

УДК 621.7;621.039.531:546.881

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ ВАНАДИЯ В УСЛОВИЯХ РАЗДЕЛЬНОГО И ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ ИОНОВ ГЕЛИЯ И ИМПУЛЬСНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2021 г. И. В. Боровицкая^{a, *}, С. Н. Коршунов^b, А. Н. Мансурова^{b, **},
Г. Г. Бондаренко^{c, d}, А. И. Гайдар^d, Е. Е. Казилин^a, В. В. Парамонова^a

^aИнститут металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия

^bНациональный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, 119334 Россия

^cНациональный исследовательский университет “Высшая школа экономики”,
101000 Москва, 123182 Россия

^dНаучно-исследовательский институт перспективных материалов и технологий,
Москва, 115054 Россия

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

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

Поступила в редакцию 22.02.2020 г.

После доработки 20.05.2020 г.

Принята к публикации 25.05.2020 г.

Исследованы изменения морфологии поверхности ванадия в результате отдельного и последовательного воздействия ионов гелия (энергия составляла 30 кэВ, доза – $1.0 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$, плотность потока ионов – $4.8 \times 10^{18} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$, температура $\sim 500 \text{ К}$) и мощного импульсного лазерного излучения в режиме модулированной добротности (плотность мощности $q = 1.2 \times 10^{12} \text{ Вт/м}^2$, длительность импульса $\tau_0 = 50 \text{ нс}$, число импульсов N варьировалось от 1 до 4). Установлено, что результат воздействия лазерного облучения на образцы ванадия до и после ионной имплантации идентичен (образование лунки, окруженной бруствером, возникшим при выплеске расплавленного металла), причем в случае предварительного внедрения гелия в материал выплеск металла более интенсивен. Имплантация гелия в образцы вызывает радиационный блистеринг, и последующее воздействие лазерных импульсов увеличивает эрозию материала в зоне, расположенной непосредственно за бруствером (увеличение числа отшелушенных слоев, слияние блистеров и т.д.), что, вероятно, обусловлено достаточно высокими температурами и термическими напряжениями в этой области (даже после прекращения действия лазерного импульса). В условиях работы реактора – это может привести к увеличению загрязнения плазмы. Показано, что разрушения мишени внутри лунки для исходных образцов ванадия характеризуются наличием редких трещин, волнообразных и капельных структур, наплывов, тогда как для образцов, предварительно облученных гелием, наряду с указанными изменениями, внутри лунки не обнаружены трещины, но наблюдаются участки с кипением материала.

Ключевые слова: ванадий, ионы гелия, морфология поверхности, импульсное лазерное облучение, повреждаемость, растровая электронная микроскопия, синергетические эффекты.

DOI: 10.31857/S1028096021040038

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для обработки поверхности материалов с целью моделирования воздействия возможных срывов плазмы в установках термоядерного синтеза, широко применяется лазерное излучение. Кроме того, особое внимание уделяется исследованию совместного влияния облучений разного типа, которые будут наблюдаться в реальных условиях работы реактора, когда весьма

важными могут оказаться синергетические эффекты [1–7].

Целью данной работы было выявление закономерностей изменения морфологии поверхности образцов при последовательном облучении ионами He^+ и мощными лазерными импульсами на примере ванадия, являющегося основой ряда малоактивируемых сплавов, разрабатываемых для применения в качестве конструкционных и функциональных материалов в установках термо-

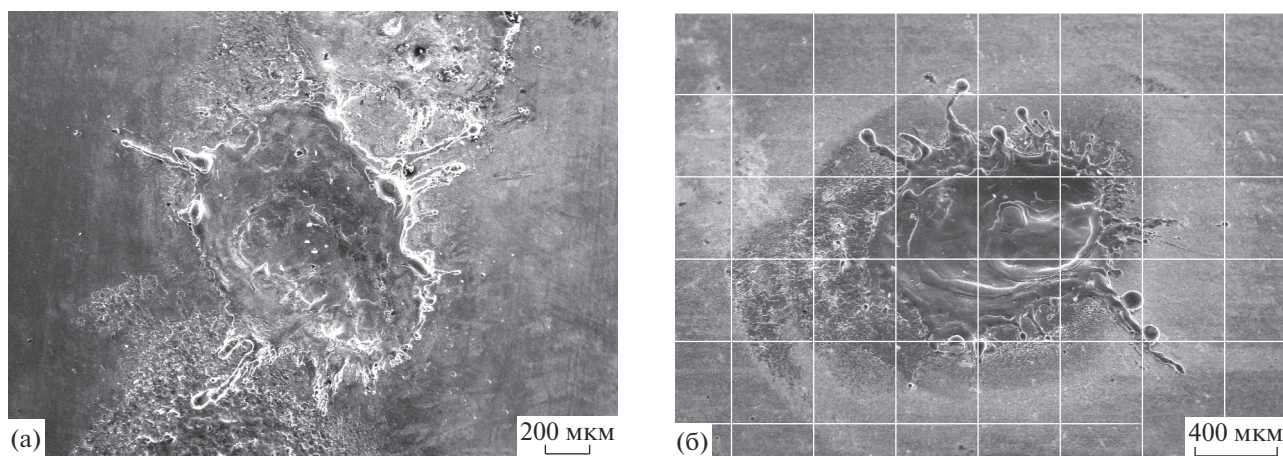


Рис. 1. Типичный характер разрушения поверхности образцов ванадия после воздействия лазерного излучения (1 имп.) в режиме модулированной добротности: а – исходного (отожженного) ванадия, б – предварительно облученного ионами гелия.

ядерного синтеза. Для выявления синергетического эффекта в изменении морфологии поверхности мишени при совместном воздействии ионов гелия и импульсного лазерного излучения исследовалось также раздельное влияние этих видов обработки на образцы.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы были вырезаны из холоднокатаного листового ванадия марки ВНМ-1 (V – основа, примеси внедрения, мас. %: С – 0.021, N – 0.003, O < 0.025) толщиной ~1 мм. Для подготовки поверхности образцов применялись стандартные процедуры полировки.

Эксперименты по имплантации ионов He^+ в ванадий проводились на ускорителе с масс-сепарацией ионов ИЛУ (НИЦ “Курчатовский институт”) [8]. Энергия ионов гелия составляла 30 кэВ, доза – $1.0 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ при плотности потока ионов $4.8 \times 10^{18} \text{ м}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$. Температура мишеней в процессе облучения равнялась ~500 К.

Лазерное облучение образцов осуществлялось в вакууме с использованием установки ГОС 1001 в режиме модулированной добротности (МД) с плотностью мощности потока q , равной $1.2 \times 10^{12} \text{ Вт/м}^2$, длительностью импульса $\tau_0 = 50 \text{ нс}$, числом импульсов от 1 до 4.

Топографию поверхности образцов исследовали до и после облучения в растровом электронном микроскопе EVO 40 фирмы Zeiss.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлен типичный характер разрушения поверхности исходного ванадия (рис. 1а)

и ванадия, предварительно облученного ионами гелия (рис. 1б), в результате воздействия лазерного излучения в вакууме в режиме модулированной добротности с плотностью мощности потока q , равной $1.2 \times 10^{12} \text{ Вт/м}^2$, длительностью импульса $\tau_0 = 50 \text{ нс}$.

Из анализа рис. 1 следует идентичность характера разрушения мишеней: образование лунки и бруствера вокруг нее. Процесс разрушения металлов при мощном импульсном лазерном облучении рассмотрен в ряде работ [9–13]. Однако полной соответствующей теоретической модели процесса до сих пор не создано из-за многообразия и крайней сложности одновременно протекающих процессов. Тем не менее, из литературных данных известно, что при воздействии коротких лазерных импульсов на металлы при мощности выше 10^{10} Вт/м^2 происходит испарение материала мишени (так как энергия излучения выделяется в малом объеме за короткий промежуток времени) и формирование парового облака, направленного навстречу лазерному лучу. Это приводит к ионизации пара и образованию плазменного облака. 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 наблюдается появление расплавленного слоя материала и образование лунки. Струя парожидкостной смеси плавит и размывает стенки лунки, увеличивая ее диаметр. Расплавленный металл выбрасывается наружу и (застывая) образует бруствер, выходящий из лунки и несколько приподнятый над поверхностью металла, который заканчивается остроконечными выплесками – языками. Часто на их концах, а также на поверхности образца за бруствером наблюдаются сферические капли застывшего металла (рис. 1).

Жидкая фаза, составляющая в продуктах разрушения значительный объем, вытесняется из лунки избыточным давлением вылетающего с большой скоростью металлического пара, причем плавление и вымывание жидкого металла из лунки к концу процесса воздействия излучения становится основным механизмом разрушения [10, 12]. К факторам, способствующим возникновению выплеска и обуславливающим существенную его роль в процессе разрушения, следует отнести наличие в металлах значительных количеств растворенных газов. Быстрый нагрев вызывает их выделение, что обуславливает вскипание и более интенсивный выплеск материала мишеней, в частности, в области бруствера. Важно отметить, что наличие дополнительно имплантированного гелия может усилить этот процесс (рис. 1б). Используя рис. 1б, можно также оценить размер лунки, который составляет ~ 1 мм, и общий размер разрушения ~ 2.8 мм.

На рис. 2 показаны капли застывшего металла, которые образуются на разрушенной поверхности образцов, причем некоторые из них кристаллизуются подобно спирали. 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 [14]. В работе [14] 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. В случае, представленном на рис. 2, в области, соответствующей раскрывшейся капле, можно увидеть, что ее объем заполнен пузырьками. По-видимому, это выделяющийся из мишени газ.

Рис. 3 иллюстрирует структуру поверхности внутри лунки для исходных образцов ванадия и для образцов, предварительно облученных ионами гелия после воздействия на материал лазерного излучения. В обоих случаях в результате плавления материала можно наблюдать наплывы, капельные и волнообразные структуры (рис. 3а, 3в), причем при наличии гелия эти изменения имеют более выраженный характер. Однако имеются и различия. Так, в исходных образцах внутри лунки присутствуют редкие трещины (рис. 3б), отсутствующие в мишенях, предварительно имплантированных гелием (рис. 3в, 3г). Кроме того, в образцах с гелием можно видеть раскрывшиеся пузырьки — следы кипения материала. В образцах после имплантации содержится дополнительный газ — гелий, следовательно, образование пузырьков в нем идет более интенсивно, при этом они выходят на поверхность, их купола разрушаются, в результате чего формируется представленная на рис. 3г губчатая структура.

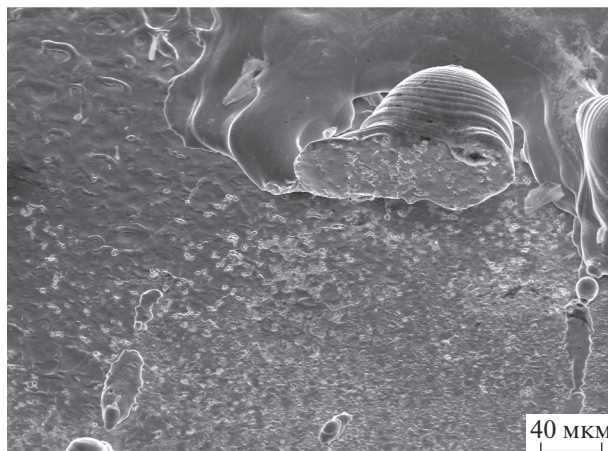


Рис. 2. Капельные структуры, образующиеся на поверхности образцов ванадия после воздействия лазерного излучения.

Ранее нами были проведены исследования влияния особенностей повреждения поверхностного слоя ванадия под действием импульсного лазерного облучения, которое проводили на воздухе с использованием установки ГОС 1001 в аналогичных режимах. В этих экспериментах было обнаружено, что наряду с плавлением материала и образованием капельных структур под воздействием лазерного излучения происходит формирование сетки микротрещин в центральной зоне и в прилегающей к ней зоне, так называемой зоне термического влияния [15]. При облучении в вакууме ярко выраженных микротрещин, а тем более сетки микротрещин не наблюдается. Это связано с тем, что ванадий в процессе лазерной обработки на воздухе поглощает из него примеси внедрения (O, N), и поверхность становится хрупкой. Поэтому в процессе затвердевания и кристаллизации жидкой фазы, когда возникают термические напряжения, в более хрупком материале образуются микротрещины.

На рис. 4 показана структура на поверхности ванадия после облучения только ионами гелия в режиме: $E = 30$ кэВ, доза $1.0 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$ при $T_{\text{обл}} \approx 500$ К. Видно, что после этого режима облучения на поверхности образуются блистеры, что соответствует теории радиационного блистеринга [16, 17]. При этом у части из них крышки вскрылись, у части — оторвались. После воздействия на такую мишень лазерного излучения структура поверхности резко изменяется в зоне, прилегающей к лунке: вероятно, испаряется верхний слой, затем отшелушивается новый слой, под которым образуются новые блистеры, у части которых крышки оторвались, а у другой части оплавившись, причем некоторые блистеры слились (рис. 5а, 5б). При этом на дне блистеров образовались более крупные пузырьки с меньшей плотностью по

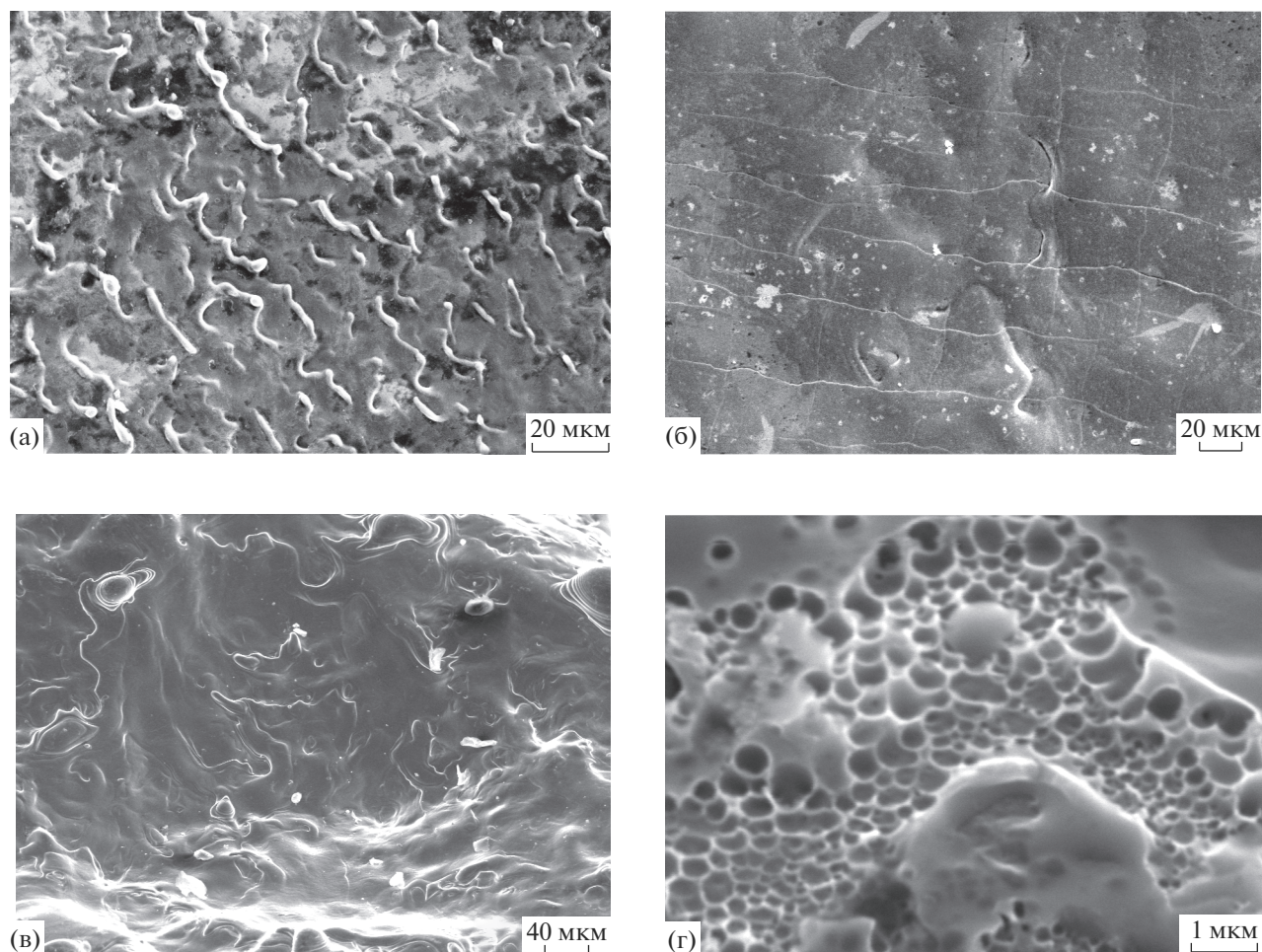


Рис. 3. Характерные виды разрушения поверхности внутри лунки для образцов ванадия в результате воздействия лазерного облучения в вакууме в режиме модулированной добротности с плотностью мощности потока, равной 1.2×10^{12} Вт/м², длительностью импульса $\tau_0 = 50$ нс: а, б – в результате лазерного облучения исходных образцов; в, г – в результате лазерного облучения образцов, предварительно имплантированных ионами гелия.

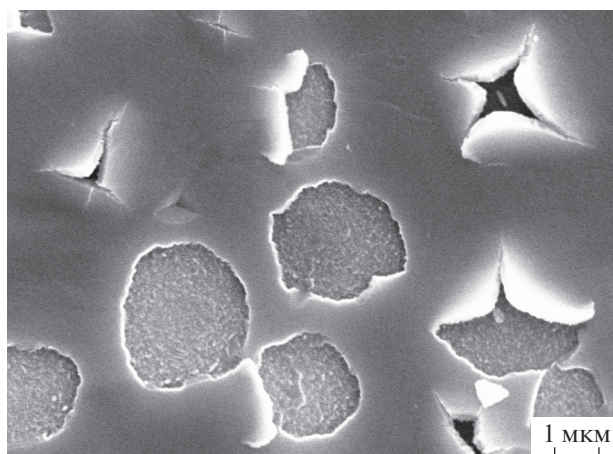


Рис. 4. Типичная структура поверхности ванадия после облучения ионами гелия в режиме: $E = 30$ кэВ, доза 1.0×10^{22} м⁻² при $T_{\text{обл}} \approx 500$ К.

сравнению с первоначальным облучением (рис. 4). Это свидетельствует о том, что в результате обработки лазерным пучком в данной области мишени возникают достаточно высокие температуры и термические напряжения, увеличивающие эрозию материала. Кроме того, это свидетельствует о значительном количестве гелия, оставшегося в мишени после первого вскрытия блистеров, что способствует образованию еще нескольких поколений отшелушенных слоев. При удалении от лунки эти эффекты становятся менее выраженными (рис. 5в).

В работе [15] показано, что в результате лазерной обработки на воздухе образцов ванадия, предварительно облученных ионами аргона, характер повреждения поверхности в зоне, прилегающей к центральному пятну, претерпевает значительные изменения: происходят отколы локальных участков поверхности. Стоит заметить,

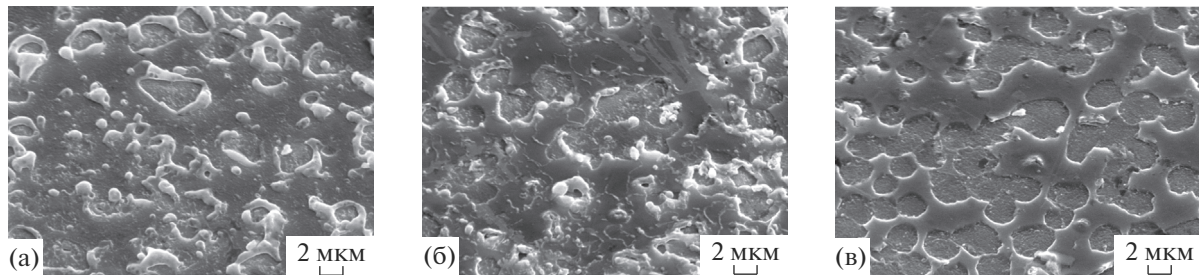


Рис. 5. Типичная структура участков поверхности ванадия (по мере удаления от лунки), последовательно облученного ионами гелия и лазерными импульсами.

что индивидуальное облучение аргоном вызывало эрозию поверхности по механизму флекинга, тогда как эрозия поверхности в данной работе при облучении гелием вызвана блистерингом.

Таким образом, проведенные исследования подтверждают необходимость учета эффекта синергизма при последовательном воздействии ионного и лазерного облучения. Стоит отметить, что различные виды синергетических эффектов описаны в ряде работ [8, 18, 19]. В данном случае, синергетический эффект заключается в увеличении эрозии материала в зоне, прилегающей к лунке. В реальных условиях реактора это может привести к увеличению загрязнения плазмы.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование влияния мощного импульсного лазерного излучения, создаваемого в установке ГОС 1001 в режиме модулированной добротности (с плотностью мощности потока q , равной 1.2×10^{12} Вт/м², длительностью импульса $\tau_0 = 50$ нс, числом импульсов N , изменяющимся от 1 до 4 в вакууме), на структуру поверхности образцов ванадия в исходном состоянии и после имплантации ионов гелия (энергия – 30 кэВ, доза – 1.0×10^{22} м⁻², плотность потока ионов – 4.8×10^{18} м⁻² · с⁻¹, температура ~500 К).

Установлено, что общей чертой разрушения мишеней является образование лунки, окруженной бруствером. Бруствер формируется при застывании расплавленного металла, который выбрасывается из лунки, причем в случае предварительного внедрения гелия в материал выплеск металла более интенсивен.

Обнаружено, что имплантация гелия в образцы ванадия вызывает радиационный блистеринг; последующее воздействие мощных лазерных импульсов, создающих нестационарные тепловые потоки, увеличивает эрозию материала в зоне, расположенной непосредственно за бруствером (увеличение числа отшелушенных слоев, слияние блистеров и т.д.). В реальных условиях реактора

это может привести к увеличению загрязнения плазмы.

Показано, что при воздействии лазерного излучения разрушение мишени внутри образовавшейся лунки для отожженных образцов ванадия характеризуется наличием редких трещин, наплывов, капельных и волнообразных структур. Для такого же рода образцов, но предварительно облученных гелием, наряду с указанными изменениями, в поверхностном слое наблюдалась губчатая структура, обусловленная кипением материала, трещины при этом обнаружены не были.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках государственного задания ИМЕТ РАН № 075-00947-20-00.

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. Vorobyev A.Y., Chunlei Guo // Optics Express. 2006. V. 14. P. 2164.
3. Henc-Bartolic V., Kunze H.-J., Kovacevic E., Stubicar M. // Acta Physica Slovaca. 2004. V. 54. P. 251.
4. Steudel A., Huber A., Kreter J., Linke G., Sergienko B., Unterberg M. // Proceedings of the 22nd International Conference on Plasma Surface Interaction. 2016. P. 16323.
5. Морозов Е.В., Демин А.С., Пименов В.Н., Грибков В.А., Рошупкин В.В., Масляев С.А., Латышев С.В., Демина Е.В., Казилин Е.Е., Кольцов А.Г., Бондаренко Г.Г., Гайдар А.И. // ФХОМ. 2017. № 4. С. 5.
6. Масляев С.А., Морозов Е.В., Ромахин П.А., Грибков В.А., Демин А.С., Епифанов Н.А., Казилин Е.Е., Латышев С.В., Масляев С.А., Морозов Е.В., Сасиновская И.П., Сиротинкин В.П., Миньков К.Н., Падух М. // Перспективные материалы. 2018. № 12. С. 15.
7. Коршунов С.Н., Мартыненко Ю.В., Столярова В.Г. // ВАНТ. Сер. т/я синтез. 2010. Вып. 4. С. 20.

8. Гусев В.М., Бушаров Н.П., Нафтулин С.М., Проничев А.М. // Приборы и техника эксперимента. 1969. Т. 4. С. 19.
9. Bondarenko G.G., Ivanov L.I., Yanushkevich V.A. // Fizika Metallov i Metallovedenie. 1973. V. 36. Issue 4. P. 879.
10. Кузнецов В.В. Эффекты фазовых переходов при воздействии на вещество энергии высокой плотности (на примере соударения металлов). АН СССР, Сибирское отделение, Институт геологии и геофизики. Новосибирск. 1985. 72 с.
11. Анисимов С.И., Имас Я.А., Романов Г.С., Ходыко Ю.В. Действие излучения большой мощности на металлы. М.: Издательство Наука, 1970. 272 с.
12. Климов Ю.М., Майоров В.С., Хорошев М.В. Взаимодействие лазерного излучения с веществом. Учебное пособие. М.: Издательство МИИГА и К, 2014. 108 с.
13. Кристал М.А., Жуков А.А., Кокора А.Н. Структура и свойства сплавов, обработанных излучением лазера. М.: Издательство Металлургия, 1973. 192 с.
14. Боровицкая И.В., Пименов Е.Н., Грибков В.А., Падох М., Бондаренко Г.Г., Гайдар А.И., Парамонова В.В., Морозов Е.В. // Металлы. 2017. № 6. С. 30.
15. Боровицкая И.В., Кориунов С.Н., Мансурова А.Н., Михайлова А.Б., Парамонова В.В., Бондаренко Г.Г., Гайдар А.И., Казилин Е.Е. // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2020. № 5. С. 56. <https://doi.org/10.1134/S1028096020020065>
16. Гусева М.И., Мартыненко Ю.В. // Успехи физ. наук. 1981. Т. 135. Вып. 4. С. 671.
17. Бондаренко Г.Г. // Радиационная физика, структура и прочность твердых тел: учебное пособие. М.: Изд-во Лаборатория знаний, 2016. 462 с.
18. Гусева М.И., Иванов С.М., Мансурова А.Н. // Атомная энергия. 1983. Т. 55. С. 366.
19. Гусева М.И., Иванов С.М., Мансурова А.Н. // Поверхность. Физика, химия, механика. 1987. № 5. С. 116.

Peculiarities of Structural Changes in the Surface Layers of Vanadium under Separate and Sequent Helium Ions and Pulse Laser Irradiation

I. V. Borovitskaya^{1,*}, S. N. Korshunov², A. N. Mansurova^{2,**}, G. G. Bondarenko^{3,4}, A. I. Gaidar⁴, E. E. Kazilin¹, V. V. Paramonova¹

¹*Baikov Institute of Metallurgy and Material Science of the Russian Academy of Science, Moscow, 119334 Russia*

²*National Research Center "Kurchatovskiy Institute", Moscow, 123182 Russia*

³*National Research University Higher School of Economics, Moscow, 101000 Russia*

⁴*Research Institute of Advanced Materials and Technology, Moscow, 115054 Russia*

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

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

Changes in the morphology of the vanadium surface as a result of separate and sequential action of helium ions (energy 30 keV, dose $1.0 \times 10^{22} \text{ m}^{-2}$, ion flux density $4.8 \times 10^{18} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$, temperature $\sim 500 \text{ K}$) and high-power pulsed laser radiation in the modulated q -factor mode (power density $q = 1.2 \times 10^{12} \text{ W/m}^2$, pulse duration $\tau_0 = 50 \text{ ns}$, the number of pulses N from 1 to 4) were investigated. It was found that the effect of laser irradiation on vanadium samples before and after ion implantation is identical (the formation of a hole surrounded by a breastwork, which occurred during the splash of molten metal), but in the case of preliminary introduction of helium into the material, the metal splash is more intense. Helium implantation into the samples causes radiation blistering, and the subsequent impact of laser pulses increases the erosion of the material in the zone located directly behind the hole (an increase in the number of exfoliated layers, the merger of blisters, etc.), which is due to sufficiently high temperatures in this area even after the termination of the laser pulse. Under real reactor conditions, this can lead to an increase of plasma contamination. It is shown that the destruction of the target inside the hole for the initial vanadium samples is characterized by the presence of rare cracks, influxes, flow of molten metal, while for samples previously irradiated with helium, along with these changes, no cracks were found inside the hole, but areas with boiling material were observed.

Keywords: vanadium, helium ions, surface morphology, pulsed laser irradiation, damage, scanning electron microscopy, synergetic effects.