



بررسی پروفایل عمق آلیاژهای آبکاری شده با بیناب نگاری شکست لیزری

سمیه پاشایی عدل^۱، فاطمه صالحی^۱، سیده زهرا شورشینی^۱، حمیدرضا شیروانی مهدوی^۲ و بتول سجادی^۱

^۱ گروه فیزیک دانشگاه الزهرا، خیابان ونک، تهران

^۲ گروه فیزیک دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران مرکزی، شهرک قدس، خیابان سیمای ایران

چکیده - در کار حاضر ضخامت لایه پوششی مواد به روش جدیدی بی درنگ به کمک بیناب نگاری پلاسمایی القایی لیزری (LIBS) به دست آمد. به منظور رسیدن به عمق کندگی پوشش هایی با ضخامت حدود $15\mu\text{m}$ از یک لیزر باگ در طول موج 1064nm استفاده شد. دقت مربوط به اطلاعات عمق را می توان با تنظیم انرژی تابش افزایش داد.

کلید واژه - نیمرخ عمق، ضخامت، کندگی لیزری

Depth profiling of coated metal plating using of laser- induced break down spectroscopy

Sommaiyeh Pashaei adl¹, Fatemeh Salehi¹, Zahra Shoursheini¹, Hamidreza Shirvani- Mahdavi² and Batool

Sajjad¹

¹Department of Physics, University of Alzahra, Tehran

²Department of Physics, Islamic Azad University (CTB), Tehran

Abstract- In this work a new method for online analysis of the characterization of interfaces in layered materials based on laser-induced breakdown spectroscopy (LIBS) is presented. To achieve an ablation depth in the range of the coating thickness of about $15\mu\text{m}$ a Nd:YAG laser at 1064nm was used. The depth information is determined with high precision by adjusting the Laser's burst energy.

Keywords: Depth profile, thickness, Laser ablation

۱- مقدمه و تئوری

کندگی لیزری در بررسی علم مواد در چند دهه‌ی گذشته با رشد چشمگیری همراه بوده است [۱]. اخیراً روش *LIBS* برای آنالیز نیمرخ (پروفایل) عمق با توجه به نتایج جالب بدست آمده پیشنهاد شده است [۲]. در اکثر موارد *LIBS* در روی نمونه‌هایی که به طور یکنواخت در حجم قرار دارند به کار برده می‌شود و به طور متوسط ترکیبات نمونه را مشخص می‌کند. اما از آنجا که تمرکز فضایی از ویژگی‌های مهم کندگی لیزری است بنابراین وجود این پتانسیل را می‌توان برای توانایی تمرکز روی نمونه استفاده نمود و اطلاعات محدود به سطح معینی از نمونه را بدست آورد. به تازگی گستره‌ی وسیعی از روش‌ها برای ساختار تصویری در داخل و در روی سطح (تصویرهای شیمیایی) به کار برده می‌شوند و بر توزیع فضایی یک گونه شیمیایی موجود در نمونه‌ای چند مؤلفه‌ای، که معمولاً شامل ایجاد اطلاعاتی در دو بعد یا بیشتر باشد اشاره دارند. اطلاعات تک بعدی مثل نیمرخ عمق نیز می‌تواند به عنوان آنالیز تصویری در نظر گرفته شود [۱]. به ویژه در زمینه حفاظت و مرمت میراث فرهنگی، به خصوص برای مصنوعات فلزی، تعیین دقیق محل واسط در مواد چند لایه و تعیین دقیق ترکیب شیمیایی نمونه‌ها الزامی است [۲]. در این حالت نمونه تحت اثر تپ‌های متوالی لیزر در یک نقطه اش عریان می‌شود و به این طریق هر طیف اطلاعاتی در مورد لایه‌های متوالی ناشی از فرسایش توسط لیزر را در اختیار قرار می‌دهد. در *LIBS* محاسبات قدرت تفکیک تحت شرایطی حاصل می‌شود که کمترین نرخ کندگی را داشته باشد [۱]. به کارگیری روش *LIBS* برای آنالیز عمق همراه با مشکلاتی است، مخلوط شدن لایه‌های مختلف با ترکیبات متفاوت به دلیل رسوب و شکل‌گیری مذاب پس از تابش تپ لیزر که به نوع لیزر (به خصوص برای تپ‌های نانو ثانیه و طول موج لیزر *IR*) نیز بستگی دارد. همچنین وابستگی به ماتریس نمونه با توجه به ضریب بازتاب، ظرفیت گرمایی،

هدایت گرمایی، نقطه‌ی جوش و مشخصات ماده می‌تواند در اندازه‌گیری تأثیر گذار باشد. از طرفی تغییرات در پلاسما از یک تپ لیزری به تپ لیزری دیگر نیز یکی دیگر از مشکلات تعیین عمق در این روش به شمار می‌رود [۳، ۴]. در کار حاضر می‌خواهیم متوسط نرخ کندگی توسط لیزر به منظور تعیین سطح مقطع مشترک لایه رسوبی بر روی یک نمونه را به روش *LIBS* تعیین کنیم. متوسط نرخ کندگی (*AAR*) عبارت است از [۱]:

$$AAR = d(P_{0.5})^{-1} (nm / pulse) \quad (1)$$

که در آن d بیانگر ضخامت لایه آبرکاری شده و $P_{0.5}$ تعداد تپ‌های لازم برای رسیدن به ۵۰٪ از مقدار اولیه شدت می‌باشد. به این ترتیب ΔZ ضخامت عمق آبرکاری از رابطه‌ی زیر تعیین می‌شود [۱]:

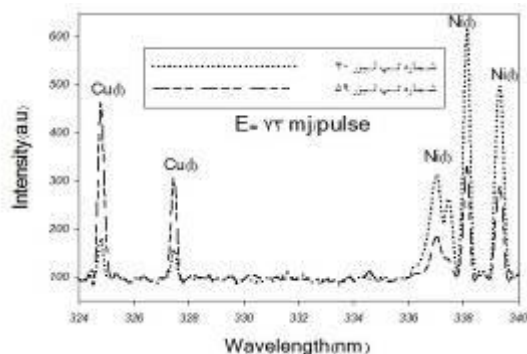
$$\Delta Z = \Delta P \times AAR \quad (2)$$

که در آن ΔP تعداد تپ‌های مورد نیاز برای رسیدن شدت خط بهنجار شده از ۸۴٪ به ۱۶٪ در طی تابش تپ‌های متوالی می‌باشد.

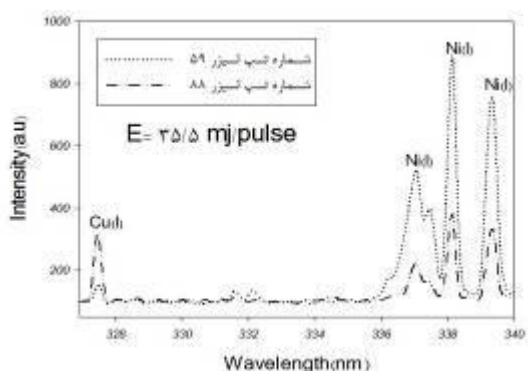
۲- چیدمان آزمایش

طرح وارده سامانه آزمایشگاهی مربوط به این آزمایش در شکل ۱ نشان داده شده است. این آرایه شامل یک لیزر *Q-Switch, Nd:YAG* با طول موج ۱۰۶۴ نانومتر، دیرپایی ۵ ns، نرخ تکرار ۱ Hz می‌باشد. یک عدسی تخت-همگرا با فاصله‌ی کانونی ۲۰۰ mm برای کانونی‌سازی لیزر یاگ به کار برده شده است. نمونه‌ها بر یک سکوی پرتو دهی میکرومتری قرار گرفتند که در سه راستای *XYZ* قابل تنظیم بود. تابش پلاسما با یک فیبر نوری (*UV 600/600, SMA-905*) به طول ۱ متر با $NA \approx 0.22$ که یک میکرو عدسی بر روی سر آن تعبیه شده بود و زاویه آن نسبت به پرتو لیزر ۲۰ درجه بود به بیناب نگار مدل *S 150 Solar Laser system TM*، مجهز به آرایه *CCD* مدل توشیبا هدایت می‌شد.

متوسط نرخ کندگی و بنابراین $P_{0.5}$ آزمایش برای انرژی های مختلف لیزر (۷۳ mj / pulse ، ۵۸ mj / pulse ، $۳۸/۷۵ \text{ mj / pulse}$ ، $۳۵/۳ \text{ mj / pulse}$) انجام شد. شکل های ۳ و ۴ به ترتیب تابش با انرژی های ۷۳ mj / pulse و $۳۵/۳ \text{ mj / pulse}$ با تعداد تپ های متفاوت را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود، با کاهش انرژی تعداد تپ های مورد نیاز برای حذف نیکل بیشتر و بنابراین دقت اندازه گیری افزایش می یابد.



شکل ۳: مقایسه بیناب انرژی ۷۳ mj / pulse برای تپ های ۳۰ و ۵۹.

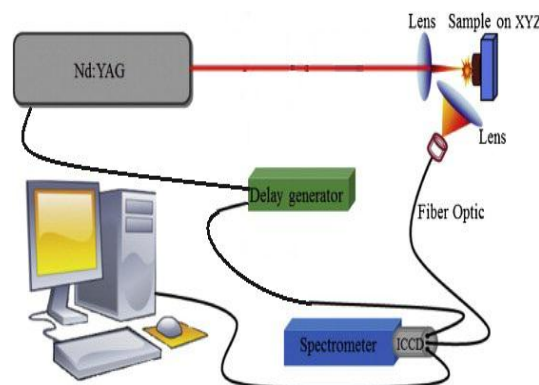


شکل ۴: مقایسه بیناب انرژی $۳۵/۳ \text{ mj / pulse}$ برای تپ های ۵۹ و ۸۸.

به دلیل وجود اثرات نا خواسته بیان شده در مقدمه از بهنجارش سیگنال به منظور حذف تا حد ممکن اثرات نامطلوب استفاده شد. به طوری که شدت های بهنجار شده به صورت زیر در نظر گرفته شد.

$$N_{Cu} = \frac{I_{Cu}}{I_{Cu} + I_{Ni}}, \quad N_{Ni} = \frac{I_{Ni}}{I_{Cu} + I_{Ni}} \quad (3)$$

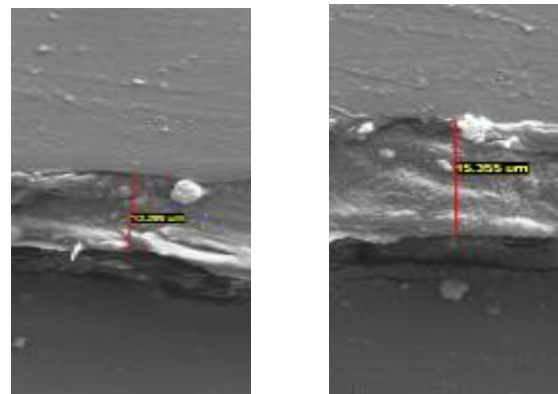
شکل ۵، نمودار شدت بهنجار شده مس و نیکل بر حسب تعداد تپ های لیزری برای دو انرژی مختلف رسم شده



شکل ۱: چیدمان آزمایش

۳- تحلیل داده ها و نتایج

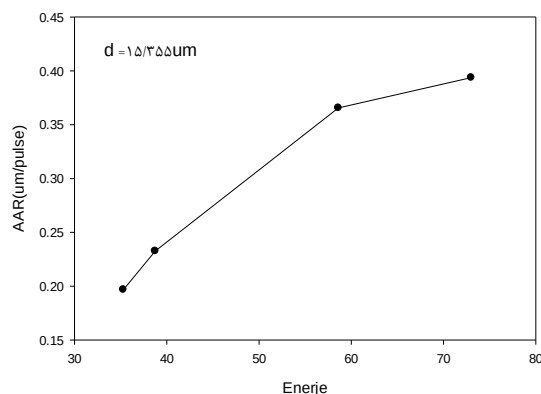
آزمایش بر روی دو نمونه ی آلیاژ آبکاری شده ی (به روش الکترولیز) نیکل روی بستر مس انجام شد. در آبکاری فلزات زمانی که فلز به درخشندگی مورد نظر رسید مرحله ی آبکاری به اتمام می رسد ضخامت لایه ی آبکاری شده با ضخامت های $۱۳/۳۸۶ \mu\text{m}$ و $۱۵/۳۵۵ \mu\text{m}$ به وسیله ی SEM تعیین شد (شکل ۲).



شکل ۲: الف) تعیین ضخامت نمونه اول ب) تعیین ضخامت نمونه دوم. که دقت اندازه گیری در این نمونه ها 10nm است.

در مرحله بعد به منظور تعیین متوسط کندگی نیمرخ با متمرکز کردن پرتو لیزر بر روی نمونه ها، بیناب LIBS مربوط به هر نمونه برای تپ های متوالی لیزر به دست آمد. برای هدف نیکل - مس شدت خطوط مشخصه گسیلی $۳۲۷/۴۶ \text{ nm}$ و $۳۳۹/۳۹ \text{ nm}$ نیکل برای اندازه گیری بعد از هر تپ لیزری انتخاب شد. در هر مرحله تعداد تپ ها برای هر نقطه از نمونه تا آنجا ادامه می یافت. که شدت خطوط نیکل شدیداً کاهش می یافت اما همان طور که پیش تر نیز بیان شد به دلیل رسوب مجدد نیکل بر روی مس نیازی به صفر شدن این شدت نبود. از طرفی به دلیل اثر تغییر شدت تابش لیزر بر

شد.



شکل ۶: متوسط کندگی بر حسب شدت بهنجار شده.

جدول ۱: پارامتر عمق برای انرژی های مختلف.

انرژی mj/pulse	۷۳	۵۸/۶	۳۸/۷۵	۳۵/۳
Δz (μm)	۲۳/۶۲۲	۲۳/۰۵۴	۱۳/۹۵۶	۱۲/۳۹۸

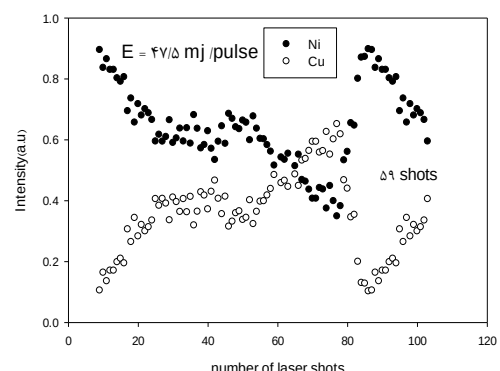
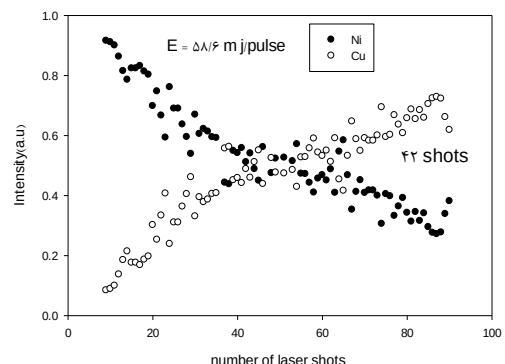
۴- نتیجه گیری

از آنجا که کندگی لیزری اولین گام در روند LIBS است. نشان دادیم یکی از مناسب ترین و سریع ترین روش ها برای بررسی ضخامت لایه های نازک، LIBS می باشد. با بررسی نمونه ها که روی مس بستر شده اند نشان داده شد که با کاهش انرژی، تعداد تپ های لازم برای رسیدن به نقطه ی تقاطع زیاد می شود و در نتیجه متوسط کندگی کاهش می یابد و به این ترتیب با دقت زیادی می توان ضخامت لایه را اندازه گیری نمود.

مراجع

- [1] A. Miziolek, V. Palleschi and I. Schechter, LASER INDUCED BREAKDOWN SPECTROSCOPY (LIBS), Published in the United States of America by Cambridge University press, New York (2006).
- [2] M. Abdelhamid, S. Grassini, E. Angelini, G. M. Ingo, M. A. Harith, Depth Profiling of coa metallic artifacts adopting laser-induced breakdown spectrometry, Spectrochimica Acta Part B, 65, (2010), 695 -701.
- [3] J. M. Vadillo, C. Garcia, S. Palanco, J. J. Laserna, Nanometric range depth-resolved analysis of coated-steels using laser-induced breakdown spectrometry with a 308 nm collimated beam, J. Anal. At. Spectrom, 13, (1998), 793-797.
- [4] J. M. Vadillo, J. J. Laserna, Laser-induced plasma spectrometry: truly a surface analytical tool, Spectrochim. Acta Part B, 59, (2004), 147-161.

است. همانطور که مشاهده می شود محل تقاطع ($P_{0.5}$) با افزایش انرژی لیزر در تپ های بیشتری اتفاق می افتد.



شکل ۵: نمودار های تعداد تپ های لیزری بر حسب شدت بهنجار شده.

در مرحله بعد برای نمونه شماره ۱ (ضخامت $15/355 \mu m$) به کمک $P_{0.5}$ نرخ کندگی با لیزرهای یاک در طول موج $1064 nm$ به کمک معادله (۱) به دست آمد. در شکل ۶ نمودار متوسط کندگی بر حسب انرژی رسم شده همان طور که در شکل مشاهده می شود با کاهش انرژی متوسط کندگی کاهش می یابد. سپس آزمایش برای نمونه ۲ ضخامت $(13/386 \mu m)$ تکرار شد و با داشتن AAR مقدار ضخامت لایه آبکاری با استفاده از معادله (۲) برای انرژی های مختلف محاسبه و در جدول ۱ به طور خلاصه درج شده است. همان طور که دیده می شود با کاهش انرژی لیزر برای انرژی های $38/75 mj / pulse$ و $35/3 mj / pulse$ AAR ها، به ترتیب $0.1716 \mu m / pulse$ و $0.2028 \mu m / pulse$ ضخامت لایه آبکاری با دقت خوبی تعیین