

Динамика разрушения пленки диборида титана субмикронной толщины при ударно-волновом нагружении

Е. В. Струлева¹, П. С. Комаров¹, С. А. Евлашин² и С. И. Ашитков¹

¹ Объединенный институт высоких температур РАН, Ижорская ул., 13, стр.2, Москва 125412, Россия

² Сколковский институт науки и технологий, Большой бульвар д.30, стр.1, Москва, Московская область 121205, Россия

E-mail: struleva.evgenia@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 28 ноября 2024 г.

Аннотация. Проведено экспериментальное исследование динамической прочности диборида титана в условиях ударно-волнового нагружения при воздействии лазерных импульсов пикосекундной длительности. Диагностика смещения свободной тыльной поверхности пленочного образца TiB_2 толщиной 440 нм осуществлялась в пикосекундном диапазоне в одноимпульсном режиме методом спектральной интерферометрии. Измеренное максимальное значение откольной прочности при скорости деформирования $4 \times 10^9 \text{ с}^{-1}$ составило 26 ГПа, что соответствует не менее 40–50% от величины “идеальной” прочности.

1. ВВЕДЕНИЕ

Соппротивление материалов деформированию — величина динамическая, которая возрастает при увеличении скорости растяжения [1]. В работах по исследованию ударно-волновых (УВ) явлений в пленочных образцах при воздействии ультракоротких лазерных импульсов удалось вплотную приблизиться к предельно возможным (“идеальным”) значениям сдвиговой и объемной прочности [2–4].

При выходе ударной волны на свободную поверхность происходит отражение импульса ударно-волнового сжатия. В результате интерференции падающей и отраженной волн внутри образца возникают растягивающие напряжения. Если значение растягивающих напряжений превышает критическое значение прочности материала, то происходит его разрушение (откол) [5]. Релаксация напряжений при откольном разрушении приводит к образованию волн сжатия, которые начинают распространяться в обе стороны от поверхности откола. Достигнув свободной поверхности, вторичная волна сжатия приводит к повторному возрастанию скорости. Вследствие чего на временном профиле скорости свободной поверхности при откольном разрушении формируется так называемый откольный импульс [5].

Исследование поведения TiB_2 оказывается актуальным в связи с широкой областью его практического применения в промышленности и энергетике, например, в качестве наплавочных материалов при нанесении износостойких покрытий на стальные изделия [6]. Диборид титана используется также в качестве барьерных слоев в микроэлектронике [7, 8].

Существует ряд работ [9–13], в которых проводились экспериментальные исследования и численное моделирование, однако поведение TiB_2 до сих пор остается малоизученным в диапазоне высоких скоростей нагружения. Исследование тонких пленок диборида титана является перспективной областью, благодаря их высокой твердости, прочности, износостойкости. Знание упругих свойств, прочности и пластической деформации керамических материалов является необходимым условием для применения в условиях экстремальных статических и динамических механических напряжений и высокой температуры.

Несмотря на общее понимание физики и механики высокоскоростного деформирования и разрушения, детальное согласие теоретических представлений и моделей этих явлений с имеющимися экспериментальными данными пока не достигнуто. Исследование поведения диборида титана в работе на пленке микронной толщины [13] показало возможность достичь величины откольной прочности, равной 19 ГПа, при скорости деформирования $8 \times 10^8 \text{ с}^{-1}$ и пиковом напряжении сжатия 32 ГПа. Вопрос о зависимости прочности от амплитуды нагрузки требует более детального изучения.

В данной работе с помощью интерферометрической методики непрерывной регистрации движения поверхности с использованием частотно-модулированного (чирпированного) диагностического импульса были исследованы ударно-волновые явления, возникшие в пленочном образце диборида титана толщиной 440 нм под действием импульсов пикосекундной длительности. Такие исследования позволяют приблизиться к определению значений “идеальной” прочности.

2. МЕТОД И МАТЕРИАЛЫ

Для исследования УВ явлений, возникающих при воздействии лазерных импульсов на тонкие пленки, применялся метод спектральной интерферометрии, позволяющий регистрировать смещение тыльной поверхности образца с пространственным и временным разрешением.

Источником излучения являлась титан-сапфировая фемтосекундная лазерная система, собранная по схеме усиления чирпированных импульсов, генерирующая импульсы с энергией до 2 мДж на длине волны $\lambda = 800 \text{ нм}$.

Экспериментальным образцом служила пленка диборида титана толщиной $440 \pm 10 \text{ нм}$, нанесенная магнетронным методом на стеклянную подложку толщиной 180 мкм. Толщина образцов определялась с помощью атомно-силового микроскопа (Veeco Multimode 5) в области воздействия лазерного излучения. По данным рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии исследуемого образца TiB_2 соотношение титана к бору составило 32 к 68%. Содержание примесей железа, никеля и азота, присутствующих в объеме образца, составило менее 1%. Согласно [14–16] в пленках TiB_2 , нанесенных

методом магнетронного распыления, отсутствуют дефекты и поры, а их плотность близка к плотности малопористых образцов диборида титана, полученных горячим прессованием [17].

В экспериментальной схеме нагревающее лазерное излучение фокусировалось на пленку TiB_2 через стеклянную подложку, а диагностика ударно-волновых процессов проводилась на тыльной свободной поверхности. Нагревающее излучение фокусировалось в эллиптическое пятно с радиусами 26 и 23 мкм (большая и малая полуось) по уровню e^{-1} с Гауссовым распределением интенсивности. С целью уменьшения интенсивности при фокусировке излучения на мишень и исключения возникновения нелинейных эффектов и оптического пробоя в стекле, длительность излучения τ была увеличена до 55 пс. Пиковая интенсивность излучения при этом была ниже порога оптического пробоя стекла $\sim 10^{13}$ Вт/см², а глубина прогрева пленки диборида титана $d_T = \sqrt{\chi\tau} \approx 40$ нм (коэффициент температуропроводности $\chi = 0.24$ см²/с [6]) была примерно на порядок меньше ее толщины. Толщина исследуемого образца более, чем на 2 порядка меньше диаметра фокусируемого лазерного гауссова пучка, поэтому ударное сжатие имело одноосный характер в центральной части области взаимодействия.

Для диагностики использовался chirпированный импульс длительностью 300 пс с шириной спектра 40 нм и центральной длиной волны 800 нм. Для измерения динамики смещения тыльной свободной поверхности образца применялся интерферометр Майкельсона, совмещенный с дифракционным спектрометром Acton-2300i (схема Черни–Тернера) с решеткой 600 штрихов/мм. Перенос изображения осуществлялся с помощью микрообъектива Olympus с числовой апертурой $NA = 0.3$, полученные изображения регистрировались с помощью ПЗС-камеры SensiCam QE с матрицей размером 1420×1080 пкс и разрядностью 12 бит. Временное разрешение схемы измерений составляло 1 пс. Пространственное разрешение в плоскости мишени составляло 3 мкм. После каждого воздействия мишень сдвигалась на 300 мкм на новое место с помощью микроманипулятора.

В каждом эксперименте записывались три типа интерферограмм: интерферограмма поверхности образца до воздействия (начальная), в момент воздействия ударной волны (временная) и после окончания процесса — спустя несколько секунд после воздействия (финальная). Сопоставление начальной и временной интерферограмм дает информацию о динамике ударно-волнового процесса.

Полученные в ходе эксперимента интерферограммы обрабатывались с помощью двумерного Фурье-преобразования. Более подробно экспериментальная схема и методика обработки описаны в работах [18, 19]. Измеренное значение сдвига фазы $\Delta\varphi(t)$ позволяет рассчитать смещение поверхности $z_{fs}(t)$ по формуле $z_{fs}(t) = \Delta\varphi(t)\lambda/4\pi$. Алгоритм анализа двумерных интерферограмм обеспечивает погрешность измерения изменения фазы отраженного диагностического импульса на уровне 0.01 рад, что соответствует погрешности определения смещения $\Delta z \approx (1-2)$ нм.

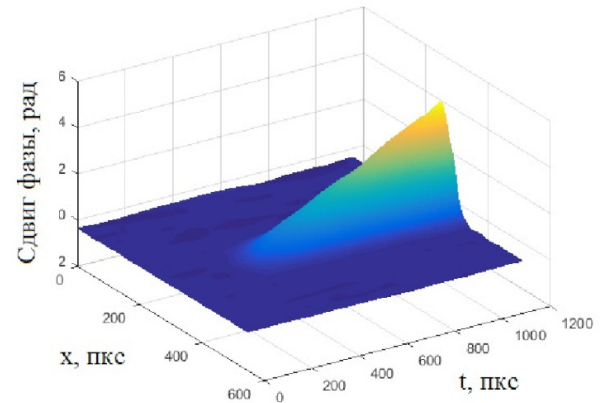


Рисунок 1. Пространственно-временное распределение фазы диагностического импульса $\Delta\varphi(x, t)$. Энергия нагревающего лазерного импульса $E = 69$ мкДж, длительность 55 пс. Калибровочный коэффициент для оси времени составляет 0.16 пс/пкс, для пространственной оси координат — 0.3 мкм/пкс. Цветовая шкала дана в радианах.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИХ АНАЛИЗ

На рисунке 1 приведено пространственно-временное распределение фазы диагностического импульса $\Delta\varphi(x, t)$, описывающее динамику пространственно-неоднородного движения тыльной свободной поверхности пленочного образца TiB_2 толщиной $h = 440$ нм в момент выхода ударной волны, генерируемой лазерным импульсом с энергией $E = 69$ мкДж. Время и пространственная координата указаны в пикселях (пкс).

На рисунке 2 представлены временные профили смещения $z_{fs}(t)$ тыльной свободной поверхности пленочного образца диборида титана для различных значений плотности энергии F лазерного импульса, построенные путем обработки распределения фазы $\Delta\varphi(x, t)$, приведенного на рисунке 1.

Профиль 1 соответствует центральной части области взаимодействия с максимальной плотностью энергии $F_0 = 3.7$ Дж/см². Остальные профили $z_{fs}(t)$ построены на различном удалении от центральной части и соответствуют различной плотности энергии лазерного излучения в фокальном пятне.

На рисунке 3 показано семейство волновых профилей скорости свободной поверхности $u_{fs}(t)$, полученных путем дифференцирования соответствующих профилей $z_{fs}(t)$ с последующим сглаживанием методом скользящего окна с постоянной времени 6 пс.

Результаты измерений профилей $u_{fs}(t)$ на рисунке 3 не выявили расщепления ударной волны на упругую и пластическую волны сжатия. Известно, что напряжение пластического течения растет с увеличением скорости деформирования [1]. Это приводит, в частности, к тому, что величина напряжения за фронтом упругого предвестника (динамический предел упругости σ_{HEL}) зависит от пройденного волной расстояния и возрастает с уменьшением последнего. Учитывая данные работы [13], можно полагать, что в проведенных опытах на меньшей длине распространения

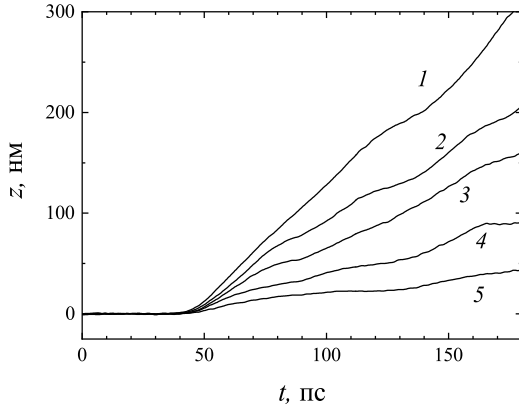


Рисунок 2. Волновые профили смещения свободной поверхности образца TiB_2 для различной плотности энергии лазерного импульса: 1 — F_0 ; 2 — $0.91F_0$; 3 — $0.82F_0$; 4 — $0.73F_0$; 5 — $0.62F_0$.

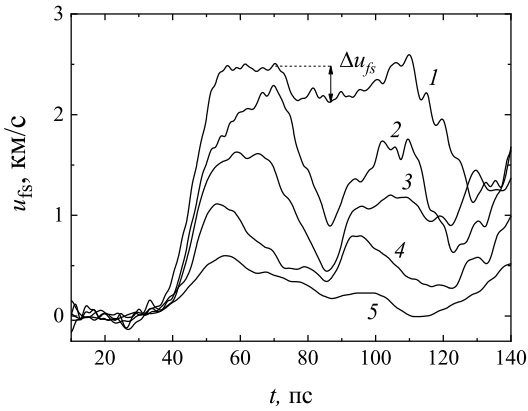


Рисунок 3. Волновые профили скорости свободной поверхности образца TiB_2 для различной плотности энергии лазерного импульса: 1 — F_0 ; 2 — $0.91F_0$; 3 — $0.82F_0$; 4 — $0.73F_0$; 5 — $0.62F_0$.

в рассматриваемом диапазоне напряжений сжатия пластические деформации не успевают развиваться, и регистрируемая ударная волна является волной упругого ударного сжатия. В пользу этого предположения говорит также малое время нарастания параметров в ней, свидетельствующее о незначительном вкладе диссипативных процессов. Время нарастания $u_{fs}(t)$ уменьшается с ростом амплитуды импульса сжатия и не превышает десяти пикосекунд. В данном случае максимальное напряжение сжатия за фронтом УВ при значении скорости $u_{fs}(t) = 2.5$ км/с (кривая 1 на рисунке 3) согласно выражению $\sigma = \rho_0 c_l u_p$ достигает 62 ГПа. Здесь $\rho_0 = 4.5$ г/см³ и $c_l = 10.94$ км/с — соответственно плотность и продольная скорость звука в TiB_2 [17], $u_p = u_{fs}^{max}/2$ — значение массовой скорости.

Величина растягивающего напряжения в образце непосредственно перед разрушением в ударно-волновых экспериментах определяется по декременту скорости Δu_{fs} между ее максимальным значением и значением перед откольным импульсом [5]. В акустическом приближении, когда вклад нелинейности сжимаемости ве-

щества незначителен, метод характеристик дает простую формулу для расчета величины откольной прочности $\sigma_{spall} = \rho_0 c \Delta u_{fs}/2$, где ρ_0 и c — плотность материала и скорость звука, соответственно. В связи с возможными упругопластическими эффектами при отколе, расчетная формула в линейном приближении для импульсов нагрузки треугольного профиля принимает вид [20, 21]:

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

где $c_b = 6.88$ км/с — объемная скорость звука в дибориде титана [17].

Скорость деформирования $\dot{\epsilon}$, определяемая как скорость расширения $\dot{V}/V_0$ ударно-сжатого вещества при разгрузке для рассматриваемого случая одноосного упругого сжатия, может быть оценена из соотношения [2]:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{V}}{V_0} = -\frac{u_{fs}}{2c}, \quad (2)$$

Толщину откольного слоя можно оценить по формуле [2, 22]:

$$L_{spall} \approx \frac{c_l \Delta t}{2}, \quad (3)$$

где $\Delta t = t_{spall} - t_{max}$ — разность времен между моментом выхода откольного импульса и временем достижения максимального значения скорости u_{fs}^{max} .

В рассматриваемом эксперименте в диапазоне напряжений сжатия 27–62 ГПа на волновых профилях скорости (кривые 1–4 на рисунке 3) регистрируется откольный импульс. При этом с ростом напряжения сжатия глубина возникновения разрушения L_{spall} уменьшается. Соответствующая зависимость, рассчитанная по формуле (3), приведена на рисунке 4.

На рисунке 5 представлены зависимости откольной прочности σ_{spall} от скорости деформирования $\dot{\epsilon}$ в волне разгрузки, рассчитанные по формулам (1) и (2). Цифры на рисунках 4 и 5 соответствуют номерам волновых профилей скорости на рисунке 3. При напряжении сжатия 14 ГПа (профиль 5) на волновом профиле $u_{fs}(t)$ откольный импульс не регистрировался. В данном случае величина растягивающих напряжений была меньше значения прочности и откол в твердом состоянии не реализовывался.

Полученные данные в пикосекундном диапазоне в интервале напряжений сжатия 27–56 ГПа (точки 2–4) могут быть аппроксимированы степенной зависимостью в виде:

$$\sigma_{spall} = A \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^\beta, \quad (4)$$

где $\beta = 0.456$ — показатель степенной зависимости; $A = 14.2$ — коэффициент, принимающий значение σ_{spall} при $\dot{\epsilon}_0 = 10^9$ с⁻¹.

Как видно из рисунка 5, в диапазоне напряжений сжатия 27–56 ГПа (точки 2–4) величина откольной прочности растет с ростом скорости деформирования от 14 до 26 ГПа. Однако при большем напряжении

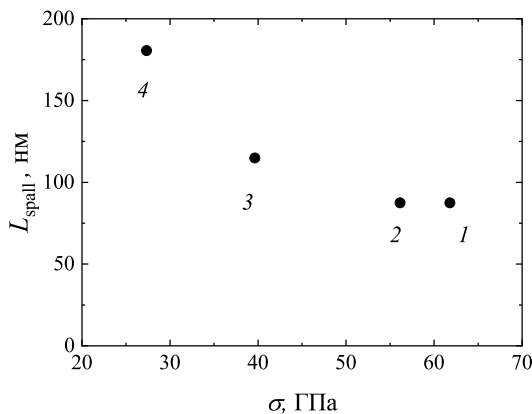


Рисунок 4. Зависимость расстояния от тыльной поверхности образца до поверхности откольного разрушения в зависимости от пикового напряжения сжатия.

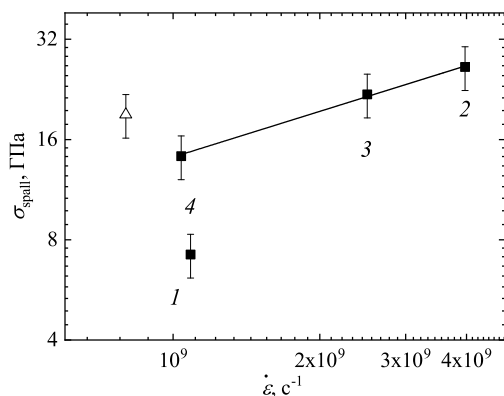


Рисунок 5. Зависимость откольной прочности пленочного образца TiB_2 от скорости деформирования в пикосекундном диапазоне нагружения. Квадраты — данные настоящей работы, треугольник — данные работы [13], линия — степенная аппроксимация.

сжатия (62 ГПа, точка 1) откольная прочность резко снижается до 7 ГПа. Согласно работе [12], уменьшение объемной прочности диборида титана с ростом амплитуды нагружения может быть объяснено ростом числа несплошностей в образцах при прохождении более мощной волны сжатия. Подобный эффект уменьшения объемной прочности с ростом амплитуды нагружения также наблюдался в работе [13] на пленочном образце TiB_2 микронной толщины.

Согласно работе [11], величина предельной (“идеальной”) объемной прочности TiB_2 уменьшается с ростом температуры. Вблизи комнатной температуры ее величина при одноосном растяжении варьируется примерно от 50 до 70 ГПа при различной кристаллографической ориентации. Таким образом, в наших экспериментах при максимальной скорости деформирования $4 \times 10^9 \text{ с}^{-1}$ было достигнуто не менее 40–50% от величины “идеальной” объемной прочности диборида титана.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Методом спектральной интерферометрии в пикосекундном диапазоне с временным разрешением 1 пс на пленочных образцах диборида титана толщиной 440 нм проведены измерения волновых профилей скорости свободной поверхности при выходе ультракоротких импульсов сжатия, генерируемых лазерными импульсами длительностью 55 пс. Показано, что на субмикронной длине распространения одноосное ударное сжатие имеет упругий характер до напряжений 62 ГПа или более. Построена кинетическая зависимость откольной прочности для пленочного образца TiB_2 от скорости деформирования в диапазоне от 1×10^9 до $4 \times 10^9 \text{ с}^{-1}$ и определены коэффициенты аппроксимирующей степенной зависимости. Обнаружено немонотонное поведение откольной прочности с ростом амплитуды нагружения. Измеренное максимальное значение динамической откольной прочности, равное 26 ГПа при скорости деформирования $4 \times 10^9 \text{ с}^{-1}$, составило не менее 40–50% от величины “идеальной” объемной прочности диборида титана. Полученные экспериментальные данные по пространственно-временным параметрам близки к реализуемым в молекулярно-динамических расчетах и могут быть использованы для их тестирования.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (Государственное задание №075-00270-24-00) на оборудовании ЦКП “Лазерный фемтосекундный комплекс” ОИВТ РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Канель Г И, Зарецкий Е Б, Разоренов С В, Ашитков С И и Фортвов В Е 2017 *УФН* **187** 525–45
2. Ashitkov S I, Agranat M B, Kanel G I, Komarov P S and Fortov V E 2010 *JETP Lett.* **92** 516–20
3. Crowhurst J C, Armstrong M R, Knight K B, Zaug J M and Behymer E M 2011 *Phys. Rev. Lett.* **107** 144302
4. Ashitkov S, Komarov P, Romashevskiy S, Struleva E and Evlashin S 2022 *J. Appl. Phys.* **132** 175104
5. Канель Г И, Фортвов В Е и Разоренов С В 2007 *УФН* **177** 809–30
6. Крутский Ю Л, Черкасова Н Ю, Гудыма Т С, Нецкина О В и Крутская Т М 2021 *Известия вузов. Черная металлургия* **64** 149–64
7. Matthes B, Herr W, Broszeit E, Kloos K, Nürnberger G, Schmoedel D, Höhl F, Stock H R and Mayr P 1991 *Mater. Sci. Eng., A* **140** 593–601
8. Hammer P, Steiner A, Villa R, Baker M, Gibson P, Haupt J and Gissler W 1994 *Surf. Coat. Technol.* **68–69** 194–98
9. Yaziv D and Brar N 1988 *Journal de Physique Colloques* **49** 683–87
10. Bourne N K and Gray G T 2002 *Proc. R. Soc. Lond. A* **458** 1273–1284
11. Cheng T and Li W 2015 *J. Am. Ceram. Soc.* **98** 190–96
12. Dandekar D and Benfanti D 1993 *J. Appl. Phys.* **73** 673–678
13. Ашитков С И, Комаров П С и Струлева Е В 2018 *ТВТ* **56** 959–62
14. Maissel L I, Glang R and Budenstein P P 1971 *J. Electrochem. Soc.* **118** 114
15. Kelesoglu E and C M 1998 *Surf. Coat. Technol.* **98** 1483–1489
16. Андриевский Р А, Калинин Г В, Кобелев Н П, Соيفер Я М и Штанский Д В 1997 *ФТТ* **39** 1859–1864

17. Zhang Y, Fukuoka K, Kikuchi M, Kodama M, Shibata K and Mashimo T 2005 *Int. J. Imp. Eng.* **32** 643–649
18. Ashitkov S, Komarov P, Romashevskiy S, Struleva E and Evlashin S 2023 *Phys. Fluids* **35** 107107
19. Струлева Е В, Комаров П С и Ашитков С И 2018 *Вестник ОИВТ РАН* **1** 130–135
20. Kanel G 2010 *Int. J. Fract.* **163** 173–191
21. Степанов Г В 1976 *Проблемы прочности* **8** 66–69
22. Канель Г И 2001 *ПМТФ* **42** 194–198