

06; 12

Механизм формирования микрократеров при облучении металлических материалов низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком

© Г.Е. Озур¹, Д.И. Проскуровский¹, В.П. Ротштейн²¹ Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск² Томский государственный педагогический университет

E-mail: ozur@lve.hcei.tsc.ru

Поступило в Редакцию 1 ноября 2015 г.

В экспериментах на образцах из нержавеющей стали 304L, однократно облученных микросекундным низкоэнергетическим (10–30 keV) сильноточным электронным пучком, установлены зависимости морфологии, среднего диаметра и плотности микрократеров от плотности энергии пучка. Предложен механизм кратерообразования, согласно которому формирование микрократера определяется радиальным растеканием расплава из области локализации включения MnS под действием градиента сил поверхностного натяжения, возникающего из-за перегрева включения. Оценки размеров микрократеров удовлетворительно согласуются с экспериментальными данными.

При облучении металлических материалов микросекундным (2.5–4 μs) низкоэнергетическим (10–30 keV) сильноточным (10–25 kA) электронным пучком (НСЭП) на облучаемой поверхности возникают микрократеры [1–3]. Кратерообразование наблюдается и при облучении металлов и сплавов мощными импульсными (10⁸–10^{–6} s) лазерными [4,5] и ионными [6,7] пучками. Независимо от вида импульсного пучка индивидуальный микрократер, как правило, представляет собой ямку глубиной 1–3 μm и диаметром 5–100 μm, окаймленную валиком.

Многие авторы предполагали, что кратерообразование независимо от вида пучка обусловлено локальным перегревом неметаллических включений и/или частиц вторых фаз, присутствующих в материале и обладающих пониженными, по сравнению с матрицей, теплопроводностью и плотностью [1,2,4,6]. В [2] это предположение подтверждено экспериментально: при облучении НСЭП нержавеющей стали 316L

микроратеры формировались на включениях сульфида MnS, обладающего почти на порядок величины меньшей теплопроводностью и вдвое меньшей плотностью в сравнении со сталью.

Однако до настоящего времени нет единого понимания механизма формирования микроратеров. Так, в [2,3] зарождение микроратеров связывалось с плавлением подповерхностных или поверхностных включений MnS или межфазных границ и последующим извержением кипящих капель. В теоретических работах [8,9] формирование микроратеров связывалось с возбуждением гравитационных волн и последующим развитием неустойчивости границы расплав—мишенная плазма. Проведенный нами анализ показал, что предложенные механизмы не согласуются с экспериментальными результатами.

Нами проведены целенаправленные эксперименты, позволившие предложить адекватный механизм этого явления. Эксперименты предусматривали выполнение трех условий: 1) должны быть известны теплофизические свойства матрицы и включения; 2) используется режим однократного облучения, чтобы не исказить морфологию первичного микроратера последующими воздействиями пучка; 3) должна быть исследована эволюция морфологии микроратеров по мере увеличения плотности энергии пучка.

В качестве материала для исследований была выбрана широко используемая аустенитная нержавеющая сталь 304L, содержащая, как и сталь 316L, включения MnS [10]. Образцы в виде дисков диаметром 20 mm и толщиной 3 mm, вырезанные из круглой заготовки, шлифовались, полировались с помощью алмазной пасты ($1\ \mu\text{m}$) и проходили двойную ультразвуковую очистку в петролейном эфире. Облучение проводилось однократно на электронно-пучковой установке, описанной в [11]. Согласно тепловым расчетам [1], порог плавления стали 304L достигается при плотности энергии пучка $E \approx 2.5\ \text{J}/\text{cm}^2$. Увеличение E в интервале $2.6\text{--}9\ \text{J}/\text{cm}^2$ приводит к росту максимальной температуры поверхности T_{max} , толщины расплавленного слоя l_m и времени жизни расплава t_m в интервалах 1950–4700 K, $0.55\text{--}4.5\ \mu\text{m}$ и $0.75\text{--}8.2\ \mu\text{s}$ соответственно. Заметное испарение ожидается при $E \geq 6\ \text{J}/\text{cm}^2$, а при $E = 9\ \text{J}/\text{cm}^2$ толщина испаренного слоя достигает $0.3\ \mu\text{m}$.

На рис. 1 показана эволюция морфологии поверхности по мере роста плотности энергии пучка. В исходном состоянии сталь 304L имеет аустенитную структуру со средним размером зерна $18\ \mu\text{m}$ (рис. 1, *a*). Внутри зерен и на их границах наблюдаются темные

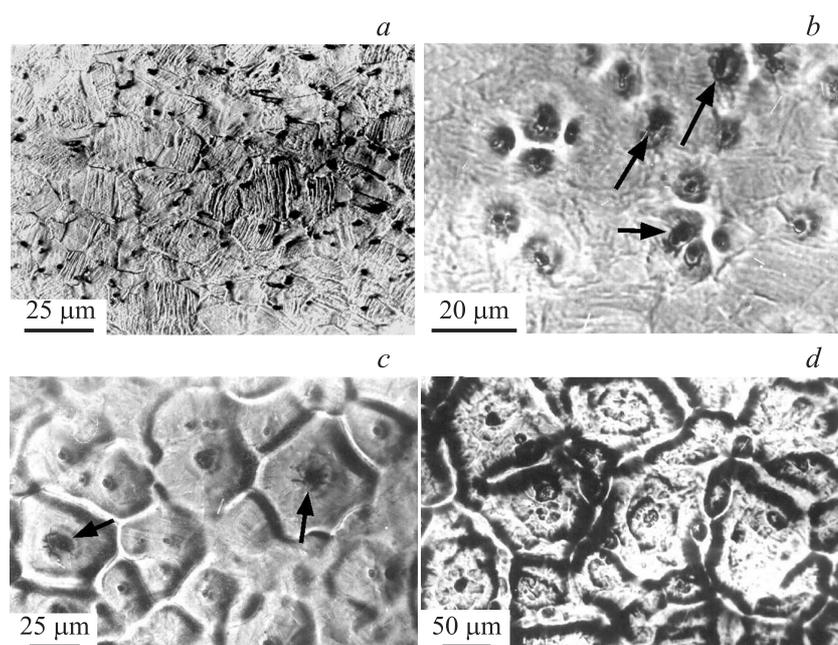


Рис. 1. Микрофотографии поверхности образцов: *a* — в исходном состоянии после электрохимического травления в 10%-м водном растворе CrO_3 ; *b-d* — после однократного облучения при плотностях энергии 3, 4 и 8 J/cm^2 соответственно. Стрелками на *b, c* показан выброс расплава из центра микрократеров.

включения размером $1-2 \mu\text{m}$, которые, согласно [10], являются частицами MnS . Плотность частиц составляет около $6 \cdot 10^9 \text{ m}^{-2}$. При $E = 3 \text{ J/cm}^2$ ($T_{\text{max}} \approx 2300 \text{ K}$) наблюдаются индивидуальные микрократеры со средним диаметром около $12 \mu\text{m}$, окруженные валиком шириной $2-3 \mu\text{m}$ (рис. 1, *b*). Каждый микрократер имеет в центре темный участок диаметром $2-3 \mu\text{m}$, в котором располагалось включение MnS . Индивидуальный микрократер формировался в результате вытекания расплавленного материала из центральной части. Время существования и толщина расплава в этом режиме облучения относительно невелики, и это позволило зафиксировать начальную фазу формирования микрократеров. При $E = 4 \text{ J/cm}^2$ ($T_{\text{max}} \approx 2700 \text{ K}$) средний диаметр индиви-

дуальных микрократеров существенно увеличился (рис. 1, *c*). Наблюдается также значительное количество крупных микрократеров, сформировавшихся в результате слияния радиальных потоков, истекающих из трех-четырёх соседних включений. Из-за столкновения встречных потоков расплава общие границы таких микрократеров приобретают форму наплывов шириной $3-5 \mu\text{m}$, а периметр границ представляет собой многоугольник (диаметр окружности, вписываемый в такой многоугольник, принимался за диаметр микрократера). Формирование наиболее крупных микрократеров сопровождается интенсивным выбросом жидкой фазы из центральной темной части, по-видимому, обогащенной расплавом MnS (рис. 1, *b, c, d*). В ряде микрократеров темная центральная часть отсутствует (рис. 1, *c, d*), что указывает на полное растворение включений MnS. При $E = 6$ и 8 J/cm^2 ($T_{\text{max}} \approx 3800$ и $\approx 4300 \text{ K}$ соответственно) „сотовая“ структура поверхности, наблюдающаяся при $E = 4 \text{ J/cm}^2$, становится менее регулярной из-за большего перемешивания радиальных потоков и заметного влияния на него процесса испарения.

На рис. 2 приведены зависимости средних значений диаметра и плотности (числа микрократеров на единицу площади) микрократеров от плотности энергии пучка E . Увеличение E от 3 до 8 J/cm^2 приводит к росту диаметра от ~ 12 до $\sim 80 \mu\text{m}$. В свою очередь, плотность микрократеров вначале резко снижается с ростом E , а в диапазоне $6-8 \text{ J/cm}^2$ почти не меняется. Максимальная плотность микрократеров ($\sim 3.2 \cdot 10^9 \text{ m}^{-2}$) наблюдается при малой (3 J/cm^2) плотности энергии. С учетом исходной плотности включений MnS ($\sim 6 \cdot 10^9 \text{ m}^{-2}$) это означает, что при слабом режиме облучения половина включений MnS стала зародышами микрократеров. Уменьшение плотности микрократеров при $E = 4-8 \text{ J/cm}^2$ связано как с растворением мелких и средних включений, так и с объединением индивидуальных микрократеров вокруг крупных включений.

Из полученных результатов следует, что микрократеры формируются вследствие радиального растекания расплава от мест расположения включений MnS, которые при облучении перегреваются относительно матрицы. Авторы [12] провели расчет нагрева системы включение MnS/матрица при облучении нержавеющей стали НСЭП в режиме плавления поверхностного слоя (30 keV , $4 \mu\text{s}$, 3.3 J/cm^2). Из расчетов [12] следует, что к концу импульса локальный перегрев расплава MnS относительно матрицы достигает $\Delta T = 340 \text{ K}$, а характерный масштаб неоднородности температуры вдоль поверхности составляет $5-6 \mu\text{m}$.

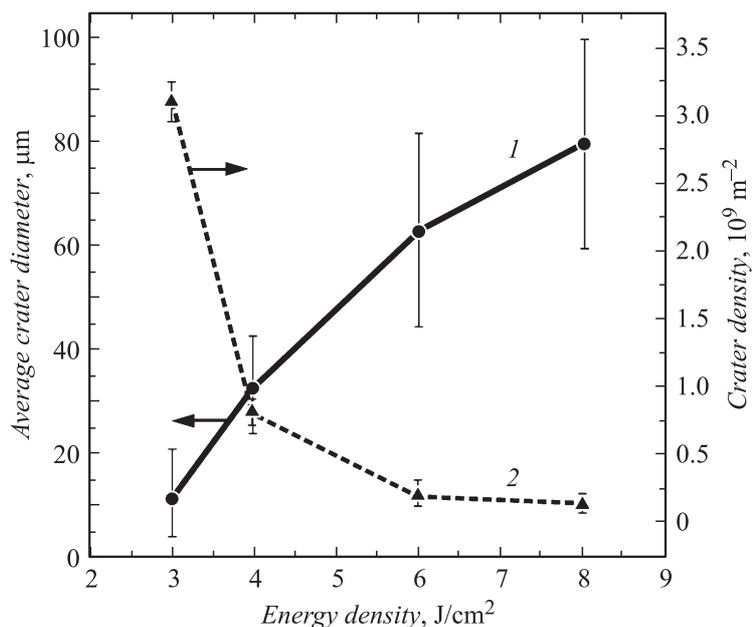


Рис. 2. Зависимости средних значений диаметра (1) и плотности (2) микрократеров от плотности энергии пучка.

Нам представляется, что радиальное смещение расплава происходит под действием градиента сил поверхностного натяжения, которые, по оценкам, примерно на порядок превышают силы вязкости. Оценим величину этого смещения. Примем, что толщина смещаемого поверхностного слоя $h < l_m$ (например, $h = 0.25l_m$) и в смещаемом слое вязкость отсутствует. Примем также, что радиус включения MnS мал в сравнении с радиусом будущего микрократера. Запишем в одномерном приближении второй закон Ньютона для смещаемого слоя:

$$(\pi r_0^2 h \rho_l)(dV_r/dt) = \gamma \Delta T r_0, \quad (1)$$

где V_r — скорость радиального смещения слоя, r_0 — радиус, на котором сосредоточен градиент температуры, $\gamma = 2 \cdot 10^{-4} \text{N}/(\text{m} \cdot \text{K})$ — температурный коэффициент поверхностного натяжения, $\rho_l = 6.8 \cdot 10^3 \text{kg}/\text{m}^3$ — плотность жидкой стали.

Воспользовавшись данными [12], при $E = 3.3 \text{ J/cm}^2$ ($l_m \approx 2 \mu\text{m}$, $\Delta T = 340 \text{ K}$, $r_0 \approx 5 \mu\text{m}$) из (1) находим, что $(dV_r/dt) \approx 1.3 \cdot 10^6 \text{ m/s}^2$. Следовательно, за время t_m скорость радиального смещения расплава достигнет $\sim 2.6 \text{ m/s}$, а радиальное смещение составит $\Delta r \approx 2.6 \mu\text{m}$. Смещаясь к более холодным участкам поверхности, расплав затвердевает после окончания импульса. В предплавильных режимах облучения или в режимах с относительно малым временем существования расплава ($t_m \leq 1 \mu\text{s}$) эти процессы приводят к формированию валика. В режимах с большим временем существования расплава такие процессы приводят к формированию наплывов. Диаметр микрократера определится из выражения:

$$D = 2(r_{in} + r_0 + \Delta r), \quad (2)$$

где r_{in} — радиус включения. Если принять разумные значения $r_{in} = 0.5\text{--}2.5 \mu\text{m}$, $r_0 = 4\text{--}7 \mu\text{m}$, а $\Delta r = 2.0\text{--}3.0 \mu\text{m}$, то получим $D = 13\text{--}25 \mu\text{m}$, что соответствует эксперименту: микрократеры со средним диаметром от 12 до $30 \mu\text{m}$ наблюдались при $E = 3\text{--}4 \text{ J/cm}^2$ (рис. 2).

Мы полагаем, что предложенный механизм кратерообразования реализуется и при облучении других металлических материалов, в которых присутствуют включения, теплофизические свойства которых обеспечивают их перегрев относительно матрицы. Аналогичный механизм кратерообразования реализуется и при облучении металлических материалов мощными импульсными лазерными и ионными пучками. Об этом свидетельствуют как идентичность причин кратерообразования (перегрев включений), так и схожесть морфологии микрократеров.

Авторы выражают благодарность профессору Л.М. Баскину за обсуждение динамики жидкого металла при кратерообразовании, К.В. Карлику за облучение образцов.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 15-13-00023).

Список литературы

- [1] *Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Proskurovsky D.I. et al. // Surf. Coat. Technol. 2004. V. 180–181. P. 382–386.*
- [2] *Zhang K., Zou J., Grosdidier T. et al. // Surf. Coat. Technol. 2006. V. 201. P. 1393–1400.*

- [3] *Zhang K., Zou J., Grosdidier T. et al. // J. Vac. Sci. Technol. A. 2009. V. 27. N 5. P. 1217–1226.*
- [4] *Verdier M., Costil S., Coddet C. et al. // Appl. Surf. Sci. 2003. V. 205 P. 3–21.*
- [5] *Li H., Costil S., Barnier V. et al. // Surf. Coat. Technol. 2006. V. 201. P. 1383–1392.*
- [6] *Korotaev A.D., Tyumentsev A.N., Pinzhin Yu.P. et al. // Surf. Coat. Technol. 2004. V. 185. P. 38–49.*
- [7] *Wang X., Lei M.K., Zhang J.S. et al. // Surf. Coat. Technol. 2007. V. 201. P. 5884–5890.*
- [8] *Волков Н.Б., Майер А.Е., Яловец А.П. // ЖТФ. 2002. Т. 72. В. 8. С. 34–43.*
- [9] *Волков Н.Б., Майер А.Е., Талала К.А. и др. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. В. 10. С. 20–29.*
- [10] *Chiba A., Muto Izumi, Sugawara Yu. et al. // Mater. Trans. 2014. V. 55. N 5. P. 857–860.*
- [11] *Озур Г.Е., Проскуровский Д.И., Карлик К.В. // ПТЭ. 2005. № 6. P. 58–65.*
- [12] *Шепель Д.А., Марков А.Б. // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. В. 16. С. 63–70.*