

Д. Т. Н. В. В. Кузин (✉), Д. Т. Н. С. Н. Григорьев, К. Т. Н. М. Ю. Фёдоров,  
М. Р. Портной, Е. А. Остриков

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

УДК 621.924.93:666.3

## ВОЗДЕЙСТВИЕ ИМПУЛЬСНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ПОВЕРХНОСТЬ КЕРАМИКИ ВОК71

В результате выполненных экспериментальных исследований установлено, что под воздействием импульсного лазерного излучения существенно изменяется состояние поверхности высокоплотной керамики, причем технологические режимы существенно влияют на геометрические параметры единичного трека и морфологию новой поверхности.

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

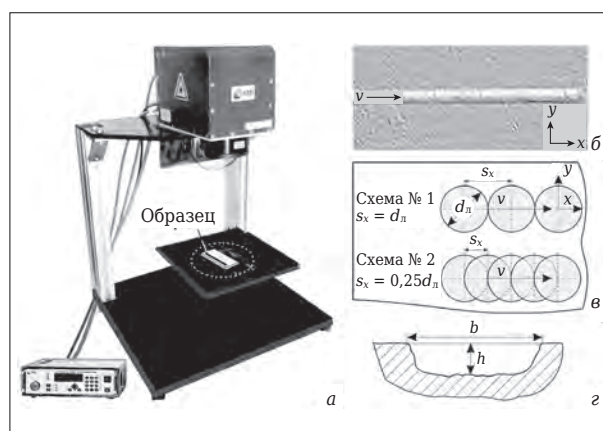
### ВВЕДЕНИЕ

Исследование воздействия лазерного излучения на поверхность керамики является весьма актуальным в связи с перспективой создания новых технологий эффективной обработки этих высокотвердых поликристаллических материалов [1]. Особую важность в этом направлении имеет разработка метода модификации поверхностного слоя керамики, обеспечивающего снижение уровня его дефектности [2]. В общем случае воздействие лазерного излучения, создающего на малом участке высокую плотность теплового потока, на поверхность материала характеризуется следующими взаимосвязанными процессами: поглощением энергии, нагревом, расплавлением и испарением материала [3]. Эти и другие сопутствующие явления хорошо изучены для случая взаимодействия лазерного импульса с поверхностью металлов [4, 5]. Однако физика взаимодействия лазерного излучения с керамическими материалами исследована в значительно меньшем объеме, и современные представления о явлениях, протекающих в их поверхностном слое при лазерной абляции, необходимо дополнять новыми данными. Эта задача частично решена выводами работ [6–8], в которых проанализировано состояние поверхности керамики на основе нитрида кремния, оксида алюминия и оксида циркония после лазерного воздействия. В настоящей работе поставлена цель — исследование воздействия импульсного лазерного

излучения на поверхность высокоплотной оксидно-карбидной керамики.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперименты выполняли с использованием технологического лазера модели U-15, имеющего твердотельный источник на основе кристалла  $\text{Nd:YVO}_4$  с непрерывной диодной накачкой. Лазерный излучатель генерирует луч с длиной волны  $\lambda = 1064$  нм и длительностью импульса  $\tau \approx 7$  нс при частоте излучения 10 кГц. Калибровкой обеспечивали диаметр пятна фокусировки  $d_{\text{л}} \sim 40$  мкм на поверхности эталонного образца, который оставался неизменным при проведении экспериментов. На керамических образцах создавали (обрабатывали) единичные треки (рис. 1, б) длиной 4,5 мм. Технологические режимы импульсного лазерного воздействия изменяли в широком диапазоне: мощность  $P$  лазерного импульса



**Рис. 1.** Общий вид технологической лазерной установки (а), 3D-фрагмент обработанного единичного трека (б), схемы обработки (в) и профиль трека (г)

✉  
В. В. Кузин  
E-mail: kyzena@post.ru

1–15 Вт, шаг  $s_x$  перемещения лазерного луча по оси  $x$  10–50 мкм, частота  $f$  следования импульсов 10–100 кГц, число  $n$  импульсов в пачке 1–30, число проходов  $N$  в цикле обработки 1–25. Относительная скорость  $v$  растрового сканирования не изменялась ( $v = 100\%$ ) во всех экспериментах. В качестве образцов использовали образцы из оксидно-карбидной керамики ВОК71 размерами  $12,7 \times 12,7 \times 4$  мм с шероховатостью исходной поверхности  $Ra = 0,1$  мкм.

Использовали две схемы лазерной обработки — без перекрытия и с перекрытием пятен от лазерного луча (рис. 1, в). В схеме №1 обработку осуществляли без перекрытия пятен от лазерного луча за счет того, что расстояние между центрами соседних пятен от лазерного луча составляло 40 мкм и более. В схеме №2 присутствовало перекрытие соседних пятен от лазерного луча, так как расстояние между центрами соседних пятен от лазерного луча изменяли от 10 до 40 мкм. После лазерной обработки образцы подвергали ультразвуковой мойке в установке «Powersonic».

Глубину  $h$  и ширину  $b$  единичного трека (рис. 1, г) измеряли с использованием профи-

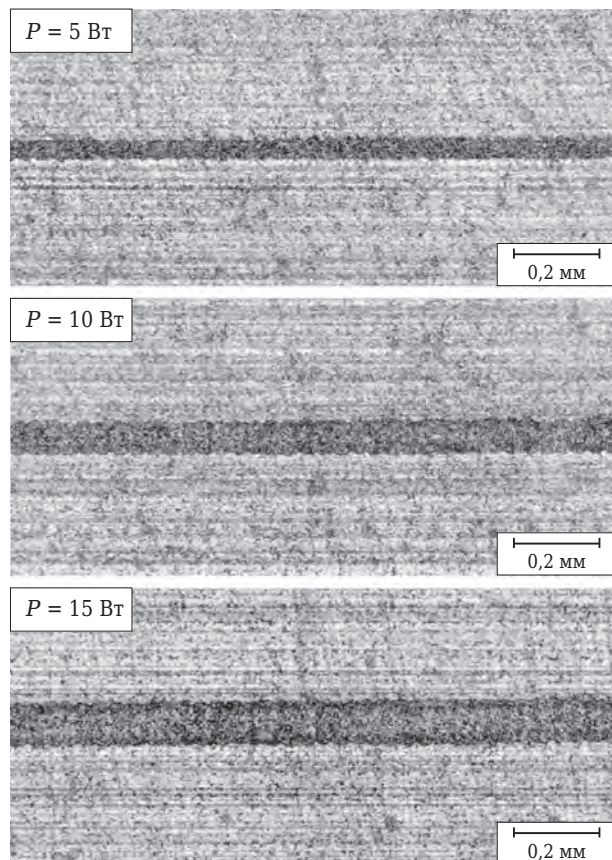
лограф-профилометра «Hommel Tester T800». Средние значения этих геометрических параметров единичного трека определяли по результатам пяти измерений. Морфологию поверхности сформированного единичного трека исследовали с использованием оптического микроскопа «Olympus BX51M» и сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA 3LMH.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Предварительные эксперименты по облучению керамических образцов показали, что образование единичных треков с четко выраженной формой и измеримой глубины стабильно происходит при мощности лазерного излучения  $P = 5$  Вт. Ниже этого уровня мощности на поверхности образцов формируются только кратеры от лазерных импульсов, что объясняется недостаточной энергией для испарения поверхностного слоя керамики. С постепенным увеличением  $P$  до 5 Вт отдельные кратеры преобразуются в единичный трек в результате абляции поверхностного слоя керамического образца по траектории перемещения лазерного луча (вдоль оси  $x$ ) с образованием новой поверхности.

С учетом одинаковой структуры и морфологии поверхности исходных керамических образцов, использованных в экспериментах, считали, что геометрические параметры трека и морфология новой поверхности зависят только от технологических режимов импульсного лазерного воздействия. Их существенное влияние на макрогеометрию трека иллюстрирует рис. 2, на котором показана центральная часть единичного трека, сформированного на поверхности керамики при  $P$  5, 10 и 15 Вт,  $s_x = 40$  мкм,  $f = 30$  кГц,  $n = 1$  импульс и  $N = 1$  проход. Видно, что увеличение  $P$  приводит к заметному росту ширины единичного трека. В детализированном виде результаты исследования влияния  $P$  на геометрические параметры трека, сформированного при использовании двух схем обработки, показаны на рис. 3. Анализ результатов этого эксперимента позволяет отметить следующие факты.

Во-первых, повышение  $P$  приводит к увеличению  $h$  и  $b$  трека, обработанного по обеим схемам. Во-вторых,  $b$  трека, сформированного на любом режиме обработки, превосходит диаметр пятна фокусировки ( $d_{\text{л}} \sim 40$  мкм). Например, при обработке лазерным импульсом с  $P = 5$  Вт  $b$  трека превышает в 1,3 и 1,4 раза  $d_{\text{л}}$  при схемах обработки №1 и 2 соответственно. При обработке лазерным импульсом с

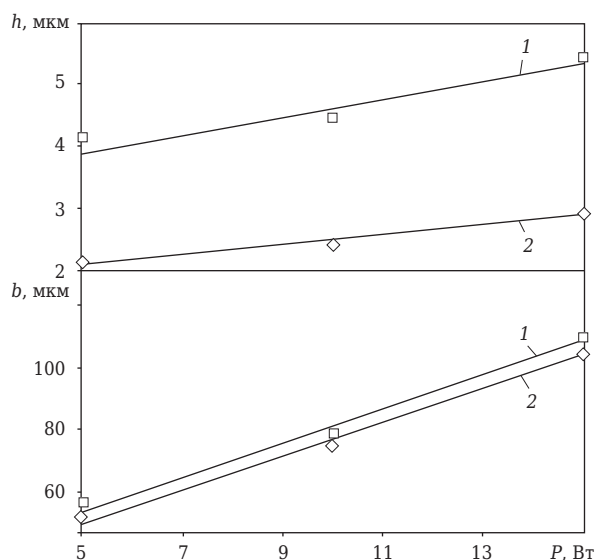


**Рис. 2.** Влияние мощности  $P$  лазерного импульса на общий вид центральной части единичного трека, сформированного на поверхности керамики ВОК71

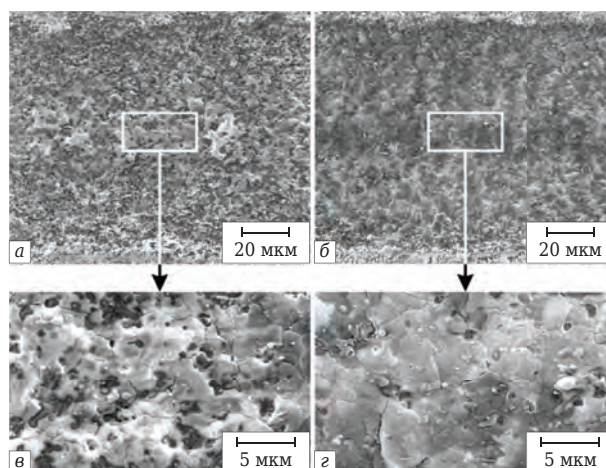
$P = 15$  Вт  $b$  трека превышает более чем в 2,5 раза  $d_{\text{л}}$  при обеих схемах обработки. В-третьих, при одинаковой степени влияния  $P$  на  $b$  трека при разных схемах обработки его  $h$  увеличивается более интенсивно с ростом  $P$  в случае обработки по схеме № 2 по сравнению с обработкой по схеме № 1. Например, при обработке с  $s_x = 10$  мкм средние значения  $h$  составляют 4,2, 4,5 и 5,4 мкм, а  $b$  55, 78 и 109 мкм при  $P$  5, 10 и 15 Вт соответственно. В случае обработки с  $s_x = 40$  мкм ( $f = 30$  кГц,  $n = 1$  импульс и  $N = 1$  проход) средние значения  $h$  составляют 2,1, 2,4 и 2,9 мкм, а  $b$  52, 75 и 104 мкм при  $P$  5, 10 и 15 Вт соответственно. Заметим, что при обработке с  $s_x = 10$  мкм формируется трек глубиной в 2 раза большей по сравнению с шириной трека, обработанного с  $s_x = 40$  мкм. При этом разница в ширине треков, обработанных с использованием разных схем, составляет не более 5 %.

Влияние  $s_x$  на морфологию поверхности трека, обработанного при  $P = 15$  Вт,  $f = 30$  кГц,  $n = 1$  импульс,  $N = 1$  проход, иллюстрирует рис. 4. Видно, что при обработке с  $s_x = 40$  мкм формируется достаточно однородная поверхность (см. рис. 4, а), на которой отсутствуют следы отдельных лазерных импульсов. Кромки, сформированные обработанной и исходной поверхностями, имеют крайне развитый вид, что свидетельствует о действии механизма разрушения керамики, сопровождающего процесс абляции поверхностного слоя образцов под действием импульсного лазерного излучения. При обработке с  $s_x = 10$  мкм образуется четко структурированная поверхность, на которой имеются хорошо различимые следы в виде сегментов концентрических окружностей (см. рис. 4, а), образованных последовательными лазерными импульсами. В этом случае обработанную и исходную поверхности разделяет достаточно ровная кромка.

На рис. 4, в и г показаны особенности морфологического рисунка выделенных участков поверхности «дна» треков, сформированных при разных  $s_x$ . Видно, что при обработке с  $s_x = 40$  мкм формируется неоднородная оплавленная поверхность с многочисленными выступами и впадинами сглаженной формы (см. рис. 4, в). Эта поверхность разделена многочисленными линиями, которые были идентифицированы как границы между соседними расплавленными зернами. Размеры этих структурных элементов обработанной поверхности несколько превышают размеры зерен в исходной структуре керамики. На поверхности имеются многочисленные кратеры размерами 0,1–1,0 мкм, свидетельствующие о выбросе ве-



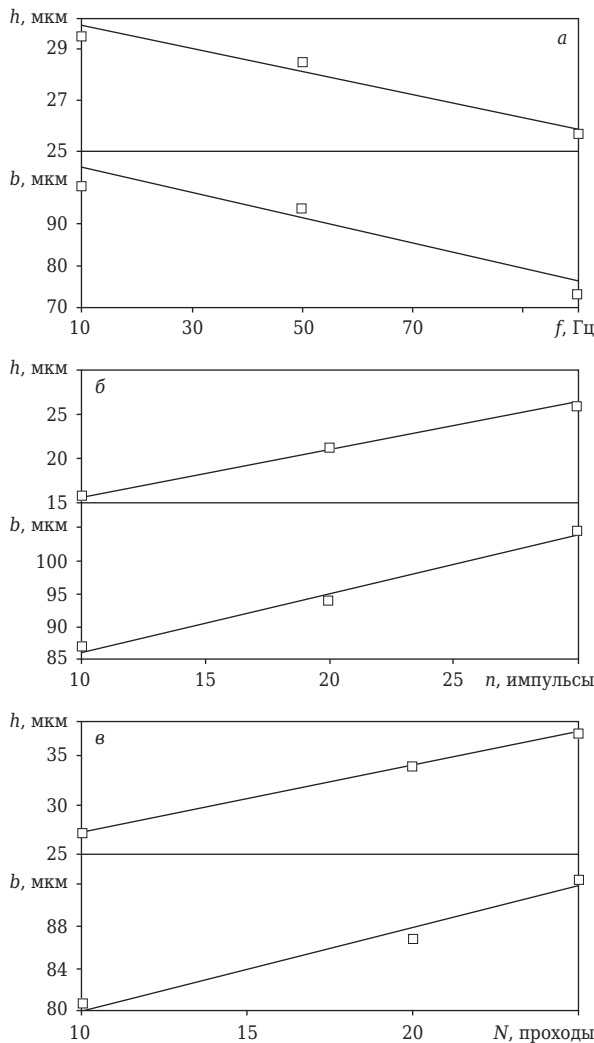
**Рис. 3.** Влияние мощности  $P$  лазерного импульса на средние значения глубины  $h$  и ширины  $b$  сформированного трека при  $f = 30$  кГц,  $n = 1$  импульс и  $N = 1$  проход: 1 —  $s_x = 10$  мкм; 2 —  $s_x = 40$  мкм



**Рис. 4.** Морфология поверхности трека на керамике ВОК71 после импульсной лазерной обработки на режимах:  $P = 15$  Вт,  $f = 30$  кГц,  $n = 1$  импульс,  $N = 1$  проход,  $s_x = 40$  мкм (а, в),  $s_x = 10$  мкм (б, г)

щества из «подповерхностного» слоя керамики во время лазерной обработки. На отдельных выступах и впадинах обнаружены капли размером до 1 мкм, причем на выступах эти капли имеют приплюснутую форму.

При обработке с  $s_x = 10$  мкм (см. рис. 4, г) на поверхности «дна» треков образуется однородная пленка расплавленной керамики, которая разделяется выраженными границами между соседними расплавленными зернами. Размеры этих зерен значительно превышают размеры этих элементов поверхности, сформировавшихся в предыдущем случае обработки. Также на поверхности имеются кратеры, но их число меньше, а размеры больше по сравнению с им-



**Рис. 5.** Влияние  $f$  (а),  $n$  и  $N$  на средние значения  $h$  и  $b$  единичного трека

пульсной лазерной обработкой с  $s_x = 40$  мкм. Шаровидные капли достаточно равномерно распределены по поверхности. Близко расположенные капли соединены «жгутиками» под действием сил поверхностного натяжения.

На рис. 5 показаны зависимости, характеризующие влияние частоты  $f$  следования импульсов, числа  $n$  импульсов в пачке и числа проходов  $N$  в цикле обработки на средние значения глубины  $h$  и ширины  $b$  обработанного трека. Установлено, что увеличение  $f$  приводит к уменьшению  $h$  и  $b$  трека, обработанного при  $P = 12$  Вт,  $s_x = 10$  мкм,  $n = 1$  импульс и  $N = 1$

проход (см. рис. 4, а). Средние значения  $h$  составляют 29,5, 28,5 и 25,7 мкм, а средние значения  $b$  99, 93 и 73 мкм при  $f$  10, 50 и 100 кГц соответственно. Увеличение  $n$  также приводит к увеличению  $h$  и  $b$  трека, обработанного при  $P = 12$  Вт,  $s_x = 10$  мкм,  $f = 30$  кГц и  $N = 1$  проход (см. рис. 4, б). Средние значения  $h$  составляют 15,97, 21,52 и 26,17 мкм, а средние значения  $b$  87, 94 и 104 мкм при  $n = 10, 20$  и 30 импульсов в пачке соответственно. Увеличение  $N$  приводит к росту  $h$  и  $b$  трека, обработанного при  $P = 12$  Вт,  $s_x = 10$  мкм,  $f = 30$  кГц и  $n = 1$  импульс (см. рис. 4, в). Средние значения  $h$  составляют 27,25, 33,97 и 37,47 мкм, а средние значения  $b$  80, 86 и 92 мм при  $N$  10, 20 и 25 проходов соответственно.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполненных экспериментальных исследований установлено, что под воздействием импульсного лазерного излучения существенно изменяется состояние поверхности высокоплотной керамики, причем технологические режимы оказывают существенное влияние на геометрические параметры единичного трека и морфологию новой поверхности. Образование единичного трека четкой выраженной формы и измеримой глубины происходит при мощности лазерного импульса 5 Вт и выше, причем его ширина превосходит диаметр пятна фокусировки на всех режимах обработки. Увеличение  $P$ ,  $s_x$ ,  $n$  и  $N$  приводит к росту  $h$  и  $b$  обработанных треков, а повышение  $f$  уменьшает эти геометрические параметры. Технологические режимы импульсной лазерной обработки модифицируют структуру поверхностного слоя керамики в результате действия взаимосвязанных процессов. На поверхности керамики формируется слой расплавленного материала, морфология которого зависит от энергетической характеристики лазерного импульса.

\* \* \*

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

## Библиографический список

1. **Samant, Anoop N.** Laser machining of structural ceramics — A review / Anoop N. Samant, Narendra B. Dahotre // J. Europ. Ceram. Soc. — 2009. — Vol. 29. — P. 969–993.
2. **Kuzin, V.** Surface defects formation in grinding of silicon nitride ceramics / V. Kuzin, S. Grigoriev, S. Fedorov, M. Fedorov // Applied Mechanics and Materials. — 2015. — Vol. 752, 753. — P. 402–406.

3. **Григорьянц, А. Г.** Основы лазерной обработки материалов / А. Г. Григорьянц. — М. : Машиностроение, 1989. — 304 с.
4. **Веденов, А. А.** Физические процессы при лазерной обработке материалов / А. А. Веденов, Г. Г. Гладуш. — М. : Энергоатомиздат, 1985. — 208 с.
5. **Вейко, В. П.** Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика) / В. П. Вейко, М. Н. Либенсон, Г. Г. Червяков [и др.] ; под ред. В. И. Конова. — М. : Физматлит, 2008. — 312 с.
6. **Laude, L. D.** Excimer laser ablation of Y-SiAlON / L. D. Laude, Ch. Ogeret, A. Jadin, K. Kolev // Applied Surface Science. — 1998. — Vol. 127–129. — P. 848–851.

7. **Ho, Ching-Yen.** Ablation of aluminum oxide ceramics using femtosecond laser with multiple pulses / Ching-Yen Ho, Yu-Hsiang Tsai, Cheng-Sao Chen, Mao-Yu Wen // Current Applied Physics. — 2011. — № 11. — P. 301–305.
8. **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. ■

Получено 15.05.15

© В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, М. Ю. Фёдоров,  
М. Р. Портной, Е. А. Остриков, 2015 г.

К. х. н. **И. Ю. Рощупкина**<sup>1</sup>, к. т. н. **Е. С. Абдрахимова**<sup>1</sup> (✉), к. ф.-м. н. **А. К. Кайракбаев**<sup>2</sup>,  
д. т. н. **В. З. Абдрахимов**<sup>3</sup>, **А. В. Колпаков**<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ФГБОУ ВПО «Самарский государственный аэрокосмический университет имени академика С. П. Королёва (национальный исследовательский университет)», г. Самара, Россия

<sup>2</sup> Казахско-русский международный университет, г. Актобе, Казахстан

<sup>3</sup> ФГБОУ ВПО «Самарский государственный экономический университет», г. Самара, Россия

УДК 669.2.004.82:666.76.043.1

## ИННОВАЦИОННЫЕ РАЗРАБОТКИ ТЕХНОЛОГИИ НАПРАВЛЕННОЙ СТРУКТУРНО-ХИМИЧЕСКОЙ МОДИФИКАЦИИ ФУТЕРОВОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ОТХОДОВ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ И ФОСФАТНЫХ СВЯЗУЮЩИХ

Исследовано влияние отходов Самарского металлургического завода на физико-механические показатели и формирование структуры жаростойкого композита на основе фосфатных связующих. Проанализированы разработки и представлены результаты исследований по созданию новых бесцементных жаростойких композитов для футеровки тепловых агрегатов. Шламовые отходы отличаются от высокодисперсных порошкообразных материалов природного и техногенного происхождения наноразмерностью, которая находится в пределах от 50 до 100 нм и зависит от условий образования.

**Ключевые слова:** жаростойкий композит, высокоглиноземистые отходы, шлам щелочного травления, фосфатные связующие, алюмокальциевый шлам, карбонатный шлам, тепловые агрегаты, футеровка.

Еще в 1992 г. в Рио-де-Жанейро была принята концепция устойчивого развития цивилизации, которую приняли 178 стран мира. Данная концепция призывает к необходимости максимального использования промышленных отходов и создания малоотходных технологий. Ухудшение экологической обстановки металлургией не без основания связано с загрязнением атмосферы, но его не следует и преувели-

чивать. В выбросах оксида серы мировой вклад металлургии составляет 15 % (более половины из них дает цветная металлургия), столько же — химия, лидирует энергетика (70 %).

Неограниченными возможностями наиболее полного использования отходов обладает отрасль, производящая строительные материалы [1–3]. Это объясняется крупными масштабами строительного комплекса, его материалоемкостью и номенклатурой изделий. Большинство отходов производств по своему составу и свойствам близки к природному сырью, применяемому для производства строительных материалов [2]. Большая часть отходов произ-



Е. С. Абдрахимова  
E-mail: 3375892@mail.ru