T. 88, № 1

V. 88, N 1

ЯНВАРЬ — ФЕВРАЛЬ 2021

JOURNAL OF APPLIED SPECTROSCOPY

JANUARY — FEBRUARY 2021

ПРОЦЕССЫ ОБРАЗОВАНИЯ ОКСИДИРОВАННЫХ НАНОПОРОШКОВ АЛЮМИНИЯ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ НА АЛЮМИНИЙ СЕРИЯМИ СДВОЕННЫХ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ В АТМОСФЕРЕ ВОЗДУХА

Х. Баззал ¹, Н. А. Алексеенко ², Е. С. Воропай ¹, М. Н. Коваленко ¹, N. Н. Trinh ³, А. П. Зажогин ^{1*}

УДК 533.9.082.5;621.373.826;621.793.79

¹ Белорусский государственный университет,

220030, Минск, Беларусь; e-mail: zajogin_an@mail.ru

² Институт порошковой металлургии имени академика О. В. Романа,

220005, Минск, Беларусь; e-mail: alekseenkon@rambler.ru

³ Виньский университет, Винь, Вьетнам; e-mail: ngochoangch10@gmail.com

(Поступила 8 октября 2020)

Изучено влияние интервала между импульсами и количества сдвоенных лазерных импульсов на целенаправленное формирование компонентного и зарядового состава лазерной плазмы при воздействии сдвоенных лазерных импульсов на мишень из алюминиевого сплава АД1 (спектрометр LSS-1). Показано, что при использовании межимпульсного интервала в диапазоне 7—16 мкс увеличивается концентрация ионов Al и продуктов их взаимодействия с кислородом и азотом воздуха на несколько порядков по сравнению с нулевым интервалом. Для межимпульсного интервала 10 мкс исследован процесс образования ионов Al в зависимости от энергии импульсов. Для энергии импульсов 53 мДж наибольшая интенсивность линий ионов Al III наблюдается при малом (~15) количестве последовательных сдвоенных импульсов в серии. При увеличении количества импульсов в серии выше определенного уровня (10—20) интенсивность линий ионов Al III уменьшается в ~5 раз, что связано с активным взаимодействием их с молекулами и атомами воздуха на выходе из микросопла при изменении формы канала. Нанопорошки Al, покрытые слоем оксида алюминия, полученные при облучении мишени из алюминия сериями по 15 сдвоенных импульсов на одну точку, преимущественно имеют размер 50—60 нм.

Ключевые слова: оксидированные нанопорошки Al, Al₂O₃, субоксиды AlO, импульсное лазерное распыление, лазерная плазма, лазерная искровая спектрометрия, многозарядные ионы, сдвоенные лазерные импульсы.

We studied the effect of the pulse interval and the number of double laser pulses on the formation of the component and charge composition of laser plasma under the influence of these pulses on the AD1 aluminum alloy target (LSS-1 spectrometer). It is shown that when using the inter-pulse interval in the range 7–16 μ s, the concentration of Al ions and their interaction products with oxygen and nitrogen in the air increases by several orders of magnitude compared to the zero interval. The dependence of the process of Al ions formation on the pulse energy is investigated for the case of the 10 μ s inter-pulse interval. For the 53 mJ pulse energy, the largest intensity of the Al III ion lines is observed for small (about 15) number of consecutive double pulses in the series. When the number of pulses in the series increases above a certain level (10–20), the intensity of the Al III ion lines decreases by about 5 times, which is due to their active interaction with air molecules and atoms at the exit of the micro-nozzle when the channel shape is changed. The temperature in the plasma region with the maximum Al III content gave values equal to approximately

PROCESSES OF FORMATION OF OXIDIZED ALUMINUM NANOPOWDERS WHEN ALUMINUM IS EXPOSED TO A SERIES OF DOUBLE LASER PULSES IN THE AIR

Kh. Bazzal¹, N. A. Alekseenko², E. S. Voropay¹, M. N. Kovalenko¹, N. H. Trinh³, A. P. Zazhogin^{1*} (¹ Belarusian State University, Minsk, 220030, Belarus; e-mail: zajogin_an@mail.ru; ²Powder Metallurgy Institute Named after Academician O. V. Roman, Minsk, 220005, Belarus; e-mail: alekseenkon@rambler.ru; ³Vinh University, Vinh, Vietnam; e-mail: ngochoangch10@gmail.com)

22000—30000 K. Al nanopowders coated with a layer of aluminum oxide obtained by irradiating an aluminum target with a series of 15 double pulses per point mainly have a size of 50—60 nm.

Keywords: oxidized nanopowders Al, Al₂O₃, AlO suboxides, pulsed laser sputtering, laser plasma, laser spark spectrometry, multicharged ions, double laser pulses.

Введение. Одна из потенциальных возможностей аккумулирования энергии — использование промежуточных энергоносителей, которые позволят уменьшить затраты на сохранение экологии и разумное перераспределение энергии. В настоящее время удельные экономические показатели на основе альтернативных источников энергии уступают аналогичным показателям традиционной энергетики, что побуждает искать новые пути решения задач повышения эффективности, экономичности, надежности нетрадиционных источников энергии, снижения капитальных и эксплуатационных затрат и т. п. В ближайшей перспективе человечество будет вынуждено использовать энергию возобновляемых источников энергии, которые, как правило, расположены на значительном удалении от традиционных мест обитания людей и мест потребления энергии. Эффективное освоение возобновляемых источников энергии требует разработки технологий аккумуляции производимой энергии и способов ее транспортировки к местам локализации потребителей [1].

Одним из самых перспективных материалов для решения этих задач могут быть нанопорошки (НП) алюминия. При этом следует отметить, что НП металлов имеют повышенную химическую активность по сравнению с грубодисперсными и микронными порошками. НП металлов, полученные любым известным способом в среде аргона, водорода или смеси этих газов, являются пирофорными — воспламеняются при контакте с воздухом. Например, НП алюминия при температуре 80 °С реагирует с водой со взрывом, т. е. проявляет свойства щелочных металлов. Поэтому пассивирование поверхности частиц является необходимой стадией в технологии производства НП металлов [1—4].

Благодаря особым свойствам, таким как значительно более низкая по сравнению с обычными дисперсными материалами температура спекания и плавления, повышенная химическая активность в процессах окисления, НП металлов находят применение в производстве керамических материалов в качестве реагентов, компонентов и добавок при спекании [3—5]. При изучении НП алюминия как активатора спекания промышленного порошка АСД-4 установлено [5], что с увеличением массовой доли НП-Аl снижается температура спекания (до 450—500 °C), возрастает микротвердость (от 325 МПа для образцов АСД-4 до 450 МПа для АСД-4 + НП-Al), повышается степень усадки до 60 %.

Хорошие результаты получены в системе Al₂O₃–Al при использовании комбинированной добавки, содержащей наряду с металлическим алюминием его оксид [3—5]. Такая комбинация дает возможность, не вводя посторонних примесей, получить довольно плотную керамику. Установлена возможность получения спеченной керамики из нестабилизированного ZrO₂ путем введения в исходный НП-ZrO₂ добавки НП-Al в количестве ≥10 мас. % [4].

Для получения НП с минимальной загрязненностью и с точки зрения универсальности используемого для мишеней сырья (крупные порошки и их смеси, металлы и сплавы, смеси металлов и неметаллов) наиболее универсальны методы испарения лазерным излучением [6—8] и пучком электронов [9]. Достоинством применения лазерного излучения для испарения большинства материалов является малая глубина проникновения луча вглубь материала, что позволяет испарять мишени при относительно малых затратах энергии. Для испарения мишеней используют как непрерывные [6], так и импульсные лазеры с различной длительностью импульса [7, 8].

Анализ и целенаправленное изменение компонентного, зарядового и энергетического распределения состава лазерного факела возможны на основе воздействия на первичную плазму дополнительного лазерного излучения. В случае двухимпульсного лазерного воздействия при различных углах падения луча на мишень и плазму возможно одновременное проведение высокочувствительного спектрального анализа, получения и контроля концентрации возбужденных и заряженных частиц плазмы и управления составом плазмы, направляемой на подложку [10, 11].

Цель настоящей работы — показать возможность и определить условия получения HII-Al методом абляции алюминиевых мишеней сериями сдвоенных лазерных импульсов в воздушной атмосфере. Актуальность исследований обусловлена совершенствованием технологии получения HII металлов для альтернативных источников энергии.

Эксперимент. Для проведения исследований использован лазерный многоканальный атомноэмиссионный спектрометр LSS-1 (изготовитель СП "ЛОТИС ТИИ") с частотой повторения импульсов до 10 Гц на λ = 1064 нм, длительностью импульсов ~15 нс. Временной сдвиг между сдвоенными импульсами 0—100 мкс с шагом 1 мкс. Размер сфокусированного пятна ~50 мкм при фокусном расстоянии объектива 104 мм.

Динамика образования продуктов взаимодействия атомов алюминия с кислородом радикала AlO и нанокомплексов AlN изучена по эмиссионным спектрам этих молекул. Наиболее интенсивными электронно-колебательными полосами в эмиссионных спектрах AlO являются полосы с $\lambda = 484.21$ и 486.5 нм, AlN (507.8 нм), линиями ионов — Al II (466.3 нм), Al III (452.92 нм), N II (399.5 нм). Алюминиевую мишень из сплава AД1 помещали в закрытой прямоугольной стеклянной кювете размером $40 \times 20 \times 30$ мм. Для анализа продуктов, осевших на поверхность пластинок из кремния, установленных вне зоны распространения лазерного факела (на дне и одной из сторон кюветы), использован сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения MIRA3 с рентгеноспектральным микроанализатором EDX X-Max.

В ходе экспериментальных исследований установлено, что наибольшая интенсивность линий ионов и молекулярных полос наблюдается для межимпульсного интервала в диапазоне 7—16 мкс [11—13]. На рис. 1, а представлены зависимости интенсивностей линий ионов Al, N и полос нанокластеров AIN и радикалов AIO от межимпульсного интервала при использовании 40 импульсов на точку и энергии импульсов 37 мДж. Далее эксперименты проводили с использованием интервала между лазерными импульсами 10 мкс. На рис. 1, б приведены результаты исследований образования ионов Al, N, нанокластеров AlN и радикалов AlO в зависимости от энергии импульсов при использовании 40 импульсов на точку, на рис. 1, в — интенсивности указанных линий и полос для каждого номера импульса из первых 25 импульсов при энергии импульсов 53 мДж. Из рис. 1, а видно, что при использовании межимпульсного интервала в диапазоне 7-16 мкс увеличивается концентрация ионов АІ и продуктов их взаимодействия с кислородом и азотом воздуха на несколько порядков по сравнению с нулевым интервалом. Процесс образования ионов Al III, нанокластеров AlN, радикалов AlO усиливается с увеличением энергии до 35-40 мДж, затем ослабевает, в то же время интенсивность линии Al II продолжает увеличиваться. На рис. 1, в видна хорошая корреляция между возрастанием интенсивности полос AlO и AlN и существенным уменьшением интенсивности линии Al III (452.92 нм). В то же время интенсивность линии ионов Al II (466.3 нм) постепенно увеличивается. Результаты, полученные при энергии импульсов 53 мДж (рис. 1, в), показывают, что имеет место очень сильная



Рис. 1. Зависимости интенсивностей линий ионов Al II (466.3 нм), Al III (452.92 нм), N II (399.5 нм), OII (407.8 нм) и полос AlO (484.22 нм), AlN (507.8 нм) от межимпульсного интервала (*a*); энергии импульсов (*б*); номера импульса (*в*)

зависимость скорости образования нанокластеров алюминия и продуктов взаимодействия их с кислородом и азотом от количества последовательных сдвоенных импульсов (глубина микроканала). Резкий временный порог скорости образования радикалов AlO указывает на особенности плазмообразования внутри образующегося достаточно глубокого микроканала [6—8].

Наибольшая интенсивность линий ионов Al III наблюдается в интервале 1—15 импульсов, в то время как молекулы субоксида AlO и нанокластеры AlN начинают эффективно образовываться с 7—10 импульса. При меньшем количестве импульсов (0—7) образование продуктов значительно меньше, что можно объяснить эффективным удалением частиц из пока еще мелкого кратера за счет конвективных потоков воздуха.

Исходя из приведенных данных, для оценки возможности практического получения НП Al использованы энергия импульсов 53 мДж, интервал между импульсами 10 мкс. Облучение проводили сериями из 15 сдвоенных импульсов на одну точку в течение 10 минут, суммарное количество точек 100, площадь 4×4 мм². Изображения наночастиц и агломератов наночастиц, синтезированных при воздействии сдвоенных лазерных импульсов на мишень из алюминиевого сплава АД1, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), приведены на рис. 2. Размер первичных частиц, оцененный с помощью электронной микроскопии высокого разрешения, 50—60 нм, частицы собраны в агломераты, имеют кристаллическую структуру и сферическую форму.

Сферическая форма наночастиц, полученных в экстремальных условиях, свидетельствует о том, что частицы при охлаждении определенное время находятся в жидком состоянии и испытывают громадное давление за счет лаплассова сжатия. В таком состоянии поры, пустоты и прочее выдавливается на поверхность частицы. Единственным типом дефектов наночастиц, сформированных в экстремальных условиях, являются смещения атомов относительно положения равновесия. Агломеризация обусловлена в первую очередь термодинамической нестабильностью наночастиц металла. Как отмечено в [14—16], важнейшей проблемой, связанной с размерной зависимостью поверхностного натяжения, является термодинамическая устойчивость наночастиц.

На вид распределения частиц влияют продукты химической реакции, образование частиц различного состава, сложная морфология частиц, неизбежность диффузии компонентов в конденсированной фазе. Если реализуются одновременно два условия — достаточно высокая температура (обычно выше $(2/3)T_s$, где T_s — температура плавления массивного материала) и сильное взаимодействие между частицами, то имеет место процесс коалесценции. При этом за промежуток времени межчастичного взаимодействия происходит слияние частиц и утрачивается их исходная форма, образуется единая частица более равновесной конфигурации. При более высокой температуре коалесценция твердых наночастиц происходит настолько быстро, что напоминает слияние двух жидких капель и называется жидкоподобной коалесценцией. Если наночастицы имеют неравновесную форму и сильно шероховатую поверхность, то в результате диффузионных процессов, происходящих под действием сил поверхностного натяжения, каждая частица стягивается и округляется, приобретая более равновесную форму. Этот процесс называется автокоалесценцией.



Рис. 2. СЭМ-изображения наночастиц и агломератов алюминия, осевших на дне (*a*); на боковой стороне (*б*)

Осевшие на стенках частицы часто прилипают друг к другу, образуя запутанные цепочки. Отделить слипшиеся цепочки очень трудно, а иногда и практически невозможно. Поверхность частиц так активна и чиста, что маленькие частицы могут спекаться при температуре, более низкой, чем точка плавления исходного вещества. Это означает, что существует нижний температурный предел получения мельчайших частиц материала. Таким образом, реальная мельчайшая частица, которую можно практически использовать, всегда должна быть покрыта защитным слоем и/или находиться при более низкой температуре.

Результаты и их обсуждение. Плазмообразование в воздушной среде существенно усложняется из-за последействия, практически неизбежного при формировании глубоких отверстий сдвоенными импульсами, что вызывается накоплением аблированных микрочастиц и кластеров в атмосфере образующихся полостей. При этом воздействие импульса, следующего через небольшой интервал времени, приводит к низкопороговому оптическому пробою воздуха, насыщенного микрочастицами металла, и появлению одновременно двух разнесенных в пространстве плазменных образований. Одним из них является обычный факел лазерной плазмы на аблируемой поверхности и на дне формируемого отверстия, другим — плазменно-пылевое облако, также возникающее на оси лазерного пучка, но отстоящее от поверхности на определенном расстоянии. В этом случае появление плазменнопылевой области, отстоящей на определенном расстоянии от поверхности, приводит, с одной стороны, к дополнительной экранировке, а с другой — к созданию высокотемпературного плазменного облака высокого давления, разлетающегося преимущественно по направлению отверстия.

Нелинейную зависимость интенсивности полос AlO и AlN от энергии можно объяснить следующим образом. При импульсно-периодическом высокоинтенсивном лазерном воздействии в одну точку мишени в результате процесса лазерной абляции происходит вынос массы вещества мишени и образуется канал. При этом в процессе формирования канала физическая картина сопутствующих процессов резко усложняется по сравнению с ситуацией, когда лазерное излучение падает на гладкую поверхность мишени. Концентрация лазерного излучения в канале ведет к возрастанию поглощения энергии импульса и, соответственно, повышению температуры плазмы внутри канала и росту эффективности образования ионов. Кроме того, после воздействия первого импульса внутри канала может нарабатываться взвесь — "облако", содержащее нано- и микрочастицы мишени (кластеры). Взаимодействие лазерного излучения второго импульса с таким облаком в режиме плазмообразования приводит к развитию процесса самовоздействия, частичной экранировке и проблемам доставки энергии излучения на дно канала и, как следствие, изменению формы канала [17—19].

На рис. 3 приведены зависимости формы и глубины микроканала от энергии и числа импульсов. При увеличении глубины кратера, формируемого при импульсно-периодическом лазерном воздействии на мишень, образующийся конический микроканал (рис. 3, *a*) может служить аналогом сопла, проходя через которое, вещество мишени более эффективно кластеризуется. Концентрация кластеров и их распределение за срезом сопла определяются геометрией сопла. При расширении газа сквозь сопло кластеризации подвергаются не все атомы, ионы или молекулы газа, а только определенный их процент. Как видно, форма канала, получаемого при воздействии 30 последовательных импульсов с энергией 37 мДж, более оптимальна для генерации радикалов AlO и нанокластеров AlN, чем получаемого при меньшем количестве импульсов.



Рис. 3. Зависимости формы канала: *а* — от числа импульсов: 10–10 (*1*), 20–20 (*2*) и 30–30 импульсов (*3*); *б* — от энергии

Результаты получены при плотности энергии, значительно превышающей порог экранировки. В этом случае глубина канала для 10 импульсов недостаточна для существенного накопления частиц, а диаметр канала сравним с диаметром перетяжки пучка. Ступенчатая форма канала указывает на существование двух областей локализации лазерной плазмы: конец узкой части, куда по полученным данным, попадает лишь $\sim 10-20$ % падающей энергии излучения; конец утолщенной части с переходом к сужению, где в плазме пробоя запасаются и рассеиваются оставшиеся 80—90 % энергии. Области находятся на расстоянии $\sim 50-100$ мкм. При такой форме большая часть падающей энергии излучения не достигает дна и расходуется на увеличение диаметра канала, взаимодействуя с боковыми стенками (рис. 3, δ). Особенно это заметно при увеличения энергии импульсов до 53 мДж.

Экранировка при пробое воздуха на частицах проявляется лишь при достижении каналом аспектных отношений (отношение глубины к диаметру канала) A > 1. Это может быть связано с удалением частиц из кратера при меньших А за счет конвективных потоков воздуха. Новые возможности такого двухимпульсного воздействия сериями последовательных импульсов для формирования плазмы представлены в работе [20], где предложен и реализован метод генерации рентгеновского излучения при двухимпульсном лазерном воздействии на твердотельную мишень, находящуюся при атмосферных условиях. Здесь первый наносекундный лазерный импульс ($t_{\mu} = 30$ нс, $\lambda = 308$ нм, $q = 10^8 \text{ Bt/cm}^2$) инициирует приповерхностный оптический пробой, обеспечивая формирование зоны разреженной плотности газа для прохождения второго (фемтосекундного высокоинтенсивного) лазерного импульса ($t_{\mu} = 110 \text{ фс}, \lambda = 1.24 \text{ мкм}, q = 10^{16} \text{ Вт/см}^2$) при его доставке на мишень. Установлено, что выход жесткого (E > 2.5 кэВ) рентгеновского излучения в эксперименте максимален при межимпульсном интервале $t_{\text{инт}} = 10$ мкс. Этой задержке соответствует возрастание выхода жесткого рентгеновского излучения в двухимпульсном (нано+фемто) режиме воздействия на алюминиевую мишень по сравнению с одноимпульсным (фемто). Излучение увеличивается до 17 раз на поверхности мишени и до 8 раз в канале по сравнению с максимальным выходом жесткого рентгеновского излучения при воздействии одиночных импульсов. Это свидетельствует о понижении плотности воздуха в приповерхностной области мишени после воздействия первого импульса до 40 Торр, а в канале до 100 Торр.

Таким образом, при многоимпульсном воздействии в силу накопления аблированных частиц в канале величина экранировки зависит от частоты следования и энергии предшествующих лазерных импульсов. За счет удаления частиц из канала или их оседания на стенках определяется и интервал времени, соответствующий восстановлению оптической прочности воздуха в перетяжке пучка. Минимальное время восстановления превышает несколько секунд. Из-за удаленности от дна энергия, запасенная и рассеянная плазмой пробоя, не дает вклада в увеличение глубины канала и целиком передается боковым стенкам, вызывая стабилизацию линейной скорости абляции в широком диапазоне воздействующей плотности энергии. В результате диаметр канала существенно увеличивается под действием расширяющегося и излучающего плазменного облака, а также рассеянного плазмой излучения из-за воздействия на боковые стенки.

Для типичных интенсивностей лазерных импульсов $q \approx 5 \cdot 10^9$ Вт/см² скорость разлета и температура плазмы во второй фазе составляют $3 \cdot 10^6$ см/с и $3 \cdot 10^5$ К [17, 18]. Учитывая скорость разлета и среднюю продолжительность лазерного импульса облучения (15 нс), к концу этой фазы получаем протяженность плазменного факела при одномерном расширении ~0.45 мм, что сравнимо с длиной канала. В результате за время действия второго лазерного импульса плазма достигает поверхности образца, ее дальнейший разлет приобретает форму, приближающуюся к полусферической. После окончания действия лазерного импульса плазменная область продолжает расширяться за счет запасенной в ней энергии и давления. Расширение практически прекращается после достижения внутри нее атмосферного давления. Образуется резко ограниченная и относительно долгоживущая область горячего газа вблизи облученной поверхности.

Степень ионизации лазерной плазмы, образующейся после воздействия второго импульса на продукты конденсации, выше, чем в приповерхностной плазме. Об этом свидетельствует увеличение практически на порядок интенсивности линий ионов Al при увеличении количества импульсов. Естественно, что температура лазерной плазмы значительно выше, чем приповерхностной плазмы.

К числу наиболее распространенных способов определения температуры плазмы относится метод Орнштейна, основанный на измерении относительной интенсивности спектральных линий, принадлежащих одному элементу [19, 20]. Так, температура плазмы может быть вычислена из относительной интенсивности двух атомных (или двух ионных) линий с длинами волн λ_1 и λ_2 , с известными энергиями возбуждения E_1 и E_2 , статистическими весами возбужденных состояний и вероятностями излучательных переходов $(gA)_1$ и $(gA)_2$:

$$T = \frac{5040(E_1 - E_2)}{\lg(gA)_1 / (gA)_2 - \lg(\lambda_1 / \lambda_2) - \lg(I_1 / I_2)} \infty.$$
(1)

Ряд линий ионов Al III и их параметры для определения температуры плазмы методом Орнштейна приведены в табл. 1. При соблюдении оптимальных условий для правильности определения температуры методом Орнштейна ($kT \le (E_{k1} - E_{k2})$) [21, 22] можно выбрать линии 452.9 нм ($E_{k1} =$ = 20.55 эВ) и 360.16 нм ($E_{k2} = 17.81$ эВ). Подставляя значения энергии, статистических весов и вероятностей переходов для выбранных спектральных линий, получаем формулу для определения температуры лазерной плазмы в области существования ионов Al III:

$$T = 13810/(0.44 - 0.0995 - \lg(I_1/I_2)) = 40558 - 13810/\lg(I_1/I_2).$$
(2)

На рис. 4 приведены зависимости средней температуры лазерной плазмы в области Al III от энергии импульсов (серия из 40 импульсов) и от номера импульса в серии для энергий 33 и 52 мДж. Температура этой области, оцененная с использованием указанных ионных линий алюминия, составляет ~30000—35000 К при первых нескольких импульсах и заметно понижается по мере углубления кратера. Средняя температура при 40 импульсах слабее зависит от энергии, чем при малом количестве импульсов.

 $A_{ki} 10^7$, c⁻¹ λ, нм E_k , cm^{-1} E_i, cm^{-1} E_k , эВ g 352.49 1.6 217239 188878 6,8 360.1628 13.1 143713 115957 4 17.81 14.5 115958 361.2356 143633 2 17.8 447.99 8,10 23.54 189928 167613 452.9 24.9165786 143713 6 20.55 40000 Т, К б а 35000 28000 30000 26000 25000 24000 20000 22000 15000 0 30 40 50 60 70 10 20 30 40 Е, мДж Номер импульса

Таблица 1. Параметры ионных линий алюминия Al III

Рис. 4. Зависимости средней температуры лазерной плазмы в области Al III от энергии импульсов (*a*) и номера импульса для энергии 33 (*l*) и 52 мДж (*2*) (*б*)

На выходе из микросопла плазменно-пылевая область расширяется и турбулентно перемешивается. Температура области резко падает. Так как свечение AlO появляется при понижении температуры до определенного значения, можно предположить, что до этого момента температура была слишком высокой и все молекулы находились в диссоциированном состоянии (температура разложения AlO 4400 K). Этим обусловлено увеличение скорости образования продуктов взаимодействия атомов алюминия с воздухом после образования довольно глубокого микроканала [12, 13]. Содержание нитрида алюминия в плазме очень мало, что, по-видимому, связано с более низкой термической устойчивостью. Нитрид алюминия сублимирует без плавления при температуре 2723 K [1].

Заключение. Использование межимпульсного интервала в диапазоне 7—16 мкс обеспечивает увеличение концентрации ионов Al и продуктов их взаимодействия с кислородом и азотом воздуха на несколько порядков по сравнению с нулевым интервалом. Максимальное увеличение концентрации оксидированных нанопорошков алюминия достигается при двухимпульсной абляции мишени сериями из 15 последовательных сдвоенных импульсов и межимпульсных интервалов $\Delta t \approx 7$ —16 мкс.

Основной вклад в изменение интенсивности спектральных линий Al вносит взаимодействие второго импульса с продуктами конденсации, образующимися в канале после воздействия первого импульса. При увеличении количества импульсов в серии выше определенного уровня (10—20) интенсивность линий ионов Al III уменьшается в ~5 раз, что связано с активным взаимодействием их с молекулами и атомами воздуха на выходе из микросопла и изменением формы канала. Оценка температуры в области плазмы с максимальным содержанием Al III дает ~22000—30000 К. Нанопорошки Al, покрытые слоем оксида алюминия, полученные при облучении мишени из алюминия сериями из 15 сдвоенных импульсов на одну точку, имеют размер 50—60 нм.

В целом положительные результаты проведенных экспериментов следует рассматривать как основу для дальнейшей работы по усовершенствованию процесса получения оксидированных нанопорошков алюминия и продуктов взаимодействия их воздухом. Возможно также существенное расширение круга смешанных нанопорошков алюминия с металлами и оксидами металлов, получение которых предполагает химическое взаимодействие испаряемых частиц мишени с окружающим газом.

[1] А. Е. Шейдлин, А. З. Жук, Б. В. Клейменов, Е. И. Школьников, М. Ю. Лопатин. Изв. РАН. Энергетика, № 2 (2006) 3—11

[2] М. К. Бернер, В. Е. Зарко, М. Б. Талавар. Физика горения и взрыва, 49, № 6 (2013) 1—28

[3] Д. Сандарам, В. Янг, В. Е. Зарко. Физика горения и взрыва, 51, № 2 (2015) 37-63

[4] А. П. Ильин, О. Б. Назаренко, А. В. Коршунов, Л. О. Роот. Особенности физико-химических свойств нанопорошков и наноматериалов, Томск, Томский полит. ун-т (2012) 12—15

[5] С. В. Матренин, А. П. Ильин, Л. О. Толбанова, Е. В. Золотарева. Изв. Томского политех. ун-та, 317, № 3 (2010) 24—28

[6] В. Н. Сытников, Вл. Н. Сытников, Д. А. Дубов, В. И. Зайковский, А. С. Иванова, В. О. Стояновский, В. Н. Пармон. Прикл. механика и теор. физика, 48, № 2 (2007) 172—184

[7] Ю. А. Котов, В. В. Осипов, М. Г. Иванов, О. М. Саматов, В. В. Платонов, Е. И. Азаркевич, А. М. Мурзакаев, А. И. Медведев. ЖТФ, 72, № 11 (2002) 76—82

[8] С. В. Заболотнов, А. А. Ежов, Л. А. Головань, М. А. Ластовкина, В. И. Панов, В. Ю. Тимошенко, П. К. Кашкаров. ФТП, 41, № 8 (2007) 1017—1020

[9] В. Г. Ильвес, Ю. А. Котов, С. Ю. Соковнин, С. К. Rhee. Рос. нанотехнол., 2, № 9-10 (2007) 96—101 [10] В. С. Бураков, А. Ф. Боханов, М. И. Неделько, Н. В. Тарасенко. Квант. электрон., 33, № 12 (2003) 1065—1071

[11] **Х. Баззал, А. Р. Фадаиян, А. П. Зажогин.** Журн. Белгосуниверситета, Физика, № 1 (2017) 34—42

[12] **Х. Баззал, Е. С. Воропай, А. П. Зажогин, М. П. Патапович.** Межвуз. сб. науч. тр. "Физикохимические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов", вып. 11, Тверь (2019) 48—56

[13] **Х. Баззал, Н. А. Алексеенко, Е. С. Воропай, М. Н. Коваленко, N. Н. Trinh, А. П. Зажогин.** Межвуз. сб. науч. тр. "Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов", вып. 12, Тверь (2020) 8—16

[14] В. М. Самсонов, Н. Ю. Сдобняков. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 2 (2004) 73—78

[15] **Н. Ю. Сдобняков, В. М. Самсонов, А. Н. Базулев.** Вестн. Новгород. гос. ун-та имени Ярослава Мудрого. Сер. Тех. науки, № 5 (103) (2017) 43—48

[16] Н. А. Романов, А. В. Номоев, С. В. Калашников. Вестн. Бурят. гос. ун-та, № 3 (2013) 93—99

[17] С. М. Гарнов, В. И. Климентов, Т. В. Конов, С. В. Кононенко, Ф. Даусингер. Квант. электрон., 25, № 1 (1998) 45—48

[18] С. М. Климентов, С. В. Гарнов, В. И. Конов, Т. В. Кононенко. Тр. ИОФ им. А. М. Прохорова РАН, **60** (2004) 13—29

[19] И. А. Буфетов, С. Б. Кравцов, В. Б. Федоров. Квант. электрон., 23, № 5 (1996) 535—540

[20] В. М. Гордиенко, М. С. Джиджоев, И. А. Жвания, И. А. Макаров. Квант. электрон., 37, № 7 (2007) 599—600

[21] Э. И. Кузнецов, Д. А. Щеглов. Методы диагностики высокотемпературной плазмы, Москва, Атомиздат (1980) 65—70

[22] Ю. А. Кузяков, К. А. Семененко, Н. Б. Зоров. Методы спектрального анализа, Москва, МГУ (1990) 36—40