

Механические и оптические свойства ванадия под действием ударных нагрузок пикосекундного диапазона

С. И. Ашитков¹⁾, П. С. Комаров, Е. В. Струлева, М. Б. Агранат, Г. И. Канель

Объединенный институт высоких температур РАН, 125412 Москва, Россия

Поступила в редакцию 10 декабря 2014 г.

Интерферометрическим методом с непрерывной регистрацией движения в пикосекундном диапазоне проведены исследования эволюции импульсов сжатия, генерируемых фемтосекундным лазером в пленочных образцах ванадия микронной толщины. Соотношение скорости распространения ударной волны и массовой скорости за ее фронтом указывает на упругий характер ударного сжатия до 46 ГПа, при которых величина сдвигового напряжения составила 15.8 ГПа. Измеренные значения откольной прочности достигали 21.8 ГПа при скорости деформирования $\sim 10^9$ с⁻¹. Зарегистрирована пикосекундная динамика изменения коэффициента отражения ванадия, свидетельствующая о возбуждении его электронной подсистемы в условиях “холодного” сжатия ударной волной ультракороткой длительности.

DOI: 10.7868/S0370274X15040128

Развитие экспериментальной техники генерации и диагностики ударно-волновых явлений в твердых телах, методов атомистического моделирования процессов деформирования и разрушения стимулировало возрождение интереса к исследованиям температурно-скоростных зависимостей сопротивления деформированию и разрушению металлов в широком диапазоне скоростей деформации. Значительный прогресс в исследованиях прочностных и упругопластических свойств материалов при предельно малых длительностях нагрузок связан с применением для этих целей лазерных импульсов пико- и фемтосекундной длительности [1–8]. В частности, в пикосекундном временном диапазоне удалось вплотную приблизиться к предельно возможным (“идеальным”) значениям объемной и сдвиговой прочности алюминия [1, 5] и железа [6, 8]. При этом регистрируемые напряжения сжатия за упругими ударными волнами достигали 20.5 ГПа для алюминия и 27.5 ГПа для железа, что выше динамического предела упругости сапфира и сравнимо с пределом упругости алмаза. Безусловно, при отработке технологий обработки материалов с применением фемтосекундной лазерной техники полезно знать о возможных кратковременных высоких значениях их пределов текучести в этом временном диапазоне. Эксперименты с импульсами ударной нагрузки ультракороткой длительности по пространственно-временным параметрам наиболее близки к условиям, реализуемым в молекулярно-динамических расчетах [9–11]. В на-

стоящее время они используются для тестирования новых потенциалов межатомного взаимодействия и стимулируют новые постановки задач для атомистического моделирования.

Известно, что напряжение течения твердых тел возрастает с увеличением скорости нагружения. Для многих кристаллических тел эта зависимость резко усиливается с превышением скорости деформирования 10^3 – 10^4 с⁻¹, что интерпретируется как следствие перехода механизма движения дислокаций от термофлуктуационного к надбарьерному, контролируемому фононным трением [12]. Величина фононного трения практически линейно возрастает с увеличением скорости движения дислокаций. Соответствующим образом должно расти и напряжение пластического течения с увеличением скорости деформации.

Высокоскоростное разрушение конденсированного вещества при растяжении происходит путем зарождения, роста и слияния многочисленных несплошностей. Поскольку скорость всех этих процессов ограничена, по мере сокращения времени воздействия сопротивление разрушению возрастает.

Важно, что результаты ударно-волновых экспериментов с образцами микронной и субмикронной толщины удается разумно согласовать с данными, полученными для миллиметровых образцов, описать затухание упругой волны ударного сжатия единой зависимостью и получить в конечном итоге соотношение между напряжением сдвига и начальной скоростью пластической деформации в рекордно широком диапазоне изменения последней: практически от

¹⁾e-mail: ashitkov11@yandex.ru

10^3 до 10^9 с^{-1} [13]. При этом совокупность экспериментальных данных по алюминию вполне аппроксимируется простой степенной формулой [13], а затухание упругой ударной волны в железе явно разбивается на два участка [8], соответствующие, по-видимому, слабой и сильной ветвям обсуждавшейся выше общей зависимости напряжения течения от скорости деформации. Существует потребность в накоплении экспериментальных данных такого рода для того, чтобы выявить общие закономерности скоростных зависимостей напряжения течения в предельно широком диапазоне параметров.

Ванадий имеет объемно-центрированную кубическую кристаллическую структуру, плотность 6.1 г/см^3 и продольную скорость звука 6.07 км/с . Он был выбран для продолжения цикла исследований прочностных свойств металлов в пикосекундном временном диапазоне главным образом по той причине, что для него недавно были получены экспериментальные данные по эволюции упруго-пластических ударных волн на расстояниях от 0.2 до 3 мм [14]. Эксперименты с микронными и субмикронными образцами должны были значительно расширить диапазон реализованных параметров и тем самым создать предпосылки для наиболее полного описания прочностных и кинетических свойств материала. Одновременно с регистрацией ударных волн в экспериментах контролировалось изменение отражательной способности материала в процессе выхода ударной волны на поверхность.

Исследовались пленочные образцы, полученные путем магнетронного распыления ванадия чистотой 99.8 на стеклянные подложки толщиной 150 мкм . Толщина образцов, измеренная с помощью атомно-силового микроскопа, непосредственно на участке проведения экспериментов размером примерно 1 мм^2 составила 1030 ± 10 , 1320 ± 10 и $2190 \pm 10 \text{ нм}$. Ударные волны генерировались в образцах воздействием лазерных импульсов фемтосекундного диапазона длительности. В экспериментах с использованием субнаносекундного частотно-модулированного (чирпированного) диагностического импульса осуществлялась интерферометрическая регистрация смещения свободной тыльной поверхности пленочного образца в процессе выхода на нее импульса ударного сжатия [2, 3, 15–17]. Применение фурье-анализа регистрируемых интерферограмм, а также сопоставление фазовых изображений, полученных до опыта и в процессе выхода волны сжатия, обеспечивает точность измерения величины смещения поверхности на уровне нескольких нанометров.

Источником излучения являлась титан-сапфировая лазерная система (Legend, Coherent, USA), основанная на принципе усиления чирпированных импульсов и генерирующая фемтосекундные импульсы на длине волны 795 нм . Применяемая схема измерений [6, 17] обеспечивает непрерывную регистрацию смещения поверхности и изменения ее отражательной способности как функций времени и пространственной координаты. Методика непрерывной регистрации основана на том, что различные спектральные компоненты диагностического импульса зондируют исследуемую область мишени в различные моменты времени.

Диагностическая часть установки представляет собой интерферометр Майкельсона с переносом изображения поверхности мишени (конфигурация Линника), сопряженный с дифракционным спектрометром Acton-2300i (схема Черни–Тернера), с последующей цифровой регистрацией сигнала в виде двумерных интерферограмм с помощью ПЗС-камеры SensiCam QE на выходе спектрометра. Длительность одновременно регистрируемого временного интервала ограничена длительностью чирпированного импульса, для данной модели лазера равной 300 пс . Временное разрешение, определяемое шириной входной щели и дисперсией спектрометра, не превышает 1 пс при использовании дифракционной решетки 600 штрихов/мм .

Применяемый алгоритм фурье-анализа двумерных интерферограмм [16–18] с процедурой нормировки фазовых и амплитудных распределений обеспечивает погрешность измерения сдвига фазы диагностического импульса на уровне $\delta\psi \approx 0.01 \text{ рад}$, что соответствует погрешности определения величины смещения поверхности на уровне $\delta z \leq (1-2) \text{ нм}$, а также изменения коэффициента отражения с точностью $\delta R \approx (1-2) \%$. Для улучшения выделения полезного сигнала фильтрация пространственного спектра частот при фурье-анализе проводилась с учетом критерия Найквиста и оптической передаточной функции микрообъектива интерферометра [18].

Лазерное воздействие на образец осуществлялось со стороны стеклянной подложки, а диагностика инициируемых процессов проводилась на тыльной свободной поверхности. При данной конфигурации эксперимента существует ограничение на интенсивность падающего лазерного излучения в связи с возможным возникновением нелинейных эффектов и оптического пробоя в стекле. С целью уменьшения пиковой интенсивности длительность нагревающего импульса была увеличена до 0.8 пс путем соответствующей настройки компрессора лазера.

Излучение фокусировалось на поверхность пленки в пятно с пространственным гауссовым распределением с радиусом пучка 30 мкм по уровню e^{-1} . Этим обеспечивалось практически одноосное сжатие материала мишени. Энергия в импульсе плавно варьировалась с помощью поляризационного ослабителя. Максимальная плотность энергии нагревающего импульса на мишени не превышала 1.5 Дж/см².

После каждого воздействия мишень перемещалась на новое место с помощью микроманипулятора, управляемого с компьютера. При смене или перемещении образца точность позиционирования его поверхности в предметной плоскости объектива интерферометра контролировалась по максимальному контрасту интерференционных полос и была не хуже ± 2 мкм. Это соответствует погрешности задержки между нагревающим и зондирующим импульсами на уровне 10 фс, что более чем на три порядка меньше характерного времени развития исследуемых акустических процессов.

На рис. 1 приведены результаты опытов с пленочными образцами ванадия толщиной 1030 нм при трех

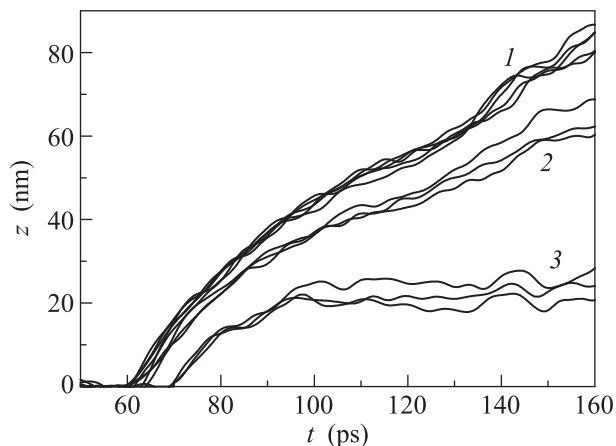


Рис. 1. Результаты измерений историй смещения $z(t)$ свободной поверхности пленочного образца ванадия толщиной 1030 нм при различных значениях плотности энергии F_0 в центре фокального пятна: 1 – 1.5; 2 – 1.2; 3 – 1.0 Дж/см². Здесь и далее на графиках нулевой момент времени выбран произвольно

значениях плотности энергии F_0 в центре фокального пятна лазерного импульса. Профили смещения $z(t)$ свободной тыльной поверхности построены для центральной части области воздействия с интегрированием по пространственному интервалу ± 2 мкм, что соответствует диапазону вариации плотности энергии падающего излучения $\Delta F/F_0 = 0.01$. Аналогичные измерения были проведены для образцов толщиной 1320 и 2190 нм при тех же значениях F_0 .

При постоянной плотности энергии лазерного импульса измерения демонстрируют достаточно хорошую воспроизводимость данных на начальном участке движения поверхности. Небольшое относительное смещение волновых профилей по оси времени на этом участке, вероятно, объясняется непостоянством толщины образца. С уменьшением величины F_0 наблюдается уменьшение наклона зависимостей $z(t)$ на начальном участке, а также отставание по времени выхода возмущения на тыльную поверхность образца. Для семейств 1 и 2 спустя примерно 60–80 пс после начала движения на зависимостях $z(t)$ наблюдается перегиб, который, как будет показано ниже, связан с откольным разрушением при растяжении. Для кривых 3 такой особенности обнаружено не было. Смещение поверхности в данной серии при $F_0 = 1.0$ Дж/см² завершалось ее полной остановкой. При этом увеличения наклона зависимостей $z(t)$ на начальном участке, характерного для двухволновой конфигурации импульса сжатия, в проведенных опытах не наблюдалось.

На рис. 2 приведен пример обработки профиля смещения для опыта с наибольшим измеренным зна-

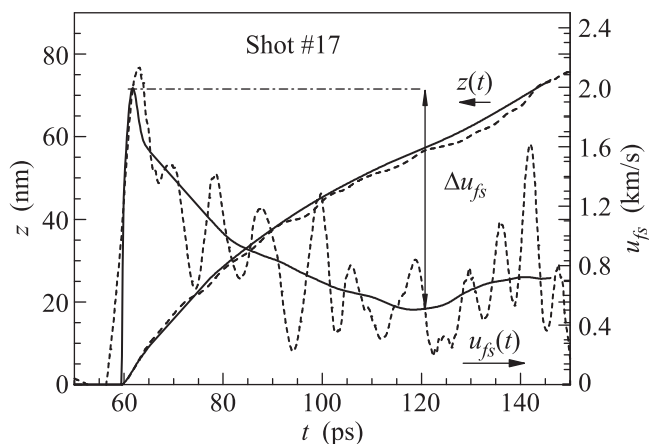


Рис. 2. Пример обработки одного из представленных на рис. 1 профилей смещения $z(t)$ для $F_0 = 1.5$ Дж/см². Штриховыми линиями показаны измеренный профиль смещения и профиль скорости свободной поверхности, полученный дифференцированием сглаженного профиля $z(t)$. Сплошные линии – результаты итерационной обработки

чением скорости свободной поверхности $u_{fs}(t)$. Он 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 построены усредненные по нескольким измерениям профили скорости $u_{fs}(t)$ для образ-

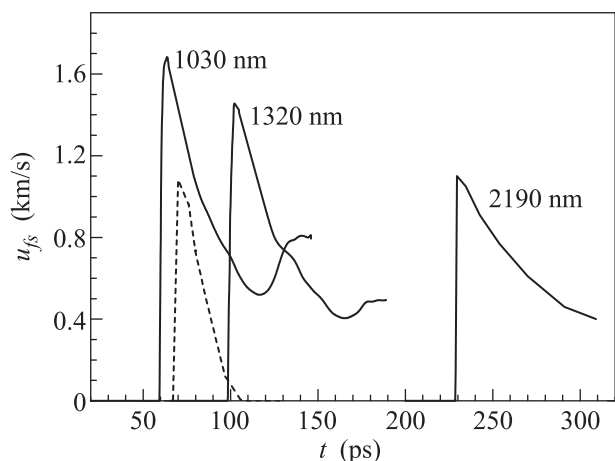


Рис. 3. Эволюция волны сжатия в ванадии на длине распространения от 1 до 2.2 мкм при $F_0 = 1.5$ Дж/см² (сплошные линии). Профиль скорости на выходе образца толщиной 1030 нм при $F_0 = 1.0$ Дж/см² (штриховая линия)

цов различной толщины. Результаты измерений показали отсутствие расщепления волны на упругую и пластическую при рассматриваемых расстояниях распространения и напряжениях сжатия. Профили $u_{fs}(t)$ имеют характерную треугольную форму с временем нарастания параметров порядка единиц пикосекунд.

На образцах с толщинами 1030 и 1320 нм на профилях $u_{fs}(t)$ фиксировалось повторное увеличение скорости (откольный импульс) при значениях $F_0 = 1.5$ Дж/см², а также при $F_0 = 1.2$ Дж/см² (последние на рисунке не показаны). Во всех остальных случаях откольного импульса не наблюдалось.

По измеренным интервалам времени между моментами выхода ударной волны на тыльную поверхность образцов различной толщины определялась средняя скорость распространения волны. Результаты измерений для всех опытов с различными значениями F_0 представлены на $U_S - u_p$ -диаграмме (рис. 4). Здесь значение массовой скорости u_p положено равным половине пикового значения u_{fs} .

Как видно, измеренные экспериментальные значения лежат на графике существенно выше ударной адиабаты объемного сжатия ванадия $U_S^e = 4.56 + 1.3u_p$ [19]. Очевидно, что они характеризуют упругую ударную волну, соответствующее линейное выражение для ударной адиабаты которой имеет вид

$$U_S = 6.07 + 1.5u_p. \quad (1)$$

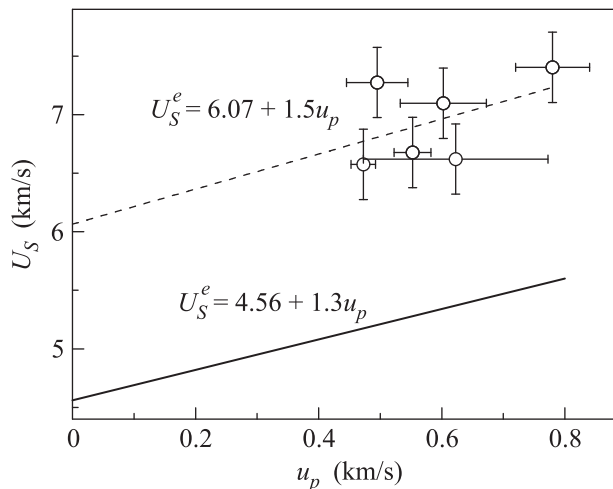


Рис. 4. Сопоставление результатов измерений U_S и u_p с ударной адиабатой объемного сжатия ванадия (сплошная линия)

Здесь $c_0 = 6.07$ км/с – значение продольной скорости звука в ванадии при нормальном давлении [14].

Напряжения сжатия за фронтом упругой волны определялись из выражения $\sigma = \rho_0 U_S u_p$, где ρ_0 – плотность материала. По разности между продольным напряжением упругого сжатия σ_z и давлением p при фиксированном значении удельного объема V определяется величина максимального напряжения сдвига τ из соотношения [20]

$$\sigma_z(V) - p(V) = \frac{4}{3}\tau. \quad (2)$$

Зарегистрированное экспериментально максимальное значение напряжения упругого сжатия (для опыта, демонстрируемого на рис. 2) при пиковой величине скорости $u_{fs}^{\max} \approx 2.0$ км/с составляет 46 ГПа. Как следует из рис. 5, соответствующая величина максимальных сдвиговых напряжений в данном случае достигает $\tau = 15.8$ ГПа.

На рис. 6 результаты измерений затухания упругой волны сжатия в микронных пленках ванадия сопоставляются с результатами измерений затухания упругого предвестника в опытах с соударением пластин в миллиметровых и субмиллиметровых образцах [14]. Экспериментальные точки на графике, иллюстрирующем затухание упругой волны в ванадии (рис. 6), были получены путем усреднения по трем–пяти измерениям. Основной причиной затухания упругой волны является релаксация напряжений вследствие развития пластической деформации за ее фронтом. Наблюдаемое ускоренное затухание более сильной упругой волны может быть связано со структурным превращением ОЦК-ванадия в ромбо-

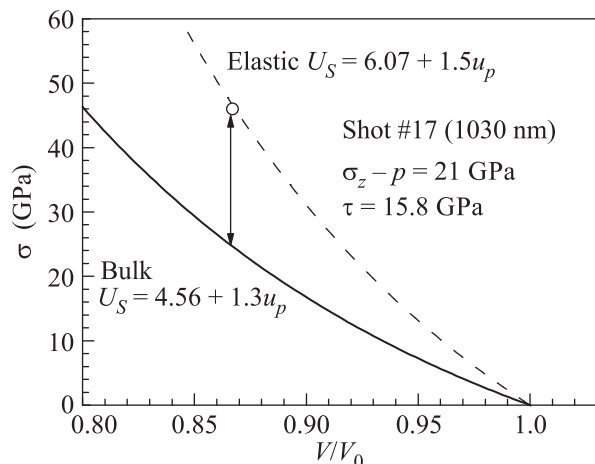


Рис. 5. Параметры состояния ванадия за фронтом упругой волны сжатия

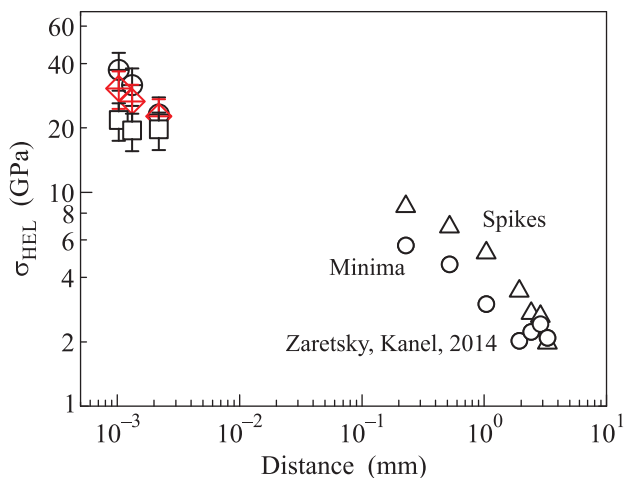


Рис. 6. Затухание упругой волны в ванадии, генерируемой лазерными импульсами с различной плотностью энергии излучения ($F_0 = 1.5, 1.2$ и 1.0 Дж/см²) в диапазоне 1.0–2.2 мкм, в сопоставлении с экспериментальными данными [14], полученными при плоском ударе на образцах толщиной 0.2–3 мм. В последнем случае упругие предвестники имели характерный пик на фронте; указаны напряжения на пике и в точке минимума между упругой и пластической волнами

эдрическую фазу. Вообще говоря, это превращение фиксировалось в экспериментах и расчетах при более высоких давлениях. В частности, в работе [21] скачок скорости звука в ударно-сжатом ванадии, связываемый с превращением, наблюдался при давлении ударного сжатия 60 ГПа. Возможно, однако, что при одноосном упругом сжатии для инициирования превращения требуется меньшее давление.

Рис. 7 суммирует результаты измерений откольной прочности ванадия в широком диапазоне скоро-

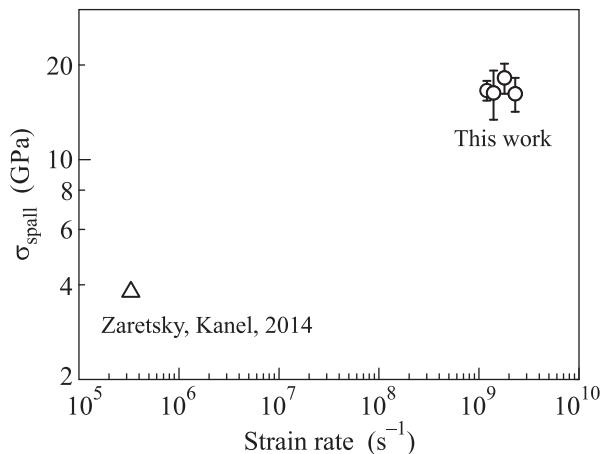


Рис. 7. Сопоставление результатов измерений откольной прочности ванадия в пикосекундном диапазоне длительностей нагрузки с данными, полученными в опытах с соударением пластин [14]

стей деформации, выполненных в данной работе и в [14]. Экспериментальные точки на графике получены для образцов толщиной 1030 и 1320 нм и плотностей энергии лазера $F_0 = 1.5$ и 1.2 Дж/см². Каждая точка является результатом усреднения по трем–пяти измерениям.

Расчет значений прочности проводился для импульсов нагрузки треугольной формы в предположении наличия пластических деформаций согласно выражению [20]

$$\sigma_{\text{spall}} = \rho_0 c_l \Delta u_{fs} \frac{1}{1 + c_l/c_b}. \quad (3)$$

Здесь c_l и c_b – продольная и объемная скорость звука соответственно. Измеренное максимальное значение откольной прочности ванадия составило 21.8 ГПа при скорости растяжения $1.5 \cdot 10^9$ с⁻¹.

В настоящей работе экспериментально обнаружено изменение оптических свойств ударно-сжатого ванадия, проявляющееся в резком увеличении коэффициента отражения более чем на 10% в момент выхода упругой ударной волны на тыльную поверхность (рис. 8).

Данный эффект наблюдался при давлениях выше 28 ГПа и соответствующих степенях сжатия V/V_0 более 0.9 (см. рис. 5). С началом разгрузки происходил быстрый спад R до первоначального значения R_0 . Для ванадия на длине волны диагностического импульса $\lambda = 800$ нм при величине комплексного показателя преломления $\tilde{n} = 3.45 + 3.16i$ [22] значение коэффициента отражения равно $R_0 = 0.73$. Быстрый спад коэффициента отражения (менее чем за 5 пс) свидетельствует о том, что его изменение обусловле-

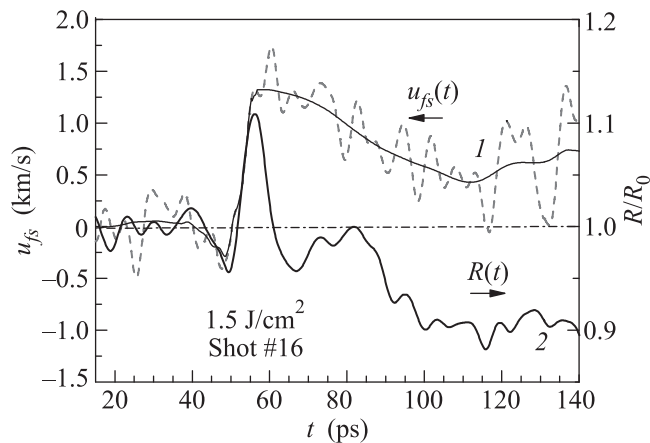


Рис. 8. Динамика изменения коэффициента отражения на тыльной поверхности пленочного образца ванадия толщиной 1030 нм в области выхода ударной волны сжатия: 1 – волновой профиль скорости свободной поверхности $u_{fs}(t)$; 2 – временная зависимость изменения коэффициента отражения диагностического импульса

но возбуждением электронной подсистемы и не связано с нагревом кристаллической решетки. Очевидно, что приложение таких давлений может изменять строение и степень перекрытия внешних электронных оболочек ванадия, приводя к изменению его оптических свойств. Дальнейший спад R спустя 30–50 пс до значений $R/R_0 \approx 0.9$ по времени коррелирует с развитием откольного разрушения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект # 14-12-01127).

1. С. И. Ашитков, М. Б. Агранат, Г. И. Канель, П. С. Комаров, В. Е. Фортов, Письма в ЖЭТФ **92**, 568 (2010).
2. V. H. Whitley, S. D. McGrane, D. E. Eakins, C. A. Bolme, D. S. Moore, and J. F. Bingert, Appl. Phys. **109**, 013505 (2011).
3. J. C. Crowhurst, M. R. Armstrong, K. B. Knight, J. M. Zaugg, and E. M. Behymer, Phys. Rev. Lett. **107**, 144302 (2011).

4. R. F. Smith, J. H. Eggert, R. E. Rudd, D. C. Swift, C. A. Bolme, and G. W. Collins, J. Appl. Phys. **110**, 123515 (2011).
5. S. I. Ashitkov, M. B. Agranat, G. I. Kanel, and V. E. Fortov, AIP Conf. Proc. **1426**, 1081 (2012).
6. С. И. Ашитков, П. С. Комаров, М. Б. Агранат, Г. И. Канель, В. Е. Фортов, Письма в ЖЭТФ **98**, 439 (2013).
7. J. C. Crowhurst, B. W. Reed, M. R. Armstrong, H. B. Radousky, J. A. Carter, D. C. Swift, J. M. Zaugg, R. W. Minich, N. E. Teslich, and M. Kumar, J. Appl. Phys. **115**, 113506 (2014).
8. Г. И. Канель, С. В. Разоренов, Г. В. Гаркушин, С. И. Ашитков, П. С. Комаров, М. Б. Агранат, ФТТ **56**, 1518 (2014).
9. K. Kadau, T. C. Germann, P. S. Lomdahl, and B. L. Holian, Phys. Rev. B **72**, 064120 (2005).
10. П. А. Жилияев, А. Ю. Куксин, В. В. Стегайлов, А. В. Янилкин, ФТТ **52**, 1508 (2010).
11. B. J. Demaske, V. V. Zhakhovsky, N. A. Inogamov, and I. I. Oleynik, Phys. Rev. B **87**, 054109 (2013).
12. В. И. Альшиц, В. Л. Инденбом, УФН **115**, 3 (1975).
13. G. I. Kanel, AIP Conf. Proc. **1426**, 939 (2012).
14. E. B. Zaretsky and G. I. Kanel, J. Appl. Phys. **115**, 243502 (2014).
15. C. A. Bolme, S. D. McGrane, D. S. Moore, and D. J. Funk, J. Appl. Phys. **102**, 033513 (2007).
16. J. P. Geindre, P. Audebert, S. Rebibo, and J. C. Gauthier, Opt. Lett. **26**, 1612 (2001).
17. С. И. Ашитков, П. С. Комаров, А. В. Овчинников, Е. В. Струлева, М. Б. Агранат, Квантовая электроника **43**, 242 (2013).
18. V. V. Temnov, K. Sokolovski-Tinten, P. Zhou, and D. von der Linde, J. Opt. Soc. Am. B **23**, 1954 (2006).
19. В. Е. Фортов, Л. В. Альтшулер, Р. Ф. Трунин, А. И. Фунтиков, Ударные волны и экстремальные состояния вещества, Наука, М. (2000).
20. G. I. Kanel, Int. J. Fract **163**, 173 (2010).
21. Y. Yu-Ying, T. Ye, D. Cheng-Da, Li Xue-Mei, Li Ying-Hua, Tan Hua, Acta Phys. Sinica **63**, 26202 (2014).
22. E. D. Palik, Handbook of Optical Constants of Solids, Academic, London (1985).