

УДК 621.384.66:620.172:535.375.5

СВОЙСТВА ТИТАНОВЫХ ФОЛЬГ ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ С ДОЗАМИ ДО 1 ГГр

© 2023 г. П. Б. Сергеев^{1, *}, Н. П. Ковалец^{1, 2}, Е. П. Кожина¹, С. А. Бедин^{1, 2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Физический институт имени П.Н. Лебедева Российской академии наук,
Троицкое обособленное подразделение, Москва, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
Московский педагогический государственный университет, Москва, Россия

*E-mail: sergeevpb@lebedev.ru

Поступила в редакцию 24.07.2023 г.

После доработки 14.08.2023 г.

Принята к публикации 28.08.2023 г.

Изучены свойства титановых фольг, которые длительное время проработали в электронных пушках электронно-пучковых эксимерных лазеров. Прочность на разрыв у этих фольг не изменялась при облучении импульсами электронного пучка (300 кэВ) с дозами до 1 ГГр. На поверхности Ti фольг, контактировавших с фтором, содержащимся в газовой смеси при облучении электронным пучком, методом комбинационного рассеяния света были обнаружены пики, соответствующие TiO₂, TiN и TiF.

Ключевые слова: электронно-пучковый лазер, электронный пучок, Ti фольга, прочность, поверхность, комбинационное рассеяние света

DOI: 10.31857/S0367676523703131, EDN: Q1XXOK

ВВЕДЕНИЕ

Одним из ключевых элементов, определяющих длительность непрерывной работы мощных электронно-пучковых эксимерных лазеров (ЭПЛ), является их фольговый узел [1]. Он разделяет вакуумный объем электронной пушки и лазерной камеры с газовой смесью при давлениях более 1 атм. Большие, как правило более 0.1 м², площади сечения выводимого через фольгу сильного электронного пучка (ЭП) в таких лазерах задают высокие прочностные требования к материалу фольги. Но при этом она должна с минимальными потерями пропускать импульсы ЭП с энергией электронов ~300 кэВ. Таким жестким условиям по механической прочности при радиационных нагрузках и максимальной прозрачности для ЭП лучше всего удовлетворяют титановые фольги [1, 2].

Как показали эксперименты на электронно-пучковой лазерной установке ЭЛА [1, 3, 4], в ее электронной пушке со взрыво-эмиссионным катодом даже у толстых однослойных фольг из Ti ресурс до прорыва очень низок и составляет ~100 импульсов. Существенно повысить его удалось при использовании трехслойной композиции, состоящей из двух тонких Ti фольг снаружи и полиимидной пленки между ними [1, 3]. Далее эту композицию будем называть слойкой. Одна из таких слоев на установке ЭЛА при выводе ЭП в воздух

проработала до прорыва 5630 импульсов [3, 4]. При этом полиимидная пленка и титановая фольга, прикрывавшая эту пленку от воздуха, получили дозу около 1 ГГр. Полиимидная пленка после такого рекордного для этого материала облучения снизила свою прочность в 17 раз [4]. Целью данной работы стало изучение свойств титановых фольг, получавших при работе в слойках высокие дозы. Это важно для понимания их предельных возможностей работать в требуемых режимах облучения электронным пучком.

История изучения радиационных свойств титана глубока и широка, как и номенклатура изделий из него и режимов их радиационного облучения. Работа тонких Ti фольг в качестве диафрагм для вывода ЭП из объема электронных пушек в газовую среду имеет свою специфику. У таких фольг существенный вклад в прочностные характеристики могут вносить модифицированные приповерхностные зоны, толщина и свойства которых при действии ЭП могут сильно меняться [5, 6], что необходимо учитывать.

Первая Ti фольга в слойках на установке ЭЛА лежит на протекторе напротив острейного катода электронной пушки и служит анодом [1]. На нее воздействуют не только все электроны, протекающие в вакуумном диоде, но и образующаяся в межэлектродном пространстве плазма и микро-

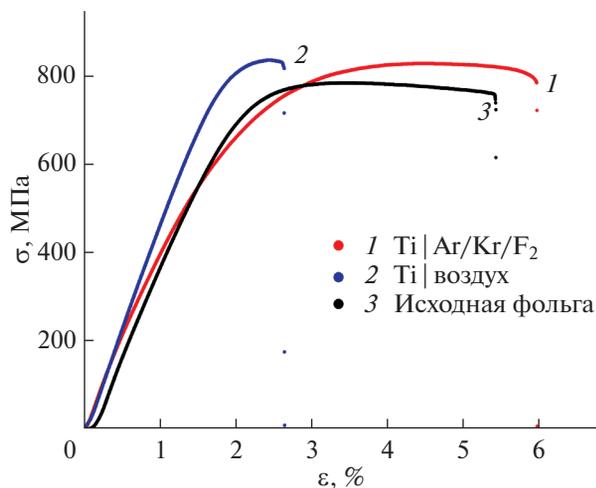


Рис. 1. Диаграммы деформирования полосок Тi фольг шириной 3 мм при их растяжении до разрыва.

пинчи. Определить роль каждого из этих факторов сложно. Поэтому изучать связи прочности первой фольги у слоев установки ЭЛА с дозовой нагрузкой бессмысленно, а вот для второй Тi фольги, расположенной на слое со стороны лазерной камеры, это реально. Здесь все трудно контролируемые воздействия из объема диода отсекаются первой фольгой и полиимидной пленкой. Через вторую фольгу в слое проходят лишь высокоэнергичные электроны, поглощенная доза от которых легко измеряется [3, 4]. Все это и определило выбор именно вторых Тi фольг со слоев, отработавших на установке ЭЛА, для изучения связи их прочности с дозовой нагрузкой. При этом были исследованы фольги, которые отработали в соответствующих режимах с выводом ЭП не только в воздух, как в [3, 4], но и в лазерную камеру КrF-лазера с газовой смесью из аргона, криптона и фтора [1].

МЕТОДИКА ОБЛУЧЕНИЯ

В данной работе были изучены вторые Тi фольги толщиной 14 мкм с размерами $5 \times 24 \text{ см}^2$ со слоев, которые отработали с выводом ЭП не только в воздух, как в [2], но и в камеру КrF-лазера с газовой смесью из Аг и Кг с добавкой фтора ~10 Торр [1]. Режимы облучения всех фольг были одинаковыми. Импульсы тока ЭП на установке ЭЛА имели длительность 80 нс и частоту повторения около 5 мГц. Средняя за импульс энергия электронов не превышает 300 кэВ. Максимальная дозовая нагрузка за импульс ЭП в центральной зоне фольг достигает 0.17 МГр при мощности $2 \cdot 10^{12} \text{ Гр/с}$. В конце импульса ЭП фольги нагревались примерно на 200°C .

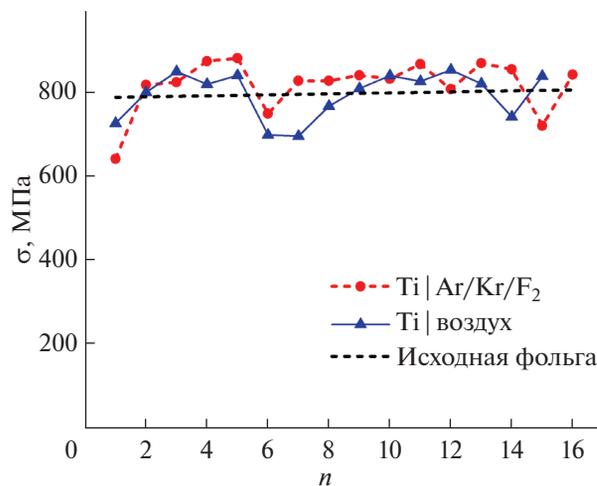


Рис. 2. Распределение прочности полосок Тi фольг шириной 3 мм с разным номером (n). Номер полоски указывает на ее расположение вдоль ширины, соответствующей Тi фольги от ее края.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ПРОЧНОСТИ Тi ФОЛЬГ

Для определения прочности Тi фольг из соответствующих образцов вдоль длинной стороны нарезались полоски шириной 3 мм по всей ширине. Эти полоски затем испытывались на разрывной машине Autograph AGS-10kN фирмы “Shimadzu” при скорости растяжения 2 мм/мин. Для исходной Тi фольги значение предела прочности при растяжении соответствует усредненному значению по 15 испытаниям. На рис. 1 приведены диаграммы деформирования напряжение–деформация “ σ – ϵ ” для исходной необлученной Тi фольги и фольг, обработанных с выводом ЭП. Деформационное поведение всех трех фольг существенно не отличается. Для Тi фольги, обработанной на воздухе, наблюдается охрупчивание.

Как видно на рис. 2, у фольги, облученной на воздухе до 1 ГГр, и у фольги, отработавшей в контакте с F_2 до ~50 МГр, сопротивление разрыву не сильно отличается от прочности исходного образца и составляет около 800 МПа. Это может быть связано с почти неизменной микроструктурой Тi фольги (рис. 3).

СПЕКТРЫ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ ОТ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ ФОЛЬГ

Поверхности Тi фольг изучали на рамановском спектрометре (inVia Raman Microscope Renishaw, Великобритания) с длиной волны лазерного излучения 532 нм. При этом у каждой слойки изучали все поверхности титановых фольг, контактировавшие и с воздухом или газовой смесью лазера, и с полиимидной пленкой, и обращенной к

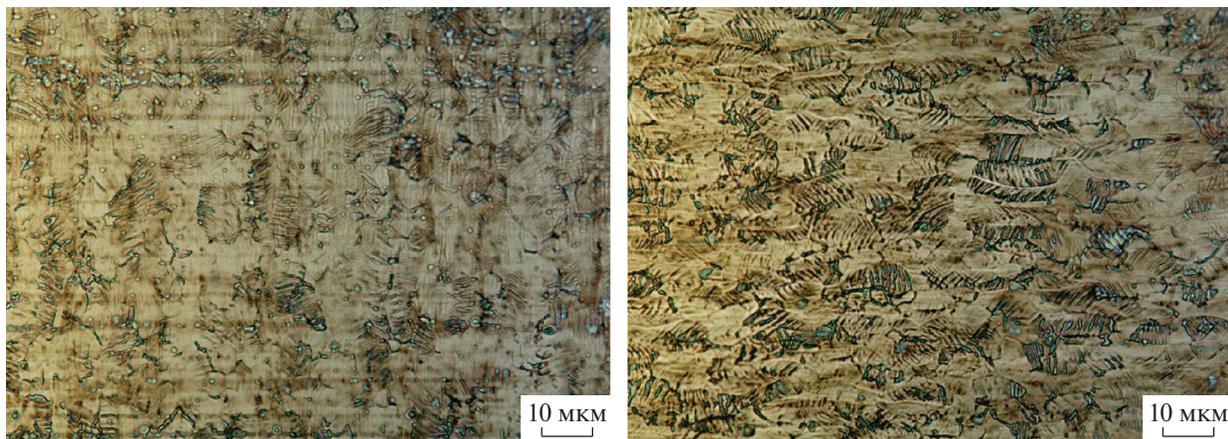


Рис. 3. Микрофотографии поверхности исходных образцов Тi фольги до и после растяжения.

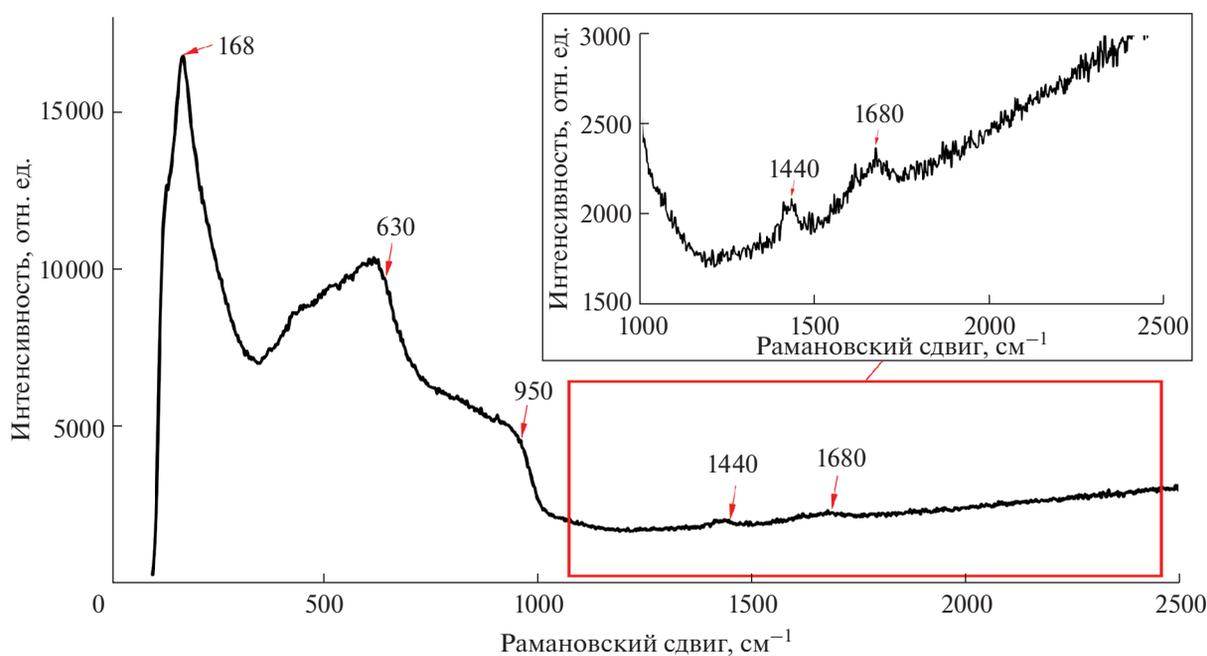


Рис. 4. Спектры КРС поверхности титановой фольги после ее облучения электронным пучком в контакте с газовой смесью из Ar/Kr/F_2 с содержанием фтора на уровне 5 Торр.

катоду электронной пушки. Оказалось, что спектры комбинационного рассеяния света (КРС) с внутренних поверхностей Тi фольг, контактировавших с полиимидной пленкой, отсутствовали при всех уровнях облучения электронным пучком вплоть до рекордного в 1 ГГр. Не наблюдался сигнал КРС после такого облучения и от поверхности фольги, контактировавшей с воздухом.

На этом фоне большой неожиданностью стало обнаружение сильных полос КРС у поверхностей Тi фольг, облучавшихся в контакте с Ar/Kr/F_2 газовой смесью (рис. 4). На этом рисунке заметно выделяются широкие полосы с максимумом в области 168 и 630 см^{-1} . Явно присутствует суперпозиция полос в области 700–1000 см^{-1} . Отчетливо выделяются и полосы с максимумами на 1440 и

1680 см^{-1} . Предварительный анализ полученных спектров с учетом данных из работ [7–15] показывает присутствие в них полос от TiO_2 , TiN и TiF . Удивительным здесь является факт сильного усиления полос КРС от оксидов и нитридов титана после облучения фольг электронным пучком во фторсодержащей газовой среде. Без травления во фторе эти полосы не регистрировались. Причина этого эффекта требует дополнительного изучения.

На рис. 5 представлен тот же спектр, что и на рис. 4, из которого вычтена базовая линия при помощи программы Origin. Базовая линия позволяет получить “чистый” спектр КРС без люминесценции и фоновой засветки. Сильный сигнал люминесценции мешает качественной интерпретации положения пиков на спектре из-

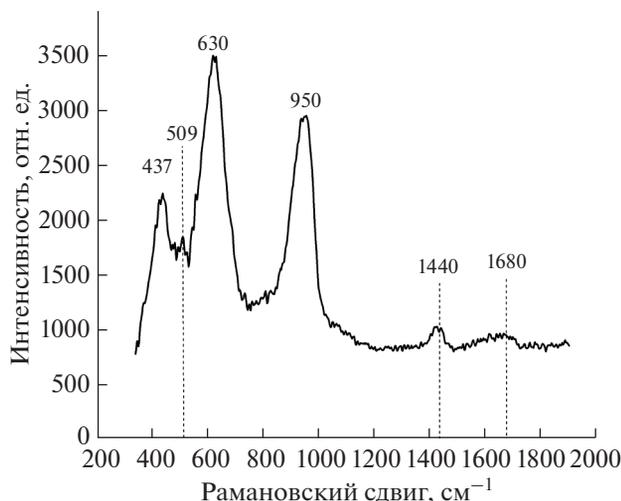


Рис. 5. Спектры КРС поверхности титановой фольги (рис. 4) после вычета базовой линии.

за их уширения. Однако поскольку люминесценция и КРС — два взаимосвязанных процесса, избавиться от первого процесса можно либо вычетом базовой линии, либо за счет усиливающих поверхностей с плазмонными наноструктурами. Как видно из рис. 5, можно выделить несколько ярко выраженных пиков, соответствующих анатазу (630 и 509 см^{-1}) и рутилу [13–15]. В свою очередь, пики на 437 см^{-1} соответствует рутилу [14].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, облучение в воздухе импульсами ЭП (300 кэВ) с дозами до 1 ГГр Тi фольг не приводит к изменению их прочности на разрыв. Контакт поверхности Тi фольг с газовой средой, содержащей фтор при электронном облучении с дозами до 50 МГр также, не приводит к падению прочности фольг на разрыв, но явно ведет к трав-

лению поверхностного слоя титана, что может сказаться на прочности фольг при больших сроках облучения. Установлен факт резкого повышения сигналов КРС соответствующих линиям TiO_2 и TiN на поверхности титановых фольг после их облучения электронным пучком в газовой среде с небольшим содержанием фтора.

Работа поддержана Министерством науки и высшего образования РФ (тема государственного задания ФИАН № АААА-А19-119083090053-9).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Sergeev P.B.* // J. Russ. Laser Res. 1993. V. 14. No 4. P. 237.
2. *Егоров И.С., Кайканов М.И., Ремнев Г.Е.* // Изв. Томск. политехн. ун-та. 2013. Т. 322. № 2. С. 91.
3. *Sergeev P.B., Sergeev A.P.* // Изв. вузов. Физика. 2006. № 11. (Приложение). С. 332.
4. *Сергеев П.Б., Морозов Н.В.* // Опт. и спектроск. 2019. Т. 126. № 3. С. 280; *Sergeev P.B., Morozov N.V.* // Opt. Spectrosc. 2019. V. 126. No. 3. P. 200.
5. *Комаров Д.В., Коновалов С.В., Жуков Д.В. и др.* // Ползуновский вестник. 2021. № 4. С. 129.
6. *Blanco-Pinzon C., Liu Z., Voisey K. et al.* // Corrosion Sci. 2005. V. 47. P. 1251.
7. *Kiselyova E.S., Sypchenko V.S., Nikitenkov N. et al.* // Lett. Materials. 2017. V. 7. No. 2. P. 117.
8. *Hardcastle F.D.* // J. Arkansas Acad. Sci. 2011. V. 65. Art. No. 9.
9. *Gerasimova Y.V., Krylov A.S., Vtyurin A.N. et al.* // Ferroelectrics. 2020. V. 568. P. 185.
10. *Gerasimova Y.V., Oreshonkov A.S., Laptash N.M. et al.* // J. Raman Spectrosc. 2018. V. 49. No. 7. P. 1230.
11. *Wang Q.Z., Zhou F., Zhou Z.F. et al.* // Surf. Coat. Technol. 2012. V. 206. P. 3777.
12. *Spengler W., Kaiser R., Christensen A.N. et al.* // Phys. Rev. B. 1978. V. 17. No. 3. P. 1095.
13. *Tuschel D.* // Spectroscopy. 2019. V. 34. No. 3. P. 10.
14. *Palliyaguru L., Kulathunga S.U., Jayarathna L.I. et al.* // Int. J. Miner. Metall. Mater. 2020. V. 27. No. 6. P. 846.
15. *Hanaor D.A.H., Sorrell C.C.* // J. Mater. Sci. 2011. V. 46. P. 855.

The effects of e-beam irradiation with doses up to 1 GGy on the properties of titanium foil

P. B. Sergeev^{a, *}, N. P. Kovalets^{a, b}, E. P. Kozhina^a, S. A. Bedin^{a, b}

^aLebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Troitsk Division, Moscow, 119991 Russia

^bMoscow State Pedagogical University, Moscow, 119991 Russia

*e-mail: sergeevpb@lebedev.ru

The properties of titanium foils that have been used for a long time in electron guns of e-beam-pumped excimer lasers have been studied. The tensile strength of these foils did not change when irradiated with e-beam pulses (300 keV) with doses up to 1 GGy. On the surface of Ti foils in contact with a fluorine-containing gas mixture during irradiation by e-beam, peaks corresponding to TiO_2 , TiN , and TiF were detected by Raman scattering.

Keywords: e-beam-pumped lasers, e-beam, Ti foil, strength, surface, Raman scattering