

УДК 621.7:621.039.531:546.881

## ОСОБЕННОСТИ ПОВРЕЖДЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ВАНАДИЯ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ИМПУЛЬСНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2020 г. И. В. Боровицкая<sup>a, \*</sup>, С. Н. Коршунов<sup>b</sup>, А. Н. Мансурова<sup>b, \*\*</sup>, А. Б. Михайлова<sup>a</sup>, В. В. Парамонова<sup>a</sup>, Г. Г. Бондаренко<sup>c</sup>, А. И. Гайдар<sup>d</sup>, Е. Е. Казилин<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,  
Москва, 119334 Россия

<sup>b</sup>Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”,  
Москва, 123182 Россия

<sup>c</sup>Национальный исследовательский университет “Высшая школа экономики”,  
Москва, 101000 Россия

<sup>d</sup>Научно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий,  
Москва, 115054 Россия

\*e-mail: symp@imet.ac.ru

\*\*e-mail: ang.2008@mail.ru

Поступила в редакцию 14.04.2019 г.

После доработки 24.05.2019 г.

Принята к публикации 24.05.2019 г.

Исследованы особенности повреждения поверхностного слоя ванадия под действием импульсного лазерного излучения. Лазерное облучение образцов проводили на воздухе с использованием установки ГОС 1001 в режиме модулированной добротности с плотностью мощности потока  $q = 1.2 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>, длительностью импульса  $\tau_0 = 50$  нс, число импульсов  $N = 1-6$ . Обнаружено, что типичными повреждениями поверхности под воздействием лазерного излучения являются плавление материала, образование сетки микротрещин, формирование волнообразного рельефа и капельных структур. Центральная зона характеризуется наибольшей степенью повреждения, где наряду с особенностями изменения топографии поверхности встречаются также отдельные капли металла, которые кристаллизуются подобно спирали. Зона термического воздействия, прилегающая к центральной зоне облучения, повреждается значительно слабее. Дegrадация поверхности усиливается с увеличением числа лазерных импульсов. В результате лазерной обработки наряду с изменением топографии поверхности также изменяются дифрактограммы образцов: исчезает текстура, появляются линии оксида ванадия, уширяются рентгеновские пики, увеличивается период решетки (3.022(2) Å до облучения, 3.027(3) Å после облучения). Установлено, что предварительное облучение образцов ионами аргона (доза  $10^{22}$  м<sup>-2</sup>,  $E = 20$  кэВ) практически не влияет на характер повреждения поверхности в центральной зоне после лазерной обработки, тогда как в прилегающей зоне термического влияния наблюдается откол локальных участков поверхности.

**Ключевые слова:** ванадий, топография поверхности, импульсное лазерное облучение, повреждаемость, рентгеноструктурный анализ, растровая электронная микроскопия, параметр решетки.

**DOI:** 10.31857/S1028096020020065

### ВВЕДЕНИЕ

При выборе материалов для реакторов термоядерного синтеза значительный интерес представляет исследование их повреждаемости под влиянием ионного и теплового излучения различных видов, которые в реальных условиях будут присутствовать в камере термоядерной установки. В настоящее время для обработки поверхности материалов с целью имитации экстремального термического воздействия, реализуемого в установках термоядерного синтеза, стали применять высокоэнергетические лучевые технологии с

использованием концентрированных потоков энергии. В соответствии с природой носителей энергии (лазерное излучение, ионные пучки, электронные лучи) такие технологии получили название электронно-ионно-квантовые или радиационно-пучковые технологии [1–6].

Целью работы было исследование влияния импульсного лазерного излучения на повреждаемость поверхности ванадия, который является основой ряда малоактивируемых сплавов, разрабатываемых для применения в качестве кон-

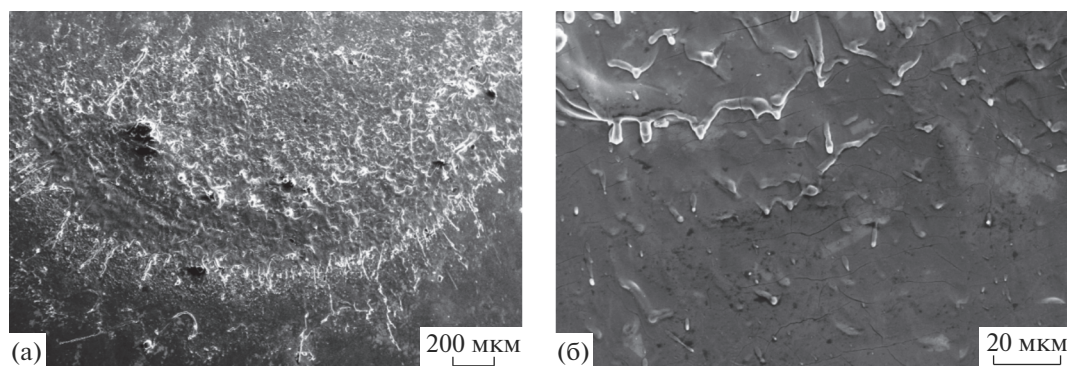


Рис. 1. Облученная область ванадия при воздействии лазерного излучения в режиме модулированной добротности: а – центральная зона; б – зона термического влияния вблизи центральной зоны.

струкционных и функциональных материалов в установках термоядерного синтеза.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы листового ванадия марки ВМ-1 (V – основа, примеси внедрения: С – 0.021; N – 0.003; O < 0.025 мас. %) были получены из слитков после холодной прокатки до толщины ~1 мм и перед облучением отожжены в вакууме  $5 \times 10^{-5}$  Па при температуре  $T = 1000^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Для подготовки поверхности образцов применяли стандартные процедуры полировки. Механические свойства исходных образцов ванадия при испытании на растяжение ( $T = 20^\circ\text{C}$ ):  $\sigma_{0.2} = 221$  МПа;  $\sigma_B = 263$  МПа,  $\delta = 24.0\%$ .

Лазерное облучение образцов осуществляли на воздухе с использованием установки ГОС 1001 в режиме модулированной добротности с плотностью мощности потока  $q = 1.2 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>, длительностью импульса  $\tau_0 = 50$  нс, числом импульсов  $N$  от 1 до 6, с образованием лунки диаметром ~3 мм.

Эксперименты по имплантации ионов  $\text{Ag}^+$  в ванадий проводили на ускорителе с масс-сепарацией ионов ИЛУ (НИЦ “Курчатовский институт”) [7]. Перед имплантацией образцы полировали механически и электролитически. Энергия ионов аргона составляла 20 кэВ, доза  $1.0 \times 10^{22}$  м<sup>-2</sup> при плотности потока ионов  $6 \times 10^{18}$  м<sup>-2</sup> · с<sup>-1</sup>. Температура мишеней в процессе облучения достигала ~700 К.

Топографию поверхности образцов исследовали до и после облучения в растровом электронном микроскопе EVO 40 фирмы Zeiss и с использованием оптического металлографического микроскопа Neophot.

Дифрактограммы образцов получены на рентгеновском дифрактометре UltimaIV фирмы Rigaku (Япония) с вертикальным гониометром и высокоскоростным полупроводниковым детектором D/teX (CuK $\alpha$ -излучение) в интервале углов

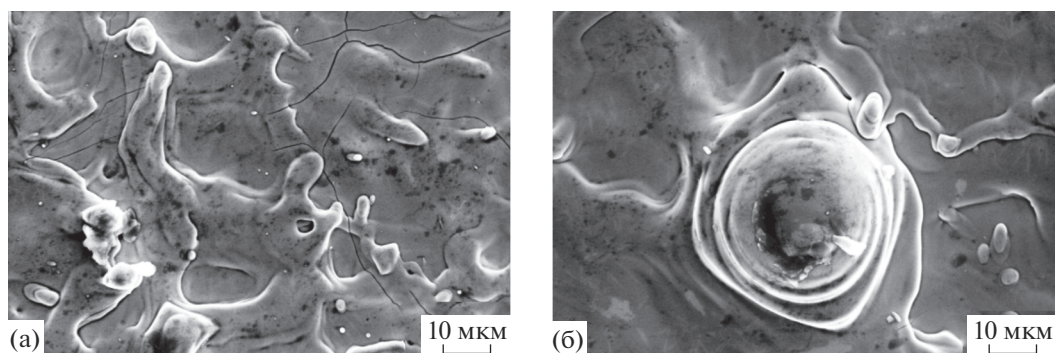
$2\theta = 9^\circ - 125^\circ$  с шагом с  $0.02^\circ$ . Фазовый анализ выполнен с помощью программного комплекса PDXL с использованием базы данных ICDD.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

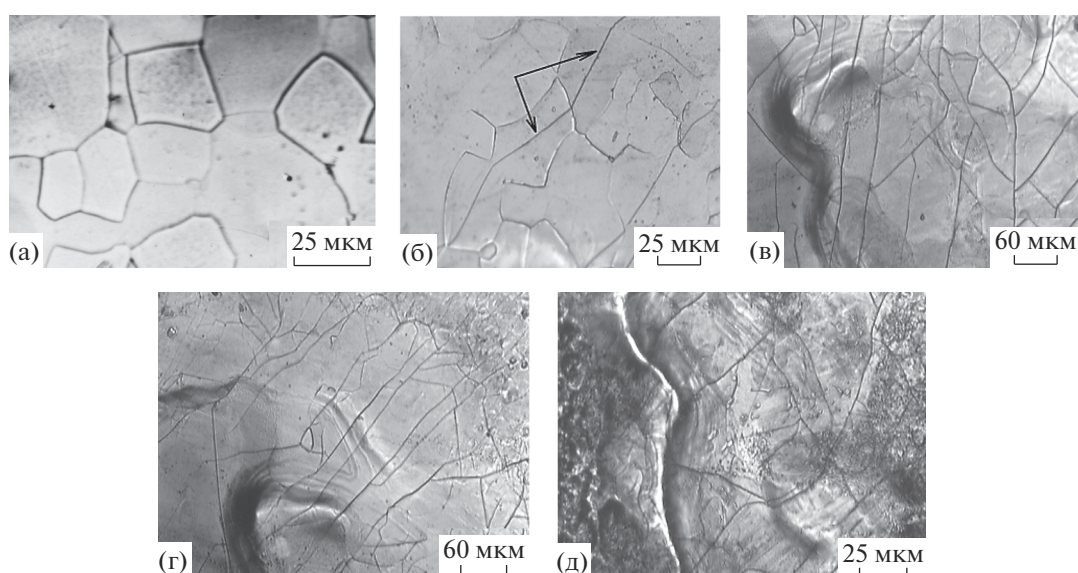
Анализ поверхности образцов ванадия после воздействия на материал импульсного лазерного излучения в режиме модулированной добротности показал, что облученная область состоит из двух зон: центральной, диаметром ~3 мм, с максимальной плотностью поглощенной энергии и степенью повреждаемости (типичная структура представлена на рис. 1а), и примыкающей к ней зоны термического влияния (рис. 1б).

В центральной зоне происходят интенсивное плавление и кристаллизация поверхности слоя с образованием волнообразного рельефа, протяженных наплывов и капельных структур (рис. 2а). Представляет интерес также тот факт, что в этой зоне отдельные капли металла на вершинах волн кристаллизуются по спирали (рис. 2б). Механизм образования таких структур не совсем ясен, но их наблюдали также на поверхности ванадия под воздействием импульсных потоков высокотемпературной дейтериевой плазмы и ионов дейтерия на установке “Плазменный фокус” [8]. В [8] высказывается предположение, что образование подобных капельных структур происходит в жидком состоянии, когда на вершинах волн металл закручивается по спирали, а при сверхбыстрой кристаллизации эти конфигурации фиксируются. Другим возможным процессом может быть кристаллизация по слоисто-спиральному механизму путем роста на уже затвердевшей поверхности (очевидно, имеющей микрошероховатости) [9].

В зоне термического влияния тепловое воздействие и оплавление поверхности существенно слабее. На рис. 3 представлены микрофотографии, полученные в оптическом микроскопе, участков поверхности ванадия до (рис. 3а) и после



**Рис. 2.** Волнообразный рельеф (а) и капельные структуры (б), образующиеся в центральной зоне облученного образца ванадия после воздействия лазерного излучения.



**Рис. 3.** Микрофотографии, полученные в оптическом микроскопе, поверхности ванадия до ( $\times 400$ ) (а) и после (б–д) лазерного облучения в режиме модулированной добротности при  $q = 1.2 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>,  $\tau_0 = 50$  нс в зоне термического влияния, количество импульсов  $N$ : б – 1 ( $\times 250$ ); в – 2 ( $\times 100$ ); г – 4 ( $\times 100$ ); д – 6 ( $\times 250$ ).

(рис. 3б–3д) импульсного лазерного воздействия в зависимости от количества импульсов. Из фотографий следует, что характерной особенностью поверхности в этой зоне является наличие трещин, однако они зависят от числа импульсов ( $N$ ). Так, в случае одного импульса (рис. 3б) можно наблюдать, что трещины распространяются внутри зерна по определенным кристаллографическим плоскостям. Они прямолинейные и при переходе в другое зерно (с другой кристаллографической ориентацией) меняют свое направление. Стоит отметить, что на некоторых участках поверхности после лазерного облучения ( $N = 1$ ) наблюдались также полосы скольжения. При воздействии двух и четырех импульсов в зоне термического влияния (рис. 3в, 3г) трещины уже проходят через исходные зерна, зачастую не меняя направления. По-видимому, они распространяются в тонком поверхностном оплавленном

слое. На некоторых участках поверхности наблюдалось образование волнообразного рельефа и небольших наплывов, возникающих в результате плавления поверхностного слоя, а также редких капельных структур. При воздействии шести импульсов (рис. 3д) меняется характер трещин, они становятся плавными и изогнутыми, волнообразный рельеф поверхности – более выраженным и протяженным, появляется значительное количество капельных структур.

Более детально особенности изменения структуры поверхности исследовали с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) (рис. 4). Анализ РЭМ-изображений подтверждает основные закономерности, отмеченные выше: на всех изображениях поверхности в зоне термического влияния можно наблюдать трещины. При воздействии четырех и шести импульсов образуется сетка микротрещин, а наплывы и волно-

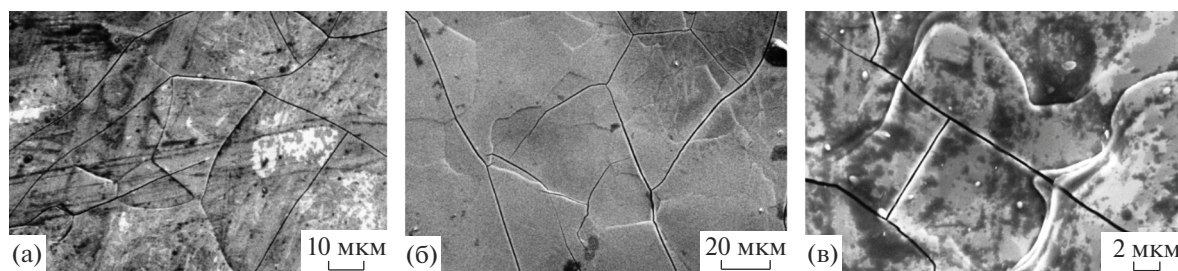


Рис. 4. РЭМ-изображения поверхности ванадия в зоне термического влияния лазерного излучения ( $q = 1.2 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>,  $\tau_0 = 50$  нс), количество импульсов  $N$ : а – 1; б – 2; в – 6.

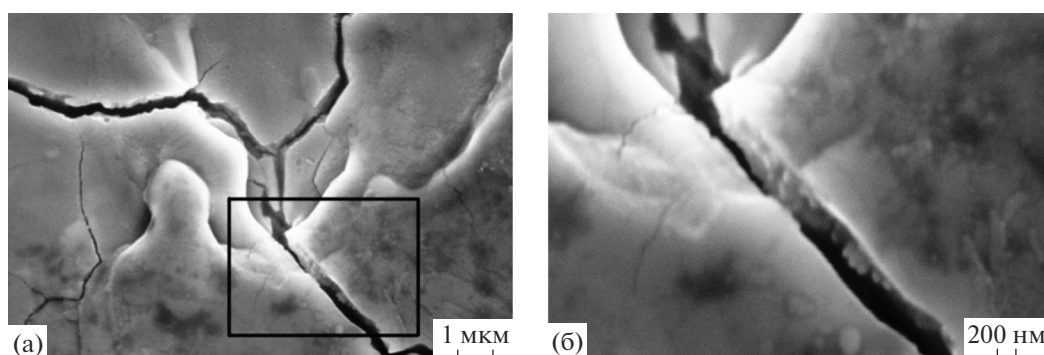


Рис. 5. Микроструктура приповерхностной зоны образца ванадия после четырех импульсов лазерного излучения в режиме модулированной добротности: а – общий вид ; б – увеличенное изображение фрагмента поверхности, выделенного на рис. 5а.

образный рельеф уже появляются, начиная с двух импульсов. Наличие микротрещин в области лунки и зоны термического влияния указывает на высокий уровень термических напряжений, возникающих в поверхностных слоях ванадия при воздействии лазерного излучения в режиме модулированной добротности. Характерно также, что уже при  $N = 4$  в области трещин можно наблюдать структуру (рис. 5), состоящую из ячеек размером 100–150 нм (рис. 5б). Аналогичный эффект наблюдали при облучении ванадия импульсными потоками ионов азота и азотной плазмы в установке “Плазменный фокус” [10].

Таким образом, структуры, представленные на рис. 3–5, свидетельствуют о том, что повышение суммарной поглощенной энергии при увеличении числа импульсов лазерного излучения приводит к росту числа поверхностных повреждений разнообразных типов, наблюдаемых одновременно на поверхности мишеней.

Далее необходимо коснуться некоторых особенностей процессов, происходящих при воздействии интенсивного лазерного излучения на вещество в режиме модулированной добротности, чтобы найти объяснение наблюдаемым экспериментальным фактам. Известно, что при воздействии на металлы коротких лазерных импульсов мощностью выше  $10^6$  Вт/см<sup>2</sup> происходит испарение материала мишени и формирование парового

облака, направленного навстречу лазерному лучу. Это приводит к ионизации пара и образованию плазменного облака [1, 11–14]. Плазменное облако за время импульса не успевает отойти от мишени и передает тепло образцу как за счет теплопроводности, так и за счет излучения из плазмы. В результате образуется лунка и появляется расплавленный слой материала на поверхности мишени [1, 11, 13]. В то же время плазма частично экранирует пятно облучения и передает часть энергии в периферийную зону – зону термического влияния. Завершается формирование структуры после окончания импульса на стадии затвердевания поверхностного слоя. В процессе затвердевания происходит сверхбыстрая кристаллизация жидкой фазы в форме волнообразного рельефа, протяженных напылов и капельных структур, а также возникают термические напряжения, что приводит к образованию микротрещин. Так как в зоне термического влияния тепловое воздействие лазерного излучения на поверхность значительно слабее, то характер повреждения поверхности в этой области мишени отличается от повреждения центральной зоны [15].

Наряду с изменением топографии поверхности материала в результате лазерной обработки наблюдались также изменения дифрактограмм образцов. На рис. 6 представлены дифрактограммы поверхности исходного образца мишеней

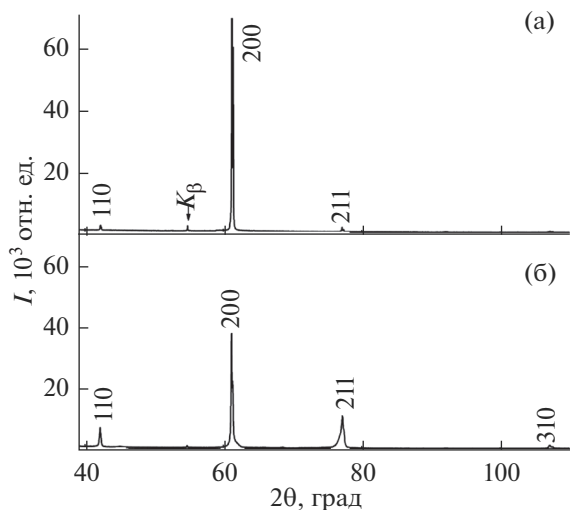


Рис. 6. Дифрактограммы поверхности ванадия до (а) и после (б) лазерного облучения.

(рис. 6а) и после воздействия одного импульса лазерного излучения (рис. 6б). Поскольку анализируемая при рентгеноструктурном анализе зона образца значительно больше диаметра лунки, для анализа провели сканирование (последовательное воздействие) лазерным импульсом поверхности мишени размером  $\sim 5 \times 5$  мм (один лазерный импульс в одну точку), с которой затем снимали

дифрактограмму и сравнивали с дифрактограммой исходного образца ванадия.

Из рис. 6 следует, что после облучения интенсивность пиков 200 заметно снижается и текстура [200], наблюдаемая в исходном образце, рассеивается. Наблюдается уширение профилей всех рефлексов, которое связано с возникновением различных, описанных выше, дефектов и микродеформаций на поверхности ванадия после облучения лазером вследствие нагрева и резкого охлаждения, а также с измельчением блоков областей когерентного рассеяния и возникновением термонапряжений. Наряду с этим увеличивается период решетки ( $3.022(2)$  Å до облучения,  $3.027(3)$  Å после облучения). Вероятно, это связано с примесями внедрения, которые ванадий поглощает из воздуха в процессе лазерной обработки. Кроме того, в режиме асимметричной съемки при фиксированном угле  $\theta = 5^\circ$ , когда анализируется более тонкий поверхностный слой, на дифрактограммах фиксируются линии оксида ванадия.

Известно, что поверхность первой стенки термоядерного реактора подвергается такому явлению, как радиационный блистеринг [16], в результате которого возникает ее шероховатость. В связи с этим представляет интерес оценка эффективности лазерной обработки при шероховатости поверхности. Для этого образцы ванадия предварительно облучали ионами аргона в режиме: доза  $10^{18}$  см $^{-2}$ ,  $E = 20$  кэВ. Это вызывает эро-

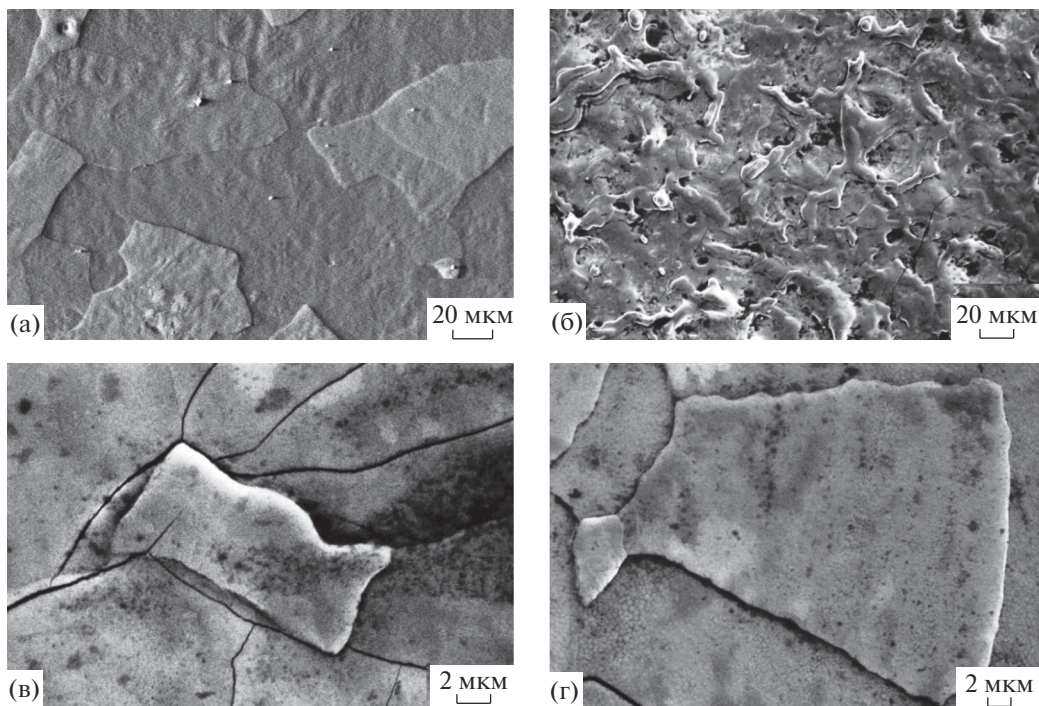


Рис. 7. РЭМ-изображения поверхности ванадия: а – после облучения ионами аргона до дозы  $10^{18}$  см $^{-2}$ ,  $E = 20$  кэВ; б–г – последовательная обработка ионами  $Ag^+$  и лазерным воздействием ( $N = 2$ ,  $q = 1.2 \times 10^8$  Вт/см $^2$ ): б – центральная зона; в, г – зона термического влияния.

зию поверхности по механизму флекинга [17] (рис. 7а). Затем провели их лазерную обработку (рис. 7б, 7в). Из рис. 7 следует, что предварительная обработка ионами  $\text{Ag}^+$  практически не влияет на характер повреждения поверхности в центральной зоне после лазерного облучения (рис. 7б и 2а). В зоне термического влияния значительно изменяется ее структура: наряду с трещинами можно видеть отколы локальных участков поверхности (рис. 7в, 7г и 4а). Таким образом, шероховатость поверхности, появляющаяся в результате радиационного блистеринга в условиях работы термоядерного реактора под воздействием ионов  $\text{He}^+$  и  $\text{H}^+$ , может усилить эрозию внутренней поверхности стенок реактора под влиянием мощных импульсных тепловых нагрузок.

Проведенные исследования изменений структурного состояния в поверхностных слоях ванадия под действием лазерного излучения представляют научный и практический интерес. Они позволяют наряду с импульсным облучением на радиационных установках разных типов (“Плазменный фокус”, “Плазменная пушка”, “Плазменный ускоритель”, импульсный электродинамический ускоритель МК-200) имитировать тепловые условия при воздействии термоядерной плазмы на материал в современных токамаках в экстремальных ситуациях типа срывов плазмы, вертикальных смещений и в так называемых краевых локализованных режимах [18–20].

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование влияния на структуру поверхности ванадия мощного импульсного лазерного излучения, создаваемого в установке ГОС 1001 в режиме модулированной добротности с плотностью мощности потока  $q = 1.2 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>, длительностью импульса  $\tau_0 = 50$  нс, числом импульсов  $N = 1-6$ .

Показано, что типичными повреждениями поверхности являются плавление материала, образование сетки микротрещин, формирование волнообразного рельефа и капельных структур. Наибольшей степенью повреждаемости характеризуется центральная зона, где наряду с указанными выше повреждениями наблюдаются отдельные капли металла, которые кристаллизуются по спирали. Смежная с центральной зоной облучения зона термического влияния повреждается существенно слабее, деградация поверхности возрастает с увеличением количества импульсов лазерного излучения.

Обнаружено, что в результате лазерной обработки наряду с изменением топографии поверхности материала также изменяются дифрактограммы образцов: рассеивается текстура, уширяются рентгеновские пики, увеличивается период решетки (3.022(2) Å до облучения, 3.027(3) Å после облучения).

Установлено, что шероховатость поверхности образцов, созданная в процессе предварительного облучения мишеней ионами аргона до дозы  $10^{18}$  см<sup>-2</sup>,  $E = 20$  кэВ, практически не влияет на характер ее повреждения в центральной зоне после лазерной обработки. В зоне термического влияния изменяется структура: наряду с трещинами наблюдается откол локальных участков поверхности.

Дальнейшие исследования использования лазерного излучения перспективны для моделирования экстремальных импульсных радиационно-термических воздействий на материалы энергонагруженных узлов термоядерных энергетических установок.

### БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено в рамках государственного задания № 075-00746-19-00.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Калинин Б.А., Якушин В.Л. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. М.: Издательский дом “Круглый год”, 2001. 528 с.
2. Грибков В.А., Демин А.С., Епифанов Н.А. и др. // Перспективные материалы. 2018. № 12. С. 15. <https://doi.org/10.30791/1028-978X-2018-12-15-27>
3. Vorobyev A.Y., Chunlei G. // Optics Express. 2006. V. 14. № 6. P. 2164.
4. Демина Е.В., Грибков В.А., Прусакова М.Д. и др. // Перспективные материалы. 2018. № 1. С. 39. <https://doi.org/10.30791/1028-978X-2018-12-34-45>
5. Морозов Е.В., Демин А.С., Пименов Е.Н. и др. // Физика и химия обработки материалов. 2017. № 4. С. 5.
6. Steudel A., Huber A., Kreter J. et al. Influence of the Base Temperature on the Performance of Tungsten under Thermal and Particle Exposure // Proceed. 22nd Int. Conf. on Plasma Surface Interaction. Rome, Italy, 2016. P. 16323.
7. Гусев В.М., Бушаров Н.П., Нафтулин С.М., Проничев А.М. // Приборы и техника эксперимента. 1969. Т. 4. С. 19.
8. Боровицкая И.В., Пименов Е.Н., Грибков В.А. и др. // Металлы. 2017. № 6. С. 30.
9. Чернов А.А. // Успехи физических наук. 1961. Т. LXXIII. Вып. 2. С. 277.
10. Боровицкая И.В., Никулин В.Я., Бондаренко Г.Г. и др. // Металлы. 2018. № 2. С. 54.
11. Кузнецов В.В. Эффекты фазовых переходов при воздействии на вещество энергии высокой плотности (на примере соударения металлов). Новосибирск: Институт геологии и геофизики, 1985. 72 с.
12. Анисимов С.И., Имас Я.А., Романов Г.С., Ходыко Ю.В. Действие излучения большой мощности на металлы. М.: Наука, 1970. 272 с.
13. Климов Ю.М., Майоров В.С., Хорошев М.В. Взаимодействие лазерного излучения с веществом. М.: МИИГАиК, 2014. 108 с.

14. Кристал М.А., Жуков А.А., Кокора А.Н. Структура и свойства сплавов, обработанных излучением лазера. М.: Металлургия. 1973. 192 с.
15. Бондаренко Г.Г., Иванов Л.И., Янушкевич В.А. // Физика и химия обработки материалов. 1973. № 4. С. 19.
16. Гусева М.И., Мартыненко Ю.В. // Успехи физических наук. 1981. Т. 135. Вып. 4. С. 671.
17. Боровицкая И.В., Данелян Л.С., Затекин В.В. и др. // ВАНТ. Сер. термояд. синтез. 2011. Вып. 2. С. 46.
18. Сиднев В.В., Скворцов Ю.В., Умрихин Н.М., Хамидулин Ф.Р. // ВАНТ. Сер. термояд. синтез. 1987. Вып. 2(12). С. 12.
19. Гомозов Л.И., Гусева М.И., Мансурова А.Н. и др. // Металлы. 1995. № 4. С. 86.
20. Масляев С.А., Пименов В.Н., Платов Ю.М. и др. // Перспективные материалы. 1998. № 3. С. 39.

## Peculiarities of Vanadium Surface Damage under Pulsed Laser Irradiation

I. V. Borovitskaya<sup>1</sup>, \*, S. N. Korshunov<sup>2</sup>, A. N. Mansurova<sup>2</sup>, \*\*, A. B. Mikhailova<sup>1</sup>, V. V. Paramonova<sup>1</sup>,  
G. G. Bondarenko<sup>3</sup>, A. I. Gaidar<sup>4</sup>, E. E. Kazilin<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Baikov Institute of Metallurgy and Material Science of RAS, Moscow, 119334 Russia*

<sup>2</sup>*National Research Center "Kurchatovskiy Institute", Moscow, 123182 Russia*

<sup>3</sup>*National Research University "Higher School of Economics", Moscow, 101000 Russia*

<sup>4</sup>*Research Institute of Advanced Materials and Technology, Moscow, 115054 Russia*

\*e-mail: symp@imet.ac.ru

\*\*e-mail: ang.2008@mail.ru

The damage features of the vanadium surface layer under the action of pulsed laser radiation are studied. Laser irradiation of the samples has been carried out in air using the GOS 1001 installation in the modulated  $q$ -factor mode with a flux density  $q = 1.2 \times 10^8 \text{ W/cm}^2$ , pulse duration  $\tau_0 = 50 \text{ ns}$ , the number of pulses  $N = 1-6$ . The typical surface damages are shown to be melting of the material, formation of the grid of microcracks, formation of wave-like relief and drip structures. The central zone is characterized by the highest degree of damage, where there are also individual drops of metal that are crystallized like a spiral. The zone of thermal influence, adjacent to the central zone of irradiation, is damaged much weaker. The degradation of the surface increases with the increase in the number of laser pulses. As a result of laser processing, along with the change in the surface topography, the diffractograms of the samples also change: the texture weakens, vanadium oxide lines appear, the peaks become wider, the lattice period increases ( $3.022 \text{ \AA}$  before irradiation,  $3.027 \text{ \AA}$  after irradiation). It is found that the preliminary irradiation of samples with argon ions, dose  $10^{22} \text{ m}^{-2}$ ,  $E = 20 \text{ keV}$ , practically does not affect the nature of surface damage in the central zone after laser treatment, whereas in the adjacent zone of thermal influence there is a break of local surface areas.

**Keywords:** vanadium, surface topography, pulsed laser irradiation, damage, X-ray diffraction analysis, scanning electron microscopy, lattice parameter.