Д. т. н. **В. В. Кузин** (✉), д. т. н. **С. Н. Григорьев**, **В. Н. Ермолин**

ФГБОУ ВО «Московский государственный технологический университет «Станкин», Москва, Россия

УДК 666.3:546.831-31]:544.537

ИМПУЛЬСНОЕ ЛАЗЕРНОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ НА ГРАФИТИЗИРОВАННУЮ ПОВЕРХНОСТЬ Y–TZP-КЕРАМИКИ

С использованием оригинальной методики изучена роль графитового слоя при импульсном лазерном воздействии на поверхность керамики на основе тетрагонального диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия (Y–TZP-керамика). Установлено, что графитизация поверхности увеличивает долю поглощаемого лазерного излучения, в результате чего нагрев, плавление и испарение Y–TZP-керамики происходят при менее интенсивных режимах, что благоприятно влияет на использование импульсного лазерного излучения для модификации ее поверхности.

Ключевые слова: *Y–TZP-керамика, графитовый слой, импульсное лазерное воздействие, поверхностный слой, морфология поверхности, шероховатость.*

ВВЕДЕНИЕ

Технологические дефекты, образующиеся в поверхностном слое деталей из керамики на основе тетрагонального ZrO_2, частично стабилизированного оксидом иттрия (Y–TZP-керамика), при спекании и механической обработке, уменьшают их эксплуатационный ресурс [1–6]. Одним из методов решения этой проблемы является удаление или «залечивание» существующих дефектов [7–9]. Создание технологии, обеспечивающей достижение этих эффектов, приобретает особую актуальность в связи с широким применением Y–TZP-керамики в перспективных конструкторских разработках.

Практическая возможность изменения структуры поверхностного слоя Y–TZP-керамики с использованием лазерного излучения показана в работах [10–14]. Существенными недостатками лазерного воздействия на поверхностный слой керамики являются узкий диапазон технологических режимов, при котором достигается положительный результат, и нестабильность структурных изменений. Кроме того, эффективность процесса лазерного воздействия снижает высокая отражающая способность поверхности Y–TZP-керамики. Автор публикации [15] считает, что по этой причине коэффициент полезного действия (КПД) лазерного излучения может уменьшаться до 10 %. Устранение этих недостатков достигается использованием поглощающих покрытий [16]. Эти покрытия, наносимые на поверхности деталей перед обработкой и удаляемые после нее, позволяют управлять тепловыми процессами в поверхностном слое керамики и повышать эффективность лазерного воздействия на поверхности керамики с высокой отражательной способностью [17, 18]. Однако роль поглощающих покрытий, нанесенных на поверхность Y–TZP-керамики, изучена в недостаточной степени.

В работе поставлена цель — оценить роль и эффективность применения графитового слоя в качестве поглощающего покрытия при импульсном лазерном воздействии на поверхность Y–TZP-керамики для создания технологических рекомендаций по модификации дефектного слоя.

✉
В. В. Кузин
E-mail: dr.kuzinvalery@yandex.ru

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В работе использовали оригинальную методику, основанную на сравнении характеристик двух видов поверхностей после импульсного лазерного воздействия. Первый вид — исходная шлифованная поверхность (ИП), второй вид — графитизированная шлифованная поверхность (ГП). Поверхности образцов Y–TZP-керамики размерами 20×90×3 мм были предварительно прошлифованы на станке ОШ-440 с использованием алмазного круга 1А1В2-01 100 % АС6 160/125 и смазочно-охлаждающей жидкости. Режим шлифования: скорость круга $v_{кр}$ = 30 м/с, продольная подача $S_{пр}$ = 5 м/мин, поперечная подача $S_{поп}$ = = 0,5 мм/ход, глубина шлифования t = 0,03 мм.

Под графитизированной поверхностью Y–TZP-керамики понимали графитовый слой, нанесенный распылением аэрозольного состава Graphit 33 на поверхности образцов. Выбор это-

го состава связан с его высокой поглощающей способностью и хорошей адгезией к Y–TZP-керамике. После нанесения графитового слоя образцы изменяли цвет с белого на матовый графитно-черный (соответствует RAL 9011). После лазерной обработки остатки графитового слоя удаляли моющим средством PL301; после этого образцы промывали в ультразвуковой установке Powersonic.

На поверхности образцов обрабатывали участки размерами 4×4 мм с использованием импульсного лазера U-15. Подробно техника выполнения этой части эксперимента изложена в статье [11]. Параметры режима импульсной лазерной обработки: мощность лазерного импульса P 1–15 Вт, относительная скорость растрового сканирования v 25–200 %, шаг перемещения лазерного луча по осям x (s_x) и y (s_y) $s_x = s_y$ 10–60 мкм. Частоту следования импульсов f (30 кГц), число импульсов в пачке $n_и$ (1 имп) и число проходов в цикле обработки N (1 проход) в экспериментах не изменяли. Диаметр пятна от лазерного луча на обрабатываемой поверхности составлял 40 мкм.

Шероховатость Ra поверхности обработанных участков измеряли по двум осям (x и y) с использованием профилографа-профилометра Hommelwerke, оснащенного щупом TKU 300/600 чувствительностью 40 нм. Морфологию поверхности исследовали с использованием прибора MikroCAD premium (построение 3D-модели поверхности), оптического микроскопа Olympus BX51M и сканирующего электронного микроскопа Tescan Vega 3LMH. Прочность адгезии графитового слоя с Y–TZP-керамикой определяли с использованием микротвердомера ПМТ–3.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Установлено, что высокоплотная и мелкозернистая структура Y–TZP-керамики (рис. 1, *а*), сформированная зернами тетрагональной фазы размерами 0,5–1,0 мкм, трансформируется при шлифовании в поверхностный дефектный слой. Например, поверхность образцов, прошлифованных при указанном режиме, покрыта гладким пластически деформированным слоем толщиной до 0,5 мкм (рис. 1, *б*). В этом слое зерна имеют вытянутую форму, ориентированную к обработанной поверхности. Под действием нагрузок, генерируемых процессом шлифования, между поверхностным слоем и исходной керамикой образуется модифицированный слой толщиной до 2 мкм. Структуру этого слоя формируют зерна, размер которых меньше размера зерен исходной керамики. На границах этих слоев имеются разнонаправленные трещины, которые в начальный момент эксплуатации на-

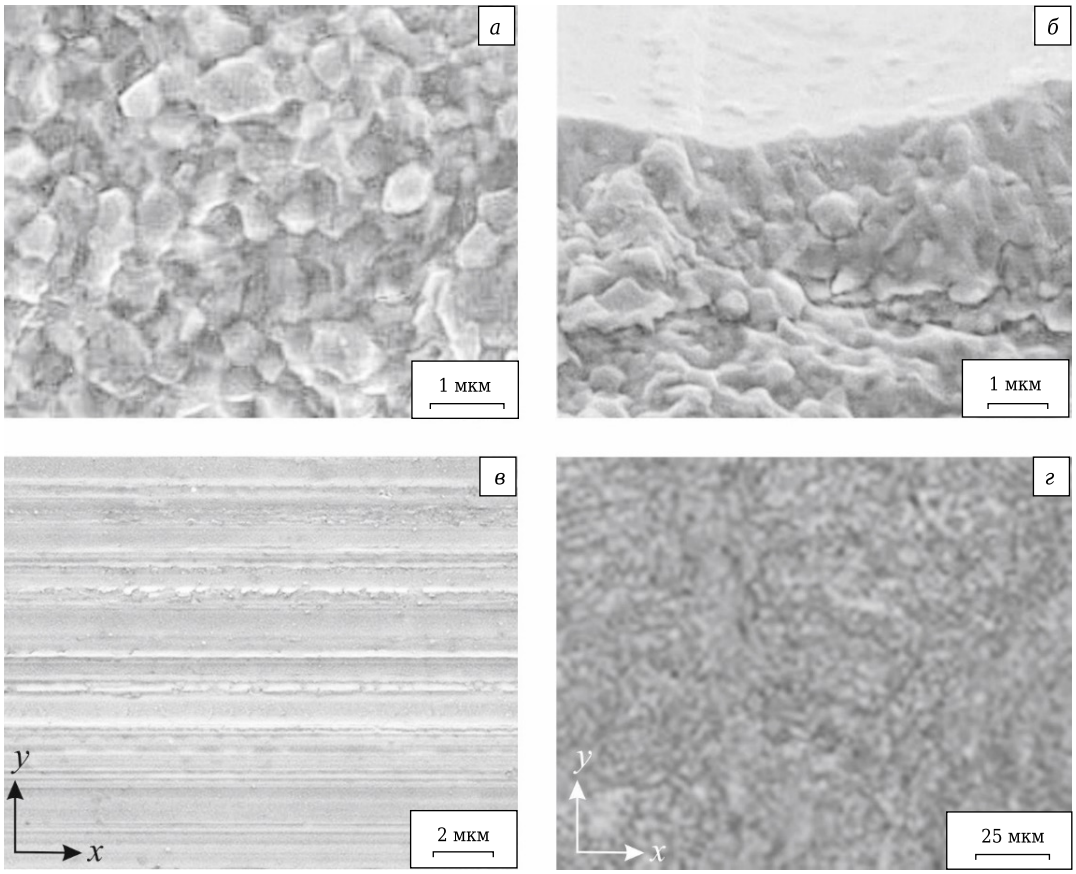


Рис. 1. Структура спеченной Y–TZP-керамики (*а*) и поверхностного слоя образца после шлифования (*б*), морфология шлифованной поверхности (*в*) и поверхности графитового слоя (*г*)

чинают интенсивный рост, приводящий к локальным разрушениям поверхностного слоя керамических деталей на этапе приработки.

Поверхность образцов после шлифования имеет направленный морфологический рисунок, сформированный совокупностью продольных впадин и выступов, являющихся результатом перемещения отдельных алмазных зерен по поверхности керамики. На этой поверхности имеются «чешуйчатые» наплывы и немногочисленные разнонаправленные мелкие трещины длиной до 15 мкм. Шероховатость поверхности образцов, прошлифованных при установленном режиме, составляет Ra_x = 0,3 мкм и Ra_y = 0,5 мкм по осям *x* и *y* соответственно.

Для обеспечения высокого качества деталей из Y–TZP-керамики дефектный слой общей толщиной 2,5–3,0 мкм, сформировавшийся при шлифовании, необходимо удалить с использованием лазерного излучения, а затем сформировать на поверхности керамики «новую благоприятную» структуру. Следует отметить, что на толщину дефектного слоя существенно влияют режимы шлифования, причем их интенсификация приводит к увеличению толщины этого слоя. Основные закономерности этого влияния проанализированы в статье [4]. Графитовый слой толщиной 15–20 мкм, имеющий шагреневый морфологический рисунок, полностью «покрывал» шлифованные поверхности образцов (рис. 1, *г*). Этот слой имел достаточно прочное сцепление с керамикой; при царапании алмазным индентором графит отделялся в виде стружки и отдельных фрагментов размерами до 15 мкм. Под действием лазерного луча графитовый слой выгорал с образованием «нагара» или полностью испарялся.

Установлено существенное влияние графитового слоя на морфологию и шероховатость поверхности образцов Y–TZP-керамики после импульсного лазерного воздействия. Для удобства обсуждения результатов воспользуемся двумя условными понятиями: «низкоинтенсивный режим», для которого характерен только нагрев поверхности Y–TZP-керамики до температуры, не превышающей температуру ее плавления, и «высокоинтенсивный режим», при котором происходит испарение керамики. Степень влияния графитового слоя на морфологию ИП и ГП Y–TZP-керамики, обработанной при низкоинтенсивном режиме (P = 5 Вт, v = 100 %, $s_x = s_y$ = 40 мкм), показана на рис. 2. На 3D-моделях ИП и ГП видно, что эти поверхности имеют одинаковый шагреневый морфологический рисунок, но при этом ГП имеет значительно большую высоту выступов, чем ИП. На ИП просматриваются следы продольных впадин, характерных для шлифованной поверхности, а на ГП их не обнаружено. Шагреневый рисунок на ГП имеет определенную волнообразность, свидетельствующую о пластическом течении керамики под действием мощного теплового источника, а также капли расплавленной керамики и кратеры. Формирование морфологического рисунка на ГП, аналогичного рисунку на ИП, происходит при менее интенсивных режимах лазерного излучения. Другим отличительным признаком состояния ИП и ГП является их цвет после импульсной лазерной обработки: цвет ИП — светло-желтый с темными «жжеными» вкраплениями, цвет ГП — светло-коричневый без вкраплений, свидетельствующий о диффузии графита в керамику.

Профилограммы ИП и ГП, обработанных при высокоинтенсивном режиме (P = 12 Вт, v = = 100 %, $s_x = s_y$ = 40 мкм), показаны на рис. 3. Видно, что в обоих случаях происходило интенсивное испарение керамики, причем присутствие графитового слоя стимулировало этот процесс. Глубина участка ГП практически в 2 раза больше, чем участка ИП, а разница в морфологии ИП и ГП практически отсутствует. В обоих случаях морфология обработанной поверхности Y–TZP-керамики характеризуется многочисленными кратерами, каплями расплавленной керамики и разнонаправленными трещинами. Роль графитового слоя при обработке поверхности Y–TZP-керамики при высокоинтенсивном режиме

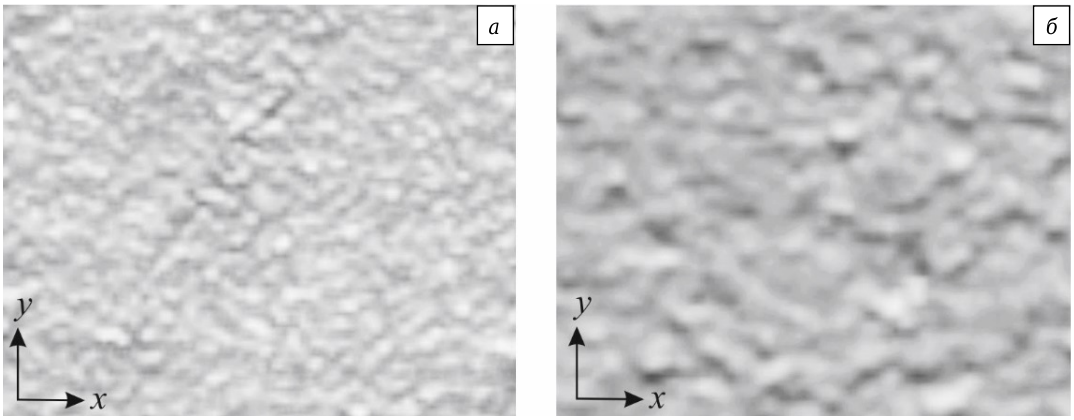


Рис. 2. 3D-модели ИП (*а*) и ГП (*б*) Y–TZP-керамики после импульсного лазерного воздействия с P = 5 Вт, v = 100 %, $s_x = s_y$ = 40 мкм

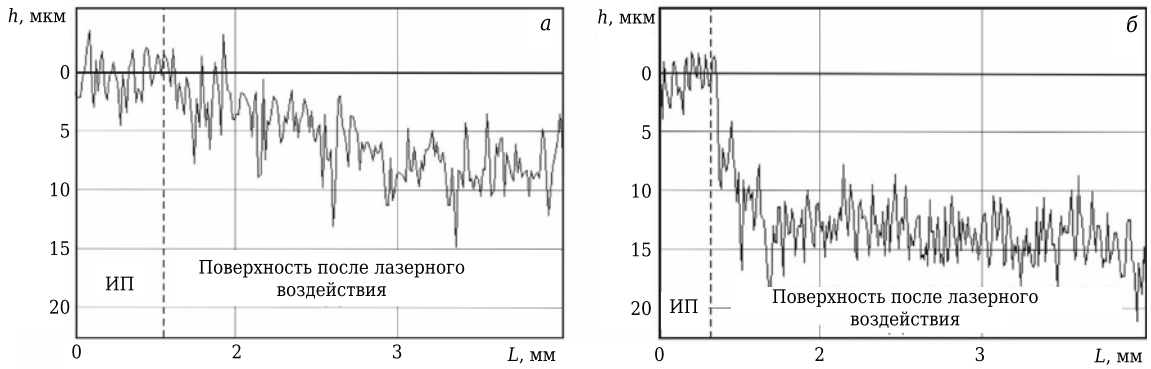


Рис. 3. Профилограммы ИП (*а*) и ГП (*б*) Y–TZP-керамики после импульсного лазерного воздействия с P = 12 Вт, v = 100 %, $s_x = s_y$ = 40 мкм: h — глубина обработанного участка; L — расстояние

сводится к значительному увеличению объема «испаренной» керамики. Испарение керамики с ГП объемом, аналогичным испаренному объему с ИП, происходит при менее интенсивных режимах.

Результаты исследования влияния мощности лазерного импульса P на Ra ИП и ГП Y–TZP-керамики показаны на рис. 4. Видно, что значения Ra ИП и ГП выше Ra шлифованной поверхности керамики при всех значениях P. С увеличением P от 2 до 15 Вт значения Ra ИП и ГП уменьшаются в среднем на 30–35 %, причем Ra ГП в этом диапазоне значительно выше, чем Ra ИП. Наименьшие значения Ra для ИП и ГП зафиксировали при обработке с P = 15 Вт, наибольшие — при обработке с P = 2 Вт. После импульсной лазерной обработки с P = 2 Вт шероховатость по оси x Ra_x ИП составляет 0,69 мкм, а Ra_x ГП 1,06 мкм, после обработки с P = 15 Вт — соответственно 0,51 и 0,74 мкм (см. рис. 4, *а*). Шероховатость по оси y Ra_y после импульсной лазерной обработки с P = 2 Вт ИП характеризуется значением 0,76 мкм, ГП — значением 1,12 мкм, после обработки с P = 15 Вт — соответственно 0,58 и 0,89 мкм (см. рис. 4, *б*).

Результаты исследования влияния относительной скорости v растрового сканирования на Ra ИП и ГП Y–TZP-керамики показаны на рис. 5. С увеличением v значения Ra увеличиваются. Наименьшие значения Ra зафиксированы после лазерной обработки ИП с v = 25 %, наибольшие — после обработки ГП с v = 200 %. После обработки с v = 25 % ИП характеризуется Ra_x 0,47 мкм, а ГП — Ra_x 0,63 мкм, после обработки с v = 200 % — соответственно 0,74 и 0,88 мкм (см. рис. 5, *а*). После обработки с v = 25 % Ra_y ИП характеризуется значением 0,51 мкм, а ГП — значением 0,74 мкм, после обработки с v = 200 % — соответственно 0,79 и 0,96 мкм (см. рис. 5, *б*).

Влияние шага перемещения лазерного луча s_x (s_y) на Ra ИП и ГП Y–TZP-керамики показано на рис. 6. Установлено, что увеличение s_x (s_y) в диапазоне от 10 до 60 мкм приводит к уменьшению Ra поверхности. После импульсной лазерной обработки с $s_x = s_y$ = 10 мкм Ra_x ИП характеризуется значением 0,91 мкм, а ГП — значением 0,84 мкм, после обработки с $s_x = s_y$ = 60 мкм — соответственно 0,4 и 0,58 мкм (см. рис. 6, *а*). После импульсной лазерной обработки с $s_x = s_y$ = = 10 мкм Ra_y ИП характеризуется значением 0,99 мкм, а ГП — значением 1,14 мкм, после обработки с $s_x = s_y$ = 60 мкм — соответственно 0,51 и 0,63 мкм (см. рис. 6, *б*).

Столь существенное влияние s_x (s_y) на значения Ra связано с эффектом взаимного перекрытия пятен лазерного луча. Например, при

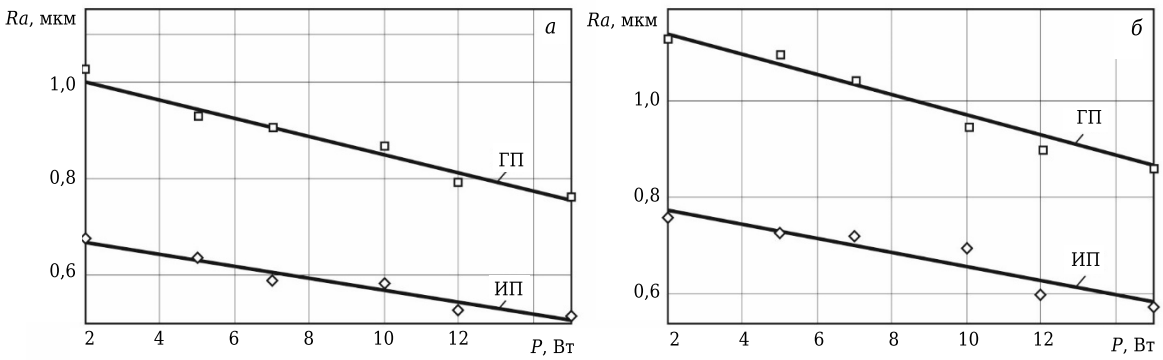


Рис. 4. Влияние P на Ra ИП и ГП вдоль осей x (*а*) и y (*б*) при v = 100 % и $s_x = s_y$ = 40 мкм

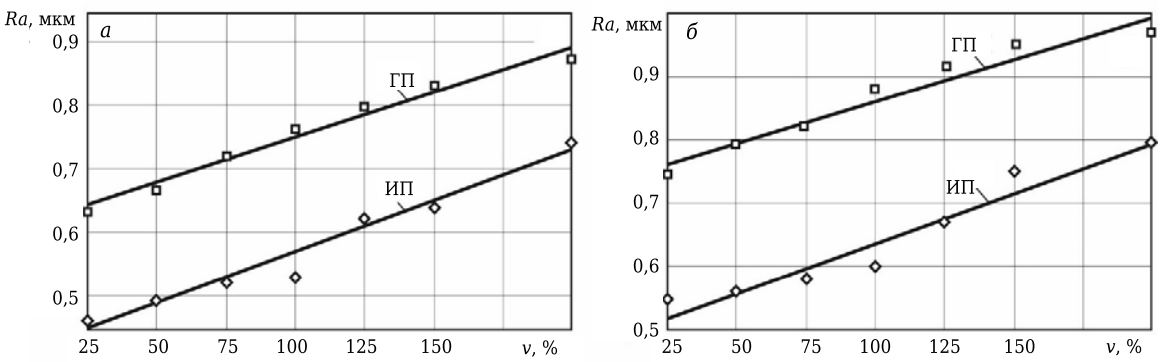


Рис. 5. Влияние *v* растрового сканирования на *Ra* ИП и ГП вдоль осей *x* (*а*) и *y* (*б*) при P = 12 Вт и $s_x = s_y$ = 40 мкм

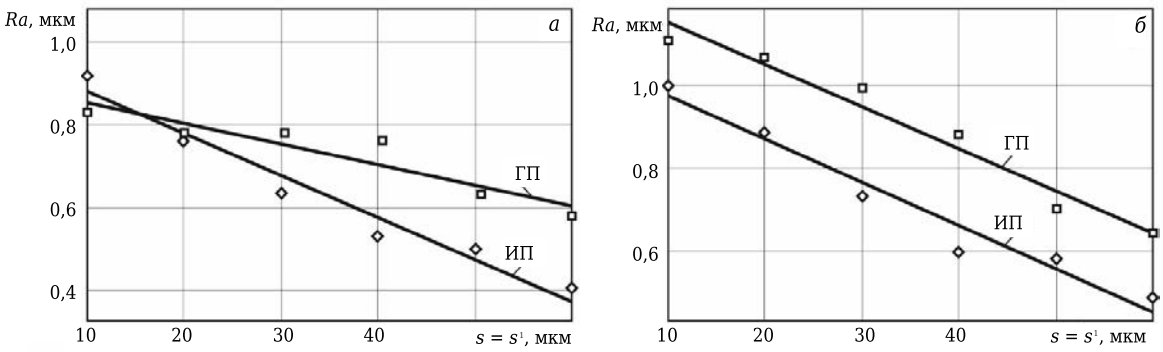


Рис. 6. Влияние шага перемещения лазерного луча на *Ra* ИП и ГП вдоль осей *x* (*а*) и *y* (*б*) при P = 12 Вт и *v* = 100 %

$s_x = s_y$ < 40 мкм происходит взаимное перекрытие пятен лазерного луча и, соответственно, локальные площадки на поверхности керамики в наибольшей степени подвергаются тепловому воздействию. При $s_x = s_y \geq 40$ мкм взаимное перекрытие пятен лазерного луча отсутствует и появляются локальные площадки на поверхности керамики, на которые не действовал тепловой поток.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

С использованием оригинальной методики изучена роль графитового слоя, используемого в качестве поглощающего покрытия, при импульсном лазерном воздействии на поверхность Y–TZP-керамики. Установлено, что графитовый слой существенно увеличивает долю поглощаемого лазерного излучения и, соответственно, тепловой поток, поступающий в керамику. В результате этого физического феномена нагрев, плавление и испарение Y–TZP-керамики происходят на менее интенсивных режимах.

Наличие графитового слоя поверхности Y–TZP-керамики принципиально не изменяет морфологический рисунок обработанных поверхностей и характер зависимостей значений *Ra* от технологического режима. Установлено, что с увеличением P в диапазоне от 2 до 15 Вт и *v* в диапазоне от 25 до 200 % значения *Ra* ИП и ГП увеличиваются в среднем на 30–35 % по двум осям, причем *Ra* ГП значительно выше, чем *Ra* ИП. Увеличение шага перемещения лазерного луча по двум координатным направлениям s_x (s_y) в диапазоне от 10 до 60 мкм приводит к уменьшению значений *Ra*, что связано с эффектом перекрытия пятен от лазерного луча. Наибольшее влияние на морфологию и шероховатость обработанной поверхности оказывают мощность лазерного импульса и шаг перемещения лазерного луча по координатным осям.

Графитизация поверхности Y–TZP-керамики благоприятно влияет на использование импульсного лазерного излучения для испарения дефектного слоя и формирования «новой благоприятной» структуры. Эта структурная модификация может быть реализована более эффективно за счет выбора состава поглощающего покрытия. Графитовый слой позволяет также значительно увеличить КПД импульсного лазерного излучения и сократить в 2–3 раза время обработки деталей из Y–TZP-керамики с большими рабочими площадями.

* * *

Работа проведена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках выполнения государственного зада-

ния в сфере научной деятельности, проект № 9.1372.2017/4.6.

Библиографический список

1. ***Basu, Bikramjit.*** Microstructure-toughness-wear relationship of tetragonal zirconia ceramics / *Bikramjit Basu, Jozef Vleugels, Omer Van Der Biest* // J. Eur. Ceram. Soc. — 2004. — Vol. 24. — P. 2031–2040.

2. ***Pereira, G. K. R.*** The effect of grinding on the mechanical behavior of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-analyses / *G. K. R. Pereira, S. Fraga, A. F. Montagnera* // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. — 2016. — Vol. 63. — P. 417–442.

3. ***Dantas, T. A.*** Wear behaviour of tetragonal zirconia polycrystal with a porous surface / *T. A. Dantas, S. Roedel, P. Flores* [et al.] // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. — 2018. — Vol. 75. —- P. 85–93.

4. ***Кузин, В. В.*** Взаимосвязь режимов алмазного шлифования с состоянием поверхности керамики на основе диоксида циркония / *В. В. Кузин, С. Ю. Фёдоров, С. Н. Григорьев* // Новые огнеупоры. — 2016. — № 11. — С. 60–65.

Kuzin, V. V. Correlation of diamond grinding regime with surface condition of ceramic based on zirconium dioxide / *V. V. Kuzin, S. Yu. Fedorov, S. N. Grigor'ev* // Refract. Ind. Ceram. — 2017. — Vol. 57, № 6. — P. 625–630.

5. ***Кузин, В. В.*** Уровень дефектности кромок образцов Y–TZP-керамики после алмазного шлифования / *В. В. Кузин, С. Ю. Фёдоров, С. Н. Григорьев* // Новые огнеупоры. — 2017. — № 7. — С. 63–65.

Kuzin, V. V. Level of Y–TZP-ceramic specimen edge defects after diamond machining / *V. V. Kuzin, S. Yu. Fedorov, S. N. Grigor'ev* // Refract. Ind. Ceram. — 2017. — Vol. 58, № 4. — P. 415–417.

6. ***Harrer, Walter.*** Failure analysis of a ceramic ball race bearing made of Y–TZP zirconia / *Walter Harrer, Marco Deluca, Roger Morrell* // Engineering Failure Analysis. — 2014. — Vol. 36. — P. 262–268.

7. ***Tönshoff, H. K.*** Surface Modification of Ceramics by Laser Machining / *H. K. Tönshoff, H. Kappel* // CIRP Annals. — 1998. — Vol. 47. — P. 471–474.

8. ***Bose, Susmita.*** Surface modification of biomaterials and biomedical devices using additive manufacturing / *Susmita Bose, Samuel Ford Robertson, Amit Bandyopadhyay* // Acta Biomaterialia. — 2018. — Vol. 66. — P. 6–22.

9. ***Tshabalala, Lerato Criscelda.*** Surface texturing of Si_3N_4–SiC ceramic tool components by pulsed laser machining / *Lerato Criscelda Tshabalala, Sisa Pityana* // Surface and Coatings Technology. — 2016. — Vol. 289. —- P. 52–60.

10. ***Moura, C. G.*** Effect of laser surface texturing on primary stability and surface properties of zirconia implants / *C. G. Moura, R. Pereira, M. Buciumeanu* [et al.] // Ceram. Int. — 2017. — Vol. 43. — P. 15227–15236.

11. ***Kuzin, V.*** Surface modification of zirconia (Y–TZP) ceramics induced by pulsed laser machining / *V. Kuzin, S. Grigoriev, M. Fedorov* [et al.] // Applied Mechanics and Materials. — 2015. — Vols. 752–753. — P. 481–484.

12. ***Roitero, E.*** Nanosecond-laser patterning of 3Y–TZP: Damage and microstructural changes / *E. Roitero, F. Lasserre, J. J. Roa* [et al.] // J. Eur. Ceram. Soc. — 2017. — Vol. 37. — P. 4876–4887.

13. ***Кузин, В. В.*** Модификация поверхностного слоя оксидной керамики с использованием непрерывного лазерного излучения / *В. В. Кузин* // Новые огнеупоры. — 2016. — № 1. — С. 51–55.

Kuzin, V. V. Oxide ceramic surface layer modification using continuous laser radiation / *V. V. Kuzin* // Refract. Ind. Ceram. — 2016. — Vol. 57, № 1. — P. 53–57.

14. ***Roitero, Erica.*** A parametric study of laser interference surface patterning of dental zirconia: Effects of laser parameters on topography and surface quality / *Erica Roitero, Federico Lasserre, Marc Anglada* [et al.] // Dental Materials. — 2017. — Vol. 33. — P. e28–e38.

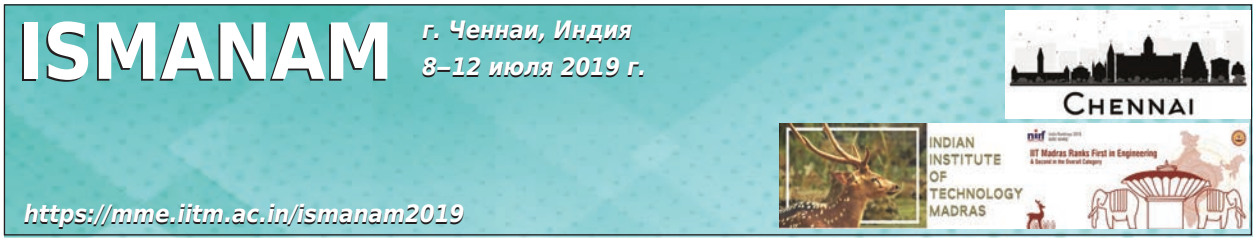
15. ***Васильев, С. В.*** Влияние неразрушающего воздействия лазерного излучения на состав и физико-химические свойства приповерхностного слоя металла / *С. В. Васильев, А. Ю. Иванов, В. И. Недолгов* // Вестн. Гродн. гос. ун-та им. Янки Купалы. Сер. 2. Математика. Физика. Информатика, вычислительная техника и управление. — 2001. — С. 78–80.

16. Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок ; под ред. В. Я. Панченко. — М. : Физматлит, 2009. — 664 с.

17. ***Kuzin, V.*** Effect of thermal loading on stresses in defective surface layer of ceramics / *V. Kuzin, S. Grigoriev, M. Portnoy* // Applied Mechanics and Materials. — 2016. — Vol. 827. — P. 189–192.

18. ***Кузин, В. В.*** Неоднородность напряжений в поверхностном слое керамики под действием внешней нагрузки. Часть 2. Влияние теплового нагружения / *В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, В. Н. Ермолин* // Новые огнеупоры. — 2013. — № 12. — С. 35–39.

Kuzin, V. V. Stress inhomogeneity in a ceramic surface layer under action of an external load. Part 2. Effect of thermal loading / *V. V. Kuzin, S. N. Grigor'ev, V. N. Ermolin* // Refract. Ind. Ceram. — 2014. — Vol. 54, № 6. — P. 497–501. ■

Получено 25.02.19
© В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, В. Н. Ермолин, 2019 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ