بیستمین کنفرانس اپتیک و فوتونیک ایران
و ششمین کنفرانس مهندسی و فناوری فوتونیک ایران
۸ تا ۱۰ بهمن ماه۱۳۹۲ - دانشگاه صنعتی شیراز

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 سجاد[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 ۱۵μmاز یک لیزر یاگ در طول موج۱۰۶۴ nmاستفاده شد. دقت مربوط به اطلاعات عمق را می‌توان با تنظیم انرژی تابش افزایش داد.

کلید واژه- نیمرخ عمق، ضخامت، کندگی‌لیزری

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

Sommaiyeh Pashaei adl[1], Fatemeh Salehi [1], Zahra Shoursheini[1], Hamidreza Shirvani- Mahdavi[2] and Batool Sajjad[1]

[1]Department of Physics, University of Alzahra, Tehran
[2]Department 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 $15\mu m$ 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

[Downloaded from opsi.ir on 2024-03-29]

۱- مقدمه و تئوری

کندگی لیزری در بررسی علم مواد در چند دهه‌ی گذشته با رشد چشمگیری همراه بوده است[۱]. ا خیراً 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 ویژگی های 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 گستره ی وسیعی از روش ها برای ساختار تصویری در داخل و در روی سطح (تصویر های شیمیایی) به کار برده می شوند و بر توزیع فضایی یک گونه شیمیایی موجود در نمونه ای چند مؤلفه ای، که معمولاً شامل ایجاد اطلاعاتی در دو بعد یا بیشتر باشد اشاره دارند. اطلاعات تک بعدی مثل نیمرخ عمق نیز می تواند 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 نمونه ها الزامی است[۲]. در این حالت نمونه تحت اثر تپ های متوالی لیزر در یک نقطه اش عریان می شود و به این طریق هر طیف اطلاعاتی در مورد لایه های متوالی ناشی از فرسایش توسط لیزر را در اختیار قرار می دهد. در $LIBS$ محاسبات قدرت تفکیک تحت شرایطی حاصل می شود که کمترین نرخ کندگی را داشته باشد[۱]. به کارگیری روش $LIBS$ برای آنالیز عمق همراه با مشکلاتی است، مخلوط شدن لایه های مختلف با ترکیبات متفاوت به دلیل رسوب و شکل گیری مذاب پس از تابش تپ لیزر که به نوع لیزر (به خصوص برای تپ های نانو ثانیه و طول موج لیزر IR) نیز بستگی دارد. همچنین وابستگی به ماتریس نمونه با توجه به ضریب بازتاب، ظرفیت گرمایی، هدایت گرمایی، نقطه ی جوش ومشخصات ماده می تواند در اندازه گیری تاثیر 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 می رود[۴،۳]. در کار حاضر می خواهیم 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]:

$$AAR = d\,(P_{0.5})^{-1}(nm / pulse) \qquad (۱)$$

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

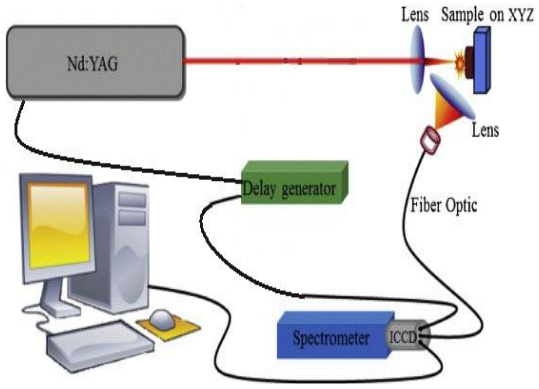
$$\Delta Z = \Delta P \times AAR \qquad (۲)$$

که در آن ΔP تعداد تپ های مورد نیاز برای رسیدن شدت خط بهنجار شده از ۸۴٪ به ۱۶٪ در طی تابش تپ های متوالی می باشد.

۲- چیدمان آزمایش

طرح واره سامانه آزمایشگاهی مربوط به این آزمایش در شکل۱ نشان داده شده است. این آرایه شامل یک لیزر $Q-Switch, Nd:YAG$ با طول موج ۱۰۶۴ نانومتر، دیر پایی ns ۵، نرخ تکرار Hz ۱ می باشد. یک عدسی تخت- همگرا با فاصله ی کانونی mm ۲۰۰ برای کانونی سازی لیزر یاگ به کار برده شده است. نمونه ها 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.

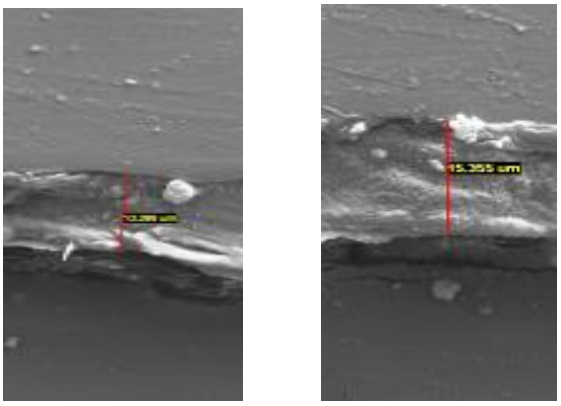
[Downloaded from opsi.ir on 2024-03-29]



شکل۱: چیدمان آزمایش

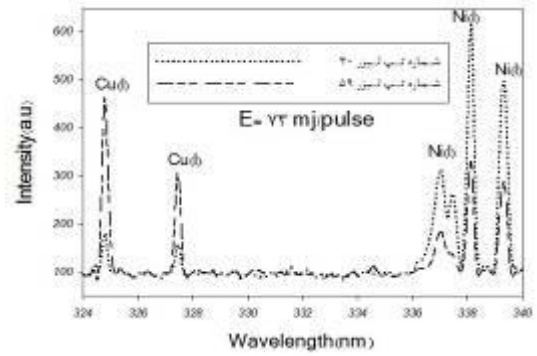
۳- تحلیل داده ها ونتایج

آزمایش برروی 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 μm ۱۳/ ۳۸۶ و μm ۱۵/۳۵۵ به وسیله ی SEM تعیین شد (شکل۲).

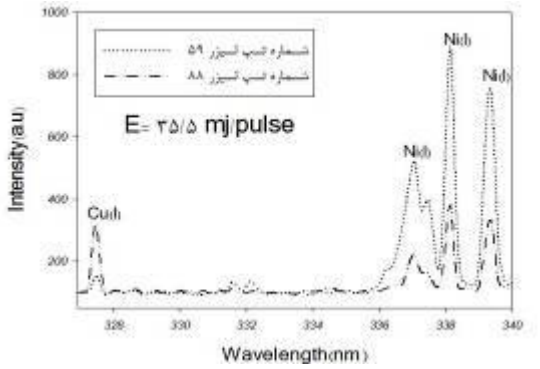


شکل۲:الف) تعیین ضخامت نمونه اول ب)تعیین ضخامت نمونه دوم. که دقت اندازه گیری در این نمونه ها $10nm$ است.

در مرحله بعد به منظورتعیین 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 nm ۳۲۷ /۴۶ مس و nm ۳۳۹/ ۳۹ 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 متوسط نرخ کندگی و بنابراین $P_{0.5}$ آزمایش برای انرژی های مختلف لیزر($mj / pulse$ ۷۳، $mj / pulse$ ۵۸، $mj / pulse$ ۳۸/۷۵، $mj / pulse$ ۳۵/۳) انجام شد. شکل های۳و۴ به ترتیب تابش با انرژی های $mj / pulse$ ۷۳ و $mj / pulse$ ۳۵/۳ 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.



شکل۳: مقایسه بیناب انرژی $mj / pulse$ ۷۳ برای تپ های ۳۰ و ۵۹.



شکل۴: مقایسه بیناب انرژی $mj / pulse$ ۳۵/۵ برای تپ های ۵۹ و ۸۸.

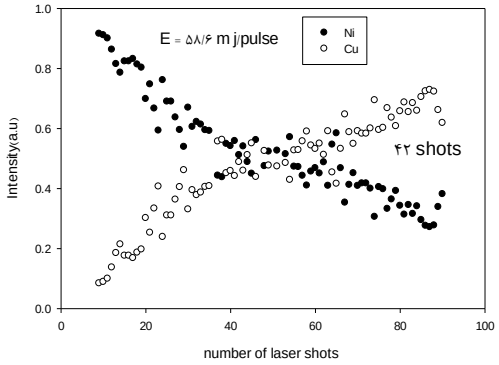
به دلیل وجود اثرات نا خواسته بیان شده در مقدمه از بهنجارش سیگنال به منظور حذف تا حد ممکن اثرات نامطلوب استفاده شد. به طوری که شدت های بهنجار شده به صورت زیر در نظر گرفته شد.

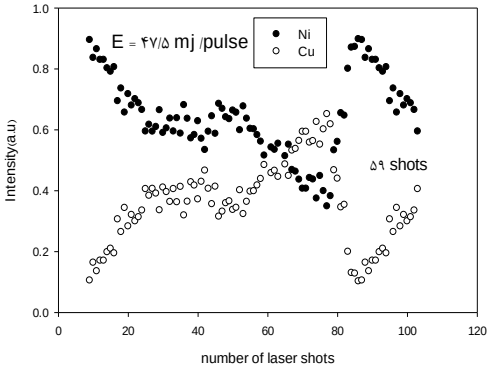
$$N_{Cu} = \frac{I_{Cu}}{I_{Cu} + I_{Ni}} \quad , \quad N_{Ni} = \frac{I_{Ni}}{I_{Cu} + I_{Ni}} \qquad (۳)$$

شکل۵، نمودار شدت بهنجار شده مس و نیکل بر حسب تعداد تپ های لیزری برای دو انرژی مختلف رسم شده

[Downloaded from opsi.ir on 2024-03-29]

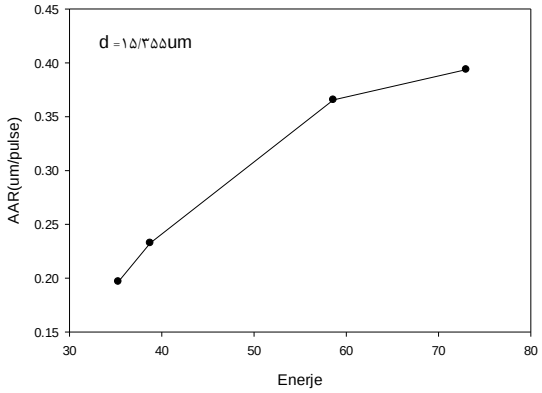
است. همانطور که مشاهده می شود محل تقاطع($P_{0.5}$) با افزایش انرژی لیزر در تپ های بیشتری اتفاق می افتد.





شکل۵: نمودار های تعداد تپ های لیزری بر حسب شدت بهنجار شده.

در مرحله بعد برای نمونه شماره ۱(ضخامت ۱۵/۳۵۵ μm) به کمک $P_{0.5}$ نرخ کندگی با لیزرهای یاگ در طول موج ۱۰۶۴ nm به کمک معادله (۱) به دست آمد. در شکل۶ 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 نمونه۲ ضخامت (۱۳/۳۸۶ μm) تکرار شد و با داشتن AAR مقدار ضخامت لایه آبکاری با استفاده از معادله (۲) برای انرژی های مختلف محاسبه و در جدول۱ به طور خلاصه درج شده است. همان طور که دیده می-شود با کاهش انرژی لیزر برای انرژی های ۳۸/۷۵ $mj/pulse$ و ۳۵/۳ $mj/pulse$و AAR ها، به ترتیب ۰/۲۰۲۸ $\mu m/pulse$ و ۰/۱۷۱۶ $\mu m/pulse$ ضخامت لایه آبکاری با دقت خوبی تعیین شد.



شکل۶: متوسط کندگی برحسب شدت بهنجار شده.

جدول۱: پارامتر عمق برای انرژی های مختلف.

انرژی mj/pulse	۷۳	۵۸/۶	۳۸/۷۵	۳۵/۳
Δ z (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 BRAKDOWN SPECTROSCOP(LIBS), Published in the United States of American 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.

[Downloaded from opsi.ir on 2024-03-29]