Письма в ЖЭТФ, том 98, вып. 7, с. 439 – 444

Реализация предельных значений объемной и сдвиговой прочности железа при воздействии фемтосекундных лазерных импульсов

С. И. Ашитков[1]*, П. С. Комаров, М. Б. Агранат, Г. И. Канель, В. Е. Фортов*

Объединенный институт высоких температур РАН, 125412 Москва, Россия

Поступила в редакцию 9 августа 2013 г.

Интерферометрическим методом с применением частотно-модулированной диагностики в пикосекундном временном диапазоне проведены исследования ударно-волновых явлений, генерируемых фемтосекундными лазерными импульсами в пленочных образцах железа субмикронной толщины. Зарегистрировано расщепление ударной волны на упругую и пластическую с напряжением сжатия за фронтом упругого предвестника до 27.5 ГПа. Соответствующее значение максимального сдвигового напряжения достигает 7.9 ГПа, что даже несколько выше расчетной величины идеальной сдвиговой прочности. Измеренные значения откольной прочности достигают 20.3 ГПа, что также сопоставимо с расчетными значениями идеальной прочности на растяжение.

DOI: 10.7868/S0370274X13190065

С появлением мощных фемтосекундных лазеров стало возможным изучение поведения материалов при предельно высоких скоростях приложения механической нагрузки. Эти сведения нужны для развития физической теории прочности и пластичности материалов, построения моделей и определяющих соотношений для расчетного прогнозирования интенсивных импульсных воздействий на материалы и конструкции в широком диапазоне параметров нагрузки, создания экспериментальной базы для тестирования результатов атомистического моделирования такого рода воздействий. Результаты первых исследований [1–7] ударно-волновых явлений в тонкопленочных металлических образцах, генерируемых фемтосекундными лазерными импульсами, выявили возможность реализации в этих условиях сдвиговых и растягивающих напряжений, близких к предельно возможным ("идеальным" [8–11]) значениям сдвиговой и объемной прочности. Важно также, что полученные разными способами наборы экспериментальных данных в широком диапазоне длительностей нагрузки описываются едиными зависимостями сопротивления деформированию и разрушению от скорости деформации [12]. Подобные работы вызвали значительный интерес, что стимулирует дальнейшие экспериментальные исследования в этом направлении.

В данной работе в продолжение выполненных ранее экспериментальных исследований динамики импульсов ударного сжатия пикосекундной длительности в алюминии осуществлены измерения эволюции ударных волн в субмикронных образцах железа. В отличие от алюминия с гранецентрированной кубической структурой железо имеет менее плотную и более жесткую объемно-центрированную кубическую кристаллическую структуру. При давлении 13 ГПа железо претерпевает полиморфное превращение $\alpha \to \epsilon$. При этом ϵ-фаза высокого давления имеет гексагональную плотноупакованную структуру. Расчеты методами молекулярной динамики [4] указывают на совмещение начала пластической деформации и полиморфного превращения $\alpha \to \epsilon$. Соответствующие значения напряжения сжатия чувствительны к используемому потенциалу межчастичного взаимодействия и варьируются с изменением направления ударного сжатия.

Измерения динамического предела упругости и давления превращения осуществляются путем регистрации волнового профиля скорости или давления. В настоящей работе для этих измерений применялась интерферометрическая методика регистрации с использованием субнаносекундного частотно-модулированного (чирпированного) диагностического импульса. Данный метод позволяет регистрировать в одном опыте с пикосекундным временным разрешением историю пространственно неоднородного движения тыльной поверхности образца при выходе на нее импульса ударного сжатия [2, 3, 13–16]. Применение фурье-анализа регистрируемых интерферограмм, а также сопоставление фазовых изображений, полученных до опыта и в процессе выхода волны сжатия, обеспечивают точность измерения величины

[1] e-mail: ashitkov11@yandex.ru

смещения поверхности мишени на уровне нескольких нанометров. В отличие от многоимпульсных pump-probe методов [1, 16], используемая одноимпульсная методика обеспечивает гораздо более высокую степень надежности измерений и может быть применена для изучения воспроизводимости и статистики ударно-волновых явлений в тонкопленочных образцах.

Источником нагревающих и диагностических импульсов служила титан-сапфировая лазерная система, собранная по схеме усиления чирпированных импульсов и состоящая из задающего генератора, стретчера, регенеративного усилителя и компрессора. Небольшая часть излучения с переменной частотой после усилителя отводилась из оптического тракта лазера. Она служила для диагностики исследуемых ударно-волновых явлений. Частотно-модулированный (чирпированный) диагностический импульс длительностью 300 пс с шириной спектра 40 нм и центральной длиной волны 795 нм, проходя оптическую линию задержки, поступал на отражающую поверхность образца, являющуюся составной частью интерферометра Майкельсона.

Более мощный импульс накачки с длительностью 100 фс после компрессора под углом 45° фокусировался линзой с фокусным расстоянием 30 см через стеклянную подложку на поверхность плоского образца. Пятно фокусировки имело гауссово пространственное распределение интенсивности с диаметром 40 мкм по уровню e^{-1}. Поглощение излучения накачки в поверхностном слое металла сопровождалось генерацией импульса сжатия, распространяющегося по направлению к тыльной свободной поверхности образца и приводящего последнюю в движение. Механизм генерации ультракоротких ударных волн в металлах с помощью фемтосекундных оптических импульсов рассматривался ранее в работах [17]. Энергия импульсов варьировалась с помощью поляризационного ослабителя и контролировалась калиброванным фотоприемником. После каждого лазерного воздействия исследуемый образец перемещался на новое место с помощью трехкоординатного микроманипулятора на расстояние примерно 300 мкм. Этим обеспечивалось отсутствие перекрытий модифицированных областей мишени от выстрела к выстрелу.

Исследуемыми образцами являлись пленки железа толщиной 150 мкм, нанесенные на стеклянные подложки методом магнетронного напыления. Толщина образцов, измеренная с помощью атомно-силового микроскопа непосредственно на участке проведения экспериментов размером примерно в 1 мм^2, составила 250±5 и 540±5 нм. Лазерное воздействие осуществлялось со стороны стеклянной подложки.

Диагностическая часть установки представляет собой интерферометр Майкельсона с переносом изображения поверхности мишени, сопряженный с дифракционным спектрометром Acton 2300i. ПЗС (прибор с зарядовой связью) камера на выходе спектрометра регистрировала двумерную интерферограмму. Продольная координата последней представляла собой развертку спектра частотно-модулированного диагностического импульса, в которой каждой длине волны соответствовал определенный момент времени [15]. Применяемый алгоритм фурье-анализа двумерных интерферограмм [18] с процедурой нормировки фазовых распределений обеспечивает погрешность измерения сдвига фазы диагностического импульса на уровне $\delta\varphi \approx \approx 0.01$ рад. Это соответствует погрешности определения величины смещения поверхности на уровне $\delta z \leq \leq (1{-}2)$ нм.

Реализованная схема измерений обеспечивала непрерывную регистрацию смещения поверхности образца как функции времени с пространственным разрешением $\delta y \approx 2$ мкм по радиальной координате в плоскости мишени и с временным разрешением, определяемым дисперсией спектрометра. При использовании дифракционной решетки 600 штр./мм схема измерений обеспечивала регистрацию смещения поверхности во временном диапазоне 0–230 пс с временным разрешением $\delta t \approx 1$ пс. Калибровка временного диапазона с помощью оптической линии задержки показала, что связь между длиной волны и временем в частотно-модулированном импульсе является линейной.

При значениях плотности энергии нагревающих импульсов $F_0 \geq 4$ Дж/см^2, как и в работе [19], нами наблюдалось ограничение амплитуды генерируемых импульсов ударного сжатия в связи с возникновением оптического пробоя в стеклянной подложке испытуемых образцов. В связи с этим эксперименты проводились при меньших значениях плотности энергии.

На рис. 1 сопоставлены результаты опытов с пленочными образцами железа толщиной 250 нм при двух значениях плотности энергии в центре фокального пятна лазерного импульса при использовании двух методов регистрации истории смещения поверхности образца. Профили построены для центральной части области воздействия с интегрированием по пространственному интервалу ±2 мкм, что соответствует диапазону вариации плотности энергии падающего излучения $\Delta F/F_0 = 0.01$. Как и следова-

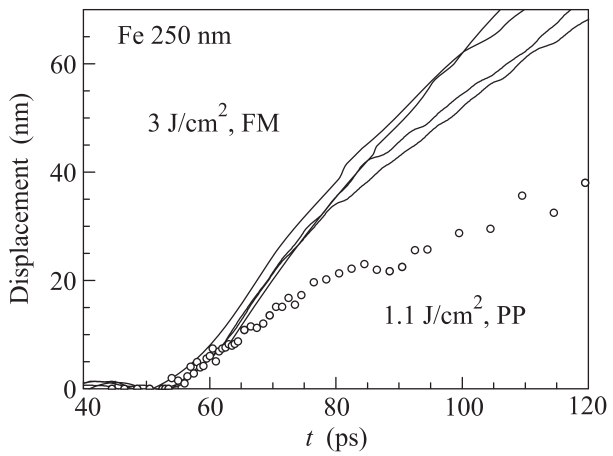

Рис. 1. Результаты измерений историй смещения свободной тыльной поверхности пленочного образца железа с применением частотно-модулированного (FM) диагностического импульса (линии) и метода pump-probe (PP, точки) при значениях плотности энергии в центре фокального пятна 3 и 1.1 Дж/см^2. Здесь и далее на графиках нулевой момент времени выбран произвольно

ло ожидать, профили смещения, измеренные в одном опыте с применением частотно-модулированного (FM) диагностического импульса, содержат меньше хаотических осцилляций, чем аналогичные данные, полученные методом pump-probe в серии однотипных опытов.

При постоянной плотности энергии лазерного импульса наблюдается хорошая воспроизводимость результатов измерений на начальном участке движения поверхности. Небольшое относительное смещение волновых профилей по оси времени на этом участке, вероятно, объясняется непостоянством толщины образца. Разброс точек на истории смещения, полученной методом pump-probe, примерно равен смещению друг относительно друга профилей смещения, полученных методом FM. Значительное расхождение историй смещения на временах $t \geq 80$ пс связано с процессом откольного разрушения при отражении импульса сжатия от поверхности, что будет обсуждаться ниже. При трехкратном различии в плотности энергии лазерного импульса наклон начального участка профиля смещения $z(t)$, а следовательно, и значения скорости на этом участке остаются неизменными. При $F_0 = 3$ Дж/см^2 за начальным участком следует дальнейший рост скорости, т.е. регистрируются последовательно две волны сжатия. При $F_0 = 1.1$ Дж/см^2 этой особенности не наблюдается.

На рис. 2 приведен пример обработки профиля смещения. Профиль скорости свободной поверхности

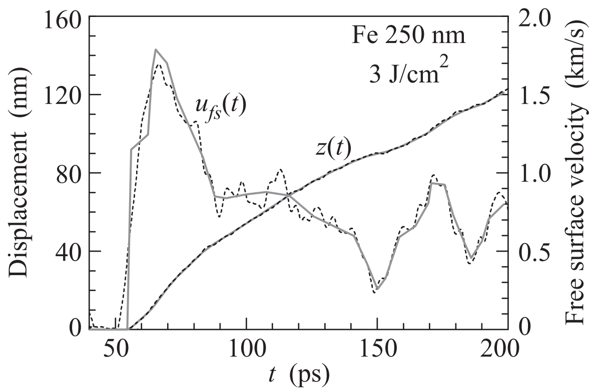

Рис. 2. Пример обработки одного из представленных на рис. 1 профилей смещения $z(t)$ для образца толщиной 250 нм. Пунктирными линиями показаны измеренный профиль смещения и профиль скорости свободной поверхности, полученный дифференцированием сглаженного профиля $z(t)$. Сплошные линии – результаты итерационной обработки

$u_{fs}(t)$ получен путем дифференцирования экспериментальной зависимости $z(t)$ с последующей итерационной обработкой, в результате которой интеграл скорости наилучшим образом соответствует измеренной истории смещения.

На рис. 3 показаны результаты трех опытов с образцами толщиной 540 нм. В то время как амплитуда

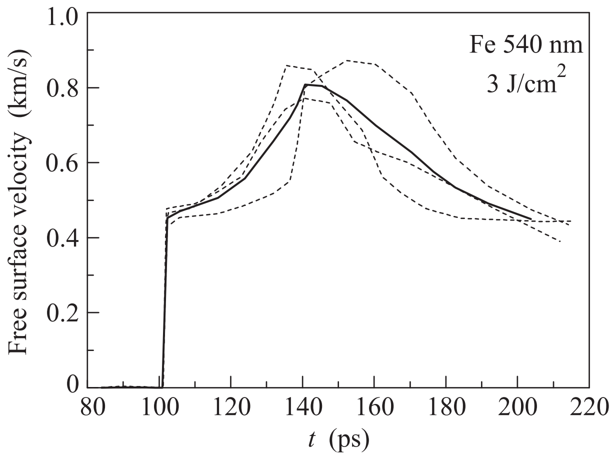

Рис. 3. Воспроизводимость профилей скорости свободной поверхности пленочного образца толщиной 540 нм при плотности энергии 3 Дж/см^2 (пунктирные линии). Фронты волн смещены к среднему моменту начала движения не более чем на 1 пс. Сплошной линией показан усредненный профиль $u_{fs}(t)$

первой волны воспроизводится достаточно хорошо, с течением времени разброс данных возрастает.

На рис. 4 представлены усредненные профили скорости свободной поверхности для пленочных об-

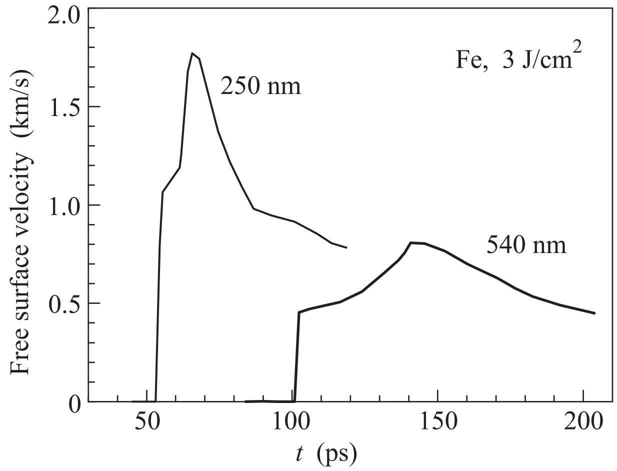

Рис. 4. Эволюция импульса сжатия по мере его распространения в железе

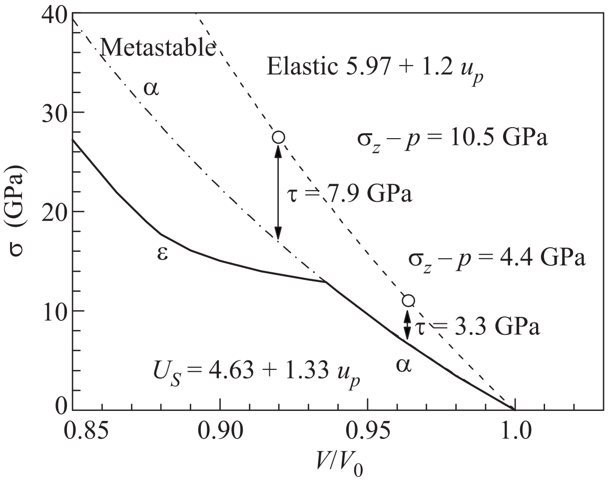

Рис. 5. Параметры состояния железа за фронтом упругого предвестника на расстояниях 250 и 540 нм

разцов толщиной 250 и 540 нм. Они демонстрируют сильное затухание как импульса сжатия в целом, так и первой ударной волны двухволновой конфигурации. Скорость фронта первой волны на участке от 250 до 540 нм в среднем по всей сумме проведенных опытов составила $U_S = 6.45 \pm 0.2$ км/с. При этом скорость поверхности за первой ударной волной по мере распространения уменьшается от 1.06 ± 0.06 км/с на расстоянии 250 нм до 0.45 ± 0.03 км/с на расстоянии 540 нм.

Сопоставление полученных значений скорости ударной волны и массовой скорости $u_p = u_{fs}/2$ с ударной адиабатой ϵ-фазы железа [20] показывает, что измеренная скорость фронта волны значительно выше ожидаемой. Принимая во внимание незначительное (≤ 1 пс), время нарастания первой волны, можно со всей определенностью заключить, что первая волна регистрируемой двухволновой конфигурации является упругим предвестником волны сжатия. С использованием средних значений массовой скорости за фронтом предвестника и скорости его распространения, а также продольной скорости звука при нулевом давлении $c_l = 5.97$ км/с была построена метастабильная ударная адиабата железа в виде $U_S = 5.97 + 1.2 u_p$ км/с. После этого напряжения сжатия за фронтом упругого предвестника $\sigma_{\rm HEL} = \rho_0 U_S u_{fs}/2$, где ρ_0 – плотность материала, найдены равными 27.5 ± 2.5 и 11.0 ± 1 ГПа на расстояниях 250 и 540 нм соответственно.

На рис. 5 приведена диаграмма состояний железа. На нее нанесены оцененная метастабильная ударная адиабата упругого сжатия, равновесная адиабата $p(V)$ α-фазы низкого давления и ударная адиабата с переходом в ϵ-фазу высокого давления. По отклонению состояния за фронтом предвестника от равновесной адиабаты фазы низкого давления определена величина максимального напряжения сдвига τ из соотношения [21, 22]

$$\sigma_z(V) - p(V) = \frac{4}{3}\tau, \qquad (1)$$

где σ_z – продольное напряжение упругого сжатия. Полученные значения составили 7.9 и 3.3 ГПа.

На рис. 6 приведены два семейства волновых профилей скорости свободной поверхности для образ-

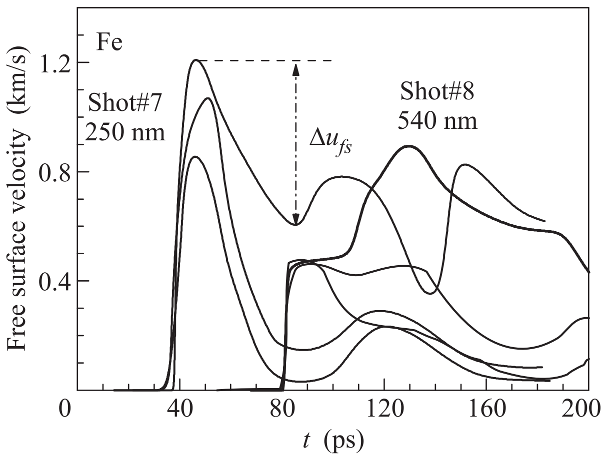

Рис. 6. Эволюция волны сжатия в железе на участке от 250 до 540 нм при плотности энергии, варьируемой от 2.5 в центре до 0.8 Дж/см^2 в периферийной части фокального пятна

цов толщиной 250 и 540 нм. Каждое из них получено в одном опыте. Профили построены для различных удалений от центра фокального пятна лазерного импульса и соответствуют различной плотности энергии. Плавное нарастание скорости на верхнем участке волны сжатия после скачка в опыте #7 не обязательно является результатом начала пластической деформации. Оно может быть связано с промежуточной стадией формирования ударной волны при данной энергии лазерного импульса.

Отражение импульса сжатия от свободной поверхности образца приводит к возникновению в нем растягивающих напряжений, величина которых нарастает по мере распространения отраженной волны от поверхности в глубь образца. В случае превышения величиной растягивающих напряжений прочности материала $\sigma_{\rm spall}$ в последнем возникает разрушение (откол) [22, 23]. Релаксация напряжений при разрушении приводит к образованию вторичной волны сжатия – так называемого откольного импульса. Последний, достигая свободной поверхности, приводит ко второму возрастанию ее скорости. Величина растягивающего напряжения непосредственно перед разрушением определяется по декременту скорости Δu_{fs} между ее максимальным значением и значением перед откольным импульсом (рис. 6). В акустическом приближении, когда вклад нелинейности сжимаемости вещества незначителен, метод характеристик дает простую формулу для расчета величины откольной прочности: $\sigma_{\rm spall} = \rho_0 c \Delta u_{fs}/2$, где c – скорость звука. В наших экспериментах реализованы большие растягивающие напряжения и пренебрежение нелинейностью становится некорректным. По этой причине при обработке результатов измерений использовалась экстраполяция ударной адиабаты в координатах $\sigma_z - u_p$ в область отрицательных давлений. Это приводит к соотношению

$$\sigma_{\rm spall} = \frac{1}{2}\rho_0(c_0 - b\Delta u_{fs}/2)\Delta u_{fs}, \qquad (2)$$

где c_0 и b – коэффициенты линейного выражения для ударной адиабаты $U_S = c_0 + b u_p$. Дополнительная сложность связана с возможными упругопластическими эффектами. С учетом этих эффектов расчетная формула в линейном приближении для импульсов нагрузки треугольного профиля принимает более сложный вид:

$$\sigma_{\rm spall} = \rho_0 c_l \Delta u_{fs} \frac{1}{1 + c_l/c_b}, \qquad (3)$$

где c_b – объемная скорость звука.

Оценки откольной прочности были осуществлены по результатам опытов с образцами толщиной 250 нм. Для двух периферийных профилей на рис. 6 максимальное напряжение сжатия заведомо не превышает предела упругости. Поэтому для оценки сопротивления откольному разрушению можно воспользоваться соотношением (2) с коэффициентами метастабильной адиабаты упругого сжатия. Величина декремента скорости Δu_{fs} в этих опытах составила 0.96 и 0.83 км/с. Соответствующие значения разрушающих напряжений (откольной прочности) равны 20.3 и 17.8 ГПа при скорости деформирования $\dot{V}/V_0 \approx (3{-}4) \cdot 10^8\,\text{с}^{-1}$. В центре фокального пятна, по всей вероятности, имела место некоторая пластическая деформация. Поэтому соответствующая оценка откольной прочности была проведена с использованием соотношения (3) с коррекцией на нелинейную сжимаемость материала. Оценка толщины откола (110 нм) показывает, что в этом случае велика вероятность откола на границе с расплавленным слоем железа. На рис. 7 полученные значения откольной

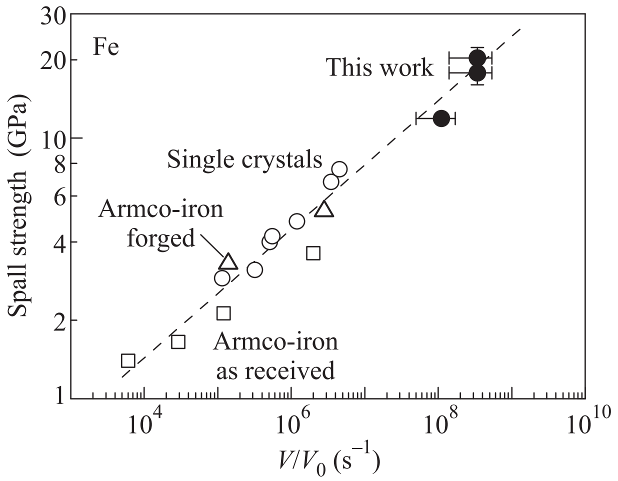

Рис. 7. Сопоставление результатов измерений откольной прочности железа в пикосекундном диапазоне длительностей нагрузки с данными, полученными в опытах [24] с соударением пластин

прочности сопоставлены с результатами измерений [24] при большей длительности ударной нагрузки.

Предельные значения сопротивления сдвигу (идеальная сдвиговая прочность), полученные из первопринципных расчетов, составляют для железа 7.2–7.5 ГПа [25, 26]. Оценки по результатам представленных здесь измерений дали максимальное значение $\tau = 7.9$ ГПа, т.е. даже несколько выше расчетной величины идеальной сдвиговой прочности. Следует, однако, учесть, что при сжатии возрастают как модуль сдвига, так и, соответственно, пропорциональная ему величина идеальной сдвиговой прочности. Идеальная прочность железа при всестороннем растяжении определена первопринципными расчетами [26, 27] как 27.7–28.45 ГПа. Это ненамного превышает максимальное значение откольной прочности 20.3 ГПа, найденное по данным проведенных измерений. В условиях одноосной деформации растяжения идеальная прочность на разрыв должна быть несколько меньше, чем при всестороннем растяжении [27]. Кроме того, первопринципные расчеты идеальной сдвиговой и объемной прочности были проведены для температуры 0 К. В то же время известно, что рост температуры понижает значения этих величин. Таким образом, в пикосекундном диапазоне длительностей нагрузки реализованы и измерены напряженные состояния железа, весьма близкие к значениям идеальной прочности.

К сожалению, значительная нестационарность волн и высокая скорость релаксационных процессов не позволили оценить ход изменения состояния материала после преодоления динамического предела упругости. По этой причине вопрос о возможности полиморфных превращений в пикосекундном диапазоне длительностей сжатия остается открытым и требует дальнейшего изучения.

Работа выполнена при поддержке Росатома в рамках государственного контракта Н.4х.44.90.13.1111 от 16 мая 2013 г. и программ Российской академии наук.

---

1. С. И. Ашитков, М. Б. Агранат, Г. И. Канель и др., Письма в ЖЭТФ **92**, 568 (2010).
2. V. H. Whitley, S. D. McGrane, D. E. Eakins et al., Appl. Phys. **109**, 013505 (2011).
3. J. C. Crowhurst, M. R. Armstrong, K. B. Knight et al., Phys. Rev. Lett. **107**, 144302 (2011).
4. K. Kadau, T. C. Germann, P. S. Lomdahl et al., Phys. Rew. B **72**, 064120 (2005).
5. B. J. Demaske, V. V. Zhakhovsky, N. A. Inogamov et al., Phys. Rew. B **87**, 054109 (2013).
6. R. F. Smith, J. H. Eggert, R. E. Rudd et al., J. Appl. Phys. **110**, 123515 (2011).
7. S. I. Ashitkov, M. B. Agranat, G. I. Kanel, and V. E. Fortov, AIP Conf. Proc. **1426**, 1081 (2012).
8. В. П. Скрипов, *Метастабильная жидкость*, М. : Наука, 1972, 312 с.
9. M. Jahnátek, J. Hafner, and M. Krajčí, Phys. Rew. B **79**, 224103 (2009).
10. D. M. Clatterbuck, C. R. Krenn, M. L. Cohen et al., Phys. Rev. Let. **91**, 135501 (2003).
11. G. Kimminau, P. Erhart, E. M. Bringa et al., Phys. Rew. B **81**, 092102 (2010).
12. G. I. Kanel, AIP Conf. Proc. **1426**, 939 (2012).
13. C. A. Bolme, S. D. McGrane, D. S. Moore, and D. J. Funk, J. Appl. Phys. **102**, 033513 (2007).
14. J. P. Geindre, P. Audebert, S. Rebibo et al., Opt. Lett. **26**, 1612 (2001).
15. С. И. Ашитков, П. С. Комаров, А. В. Овчинников и др., Квант. электроника **43**, 242 (2013).
16. K. T. Gahagan, D. S. Moore, D. J. Funk et al., J. Appl. Phys. **92**, 3679 (2002).
17. S. I. Anisimov, N. A. Inogamov, Y. V. Petrov et al., Appl. Phys A **92**, 797 (2008).
18. V. V. Temnov, K. Sokolovski-Tinten, P. Zhou et al., J. Opt. Soc. Am. B **23**, 1954 (2006).
19. D. S. Moore, K. T. Gahagan, J. H. Reho et al., Appl. Phys Lett. **78**, 40 (2001).
20. L. M. Barker and R. E. Hollenbach, J. Appl. Phys. **45**, 4872 (1974).
21. Я. Б. Зельдович, Ю. П. Райзер, *Физика ударных волн и высокотемпературных гидродинамических явлений*, М.: Наука, 1966.
22. G. I. Kanel, S. V. Razorenov, and V. E. Fortov, *Shock-Wave Phenomena and the Properties of Condensed Matter*, Springer, N.Y., 2004, 320 p.
23. G. I. Kanel, FFIMS **22**(11), 1011 (1999).
24. G. I. Kanel, S. V. Razorenov, and V. E. Fortov, Mech. Solids **40**(4), 69 (2005).
25. D. M. Clatterbuck, D. C. Chrzan, and J. W. Morris, Acta Materialia **51**, 2271 (2003).
26. S. Ogata, J. Li, N. Hirosaki et al., Phys. Rev. B **70**, 104104 (2004).
27. M. Cerny and J. Pokluda, Phys. Rev. B **76**, 024115 (2007).