



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113210873 B

(45) 授权公告日 2022. 04. 05

(21) 申请号 202110619429.9

B23K 26/064 (2014.01)

(22) 申请日 2021.06.03

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 113210873 A

CN 106735925 A, 2017.05.31

CN 111250874 A, 2020.06.09

CN 109014566 A, 2018.12.18

(43) 申请公布日 2021.08.06

CN 111168233 A, 2020.05.19

(73) 专利权人 北京理工大学
地址 100081 北京市海淀区中关村南大街5号

CN 105108342 A, 2015.12.02

EP 1859894 A1, 2007.11.28

CN 103934576 A, 2014.07.23

(72) 发明人 姜澜 刘威 胡洁 邱兆岭
柳海林

崔静.《飞秒激光诱导TC4 表面微观组织研究》.《激光与红外》.2020,

审查员 杨晶晶

(74) 专利代理机构 北京正阳理工知识产权代理
事务所(普通合伙) 11639
代理人 郭晓楠

(51) Int. Cl.

B23K 26/352 (2014.01)

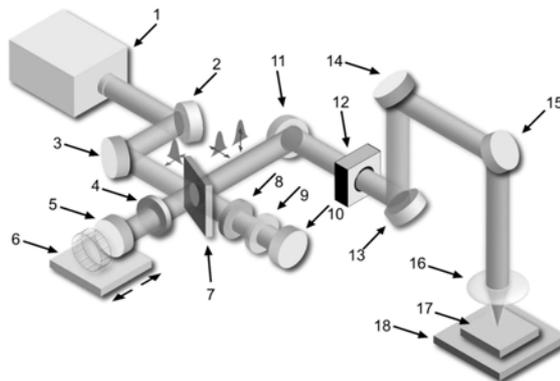
权利要求书1页 说明书4页 附图4页

(54) 发明名称

一种基于电子动态调控的金属纳米网的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种基于电子动态调控的金属纳米网的制备方法,属于激光应用技术领域。本发明基于电子动态调控的思想,使用偏振方向互相垂直的、脉冲延迟在4ps-9ps范围内、双脉冲总能量密度在待加工金属材料的烧蚀阈值的0.9倍至0.99倍的范围内的飞秒激光双脉冲序列进行直写加工,在合适的扫描参数下,即可得到金属纳米网状结构。相比于传统加工方法,本发明无需掩膜、模板等,工艺过程简单,成本低。



1. 一种基于电子动态调控的金属纳米网状结构的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤一:将飞秒激光单脉冲经过迈克逊干涉仪与四分之一波片的组合光路转变为偏振方向互相垂直的飞秒激光双脉冲序列,然后调整飞秒激光双脉冲两个子脉冲能量相等,同时双脉冲总能量密度调整到待加工金属材料的烧蚀阈值的0.9倍至0.99倍的范围内;然后调节迈克逊干涉仪光路的一臂,使得飞秒激光双脉冲的脉冲延迟在4ps-9ps的范围内;

步骤二:将步骤一中得到的飞秒激光双脉冲序列通过光学透镜垂直聚焦到待加工金属材料的表面,控制待加工金属材料以设定的移动速度运动,即可在金属表面得到金属纳米网状结构。

2. 如权利要求1所述的基于电子动态调控的金属纳米网状结构的制备方法,其特征在于:所述步骤一产生偏振方向互相垂直的飞秒激光双脉冲序列过程中,四分之一波片的光轴与激光的偏振方向的夹角为 45° 。

3. 如权利要求1所述的基于电子动态调控的金属纳米网状结构的制备方法,其特征在于:所述步骤二中,当使用的聚焦透镜为焦距为100mm的平凸透镜时,激光重复频率为1000Hz,待加工金属材料的移动速度为200-500 $\mu\text{m}/\text{s}$ 。

4. 实现如权利要求1至3任意一项方法的装置,其特征在于:包括:飞秒激光器、第一反射镜、第二反射镜、第一衰减片、第三反射镜、一维平移台、分束镜、第二衰减片、四分之一波片、第四反射镜、第五反射镜、光快门、第六反射镜、第七反射镜、第八反射镜后,产生偏振方向互相垂直的、脉冲延迟在4ps-10ps范围内的飞秒激光双脉冲序列,经透镜聚焦后在待加工金属材料表面扫描加工即可制备出金属纳米网。

一种基于电子动态调控的金属纳米网的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种基于电子动态调控的金属纳米网的制备方法,属于激光应用技术领域。

背景技术

[0002] 金属纳米网状结构是尺寸尺度在纳米量级的微纳结构,其结构尺寸在十几纳米至几十纳米之间。随着微纳米科技的快速发展,由于其在浸润性、表面增强拉曼散射、结构色表面、太阳能电池等领域有较大的应用前景,金属纳米网状结构的制备受到了广泛关注。当前,制备金属纳米网状结构的方法有模板辅助法、汽-液-固直接生长法、光刻以及薄膜沉积法等。然而,这些方法往往需要复杂的工艺流程以及昂贵的装置和苛刻的加工环境,使得金属纳米网状结构的制备成本较高。

[0003] 近年来,飞秒激光由于其具有能实现纳米尺度加工、灵活的3D加工以及几乎能加工任何材料的能力,飞秒激光直写技术在金属微纳结构的制造领域中逐渐发挥了重大的作用。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种基于电子动态调控的使用飞秒激光制备金属纳米网状结构的方法,该方法使用偏振方向互相垂直的、脉冲延迟在4ps-9ps范围内的、双脉冲总能量密度在待加工金属材料的烧蚀阈值的0.9倍至0.99倍的范围内的飞秒激光双脉冲序列,在金属表面制备金属纳米网状结构。

[0005] 为实现上述发明目的,本发明提供了一下技术方案:

[0006] 一种基于电子动态调控的金属纳米网状结构的制备方法,包括如下步骤:

[0007] 步骤一:将飞秒激光单脉冲经过迈克逊干涉仪与四分之一波片的组合光路转变为偏振方向互相垂直的飞秒激光双脉冲序列,然后调整飞秒激光双脉冲两个子脉冲能量相等,同时双脉冲总能量密度调整到待加工金属材料的烧蚀阈值的0.9倍至0.99倍的范围内;然后调节迈克尔逊干涉仪光路的一臂,使得飞秒激光双脉冲的脉冲延迟在4ps-9ps的范围内。

[0008] 步骤二:将步骤一中得到的飞秒激光双脉冲序列通过光学透镜垂直聚焦到待加工金属材料的表面,控制待加工金属材料以设定的移动速度运动,即可在金属表面得到金属纳米网状结构。

[0009] 进一步的,步骤一产生偏振方向互相垂直的飞秒激光双脉冲序列过程中,四分之一波片的光轴与激光的偏振方向的夹角为 45° 。

[0010] 步骤二中,当使用的聚焦透镜为焦距为100mm的的平凸透镜时,激光重复频率为1000Hz,待加工金属材料的移动速度为200-500 $\mu\text{m}/\text{s}$ 。

[0011] 实现上述方法的装置,包括:飞秒激光器、第一反射镜、第二反射镜、第一衰减片、第三反射镜、一维平移台、分束镜、第二衰减片、四分之一波片、第四反射镜、第五反射镜、光

快门、第六反射镜、第七反射镜、第八反射镜后,产生偏振方向互相垂直的、脉冲延迟在4ps-10ps范围内的飞秒激光双脉冲序列,经透镜聚焦后在待加工金属材料表面扫描加工即可制备出金属纳米网。

[0012] 有益效果:

[0013] 本发明基于电子动态调控的思想,使用偏振方向互相垂直的、脉冲延迟在4ps-9ps范围内、双脉冲总能量密度在待加工金属材料的烧蚀阈值的0.9倍至0.99倍的范围内的飞秒激光双脉冲序列进行直写加工,在合适的扫描参数下,即可得到金属纳米网状结构。相比于传统加工方法,本发明无需掩膜、模板等,工艺过程简单,成本低。

附图说明

[0014] 图1是本发明的加工方法的光路图。

[0015] 图2是本发明实施例1所述的脉冲延迟为4ps在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构的SEM图,(a)为低倍率下的图,(b)为高倍率下的放大图。

[0016] 图3是本发明实施例2所述的脉冲延迟为5ps在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构的SEM图

[0017] 图4是本发明实施例3所述的脉冲延迟为6ps在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构的SEM图

[0018] 图5是本发明实施例4所述的脉冲延迟为8ps在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构的SEM图

[0019] 图6是本发明实施例5所述的脉冲延迟为9ps在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构的SEM图

[0020] 图7是本发明实施例6所述的脉冲延迟为10ps在金属钛材料表面加工出的金属纳米结构的SEM图

[0021] 其中,1-飞秒激光器、2-第一反射镜、3-第二反射镜、4-第一衰减片、5-第三反射镜、6-一维平移台、7-分束镜、8-第二衰减片、9-四分之一波片、10-第四反射镜、11-第五反射镜、12-光快门、13-第六反射镜、14-第七反射镜、15-第八反射镜、16-聚焦透镜、17-待加工金属材料、18-三维平移台。

具体实施方式

[0022] 下面几何附图和实施例对本发明的内容进一步说明。

[0023] 实施例1:

[0024] 一种基于电子动态调控的金属纳米网的制备方法,具体步骤如下:

[0025] 步骤(1)使用飞秒激光器1产生重复频率为1000Hz、波长为800nm水平偏振的飞秒激光单脉冲,经由第一反射镜2和第二反射镜3进入迈克尔逊干涉仪结构光路。将四分之一波片9的角度旋转至 0° ,此时由迈克尔逊干涉仪产生的双脉冲的两个子脉冲均为水平偏振,在迈克尔逊干涉仪出射处前放置荧光片来观测两个子脉冲空间重合后的光斑,调节一维平移台6来调节两个子脉冲的时间延迟,当观测到荧光片上两个子脉冲空间重合后的光斑开始不断闪烁时,调至光斑闪烁最强烈的位置,此时两个子脉冲的延时为零。然后旋转四分之一波片9的角度旋转至 45° ,此时迈克尔逊干涉仪透射臂的子脉冲的偏振方向由水平偏振变

为竖直偏振。然后调节第一衰减片4和第二衰减片8使两个子脉冲的能量相等,均为0.325μJ。接下来调节一维平移台6在之前延时零点的基础上在移动600μm,使两束子脉冲的广成差为1200μm,此时两个子脉冲的延时时间为4ps。此时经过步骤(1)得到偏振方向互相垂直的、子脉冲能量相等的、脉冲延迟为4ps的飞秒激光双脉冲序列。

[0026] 步骤(2)将步骤(1)中得到的飞秒激光双脉冲序列经由第五反射镜11、光快门12、第六反射镜13、第七反射镜14和第八反射镜15到达聚焦透镜16,经由聚焦透镜16聚焦到待加工金属材料17表面,本实施例中待加工金属材料为金属钛,本实施例中聚焦透镜为焦距为100mm的平凸透镜,光束到达聚焦透镜前光束直径为4mm,经聚焦后,束腰直径约为38μm,飞秒激光双脉冲总能量为0.65μJ,经聚焦后能量密度为0.117J/cm²,小于金属钛材料的烧蚀阈值0.119J/cm²。打开光快门12,控制三维平移台18以350μm/s的速度运动,即可制备得到如图2所示的金属纳米网状结构。

[0027] 如图2所示,为本发明实施例所述的在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构的SEM图,(a)为低倍率下的图,(b)为高倍率下的放大图。经测量,纳米网孔的直径大部分在50nm至100nm之间。

[0028] 如图1所示,实现上述方法的装置如下:

[0029] 本发明所使用秒激光器1为美国光谱物理(Spectrum Physics)公司生产的激光器,激光中心波长800nm,脉冲宽度50fs,最大重复频率1000Hz,单面冲最大能量3mJ,光强分布为高斯形,出口激光为水平线偏振。

[0030] 本实施例中所使用的金属材料为金属钛,本发明不局限于金属钛材料,其他金属材料均可。

[0031] 本发明使用第一衰减片4和第二衰减片8调节双脉冲两个子脉冲的能量,本发明要求两个子脉冲能量相等。本实施例中,所使用的飞秒激光双脉冲序列总能量密度为0.117J/cm²,本发明要求使用的总能量密度需要严格小于金属材料的烧蚀阈值且不能太小,当使用的总能量密度大于或等于金属材料的烧蚀阈值时,会产生其他亚波长结构,使得制备得到的金属纳米网结构受到破坏;当使用的总能量密度远小于金属材料的烧蚀阈值时,不会在金属材料表面加工得到微纳结构。本发明不局限于上述能量密度,只需要总能量密度在待加工金属材料的烧蚀阈值的0.9倍至0.99倍的范围内均可。

[0032] 本实施例中,使用聚焦透镜为焦距为100mm的平凸透镜,用于将飞秒激光双脉冲序列光束聚焦到待加工金属材料表面。本发明不局限于聚焦透镜为焦距为100mm的平凸透镜,其他焦距的凸透镜或加工物镜均可。

[0033] 本发明使用三维平移台18来控制待加工金属材料的运动。本实施例中,使用焦距为100mm的平凸透镜,金属材料的运动速度为350μm/s。本发明不局限于此运动速度,只需要在其他合适加工参数下,能在材料表面加工出金属纳米网即可,待加工金属材料的移动速度在200-500μm/s范围内均可。

[0034] 实施例2:

[0035] 其他步骤均与实施例1相同,不同之处在于:步骤(1)中两个子脉冲的延时时间为5ps。

[0036] 制备得到如图3所示的金属纳米网状结构。

[0037] 如图3所示,为本发明实施例所述的在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结

构高倍率下的SEM图。经测量,纳米网孔的直径大部分在60nm至150nm之间。

[0038] 实施例3:

[0039] 其他步骤均与实施例1相同,不同之处在于:步骤(1)中两个子脉冲的延时时间为6ps。

[0040] 制备得到如图4所示的金属纳米网状结构。

[0041] 如图4所示,为本发明实施例所述的在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构高倍率下的SEM图。经测量,纳米网孔的直径大部分在80nm至150nm之间。

[0042] 实施例4:

[0043] 其他步骤均与实施例1相同,不同之处在于:步骤(1)中两个子脉冲的延时时间为8ps。

[0044] 制备得到如图5所示的金属纳米网状结构。

[0045] 如图5所示,为本发明实施例所述的在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构高倍率下的SEM图。此时产生的纳米网状结构不再是实施例1-3中长宽相对一致的纳米网孔,而是呈长条状的纳米网孔。经测量,纳米网孔的短径大部分在100nm至200nm之间,长径大部分在300nm至450nm之间。

[0046] 实施例5:

[0047] 其他步骤均与实施例1相同,不同之处在于:步骤(1)中两个子脉冲的延时时间为9ps。制备得到如图6所示的金属纳米网状结构。

[0048] 如图6所示,为本发明实施例所述的在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构高倍率下的SEM图。此时产生的纳米网状结构不再是实施例1-3中长宽相对一致的纳米网孔,而是呈长条状的纳米网孔,经测量,纳米网孔的短径大部分在100nm至200nm之间,长径大部分在300nm至500nm之间。

[0049] 实施例6:

[0050] 其他步骤均与实施例1相同,不同之处在于:步骤(1)中两个子脉冲的延时时间为10ps。制备得到如图7所示的金属纳米结构。

[0051] 如图7所示,为本发明实施例所述的在金属钛材料表面加工出的金属纳米网状结构高倍率下的SEM图。此时产生的纳米网状结构不再是实施例1-3中长宽相对一致的纳米网孔,也不是实施例4-5中呈长条状的纳米网孔,此时产生的纳米结构主要呈单一方向的纳米条纹结构,不再是纳米网状结构,因此,在此实施例中的脉冲延迟下不能得到纳米网状结构。

[0052] 以上所述的具体描述,对发明的目的、技术方案和有益效果进行了进一步详细说明,所应理解的是,以上所述仅为本发明的具体实施例而已,并不用于限定本发明的保护范围,凡在本发明的精神和原则之内,所做的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

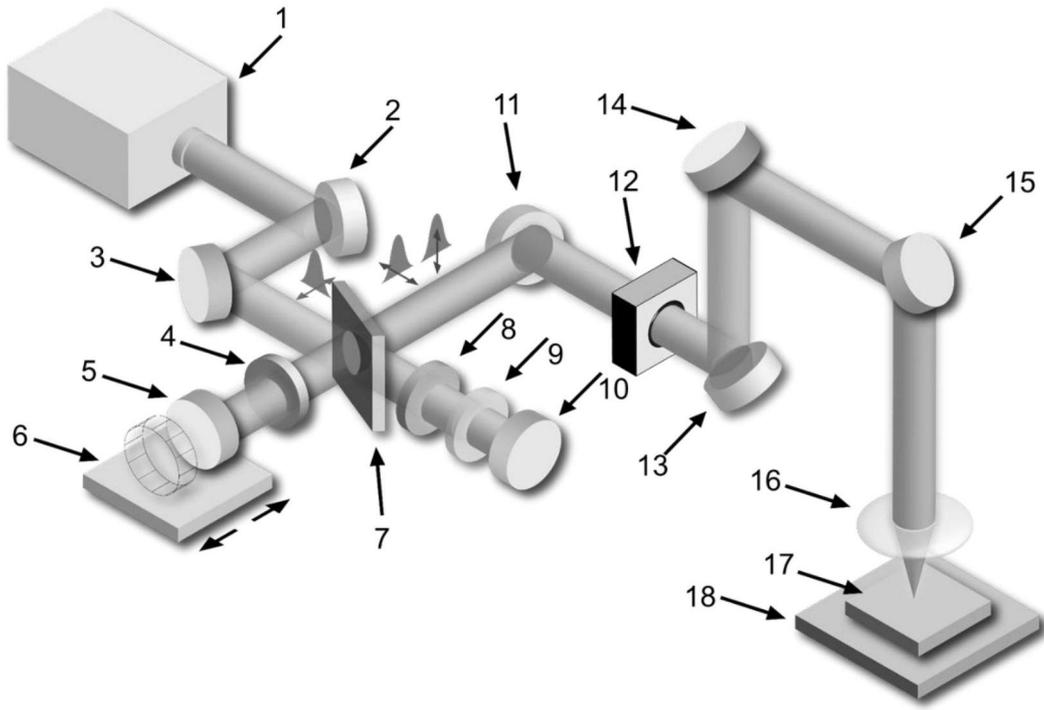


图1

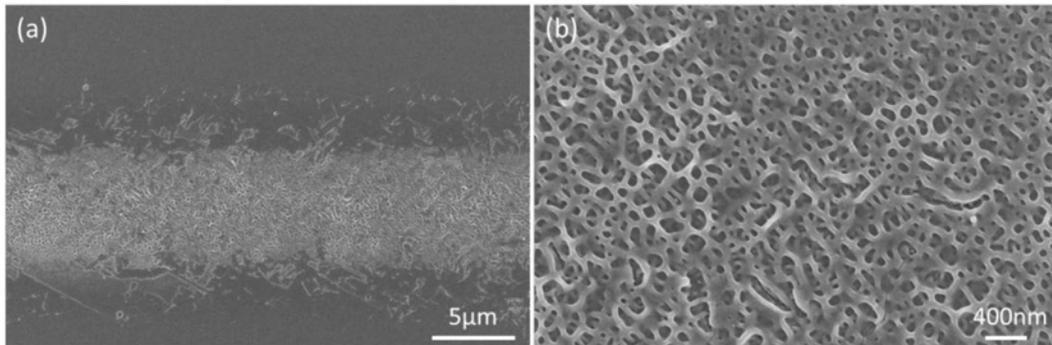


图2

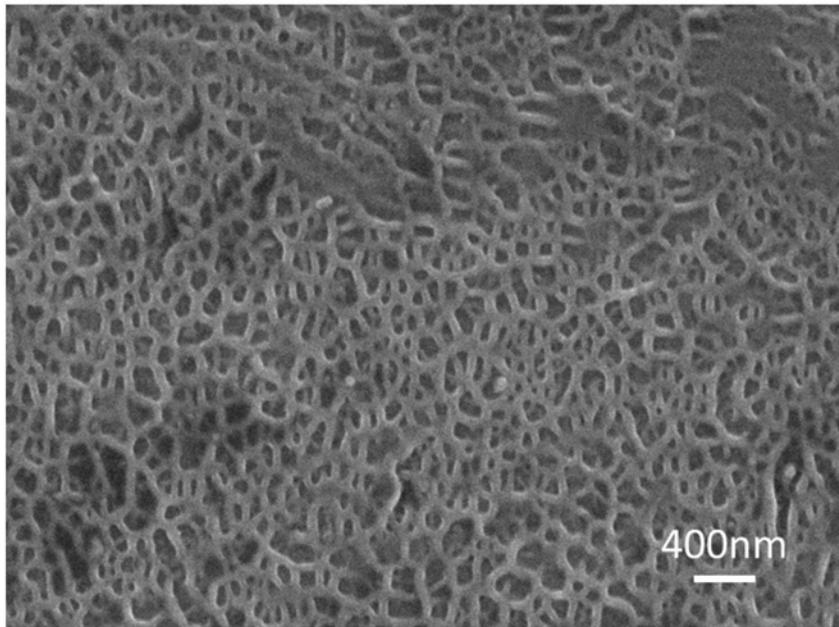


图3

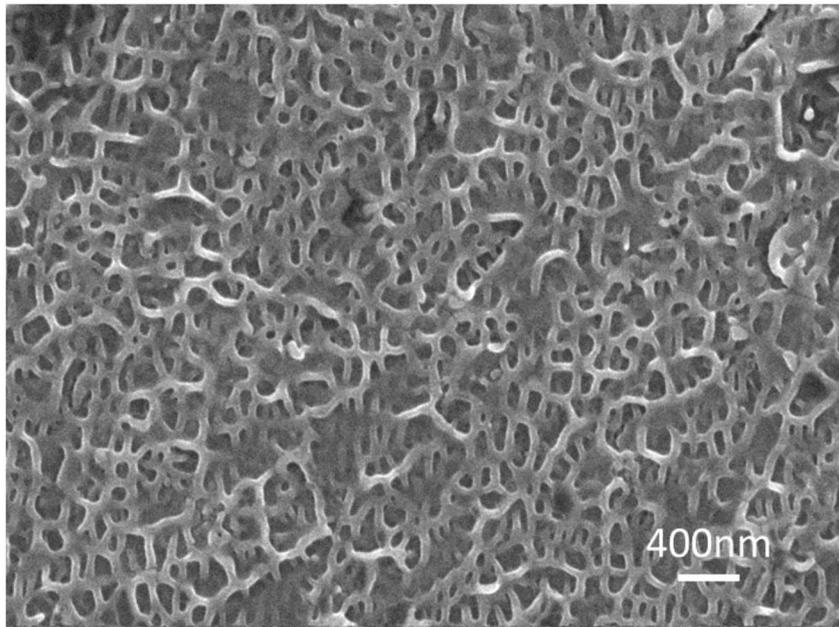


图4

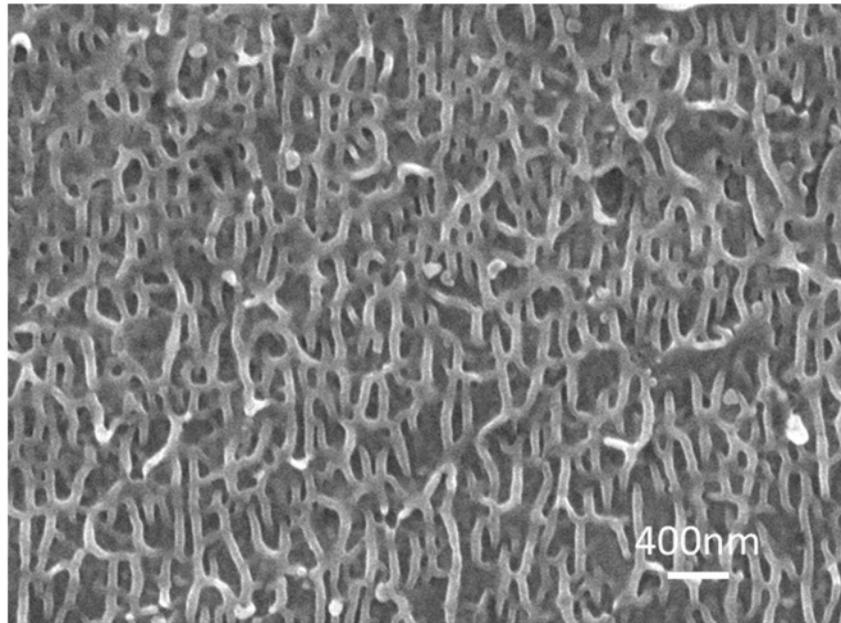


图5

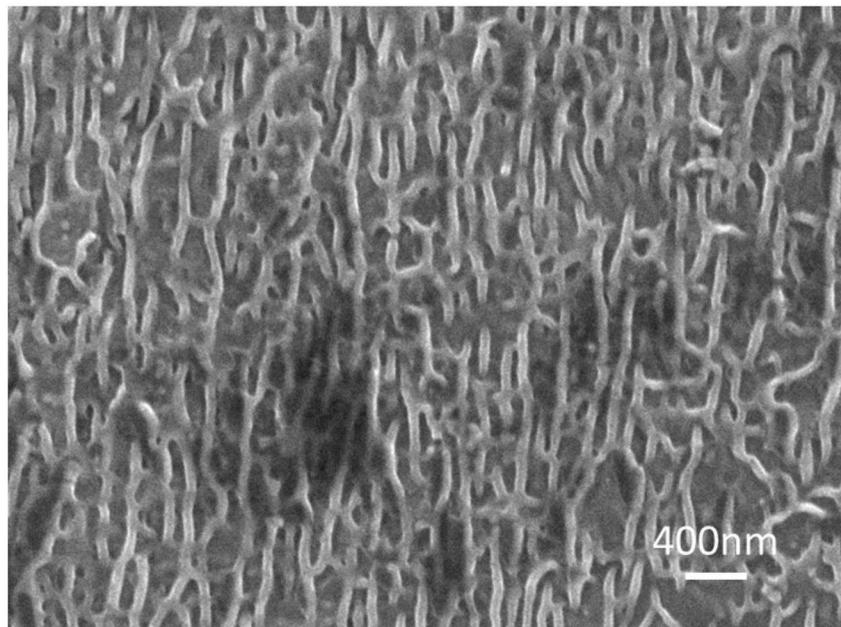


图6

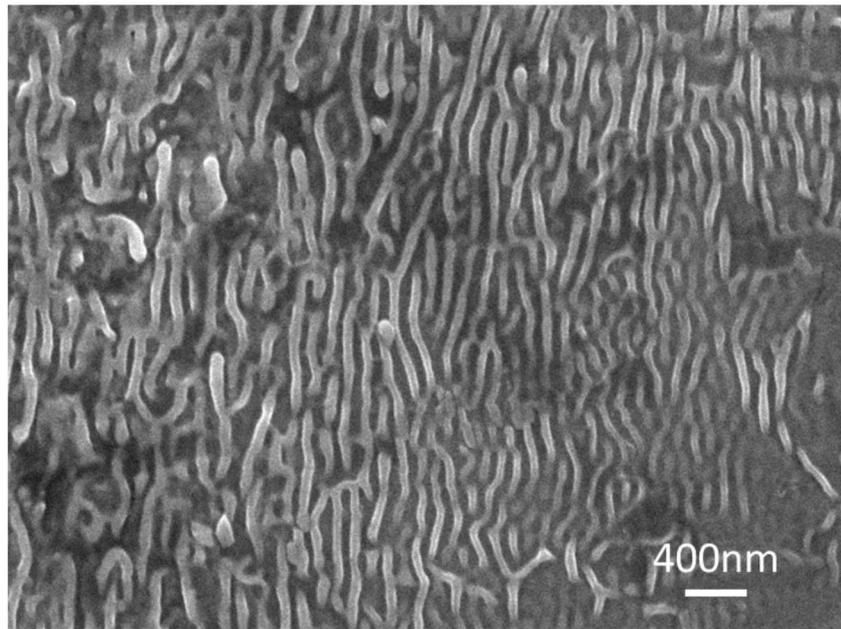


图7