

16. Кукушкин С. А., Осипов А. В., Шлягин М. Г. Образование микропор в оптическом волокне под воздействием импульсного УФ света высокой интенсивности // Журн. техн. физ. 2006. Т. 76, № 8. С. 73—84.

Сведения об авторах

- Андрей Анатольевич Петров** — канд. техн. наук, доцент; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург; E-mail: petrovandrey79@gmail.com
- Сергей Владимирович Варжель** — канд. физ.-мат. наук, доцент; Университет ИТМО, кафедра физики и техники оптической связи, Санкт-Петербург; E-mail: vsv187@gmail.com
- Андрей Владимирович Куликов** — канд. техн. наук, доцент; Университет ИТМО, кафедра физики и техники оптической связи, Санкт-Петербург; E-mail: a.kulikov86@gmail.com
- Давид Ашотович Паланджян** — магистрант; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург; E-mail: okamirue@gmail.com
- Алексей Иванович Грибаев** — магистрант; Университет ИТМО, кафедра физики и техники оптической связи, Санкт-Петербург; E-mail: digolu@rambler.ru
- Кирилл Александрович Коннов** — магистрант; Университет ИТМО, кафедра физики и техники оптической связи, Санкт-Петербург; E-mail: kirill-konnov@rambler.ru

Рекомендована
Программным комитетом
симпозиума

Поступила в редакцию
14.12.13 г.

УДК 544.032.65, 537.9

А. А. ПЕТРОВ, В. А. КОЧЕТОВА, А. Д. КОЧЕТОВ,
Д. А. СИНЕВ, А. А. ЯКУШЕВА

ЛАЗЕРНАЯ ВЫТЯЖКА СТЕКЛЯННЫХ ВОЛОКОН НАНО- И СУБМИКРОННОГО РАЗМЕРА

Рассмотрен процесс формирования волокон субмикронной толщины на поверхности стеклообразного материала при обработке его сфокусированным излучением волоконного импульсного иттербиевого лазера. Определен химический состав полученных волокон, выявлена природа их возникновения, оценено значение их диаметров (от единиц микрометров до десятков нанометров).

Ключевые слова: лазерная вытяжка, субмикронные волокна, нановолокна, стеклообразные материалы.

Введение. Активное развитие технологии формирования наноразмерных структур вызывает рост интереса к получению субмикронных волокон из стеклообразных материалов для различных областей применения. Такие волокна, изготовленные из биоактивных материалов, могут служить каркасной структурой для зубных и костных протезов, позволяя улучшать их приживаемость и способствовать наращиванию костной ткани [1]. Вытяжка волокон из стеклообразных материалов под действием сфокусированного лазерного луча считается наиболее перспективной технологией получения протяженных микро- и наноструктур из стеклянных композитов. Авторами работ [2, 3] была предложена схема получения волокон, включающая обработку образцов излучением CO₂-лазера мощностью $P \leq 2$ кВт с одновременной высокоскоростной подачей струи аргона, в настоящей работе данные получены с использованием метода, обеспечивающего меньшие

энергозатраты: использованы коммерчески доступный волоконный иттербиевый лазер ($P \leq 50$ Вт) и промышленная вытяжка.

Экспериментальные данные. Вытяжка волокон осуществлялась путем обработки образцов сфокусированным излучением волоконного иттербиевого лазера ИЛМИ-50-1 с плотностью мощности $q \approx 60$ МВт/м², длительностью импульсов $\tau = 100$ нс и частотой их следования $\nu = 50$ кГц; в процессе облучения проводилась тепловизионная и скоростная видеосъемка роста волокон. В результате облучения были получены неупорядоченные скопления волокон различной толщины; на рис. 1 приведены микрофотографии, сделанные с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axio Imager A1m.

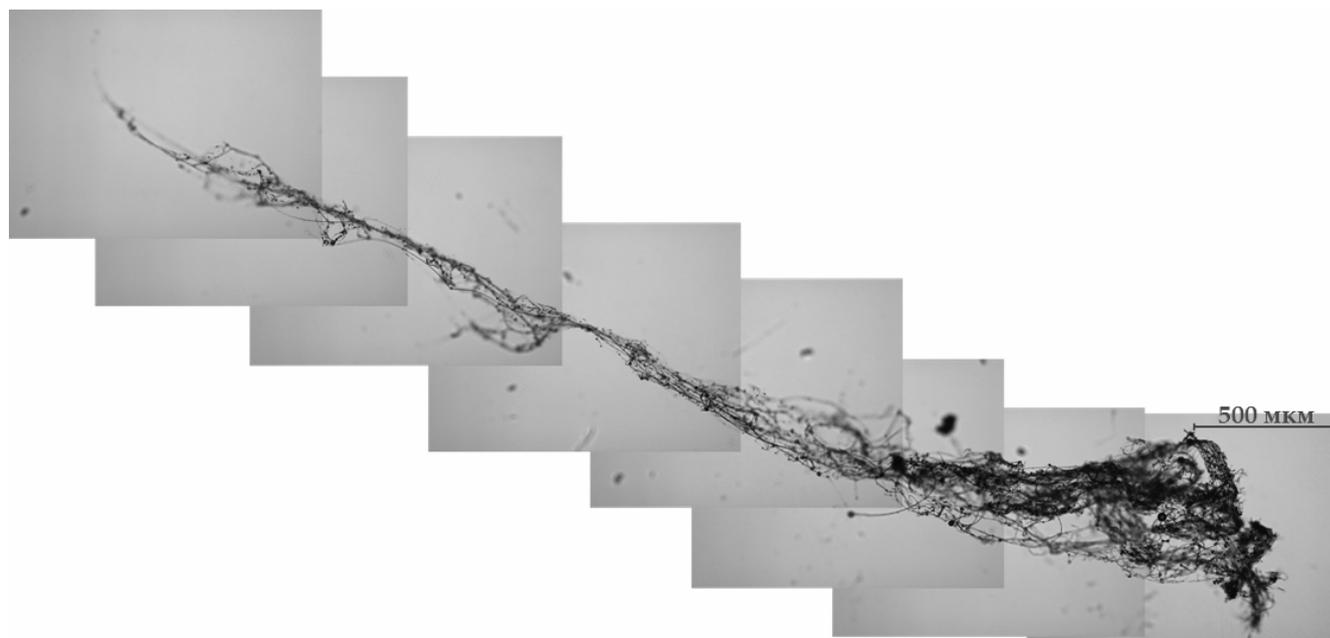


Рис. 1

Прекурсор для вытяжки волокон был подготовлен путем расплавления смеси диоксида кремния SiO_2 (10 %), борной кислоты НВ (20 %) и свинцового сурика Pb_2PbO_4 (70 %) в муфельной печи. Смеси такого состава используются в декоративно-прикладном искусстве для создания художественных эмалей — тонкого разноцветного стеклянного покрытия, нанесенного на медные, золотые, серебряные или алюминиевые пластины [4]. Указанная смесь плавится при температуре около 800 °С, образуя прозрачную стеклообразную массу; цвет ей придают красители, в нашем случае — дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (9 %) и оксид меди CuO (91 %), добавленные в основной состав. Концентрация красителя, определяющая оптические характеристики эмали, существенно влияет на поглощение лазерного излучения и формирование волокон. Экспериментальным путем было определено, что наибольший выход продукта может быть получен при концентрации красящих веществ 3,3 % от массы эмали.

Нами были также получены волокна из сходных по составу эмалей, при помощи сканирующей электронной микроскопии (SEM) были обнаружены отдельные волокна диаметром до 100 нм (рис. 2, а, б). Проведенная рентгеновская энергодисперсионная спектроскопия (EDX) образцов волокон показала высокую концентрацию кремния, кислорода и свинца, а также наличие калия, натрия (рис. 2, в), которые, как предполагается, были использованы в качестве красителей для эмалей. На рис. 2, в приведен элементный состав исходного материала.

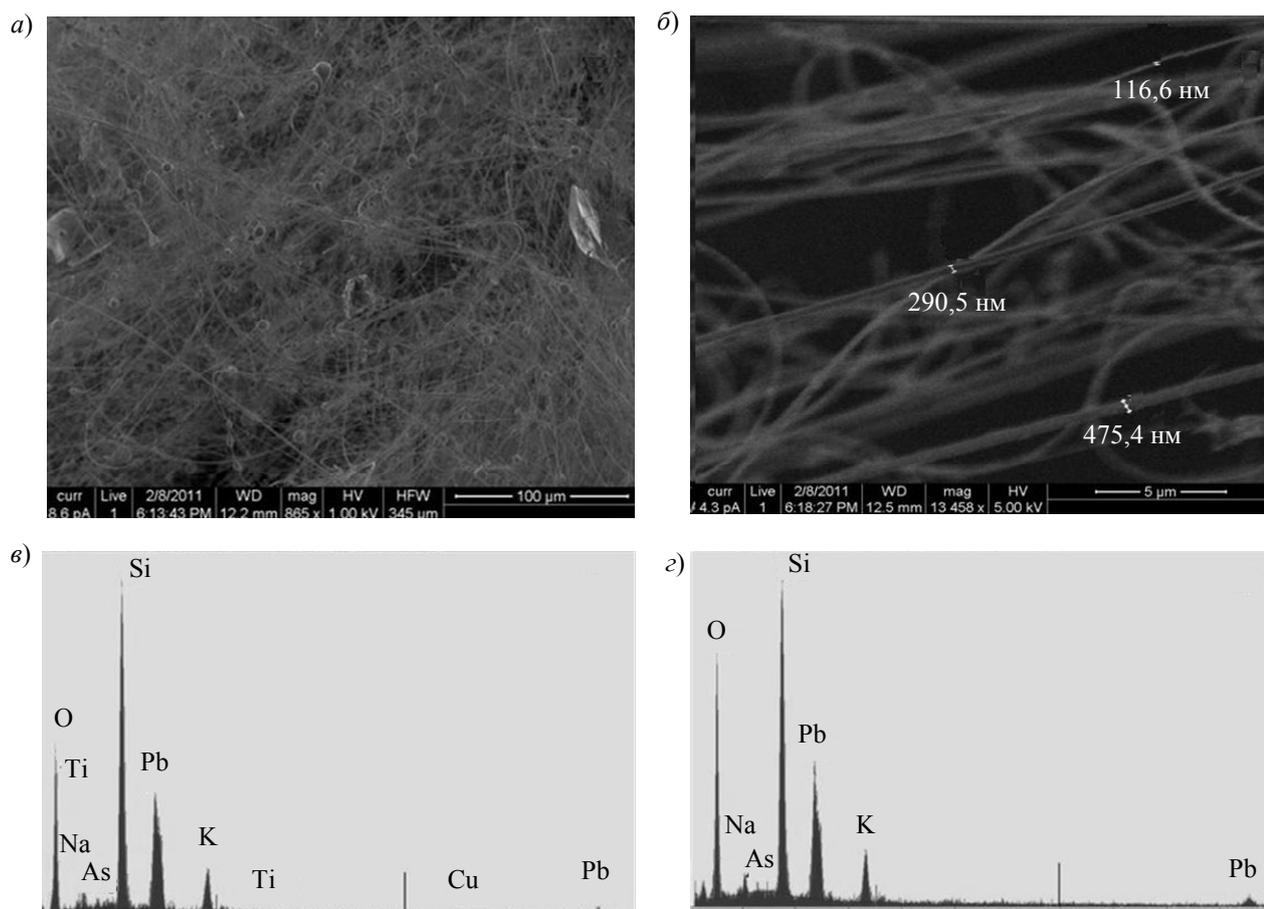


Рис. 2

Механизм образования волокон. Ранее исследователями [2] выдвигались две основные теории возникновения волокон: они образуются в процессе вытягивания вязкой жидкости вслед за вылетающими из ванны расплава горячими затравочными частицами либо оседают из испаренной фазы на неоднородности подложки.

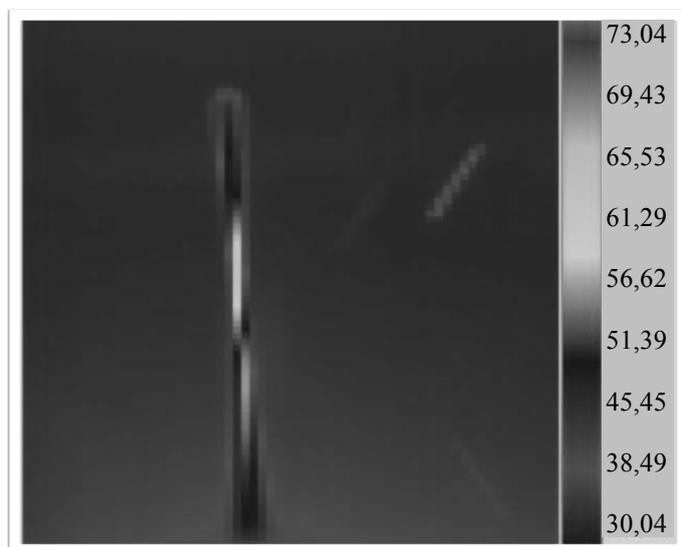


Рис. 3

Использование в настоящей работе тепловизионной камеры FLIR Titanium 520M для исследования среды образования волокон позволило показать, что температура волокон составляет 45—60 °С (рис. 3), в то время как температура кипения стекла почти на два порядка выше, что свидетельствует в пользу первой теории.

С использованием высокоскоростной камеры AOS X-Motion была выполнена видеозапись процесса вытяжки волокон (скорость 10 000 кадров в секунду).

Предположительно, при лазерном нагреве снижается вязкость до значений, при которых возможна вытяжка достаточно протяженного волокна из капли расплава. На рис. 4, а приведены кадры видеозаписи, на которых отчетливо видно волокно, вытягивающееся вслед за вылетевшей с поверхности капель расплавленной эмали (цифры обозначают время в миллисекундах, прошедшее с момента начала роста волокна), что указывает на направление роста волокон.

на от поверхности обработки вверх (скорость порядка 0,3 м/с). Таким образом, зафиксирован процесс вытяжки волокон, а не осаждения из газовой фазы.

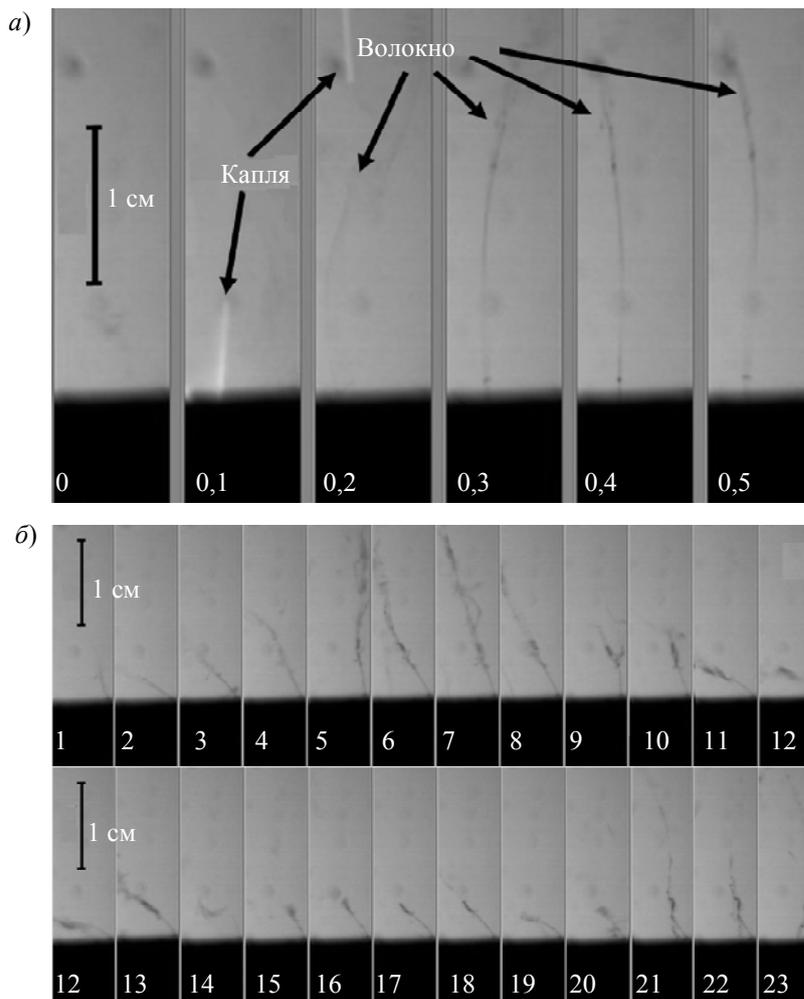


Рис. 4

На рис. 4, б приведен процесс дальнейшего формирования пучка волокон: пучок растет за счет прилипания к нему волокон, улетающих с поверхности под действием воздушных потоков. Из рисунка видно, что на 8-й миллисекунде пучок обрывается, и цикл формирования пучка повторяется.

Выводы. В работе было установлено, что процесс роста имеет сложную динамическую структуру: волокна вытягиваются перпендикулярно поверхности, переплетаются, отрываются и прилепляются к более крупным волокнам. Рассмотренный эффект может быть использован для разработки технологии лазерной вытяжки субмикронных и наноразмерных волокон с целью применения их в биомедицине, фотонике и при создании новых материалов.

Авторы особо благодарят И. В. Дьякова, профессора Факультета искусств СПбГУ, и его выпускницу П.О. Дудникову за предоставление некоторых образцов, подвернутых исследованию в ходе настоящей работы; а также А. В. Стовпягу, инженера исследователя кафедры нанотехнологий и материаловедения за помощь в проведении SEM и EDX-анализа.

Работа выполнена при государственной финансовой поддержке ведущих университетов РФ (субсидия 074-U01) и гранта Президента РФ НШ-1364.2014.2.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kim H.-W., Kim H.-E., Knowles J. C. Production and potential of bioactive glass nanofibers as a next-generation biomaterial // Adv. Funct. Mater. 2006. N 16. P. 1529—1535.
2. Quintero F., Pou J., Lusquinos F., Boutinguiza M., Soto R., Perez-Amor F.M. Laser synthesis of amorphous Si–Al oxide nanowires under atmospheric conditions // Appl. Surf. Sci. 2005. N 247. P. 631—635.
3. Quintero F., Dieste O., Pou J., Lusquinos F., Riveiro A. On the conditions to produce micro- and nanofibres by laser spinning // J. Phys. D: Appl. Phys. 2009. Vol. 42. N 6. P. 065501.
4. Бреполь Э. Теория и практика ювелирного дела. Л.: Машиностроение, 1982.

Сведения об авторах

- Андрей Анатольевич Петров** — канд. техн. наук, доцент; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: petrovandrey79@gmail.com
- Вера Александровна Кочетова** — аспирант; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: kochetova.v@mail.ru
- Андрей Дмитриевич Кочетов** — аспирант; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: user32-dll@mail.ru
- Дмитрий Андреевич Синева** — аспирант; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: sinev_dm@mail.ru
- Анастасия Анатольевна Якушева** — студентка; Университет ИТМО, кафедра лазерных технологий и экологического приборостроения, Санкт-Петербург;
E-mail: yakusheva.anastasia@yahoo.com

Рекомендована
Программным комитетом
симпозиума

Поступила в редакцию
14.12.13 г.