9. *Park, Young-Jo*. Permeability enhancement in poroussintered reaction-bonded silicon nitrides / *Young-Jo Park, Hai-Doo Kim, John W. Halloran //* Int. J. Appl. Ceram. Technol. — 2011. — Vol. 8, № 4. — P. 809–814.

10. *Park, Young-Jo*. The Characterization of porous sintered reaction-bonded silicon nitride ceramics fabricated by Si-Additive mixture granules / *Young-Jo Park, Boo-Won Park, Sae-Hoon Lee* [et al.] // Int. J. Appl. Ceram. Technol. — 2011. — Vol. 8, № 6. — P. 1501–1508.

11. **Гузман, И. Я.** Высокоогнеупорная пористая керамика / И. Я. Гузман. — М. : Металлургия, 1971. — 208 с.

12. **Анциферов, В. Н.** Особенности получения пористых нитридкремниевых материалов из тонкостенных элементов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев // Порошковая металлургия. — 1991. — № 8. — С. 44–48.

13. **Анциферов, В. Н.** Особенности получения высокопористых материалов из нитрида кремния, оксинитрида кремния и сиалонов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. Г. Ланин [и др.] // Огнеупоры и техническая керамика. — 1996. — № 11. — С. 8–13.

14. Анциферов, В. Н. Прессование элементов из шликера для получения высокопористого РСНК / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. А. Шацев // Огнеупоры. — 1992. — № 1. — С. 13–15.

15. **Анциферов, В. Н.** Технология изготовления высокопористого нитрида кремния / В. Н. Анциферов, В. Г. *Гилев* // Технология. Сер. Конструкции из композиционных материалов. — 1996. — № 2. — С. 9–16. 16. **Анциферов, В. Н.** Свойства пористых нитридкремниевых материалов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев // Огнеупоры. — 1988. — № 7. — С. 20–23.

17. *Antsiferov V. N.* Thermal stress resistance of a porous silicon nitride / *V. N. Antsiferov, V. G. Gilyov, A. G. Lanin* [et al.] // Ceramics International. — 1991. — Vol. 17, № 9. — P. 181–185.

18. **Анциферов, В. Н.** Термостойкость пористых нитридкремниевых материалов из тонкостенных элементов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. Г. Ланин [и др.] // Порошковая металлургия. — 1992. — № 11. — С. 66-71.

19. **Анциферов, В. Н.** Влияние отжигов в вакууме и среде азота на структуру и прочность пористых нитридкремниевых материалов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. Г. Ланин [и др.] // Огнеупоры. — 1993. — № 4. — С. 6–8.

20. **Анциферов, В. Н.** Прочность и разрушение высокопористой нитридкремниевой керамики / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, А. Г. Ланин [и др.] // Физика и химия обработки материалов. — 1993. — № 6. — С. 116–119.

21. **Анциферов, В. Н.** Свойства пористых нитридкремниевых материалов / В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев // Огнеупоры. — 1988. — № 7. — С. 20–23.

22. **Добровольский, А. Г.** Шликерное литье / А. Г. Добровольский. — М. : Металлургия, 1977. — 240 с.

23. *Грибовский, П. О.* Керамические твердые схемы / *П. О. Грибовский.* — М. : Энергия, 1971. — 448 с. ■

> Получено 15.12.14 © В. Н. Анциферов, В. Г. Гилев, 2015 г.

Д. т. н. В. В. Кузин (⊠), М. Р. Портной, к. т. н. С. Ю. Федоров, Н. Р. Портной ФГБОУ ВПО «Московский государственный технологический университет «Станкин», Москва, Россия

УДК 621.924.93:666.3

ОСОБЕННОСТИ ВОЗДЕЙСТВИЯ ИМПУЛЬСНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ПОВЕРХНОСТЬ КЕРАМИКИ ВОК71 В ВОДЕ

Приведены результаты экспериментального исследования процесса импульсного лазерного воздействия на поверхность оксидно-карбидной керамики при однокоординатной обработке в дистиллированной воде. Установлено, что технологическая среда оказывает существенное влияние на геометрические параметры единичного трека и морфологию новой поверхности. Полученные результаты позволяют осуществить выбор параметров лазерного воздействия с целью контролируемого микроструктурирования поверхности высокоплотной керамики.

Ключевые слова: высокоплотная керамика, импульсное лазерное излучение, трек, абляция, морфология поверхности.

введение

Ранее [1] была проанализирована связь технологических режимов импульсного лазерного воздействия, осуществляемого на воздухе, с морфологией поверхности оксидно-карбидной керамики ВОК71. Для эффективного применения лазерного метода модификации поверхностного слоя мате-



риала необходимо также знать механизм взаимодействия лазерного излучения с поверхностью материалов в разных технологических средах [2–4].

Цель выполненного экспериментального исследования — изучить особенности воздействия импульсного лазерного излучения на поверхность образцов из керамики ВОК71 в воде.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Экспериментальная методика подробно рассмотрена в работе [1], поэтому далее изложены толь-



Рис. 1. Влияние мощности *P* лазерного импульса при *s*_x = 10 мкм на общий вид центральной части единичного трека, сформированного на поверхности керамики ВОК71 в воде. Мощность *P*, Вт: *a* — 5; *б* — 10; *в* — 15

ко ее базовые положения. Эксперименты выполняли для случая однокоординатной обработки треков длиной 4,5 мм с использованием технологического лазера модели U-15 (длина волны $\lambda = 1064$ нм, длительность импульса т ≈ 7 нс, диаметр пятна фокусировки *d*_л ≈ 40 мкм). Режимы импульсного лазерного воздействия изменяли в диапазонах: мощность Р лазерного импульса 5-15 Вт, шаг s_x перемещения лазерного луча по оси x 10-50 мкм, частоту f следования импульсов от 10 до 100 кГц, число *п* импульсов в пачке 1-30, число проходов N в цикле обработки 1-25. Использовали образцы размерами 12,7 × 12,7 × 4 мм из оксидно-карбидной керамики ВОК71 с шероховатостью исходной поверхности *Ra* = 0,1 мкм, которые помещали в емкость с дистиллированной водой. Толщина слоя воды над поверхностью образца в каждом эксперименте составляла 2 мм. Глубину h и ширину b единичного трека измеряли с использованием профилограф-профилометра «Hommel Tester T800». Морфологию сформированной поверхности керамики изучали на оптическом (Olympus BX51M) и растровом электронном (TESCAN VEGA 3LMH) микроскопах.

При изложении и анализе результатов, полученных в этом исследовании, их сравнивали с результатами, полученными в работе [1].



Рис. 2. Влияние мощности *P* лазерного импульса на средние значения глубины *h* (*a*) и ширины *b* (б) единичного трека, сформированного на поверхности керамики ВОК71 в воде при f = 30 кГц, n = 1 имп., N = 1 проход, $s_x = 10$ мкм (1) и $s_x = 40$ мкм (2)

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Эксперименты показали, что при импульсной лазерной обработке керамических образцов в воде с мощностью Р лазерного импульса 5, 10 и 15 Вт образуются хорошо различимые единичные треки (рис. 1). Видно, что с возрастанием мощности лазерного импульса ширина трека увеличивается, причем даже при обработке с *P* = 5 Вт ширина трека значительно превышает диаметр пятна фокусировки лазерного луча. Треки, образовавшиеся в результате абляции поверхностного слоя керамики в воде, имеют нечеткие границы, что особенно заметно при обработке с P = 5 Вт. Морфология треков, сформированных в воде, по этому показателю существенно отличается от морфологии треков, созданных на воздухе, которые характеризуются достаточно четкими границами (особенно при обработке с перекрытием пятен от лазерного луча).

На рис. 2 показаны зависимости, характеризующие влияние мощности *P* лазерного импульса на геометрические параметры единичного трека, обработанного в воде при шаге $s_x = 10$ и 40 мкм, f = 30 кГц, n = 1 имп. и N = 1 проход. Видно, что рост *P* приводит к увеличению глубины *h* и ширины *b* трека, при реализации схемы обработки с перекрытием ($s_x = 10$ мкм) величины *b* и *h* значительно превышают аналогичные параметры трека, сформированного в результате обработки без перекрытия ($s_x = 40$ мкм).

При обработке с $s_x = 10$ мкм средние значения *h* составляют 0,9, 1,1 и 1,4 мкм для *P* 5, 10 и 15 Вт соответственно, что в 4 раза меньше по сравнению с глубиной треков, сформированных на воздухе при этих же режимах. Средние значения *b* в этом случае составляют 92, 103 и 110 мкм для *P* = 5, 10 и 15 Вт соответственно. Эти значения превышают в 1,6 и 1,28 раза средние значения ширины треков, созданных в результате лазерной импульсной обработки на воздухе с *P* 5 и 10 Вт соответственно. Средние значения *b* при обработке с *P* = 15 Вт в воде и на воздухе практически идентичны.

При обработке с $s_x = 40$ мкм средние значения *h* составляют 0,38, 0,42 и 0,53 мкм для *P* 5, 10 и 15 Вт соответственно, что в 5,5–5,7 раза меньше по сравнению с глубиной треков, сформированных на воздухе при аналогичных режимах. Средние значения *b* в этом случае составляют 66, 78 и 89 мкм для *P* = 5, 10 и 15 Вт соответственно. При обработке с *P* = 5 Вт среднее значение ширины

44



Рис. 3. Влияние частоты *f* следования лазерных импульсов (*a*), числа *n* импульсов в пачке (*б*) и числа циклов обработки *N* (*в*) на средние значения глубины *h* и ширины *b* единичного трека, сформированного на поверхности керамики BOK71 в воде

трека, обработанного в воде, на 25 % превышает среднее значение b трека, обработанного на воздухе. При обработке с P = 10 Вт эти значения совпадают, с P = 15 Вт среднее значение ширины трека, обработанного в воде, меньше на 15 % среднего значения b трека, обработанного на воздухе.

Влияние шага перемещения лазерного луча на геометрические параметры единичного трека, сформированного в воде, более детально исследовали при обработке с P = 12 Вт, f = 30 кГц, n = 1имп., N = 1 проход. Установлено, что увеличение s_x приводит к уменьшению глубины и ширины сформированных треков. Например, при обработке с s_x 10, 30 и 50 мкм средние значения h составляют 1,6, 1,55 и 1,5 мкм, b 91, 85 и 81 мкм соответственно.

Зависимости среднего значения h и b единичного трека от частоты следования *f* лазерных импульсов, числа п импульсов в пачке и числа циклов обработки N показаны на рис. З. Установлено, что увеличение f приводит к уменьшению h и b трека, обработанного при P = 12 Вт, $s_x = 10$ мкм, n = 1имп. и *N* = 1 проход в воде (см. рис. 3, *a*). При этом средние значения h составляют 3, 1,9 и 1,5 мкм, средние значения *b* — 240. 200 и 150 мкм при *f* 10. 50 и 100 кГц соответственно. Сопоставление геометрических параметров треков, полученных в разных технологических средах, показывает, что при обработке в воде образуются треки, средние значения глубины которых в 10-17 раз меньше, а их ширина в 2,0-2,4 раза больше аналогичных параметров треков, сформированных на воздухе при этих же режимах.

Увеличение *n* также вызывает незначительное увеличение *h* и *b* трека, обработанного при *P* = 12 Вт, $s_x = 10$ мкм, f = 30 кГц и *N* = 1 проход (см. рис. 3, б). Средние значения *h* составляют 2,2, 2,5 и 2,7 мкм при *n* 10, 20 и 30 имп. в пачке соответственно, что в 7,3–9,7 раза меньше по сравнению со средней глубиной треков, сформированных на воздухе при этих же режимах. Одновременно зафиксировано увеличение в 2,0–2,25 раза ширины треков (*b* 190, 210 и 233 мкм при *n* 10, 20 и 30 имп. в пачке соответственно), сформированных в воде, по сравнению с шириной треков, созданных на воздухе при этих же режимах.

Увеличение N приводит к возрастанию h и b трека, обработанного при P = 12 Bт, $s_x = 10$ мкм, f = 30 кГц и n = 1 имп. (см. рис. 3, в). Средние значения h 9,5, 13,2 и 15 мкм при 10, 20 и 25 повторах соответственно, что в 2,5–2,8 раза меньше по сравнению со средней глубиной треков, обработанных на воздухе при этих же режимах. Средние значения b 100, 105 и 110 мкм при 10, 20 и 25 повторах соответственно, что на 20–25 % больше по сравнению со средней шириной треков, сформированных на воздухе при этих же режимах.

На рис. 4 представлены микрофотографии наиболее характерных морфологических рисун-



Рис. 4. Морфология дна треков, сформировавшихся в результате импульсного лазерного воздействия на поверхность керамики BOK71 в воде

ков дна треков, сформировавшихся в результате импульсного лазерного воздействия на поверхность керамики BOK71 в воде.

Установлено, что при малой интенсивности лазерного импульсного воздействия на поверхности керамики формируется непрерывная стекловидная структура с хорошо различимыми фазами оксида алюминия и карбида титана, которые плавно соединены между собой. Заметны также следы перемещения этих фаз относительно друг друга. На этой поверхности нет трещин и других признаков ее локального разрушения. Использованные режимы обработки позволяют до минимума свести процессы испарения материала и рассматривать механизм оплавления поверхности как движение жидкой фазы за счет сил поверхностного натяжения [5].

При обработке со средней и высокой интенсивностью лазерного импульсного воздействия на поверхности керамики формируется оплавленная структура без признаков присутствия разных фаз в поверхностном слое. Характерный признак этого морфологического рисунка присутствие многочисленных кратеров разной формы и размеров. На поверхности обнаружены также четко выраженные «трещины-границы» между соседними областями поверхностного слоя керамики. Технологические режимы импульсной лазерной обработки оказывают наибольшее влияние на сглаженность рельефа поверхности, а также на число и размеры образующихся кратеров.

При обработке с большим числом импульсов в пачке (10 и более) формируется поверхность с чрезвычайно развитым рельефом. Поверхность характеризуется многочисленными оплавленными частицами размерами от 0,5 до 5 мкм, образованными на достаточно ровной и бездефект-

Библиографический список

1. **Кузин, В. В.** Воздействие импульсного лазерного излучения на поверхность керамики ВОК71 / В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, М. Ю. Фёдоров [и др.] // Новые огнеупоры. — 2015. — № 7. — С. 48-52.

2. **Рыкалин, Н. Н.** Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов / *Н. Н. Рыкалин, А. А. Углов, И. В. Зуев* [и др.]. — М. : Мир, 1988. — 496 с.

3. *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. — Vol. 752/753. — P. 481–484.

ной базовой поверхности керамики. На крупных оплавленных частицах имеются многочисленные мелкие кратеры (размером до 0,5 мкм). В некоторых областях этой поверхности обнаружены отдельные короткие трещины, происхождение которых можно связать с интенсивными термоциклическими нагрузками.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполненных экспериментальных исследований при использовании воды установлено, что импульсное лазерное воздействие в воде сложным образом влияет на геометрические параметры единичного трека, а также морфологию образованной поверхности. Рост Р, п и N приводит к увеличению глубины и ширины единичных треков, а повышение s_x и f — уменьшает эти геометрические параметры. При импульсной лазерной обработке в воде ширина образующихся треков превышает их аналогичный параметр при обработке на воздухе, а глубина треков, образованных в воде, меньше глубины треков, созданных на воздухе. При импульсном лазерном воздействии происходит микроструктурное модифицирование поверхностного слоя керамики, причем морфология его зависит от энергетической характеристики лазерного импульса. Целенаправленное изменение технологических режимов и среды обработки позволяет контролировать эти структурные изменения.

* * *

Данные прикладные научные исследования проведены при финансовой поддержке Минобрнауки России (Уникальный идентификатор проекта — RFMEFI57414X0003).

4. **Anoop**, **N. Samant.** Three-dimensional laser machining of structural ceramics / Anoop, N. Samant, Narendra B. Dahotre // J. Manufacturing Processes. — 2010. — № 12. — P. 1–7.

5. Шкловский, В. А. К теории лазерного остекловывания с учетом кинетики фазового превращения / В. А. Шкловский, А. А. Моторная, К. В. Маслов // Поверхность. Физика, химия, механика. — 1983. — № 6. — С. 91–104.

Получено 29.06.15 © В. В. Кузин, М. Р. Портной, С. Ю. Фёдоров, Н. Р. Портной, 2015 г.