

УДК 537.534

## ФОРМИРОВАНИЕ ГОФРИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ НА УГЛЕРОДНОМ ВОЛОКНЕ ПРИ ВЫСОКОДОЗНОМ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ АЗОТА

© 2020 г. Н. Н. Андрианова<sup>a</sup>, А. М. Борисов<sup>a</sup>, В. А. Казаков<sup>b</sup>,  
А. В. Макунин<sup>c</sup>, Е. С. Машкова<sup>c, \*</sup>, М. А. Овчинников<sup>a, c</sup>

<sup>a</sup>Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет),  
Москва, 125993 Россия

<sup>b</sup>Исследовательский центр имени М.В. Келдыша, Москва, 125438 Россия

<sup>c</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
НИИЯФ им. Д.В. Скобельцына, Москва, 119991 Россия

\*e-mail: es\_mashkova@mail.ru

Поступила в редакцию 14.08.2019 г.

После доработки 02.09.2019 г.

Принята к публикации 03.09.2019 г.

Приводятся и обсуждаются закономерности гофрирования поверхности углеродных волокон на основе полиакрилонитрила, армирующих композит КУП-ВМ, при высокодозном облучении ионами  $N_2^+$  с энергией 15 и 30 кэВ и температуре облучаемого композита от 100 до 600°C. Найдено, что в отличие от облучения ионами инертных газов основные параметры гофрированной структуры, такие как углы наклона гофров и их доля на поверхности волокна, практически не зависят от температуры композита. Пространственный период гофрирования, как и в случае облучения ионами неона и аргона, составляет сотни нанометров. Углы наклона равны 30° и 40° при энергии ионов 15 и 30 кэВ соответственно. Отличие температурных зависимостей углов наклона гофров и их доли на поверхности волокна от аналогичных зависимостей в случае облучения ионами инертных газов связана с особенностями динамического отжига радиационных нарушений в оболочке волокна из-за химической активности азота, с созданием связей C–N и большей долей аморфной составляющей.

**Ключевые слова:** высокодозное облучение ионами, углеродное волокно, ионы азота, ионы инертных газов, гофрирование углеродного волокна, спектры комбинационного рассеяния света.

**DOI:** 10.31857/S1028096020030036

### ВВЕДЕНИЕ

Интерес к исследованиям углерод-углеродных композиционных материалов, армированных углеродными волокнами на основе полиакрилонитрильного (ПАН) волокна, обусловлен их использованием в качестве конструкционных материалов для ядерных реакторов, плазменных устройств и аэрокосмической техники [1, 2]. Углеродные волокна на основе ПАН-волокна состоят из ядра с турбостратной структурой и совершенной текстурированной оболочки, образованной слоями графита, ориентированными вдоль поверхности волокна таким образом, что ось  $c$  направлена по радиусу волокна. Степень кристалличности, а также физические и механические свойства волокна определяются как исходным сырьем, так и технологией термообработки. В частности, с ростом температуры обработки волокно превращается из низко модульного в высоко-

модульное [3]. Известно, что радиационное воздействие на углеграфитовые материалы приводит к сильным температурным зависимостям различных физических и механических свойств (например, [1, 4, 5]). Так, высокодозное ионное облучение композиционных материалов, армированных углеродными волокнами на основе ПАН-волокна, может приводить как к структурным изменениям, так и к значительным изменениям морфологии оболочки волокна [6–8]. В зависимости от температуры облучения  $T$  и уровня радиационных нарушений, определяемого числом смещений на атом (сна), могут происходить процессы аморфизации, рекристаллизации, а также развития специфической морфологии поверхности, в частности, гофрирование волокна [6]. Аморфизация поверхности волокна, так же, как и других углеграфитовых материалов, наблюдается при температурах облучения, близких к комнатной, практически вплоть до температуры  $T_a$  дина-

мического отжига радиационных нарушений [9]. При температурах облучения  $T > T_a$  происходит процесс рекристаллизации облучаемой поверхности, приводящий в случае облучения углеродных волокон к образованию системы регулярных призматических элементов (гофров). Детальному исследованию влияния температуры облучения при  $T > T_a$  на процесс гофрирования углеродного волокна марки ВМН-4 однонаправленного композита КУП-ВМ под действием ионов инертных газов ( $\text{Ne}^+$  и  $\text{Ar}^+$ ) с энергией 20–30 кэВ посвящены работы [8, 10]. Найдено, что при образовании гофрообразных субмикронных структур при температурах от  $T > T_a$  до  $600^\circ\text{C}$  проявляются особенности при  $400\text{--}500^\circ\text{C}$ . А именно, температурные зависимости углов наклона граней гофров и их доли на поверхности волокна имеют минимумы, более глубокие для ионов аргона, а диапазон углов наклона граней развивающихся гофров приходится на углы двойникования при пластической деформации кристаллитов графита оболочки углеродного волокна. Это позволило связать явление ионно-индуцированного гофрирования с анизотропными радиационно-индуцированными пластическими процессами формоизменения углеродных материалов с учетом распыления поверхности ионной бомбардировкой [8, 10, 11].

В [6, 12] были проведены исследования структуры и морфологии углеродных волокон композита КУП-ВМ после высокодозного облучения ионами  $\text{N}_2^+$  с энергией 30 кэВ, которые показали значительный эффект гофрирования при температурах  $T \geq T_a$ . Из-за химической активности азота процесс гофрирования ионами азота может существенно отличаться от случая облучения ионами инертных газов. В этой связи в настоящей работе закономерности гофрирования ионами азота сравниваются с закономерностями гофрирования ионами инертных газов.

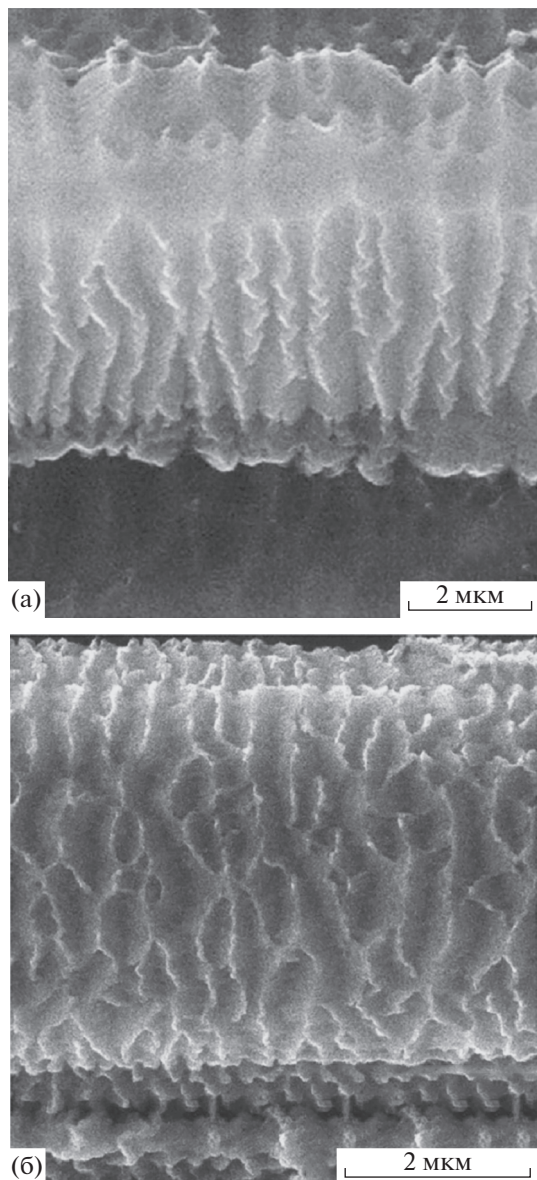
### ЭКСПЕРИМЕНТ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследуемые мишени представляли собой прямоугольные пластинки однонаправленного композита КУП-ВМ, армированного углеродными волокнами ВМН-4 на основе ПАН-волокна, размерами  $5 \times 40 \times 2$  мм. Армирующие углеродные волокна были параллельны длинной стороне пластинок. Ионное облучение проводили по нормали к поверхности образцов на масс-монохроматоре НИИЯФ МГУ [13]. Температуру мишени варьировали от  $100$  до  $600^\circ\text{C}$ , контроль температуры осуществляли с помощью хромель-алюмелевой термопары, спай которой укрепляли на обучаемой стороне мишени вне зоны облучения. Методика эксперимента была аналогичной [8, 10]. Плотность ионного тока составляла  $0.2\text{--}$

$0.4$  мА/см<sup>2</sup> при поперечном сечении пучка  $0.3$  см<sup>2</sup>, флуенсы облучения  $6 \times 10^{18}$  см<sup>-2</sup>. Мониторинг ионного облучения осуществляли путем регистрации тока ионов и электронов для определения флуенса облучения и коэффициента ионно-электронной эмиссии образцов. Исследования образцов композита до и после облучения проводили с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) с использованием микроскопа Luga 3 Tescan, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) на спектрометре Quanta SXI, спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) с длиной волны  $514.5$  нм на спектрометре Horiba Yvon T64000, а также лазерной гониофотометрии (например, [6]). На образец, установленный на гониометре стенда, направляли луч лазерного модуля S10 с длиной волны  $532$  нм (рис. 3 в [10]). Обратно отраженный микрогранями шероховатой поверхности свет относительно направления первичного луча регистрировали полупроводниковым фотодиодом ФД 24К.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

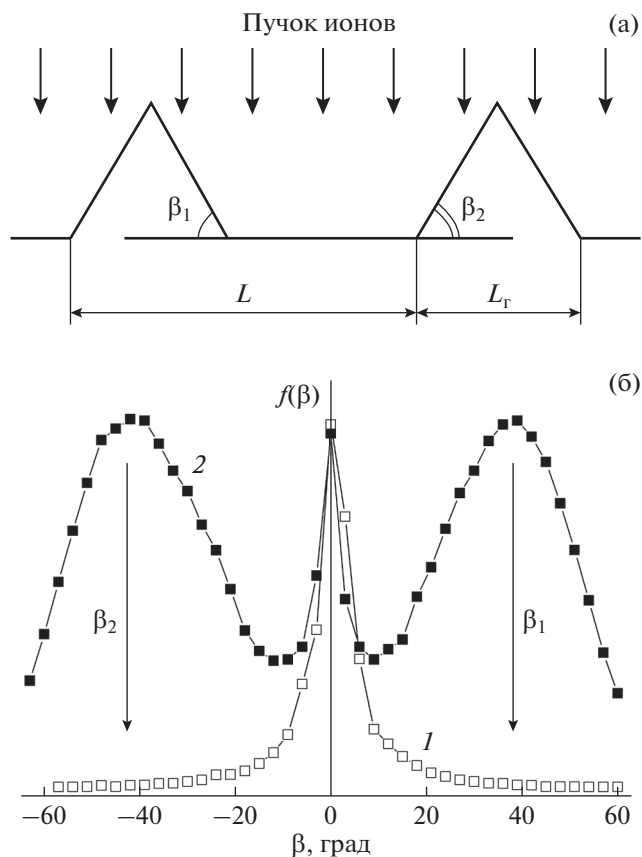
При нормальном падении ионов азота, как и ионов инертных газов, относительно оси волокна, армирующих композит КУП-ВМ, гофрированная поверхность углеродных волокон марки ВМН-4 представляет собой квазипериодическую последовательность гофров с ребрами, перпендикулярными оси волокна. В качестве примера на рис. 1 приведены РЭМ-изображения волокон композита КУП-ВМ после облучения ионами  $\text{N}_2^+$  с энергией 30 кэВ при различных температурах. Сравнение с данными, полученными при облучении ионами инертных газов [6, 8, 10], показывает, что тип иона и температура облучаемого композита оказывают значительное влияние на морфологию оболочки гофрированного волокна. Это следует из сравнения как РЭМ-изображений, так и температурных зависимостей параметров гофрированной структуры, схема которой для вершинной части волокна приведена на рис. 2а. Углы наклона гофров  $\beta_1$  и  $\beta_2$  и долю гофрированной структуры  $L_r/L$  вершинной части волокон измеряли при помощи лазерной гониофотометрии, пространственный период следования гофров  $L$  определяли по РЭМ-изображениям, так же как и углы наклона гофров в периферийной части волокон. Пример распределения углов наклона гофров  $f(\beta)$  вершинной части волокна приведен на рис. 2б. Периодическая гофрированная структура проявляется в максимумах распределений  $f(\beta)$  при  $\beta_1 \approx \beta_2$ . Наличие пика при  $\beta = 0$  соответствует отражению лазерного луча от ровной поверхности  $L-L_r$  в упрощенной геометрии волокна. Долю гофрированной поверхности волокна



**Рис. 1.** РЭМ-изображения волокон композита КУП-ВМ после облучения ионами  $N_2^+$  с энергией 30 кэВ при температуре 230 (а) и 275°C (б).

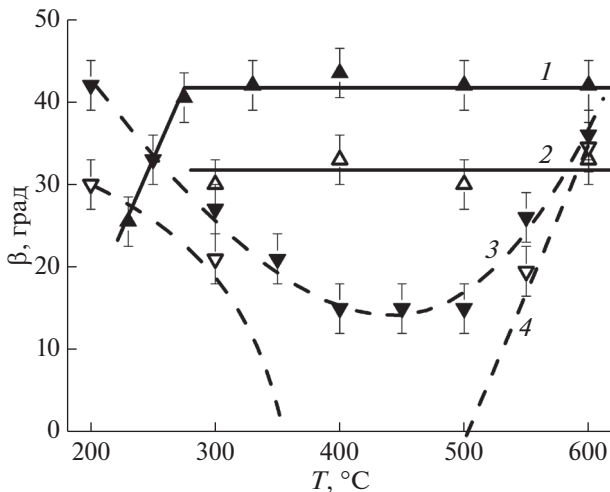
$L_r/L$  определяли как  $f^*/[f(0) + f^*]$ , где  $f^* = [f(\beta_1) + f(\beta_2)]/2$ .

Температурные зависимости углов наклона и доли гофрированной структуры приведены на рис. 3 и 4. В отличие от данных, полученных при облучении ионами инертных газов, при облучении ионами азота углы наклона субмикронной гофрированной структуры, как и ее доля, начиная с  $T \sim 275^\circ\text{C}$  от температуры облучаемого композита практически не зависят. Величина углов наклона составляет  $30^\circ\text{--}35^\circ$  и  $40^\circ\text{--}45^\circ$  при энергии ионов азота 15 и 30 кэВ соответственно (рис. 3). Найденные углы наклона близки к максималь-

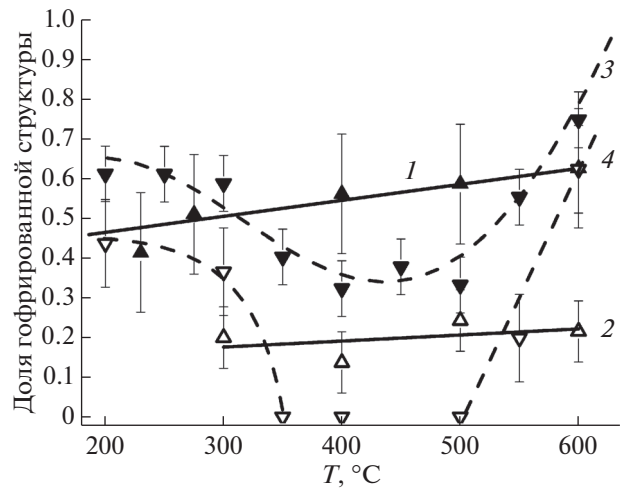


**Рис. 2.** Упрощенная модель гофрированной структуры (а) и пример полученных методом лазерной гонофотометрии распределений углов наклона гофров  $f(\beta)$  вершинной части волокна композита КУП-ВМ до (1) и после (2) облучения ионами  $N_2^+$  с энергией 30 кэВ при 275°C (б).

ным углам наклона гофров, образующихся при ионном облучении ионами аргона. Однако, в отличие от облучения ионами азота, на зависимости  $\beta(T)$  для ионов аргона, как и ионов неона [8], наблюдается минимум при  $400\text{--}450^\circ\text{C}$ , более глубокий для ионов аргона с энергией 20 кэВ. При облучении ионами азота температурные зависимости углов наклона гофрированной структуры, как в вершинной части волокна, так и на периферии, близки. Доля гофрированной структуры при облучении ионами азота в интервале температур  $270\text{--}600^\circ\text{C}$  от температуры облучаемого композита практически не зависит, в отличие от случая облучения ионами инертных газов, когда доля гофрированной поверхности минимальна при  $400\text{--}450^\circ\text{C}$ . Минимум на температурной зависимости более глубокий для ионов аргона с энергией 20 кэВ (рис. 4). Пространственный период чередования гофров слабо уменьшается с температурой, составляя сотни нанометров как для ионов азота, так и ионов инертных газов.



**Рис. 3.** Температурные зависимости углов наклона  $\beta$  гофрированной структуры при облучении ионами  $N_2^+$  с энергией 30 (1) и 15 кэВ (2) углеродного волокна композита КУП-ВМ. Данные при облучении ионами  $Ag^+$  с энергией 30 (3) и 20 кэВ (4) приведены из [10] для сравнения.

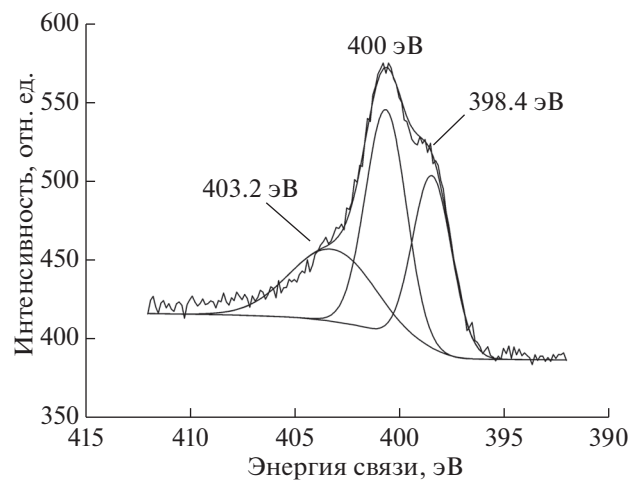


**Рис. 4.** Температурные зависимости доли гофрированной структуры при облучении ионами  $N_2^+$  с энергией 30 (1) и 15 кэВ (2) углеродного волокна композита КУП-ВМ. Данные при облучении ионами  $Ag^+$  с энергией 30 (3) и 20 кэВ (4) приведены из [10] для сравнения.

Высокодозное ионное облучение приводит не только к изменениям морфологии, но и к значительным структурным изменениям оболочки углеродного волокна. На рис. 5 приведен пик N1s в РФЭ-спектре для композита КУП-ВМ после облучения при температуре 230°C, принадлежащий на переходный интервал температур 150–275°C, в котором наблюдается появление и рост доли гофрированной структуры. РФЭ-спектр показывает трехпиковую структуру, характерную для многих процессов синтеза нитрида углерода [14]. Пики выше 400 эВ объясняют в таких спектрах связью атомов азота с  $sp^2$ -гибридизированным углеродом, а ниже 399 эВ – с  $sp^3$ -углеродом. Исследования в [15] парамагнитных дефектов в поликристаллическом графите, облученном ионами азота с такой же энергией при переходной температуре (130°C), показали аналогичную картину связей. При повышенных температурах наблюдались только графитоподобные парамагнитные дефекты.

Для анализа структурных изменений использовали также спектроскопию комбинационного рассеяния (КР) лазерного излучения. КР-спектр композита КУП-ВМ до облучения приведен на рис. 6. Как и в случае других углеграфитовых материалов, КР-спектр содержит два основных пика: G-пик (пик графита) при смещении частоты  $\Delta k \approx 1580 \text{ см}^{-1}$  и D-пик при  $\Delta k \approx 1350 \text{ см}^{-1}$ , обусловленный дефектностью кристаллической структуры [16, 17]. Доминирование G-пика в КР-спектре свидетельствует о практически совершенной структуре оболочки волокна ВМН-4 композита КУП-ВМ. Ионное облучение может

значительно, вплоть до аморфизации, разупорядочивать структуру углеграфитовых материалов. Аморфизация поверхности оболочки углеродных волокон наблюдается при температурах меньше температуры динамического отжига радиационных нарушений:  $T < T_a$  [6]. Это приводит к качественному изменению КР-спектра: D- и G-пики не разделяются, образуя широкий купол [8]. Увеличение температуры приводит к постепенному разделению G- и D-полос КР-спектра, что свидетельствует о процессах рекристаллизации при



**Рис. 5.** Спектр фотоэлектронов линии N1s после облучения углеродного волокна композита КУП-ВМ ионами  $N_2^+$  с энергией 30 кэВ при 230°C.

гофрировании оболочки углеродного волокна. Разложение КР-спектров облученных образцов требует введения кроме *G*- и *D*-пиков также аморфного пика (*A*) при  $\Delta k = 1500 \text{ см}^{-1}$ , учитывающего радиационные нарушения структуры ближнего порядка [16, 17].

Сравнение КР-спектров гофрированных волокон показывает разницу в степени упорядоченности структуры в результате облучения ионами азота и инертных газов в исследованном диапазоне температур облучения. В случае ионов инертных газов с ростом температуры облучения в КР-спектрах прослеживается уменьшение доли аморфной составляющей со все более четким разделением *G*- и *D*-полос [8]. При облучении ионами азота КР-спектры практически не изменяются с увеличением температуры облучения, разделение *G*- и *D*-полос менее выраженное из-за значительного уширения полос, а относительная доля аморфной составляющей значительно больше, чем в случае облучения ионами инертных газов (рис. 6). Полученные закономерности позволяют связать явление гофрирования углеродных волокон при облучении ионами азота не только с анизотропными радиационно-индуцированными пластическими процессами формоизменения углеродных материалов с учетом распыления поверхности ионной бомбардировкой [8, 10]. Они также определяются особенностями динамического отжига радиационных нарушений, обусловленными образованием в модифицированном слое связей C–N различных фаз нитрида углерода [14, 15, 18–20] о чем свидетельствуют данные РФЭС, а также с увеличением доли аморфной составляющей в модифицированном слое согласно данным КРС.

Основным фактором, вызывающим ионно-индуцированную пластическую деформацию поверхности в виде гофрированной структуры, является, наряду с температурой облучаемой мишени, уровень первичных радиационных нарушений, который для ионов  $\text{Ar}^+$  и  $\text{N}_2^+$  при энергии 30 кэВ составляет около 200 сна [21]. Сравнивая температурные зависимости углов и доли гофрирования ионами аргона и азота можно видеть, как сходство, так и их различие в исследованном интервале температур  $T_a < T < 600^\circ\text{C}$ . На границах интервала углы и доли гофрирования близки. При уменьшении уровня первичных радиационных нарушений при соответствующем уменьшении энергии ионов (как аргона, так и азота) доля гофрирования на границах этого интервала значительно уменьшается. Аналогичная тенденция наблюдается также для углов наклона гофрированной структуры. Происходящий при повышенных температурах динамический отжиг радиационных нарушений может (как это следует из данных для ионов неона и аргона при температуре

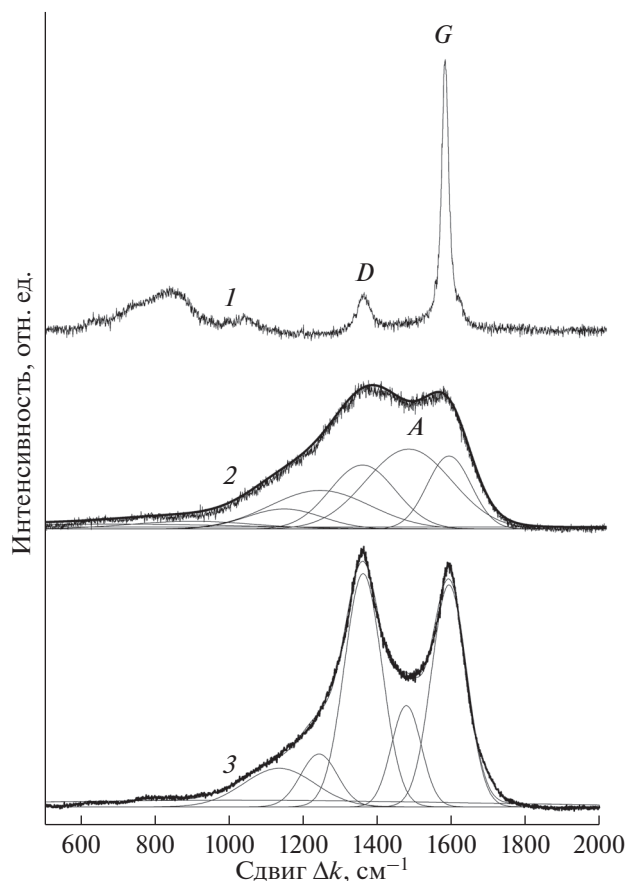


Рис. 6. Спектры комбинационного рассеяния до (1) и после облучения композита КУП-ВМ при  $600^\circ\text{C}$  ионами  $\text{N}_2^+$  (2) и  $\text{Ar}^+$  (3) [8] с энергией 30 кэВ.

облучения  $400\text{--}450^\circ\text{C}$ ) существенно уменьшить эффект ионно-индуцированной деформации, а при достаточно низком уровне первичных радиационных нарушений (как это происходит при облучении ионами аргона с энергией 20 кэВ) практически его устранить. Именно на этот интервал температур приходится минимум всех радиационных дефектов при нейтронном облучении графита [22]. Это приводит к экспериментально наблюдаемому минимуму размерных изменений при нейтронном облучении при температуре  $400\text{--}500^\circ\text{C}$  [23]. Динамический отжиг при высокотемпературном ионном облучении происходит в измененном поверхностном слое с динамически устанавливающимися элементарным составом и структурой. Тот факт, что минимум параметров гофрированной структуры при облучении ионами инертных газов приходится на тот же интервал температур облучения  $400\text{--}450^\circ\text{C}$ , что и при нейтронном облучении, говорит о том, что динамический отжиг при облучении ионами инертных газов не сильно отличается от динамического отжига при нейтронном облучении. Отсутствие ха-



ракторной для графитов особенности при 400–500°C в случае облучения ионами азота может быть связано с формированием графитоподобной фазы нитрида углерода с иной, чем в графите, кинетикой динамического отжига радиационных дефектов. Эта же причина может приводить к наблюдаемому по данным КРС увеличению доли аморфной составляющей, значительно влияющей, в частности, на прочность волокна на растяжение [3].

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлены закономерности ионно-индуцированного гофрирования оболочки углеродных волокон, армирующих композит КУП-ВМ, при высокодозном облучении ионами N<sub>2</sub><sup>+</sup> с энергией 15 и 30 кэВ в интервале температур облучения от 100 до 600°C с использованием растровой электронной микроскопии, лазерной гониофотометрии, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния света.

Гофрирование при облучении ионами азота существенно отличается от облучения ионами инертных газов. При облучении ионами азота углы наклона и доля гофрированной структуры от температуры облучаемого волокна практически не зависят. Уменьшение энергии ионов от 30 до 15 кэВ приводит к уменьшению угла наклона гофрированной структуры и доли гофрированной поверхности. Период следования гофрированной структуры, как и в случае облучения ионами неона и аргона, составляет сотни нанометров и в исследованном интервале температур облучения слегка уменьшается с ростом температуры.

Отличие температурных зависимостей углов наклона гофров и их доли на поверхности волокна от аналогичных зависимостей, полученных при облучении ионами инертных газов, связано с особенностями динамического отжига радиационных нарушений в оболочке волокна из-за химической активности азота, с созданием связей C–N и большей долей аморфной составляющей.

### БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (уникальный идентификатор Соглашения RFMEFI57717X0275).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Virgil'ev Yu.S., Kalyagina I.P.* // Inorg. Mater. 2004. V. 40. P. S33. <https://doi.org/10.1023/B:INMA.0000036327.90241.5a>
2. *Wu S., Liu Y., Ge Y. et al.* // Composites. A. 2016. V. 90. P. 480.

3. *Yang F., Hu G., He H. et al.* // J. Mater. Sci. 2019. V. 54. P. 8800.
4. *Burchell T.D.* // MRS Bull. 1997. V. 22. № 4. P. 29. <https://doi.org/10.1557/S0883769400033005>
5. *Blackstone R.* // J. Nucl. Mater. 1977. V. 65. P. 72. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(77\)90043-5](https://doi.org/10.1016/0022-3115(77)90043-5)
6. *Andrianova N.N., Borisov A.M., Mashkova E.S. et al.* // Horizons in World Physics. New York: Nova Science Publishers, 2013. V. 280. P. 171.
7. *Андреанова Н.Н., Борисов А.М., Виргильев Ю.С. и др.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2014. № 6. С. 6. (*Andrianova N.N., Borisov A.M., Virgiliev Y.S. et al.* // J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech. 2014. V. 8. P. 513.) <https://doi.org/10.1134/S1027451014030215>
8. *Андреанова Н.Н., Аникин В.А. Борисов А.М. и др.* // Изв. РАН. Сер. Физ. 2018. Т. 82. № 2. С. 140.
9. *Борисов А.М., Виргильев Ю.С., Машкова Е.С.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2008. № 1. С. 58. (*Borisov A.M., Virgil'ev Y.S., Mashkova E.S.* // J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech. 2008. V. 2. P. 52.) <https://doi.org/10.1007/s11700-008-1009-x>
10. *Аникин В.А., Борисов А.М., Макунин А.В. и др.* // Ядерная физика и инжиниринг. 2018. Т. 9. № 2. С. 122.
11. *Sarkar A., Eapen J., Raj A. et al.* // J. Nucl. Mater. 2016. V. 473. P. 197. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.01.036>
12. *Андреанова Н.Н., Борисов А.М., Виргильев Ю.С. и др.* // Поверхность. Рентген. синхротр. и нейтрон. исслед. 2008. № 5. С. 59.
13. *Mashkova E.S., Molchanov V.A.* Medium-Energy Ion Reflection from Solids. Amsterdam: North-Holland, 1985. 444 p.
14. *Muhl S., Mendes J.M.* // Diam. Relat. Mater. 1999. V. 8. P. 1809.
15. *Бозомолова Л.Д., Борисов А.М., Куликаускас В.С. и др.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2005. № 3. С. 66.
16. *Ferrari A.C., Robertson J.* // Phys. Rev. B. 2000. V. 61. P. 14095.
17. *Niwase K.* // Intern. J. Spectr. 2012. V. 197609. P. 1.
18. *Gouzman I., Brener R., Hoffman A.* // J. Vac. Sci. Technol. A. 1999. V. 17. P. 411. <https://doi.org/10.1116/1.581601>
19. *Dos Santos M.C., Alvarez F.* // Phys. Rev. B. 1998. V. 58. P. 13918. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.58.13918>
20. *Gouzman I., Brener R., Cytermann C. et al.* // Surf. Interface Anal. 1994. V. 22. P. 524. <https://doi.org/10.1002/sia.7402201111>
21. *Борисов А.М., Казаков В.А., Машкова Е.С. и др.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2019. № 4. С. 44. <https://doi.org/10.1134/S020735281904005X>
22. *Платонов П.А., Штрэмбах Я.И., Карпунин В.И., Виргильев Ю.С., Чугунов О.К., Трофимчук Е.И.* Действие излучения на графит высокотемпературных газоохлаждаемых реакторов. // Атомноводородная энергетика и технология: Сб статей. Вып. 6. М.: Энергоатомиздат, 1984. С. 77.
23. *Виргильев Ю.С., Чугунова Т.К., Макаренко В.Г. и др.* // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1984. Т. 20. № 8. С. 1378.

## Formation of Corrugated Surface on the Carbon Fiber under High-Fluence Nitrogen Ion Irradiation

N. N. Andrianova<sup>1</sup>, A. M. Borisov<sup>1</sup>, V. A. Kazakov<sup>2</sup>, A. V. Makunin<sup>3</sup>,  
E. S. Mashkova<sup>3, \*</sup>, M. A. Ovchinnikov<sup>1, 3</sup>

<sup>1</sup>Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, 125993 Russia

<sup>2</sup>Keldysh Research Center, Moscow, 125438 Russia

<sup>3</sup>Moscow State University, Skobeltsyn Institute of Nuclear Physics, Moscow, 119991 Russia

\*e-mail: es\_mashkova@mail.ru

The regularities of surface corrugation of polyacrylonitrile based carbon fibers reinforcing composite KUP-VM have been studied experimentally after high-fluence irradiation with 15 and 30 keV  $N_2^+$  ions at target temperatures from 100 to 600°C. In contrast to irradiation with noble gas ions, main corrugated structure parameters, such as the angles of inclination of the corrugations and their fraction on the fiber surface, are found to be practically independent on the composite temperature. The periodicity of corrugations, as in the case of irradiation with noble gas ions, is hundreds of nanometers. The angles of inclination are 30° and 40° at 15 and 30 keV ion energies, respectively. The difference in the temperature dependences of the angles of inclination of corrugations and their fraction on the fiber surface from similar dependences in the case of irradiation with noble gas ions is associated with the peculiarities of the dynamic annealing of radiation damage in the fiber shell due to the chemical activity of nitrogen, with the creation of C–N bonds and a larger proportion of amorphous fraction.

**Keywords:** high-fluence ion irradiation, carbon fiber, nitrogen ions, noble gas ions, carbon fiber corrugation, Raman spectra.