноструктур.

2. Впервые создана экспериментальная установка, предназначенная для практической реализации и исследования метода прямого лазерного наноструктурирования поверхности твердых материалов. Её отличительной особенностью является возможность облучать одним или несколькими последовательно синхронизированными пучками излучения импульсно-периодических ArF-лазера, Nd:YAG-лазера или лазера на парах меди с длительностью импульсов от 5 до 20 нс, частотой следования импульсов до 15 кГц, плотностью энергии до 10 Дж/см<sup>2</sup>, а также возможность регулировать время задержки между импульсами в заданных пределах, благодаря использованию в системах накачки ArF-лазера и лазера на парах меди полностью твердотельных высоковольтных генераторов импульсов на основе IGBT транзисторов.
3. Предложен и экспериментально реализован метод увеличения длительности импульсов излучения электроразрядного эксимерного лазера с использованием накачки активной среды в режиме периодически затухающего напряжения на разрядном промежутке. Достоинство метода - возможность улучшения характеристик лазерного излучения без изменения основных параметров оптического резонатора и электрической системы накачки лазера.
4. Экспериментально исследованы зависимости энергии и длительности лазерного излучения электроразрядного KrF-лазера с максимальной выходной энергией до 30 мДж от параметров напряжения накачки, состава и давления газовых смесей в разрядном промежутке и показано, что за счет

изменения этих параметров указанный выше метод позволяет увеличивать длительность лазерных импульсов с 15 нс до 45 нс не приводя к существенным потерям выходной энергии лазера.

5. Экспериментально продемонстрирована возможность прямого наноструктурирования поверхности германия, никеля, силицида платины, нитрида кремния, нержавеющей стали и титана при наносекундном многократном облучении ArF-лазером с длиной волны 193 нм.
6. Экспериментально обнаружен эффект увеличения характерного периода, амплитуды и изменения формы образующихся нанорельефов с возрастанием лазерной интенсивности, что открывает возможность управления размерами нанорельефа.
7. С использованием методов атомно-силовой микроскопии в зоне облучения поверхности твердых тел наносекундными лазерными импульсами с длинами волн 193 нм, 355 нм, 510 нм обнаружено образование микро- и субмикронных структур волнообразной и выпуклой форм, в том числе периодических структур с периодом порядка одного микрона и наноструктур пирамидальной формы, а также впервые обнаружены наноструктуры - в виде гексагональных ячеек на германии и в виде эллиптических нанократеров на нержавеющей стали.

**Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:**

1. Вартапетов С.К., Грязнов О.В., Малашин М.В., Мошкунов С.И., Небогаткин С.В., **Хасая Р.Р.**, Хомич В.Ю., Ямщиков В.А. Электроразрядный ВУФ лазер с твердотельным генератором накачки // Квантовая электроника 39, № 8, 2009, С. 714-718
2. **Khasaya R. R.**, Malashin M. V., Khomich V. Yu., Yamschikov V. A. Possibility of increasing of the excimer lasers emission time duration // Proceedings of ILLA&LTL 2009, March 2010 P. 205-216
3. Tokarev V.N., Shmakov V.A., **Khasaya R.R.**, Mikolutskiy S.I., Nebogatkin S.V.,

- Khomich V.Yu., Yamshchikov V.A. Suppression of laser plasma melting side walls in laser drilling high aspect ratio microvias // Proceedings of the 29th Intern. Congress on Applications of Lasers and Electrooptics , 2010, Anaheim, USA, P. 966-975
4. Tokarev V.N., Shmakov V.A., **Khasaya R.R.**, Mikolutskiy S.I., Nebogatkin S.V., Khomich V.Yu., Yamshchikov V.A. Review of methods of direct laser nanostructuring technological materials // Proceedings of the 29th Intern. Congress on Applications of Lasers and Electrooptics, 2010, Anaheim, USA, P. 1257-1265
  5. **Khasaya R.R.**, Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Moshkunov S.I., Shmakov V.A., Tokarev V.N., Yamshchikov V.A. Direct laser nanostructuring of the material surface by the 193 nm and 248 nm wavelength irradiation // Book of abstracts 7th International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies - NN10, 2010, Halkidiki, Greece, P. 87
  6. **Khasaya R.R.**, Khomich V.Yu., Leonov D.I., Shmakov V.A., Tokarev V.N., Yamshchikov V.A. Material Surface Nanostructuring by VUV and UV Nanosecond Laser Irradiation // Book of abstracts 8th International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies - NN11, 2011, Thessaloniki, Greece, P. 20
  7. **Khasaya R.R.**, Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Nebogatkin S.V., Shmakov V.A., Tokarev V.N. and Yamschikov V.A. Direct laser surface nanostructuring without material melting // Book of abstracts 3rd International workshop on laser-matter interaction – WLMI 2012, 2012, Porquerolles, France, P. 61
  8. Железнов Ю.А., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., **Хасая Р.Р.**, Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Обработка поверхности титана наносекундным лазерным излучением // Письма о материалах. 2014. Т. 4. № 1 (13). С. 45-48.
  9. Железнов Ю.А., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., **Хасая Р.Р.**, Хомич Ю.В., Ямщиков В.А., Токарев В.Н. Экспериментальная установка для прямого лазерного микро- и наноструктурирования поверхности твердых тел. Успехи прикладной физики. 2014. Т. 2. № 3. С. 311-316.
  10. Железнов Ю.А., **Хасая Р.Р.**, Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Эффективный метод увеличения длительности импульса излучения электроразрядного KrF

лазера // Прикладная физика. 2015. № 3. С. 85-88.

11. Mikolutskiy S.I., **Khasaya R.R.**, Khomich Yu. V., Yamshchikov V.A., Zheleznov Yu.A. Growth and formation of nanostructures on metal surfaces under the action of nanosecond laser pulses // Book of abstracts 5th European Conference on Crystal Growth ECCG5, 2015, Bologna, Italy. P. 313.
12. Ёлкин В.Н., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., **Хасая Р.Р.**, Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Влияние облучения наносекундными лазерными импульсами на структуру поверхности сплавов металлов // Физика и химия обработки материалов. 2016. № 6. С. 5-12
13. **R.R. Khasaya**, Yu.V. Khomich, S.I. Mikolutskiy. Influence of nanosecond laser radiation on the surface structure of metals // Proceedings of the 14<sup>th</sup> Sino-Russian symposium on Advanced Materials and Technology, 2017, Sanya, China, P. 319-324
14. S.I. Mikolutskiy, **R.R. Khasaya**, Yu. V. Khomich, V.A. Yamshchikov. Formation of various types of nanostructures on germanium surface by nanosecond laser pulses. // Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 987, p. 012007.