

УДК 621.924.93:666.3

## МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ОКСИДНОЙ КЕРАМИКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НЕПРЕРЫВНОГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Изучены особенности лазерной модификации поверхностного слоя керамики на основе оксида алюминия под воздействием непрерывного лазерного излучения. Определено влияние режима непрерывного лазерного воздействия на геометрические параметры сформированного трека, морфологию и дефектность поверхностного слоя оксидной керамики. Идентифицированы основные типы и определены характеристики периодических микроструктур, образовавшихся в модифицированном поверхностном слое керамики.

**Ключевые слова:** оксидная керамика, поверхностный слой, модификация, лазерное излучение, периодические микроструктуры, морфология, трещина.

### ВВЕДЕНИЕ

Применение лазерной технологии способно обеспечить эффективную модификацию поверхностного слоя разных керамических материалов, сформировать в нем структуру с микро- и нанометровыми параметрами, а также уменьшить число поверхностных дефектов [1–3]. Этот эффект достигается за счет интенсивного воздействия лазерного луча на локальные участки поверхности керамики, расплавления материала, гидродинамических процессов, сублимации и кристаллизации [4]. Позитивные аспекты лазерной модификации позволяют оптимистично оценить перспективу замедления процессов зарождения и накопления структурных дефектов в поверхностном слое керамических деталей при эксплуатации [5, 6].

Однако на преимущества лазерной модификации поверхностного слоя керамических материалов накладываются негативные последствия, связанные с его неоднородным плавлением и генерацией новых дефектов. Исключение этих недостатков предполагает выявление рациональных условий и режимов лазерной модификации на основе детального изучения природы воздействия лазерного луча на поверхностный слой керамики и определения механизма его структурной перестройки. Только при решении этой задачи можно рекомендовать процесс лазерной модификации в качестве финишной операции для технологии изготовления керамических деталей.

Выявлены [7–9] особенности структурной модификации поверхностного слоя керамических материалов, характеризующихся высокой структурной неоднородностью, сложным химическим составом, высокими температурами плавления и испарения основных компонентов под действием импульсного лазерного воздействия. В отношении непрерывной лазерной обработки также существует потребность в проведении детальных экспериментальных исследований.

Цель настоящей работы — изучение особенности лазерной модификации поверхностного слоя керамики на основе оксида алюминия под воздействием непрерывного лазерного излучения.

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В экспериментальных исследованиях использовали установку ЛК-200-В (НТО «ИРЭ-Полус»), оснащенную иттербиевым волоконным лазером с диодной накачкой, который генерирует луч с длиной волны 1070 нм. В экспериментах изменяли мощность лазерного излучения ( $P = 12 \div 200$  Вт) и скорость перемещения луча ( $v = 2 \div 180$  мм/с), а диаметр лазерного луча оставляли постоянным ( $d = 100$  мкм). Модифицировали поверхностный слой на предварительно шлифованных образцах из оксидной керамики размерами  $12 \times 12 \times 5$  мм. Поверхности, которые подвергали лазерной обработке, имели шероховатость  $Ra = 0,1$  мкм. На этих поверхностях формировали треки длиной 4,5 мм с использованием однокоординатной схемы обработки. После лазерной обработки образцы подвергали ультразвуковой мойке в установке «Powerasonic».

Для анализа состояния поверхности, измерения ширины и глубины сформированных



В. В. Кузин  
E-mail: kyzena@post.ru

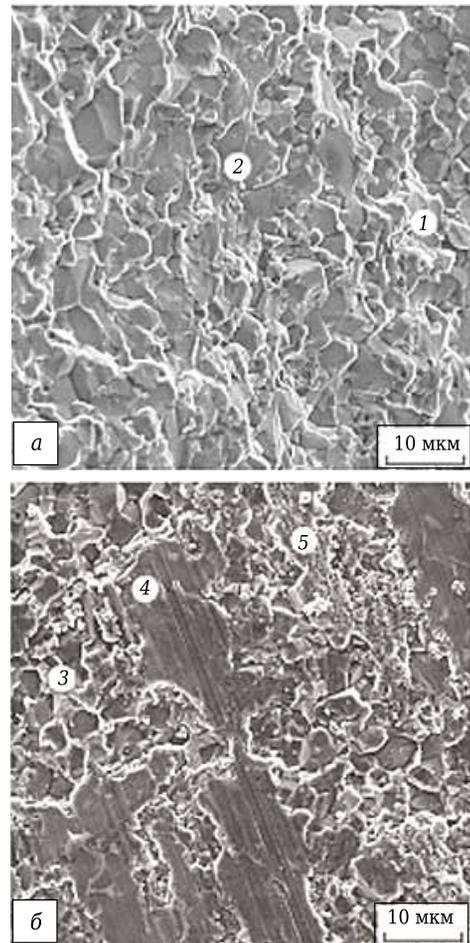
треков использовали оптический микроскоп «Olympus BX51M», сканирующий электронный микроскоп TESCAN VEGA 3LMH, сканер «MikroCAD premium» и профилограф-профилометр HOMMEL TESTER T8000. Средние значения геометрических параметров треков определяли по результатам пяти измерений. На образцы, предназначенные для исследований на сканирующем электронном микроскопе, наносили токопроводящее покрытие методом распыления углеродной нити на установке «Quorum Q150R EST».

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Излом, полученный в результате однократного ударного воздействия на образец оксидной керамики, показан на рис. 1, а. Видно, что скол образца произошел по механизму транскристаллитного разрушения в результате роста образовавшихся трещин по «телу» зерен. Структура керамики сформирована плотноупакованными зернами неправильной формы и порами 1, образовавшимися на стыках нескольких зерен. Размер зерен, имеющих многочисленные острые грани, изменяется от 2 до 20 мкм, пор от 0,3 до 5 мкм. На границах соседних зерен имеются трещины 2 длиной 5–15 мкм.

Морфология шлифованной поверхности образца из оксидной керамики свидетельствует о высокой степени ее дефектности (рис. 1, б). Эту поверхность образуют области 3 локального разрушения керамики и слои 4 пластически деформированной керамики, на внешней стороне которых имеются многочисленные риски от контактного воздействия со стороны алмазных зерен. Отдельные участки областей локального разрушения керамики покрывает рыхлый слой 5. Природа образования столь неоднородной и дефектной поверхности на образце оксидной керамики связана со сложными процессами, протекающими в зоне контакта шлифовального круга с поверхностью керамики.

Области локального разрушения поверхностного слоя керамики имеют морфологический рисунок, существенно отличающийся от рисунка излома образца при ударном воздействии. Во-первых, все поверхностные зерна имеют размеры не более 10 мкм; присутствие зерен больших размеров в этих областях не выявлено (в исходной структуре керамики имелись зерна размерами до 20 мкм). Во-вторых, на поверхности имеются как разрушенные зерна, так и «целые» зерна с хорошо заметной кристаллической огранкой, присутствие которых свидетельствует о том, что при образовании этих областей был активно задействован механизм межкристаллитного разрушения керамики. В-третьих, обнаружены трещины длиной до 50 мкм, распространяющиеся во внутренний объем керамики.



**Рис. 1.** Структура оксидной керамики (а) и морфология поверхности образцов из этой керамики после шлифования (б)

После воздействия непрерывного лазерного луча морфология поверхности керамического образца существенно изменяется. В качестве примера на рис. 2 показаны микрофотографии входной 1, центральной 2 и выходной 3 частей треков, сформированных на поверхности оксидной керамики при перемещении со скоростью  $v = 2$  мм/с лазерного луча разной мощности. Видно, что обработанная поверхность имеет вогнутую форму, а граница между сглаженной обработанной и шероховатой исходной поверхностями имеет достаточно четкое очертание. При обработке лазерным лучом мощностью  $P = 30$  Вт граница имеет стабильный контур, мощностью  $P = 200$  Вт — неустойчивый криволинейный контур, особенно на входной и центральной частях треков.

Установлено, что мощность  $P$  и скорость  $v$  перемещения лазерного луча влияют как на геометрические параметры сформированного трека, так и на состояние поверхности керамики.

Возрастание  $P$  приводит к увеличению ширины  $b$  и глубины  $h$  трека, причем наибольшее влияние  $P$  оказывает на  $b$  (рис. 3, а). Установлено,

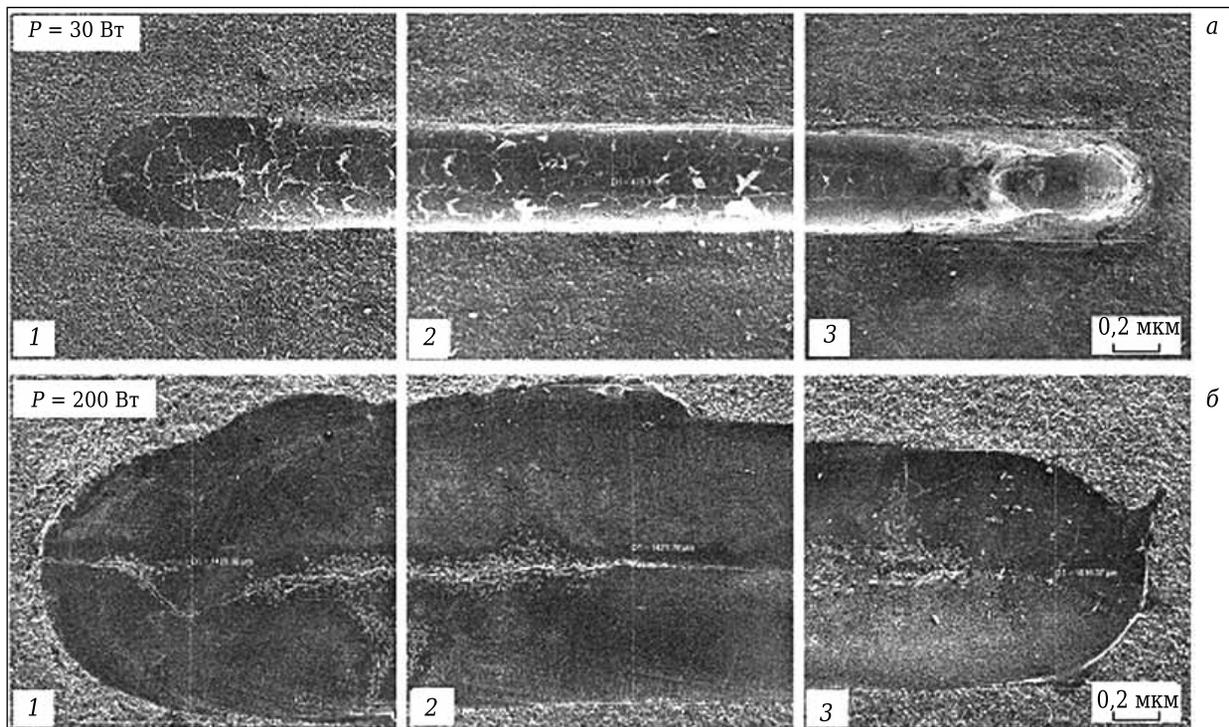


Рис. 2. Влияние  $P$  на состояние поверхности треков, сформированных при  $v = 2$  мм/с

что возрастание  $P$  от 30 до 200 Вт приводит к увеличению в 2,99, 2,57 и 2,37 раза ширины трека, сформированного при обработке с  $v$  2, 5 и 10 мм/с соответственно. Полученные зависимости с высокой точностью аппроксимируются функциями  $b_1 = 0,4863 \ln(P) - 1,1498$  ( $R^2 = 0,9952$ ),  $b_2 = 0,2714 \ln(P) - 0,5599$  ( $R^2 = 0,9849$ ) и  $b_3 = 0,2054 \ln(P) - 0,4135$  ( $R^2 = 0,9847$ ) при обработке с  $v$  2, 5 и 10 мм/с соответственно.

При увеличении  $v$  ширина сформированного трека уменьшается (рис. 3, б), а его траектория приобретает волнистую форму. Влияние  $v$  на  $b$  с высокой точностью описывается уравнениями  $b_1 = 1,9099 v^{-0,4619}$  ( $R^2 = 0,9828$ ),  $b_2 = 1,5076 v^{-0,4818}$  ( $R^2 = 0,999$ ),  $b_3 = 1,068 v^{-0,4245}$  ( $R^2 = 1$ ) и  $b_4 = 0,5823 v^{-0,3181}$  ( $R^2 = 0,9784$ ) при обработке с  $P$  200, 100, 50 и 30 Вт соответственно. Существенное влияние скорости перемещения непрерывного лазерного луча на ширину треков подтверждают микрофотографии их центральной части, сформированные при перемещении непрерывного лазерного луча мощностью 200 Вт с разной скоростью (рис. 4).

Анализ состояния поверхности оксидной керамики после непрерывной лазерной обработки показал принципиальное изменение морфологии, структуры и дефектности обработанной поверхности по сравнению с исходной (шлифованной). Модифицированные поверхности имеют характерные признаки равномерного оплавления, а при лазерной обработке на наиболее интенсивных режимах непрерывной лазерной модификации заметны волны от пе-

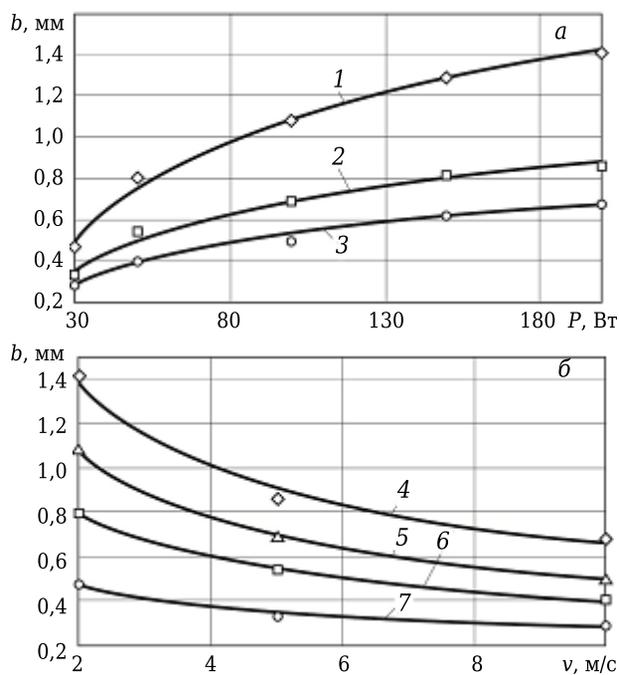
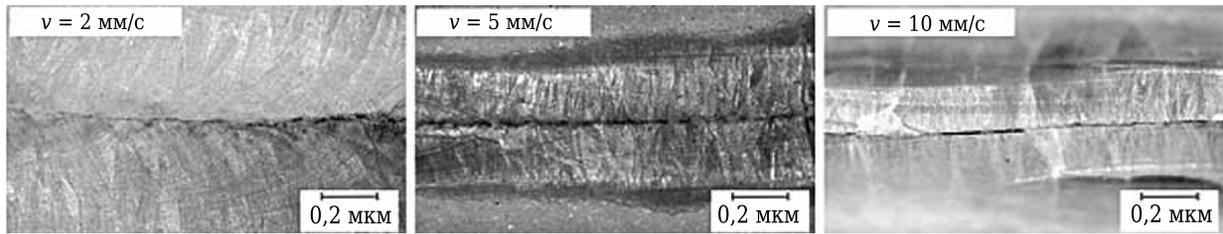


Рис. 3. Влияние  $P$  (а) и  $v$  (б) лазерного луча на ширину  $b$  треков: 1 —  $v = 2$  мм/с; 2 —  $v = 5$  мм/с; 3 —  $v = 10$  мм/с; 4 —  $P = 200$  Вт; 5 —  $P = 100$  Вт; 6 —  $P = 50$  Вт; 7 —  $P = 30$  Вт

ремещения расплавленного материала. Наибольший интерес вызывает изменение морфологии поверхности оксидной керамики после модификации непрерывным лазерным лучом, связанное с генерацией новых периодических микроструктур. В поверхностном слое керами-



**Рис. 4.** Общий вид центральной части треков, сформированных при перемещении с разной скоростью лазерного луча мощностью 200 Вт

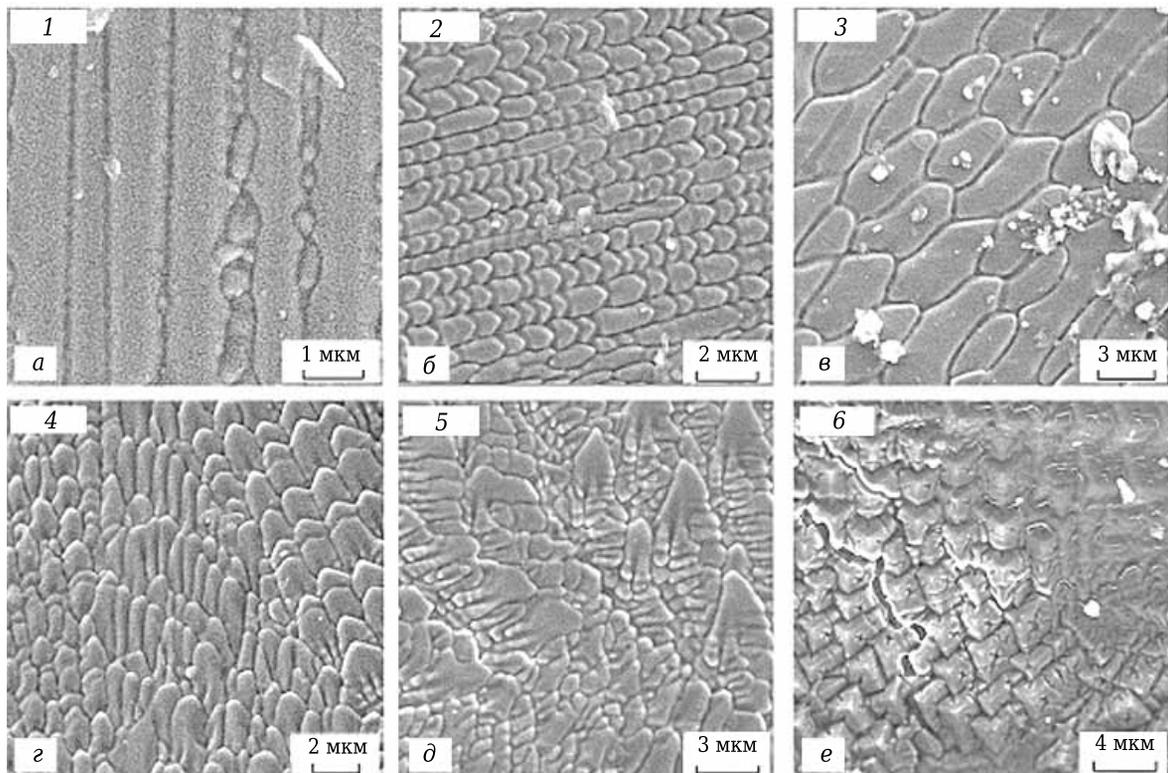
ки образуются периодические микроструктуры разного типа, которые хаотично сочетаются между собой и не имеют определенной ориентации вдоль осей  $x$  (направление перемещения лазерного луча) и  $y$ .

При детальном изучении морфологии поверхности оксидной керамики идентифицированы шесть типов наиболее характерных периодических микроструктур размерами от 70 нм до 100 мкм. Эти периодические микроструктуры показаны на рис. 5.

К типу 1 отнесены сигарообразные линейчатые образования шириной до 3 и длиной до 100 мкм, на границах которых формируются наиболее мелкие каплеобразные образования размерами от 70 нм до 1 мкм (см. рис. 5, а). Выявлены две разновидности этих сигарообразных образований: первый вид имеет гладкую поверхность, а второй вид — бугристую. Очень часто линейчатые периодические микроструктуры этих двух видов чередуются на поверхности. К типу

2 периодических микроструктур отнесены мелкие стреловидные образования шириной до 1 и длиной до 3 мкм, плотно примыкающие друг к другу без взаимного перекрытия (см. рис. 5, б). К типу 3 периодических микроструктур отнесены плоские ромбические образования шириной до 5 и длиной до 12 мкм, между которыми имеются четко выраженные границы (см. рис. 5, в).

Тип 4 периодических микроструктур классифицирован как вытянутые капли, перекрывающиеся друг друга, причем соотношение длины и ширины этих образований изменяется в достаточно широком диапазоне (см. рис. 5, г). Эти образования имеют значительно более развитый рельеф по сравнению с периодическими микроструктурами типа 2. К типу 5 периодических микроструктур отнесены «гребенчатые» и «елочные» образования, которые соединяются между собой пальчиковыми образованиями (см. рис. 5, д). Средняя высота гребенчатых и елочных микроструктур 3–6, палочных — до 1 мкм.



**Рис. 5.** Периодические микроструктуры, образовавшиеся под воздействием непрерывного лазерного излучения

Тип 6 периодических микроструктур классифицирован как кристаллические образования размерами до 3 мкм (см. рис. 5, е). Как правило, периферийные области, в которых сформировались периодические микроструктуры этого типа, образованы кристаллами расплавленной формы, а центральная часть этих областей представлена четко ограниченными кристаллами. Другой особенностью этих областей является присутствие трещин, нарушающих их целостность.

Образование комплекса столь разнообразных по форме и размерам периодических микроструктур можно связать со сложными термомодеформационными и физико-химическими процессами, протекающими в поверхностном слое оксидной керамики под действием неравномерного нагрева, который создается непрерывным лазерным излучением. Косвенно подтверждает эту связь факт изменения химического состава в поверхностном слое оксидной керамики под действием непрерывного лазерного излучения. Например, исходная керамика содержала кислорода (O) 47,15 мас. %, алюминия (Al) 50,5 мас. % и кремния (Si) 2,35 мас. %. После лазерной обработки при режиме  $P = 30$  Вт и  $v = 2$  мм/с содержание O увеличилось до 49,5 мас. %, а содержание Al и Si уменьшилось до 49,5 и 1 мас. % соответственно. Дальнейшее возрастание  $P$  до 200 Вт привело к увеличению O до 53,66 мас. % и уменьшению Al до 46,34 мас. %. В поверхностном слое керамики, обработанной на этом режиме, отсутствовал Si.

На термомодеформационные процессы могут существенно влиять неоднородность структуры оксидной керамики и разница в размерах зерен. Под действием интенсивного теплового потока в поверхностном слое керамики формируются упругие микронапряжения, характеризующиеся крайне высокой неоднородностью [10–12]. Поверхностные дефекты дополнительно усложняют напряженно-деформированное состояние поверхностного слоя керамики, которое вполне способно активно влиять на поверхностные процессы, приводящие к образованию периодических микроструктур.

Установлено, что в поверхностном слое оксидной керамики под воздействием непрерывного лазерного излучения образуются трещины трех видов (рис. 6, а): 1 — магистральная трещина на обработанной поверхности, 2 — поперечные трещины на обработанной поверхности, 3 — периферийные трещины на границе обработанной и исходной поверхностей. Магистральная трещина, распространяющаяся по направлению перемещения лазерного луча, практически симметрично разделяет поверхность треков на два участка (см. рис. 6, а). Появление этой трещины зафиксировано на треках, сформированных на всех режимах лазерной обработки. На траекторию роста, форму и ширину этой трещины существенно влияют параметры лазерного излучения, причем увеличение мощности и уменьшение скорости перемещения лазерного луча приводит к значительному росту ширины центральной трещины (см. рис. 6, б). При наиболее интенсивном лазерном воздействии магистральная трещина приобретает вид вытянутой области локального разрушения глубиной до 15 мкм.

Поперечные трещины начинают свой рост из магистральной трещины (см. рис. 6, в) или трещины, образовавшейся на границе обработанной и исходной поверхностей. Эти трещины развиваются в направлении, перпендикулярном перемещению лазерного луча; трещина, зародившаяся в магистральной трещине, растет к внешней границе трека, а трещина, зародившаяся на периферии обработанного участка, — к магистральной. Число, форма, длина и глубина поперечных трещин зависят от режима лазерной обработки. При интенсивном лазерном воздействии трещины, растущие от центра трека, пересекают границу обработанного участка и прекращают рост в исходной по-

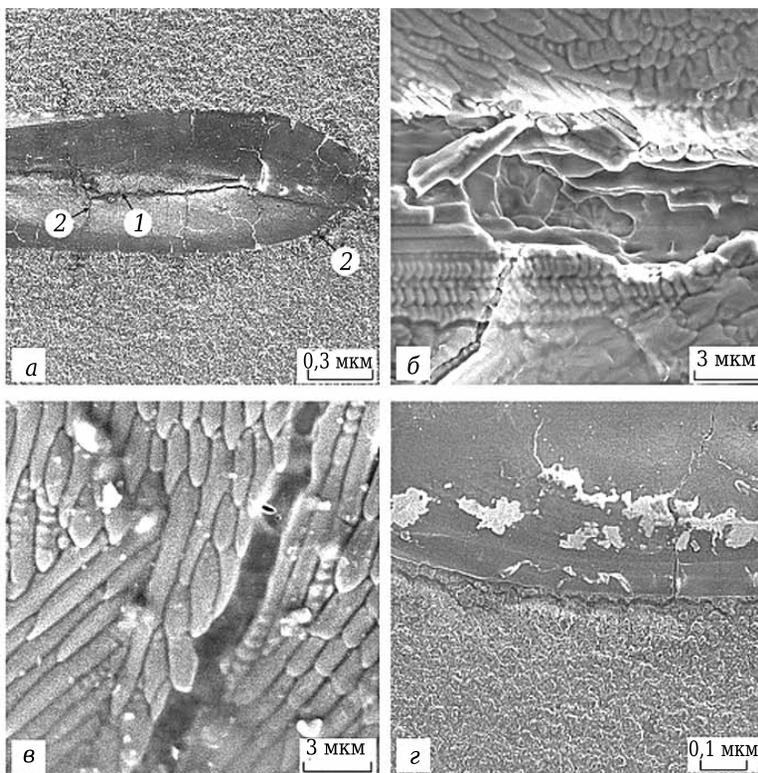


Рис. 6. Трещины в модифицированном поверхностном слое оксидной керамики

верхности. На границе обработанной и исходной поверхностей образуются периферийные трещины (см. рис. 6, в). Как правило, эти трещины имеют нестабильную траекторию роста, причем их русло распространяется под обработанную площадку.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполненных исследований изучены особенности лазерной модификации поверхностного слоя керамики на основе оксида алюминия под воздействием непрерывного лазерного излучения. Определено влияние режима непрерывного лазерного воздействия на геометрические параметры сформированного трека; возрастание мощности лазерного луча и уменьшение скорости его перемещения при-

## Библиографический список

1. **Costil, S.** Surface modification of ceramic matrix composites induced by laser treatment / *S. Costil, S. Lukat, C. Langlade, C. Coddet* // *Applied Surface Science*. — 2008. — Vol. 255. — P. 2425–2432.
2. **Samant, Anoop N.** Laser machining of structural ceramics — a review / *Anoop N. Samant, Narendra B. Dahotre* // *Journal of the European Ceramic Society*. — 2009. — Vol. 29. — P. 969–993.
3. **Yang, Jinlong.** New laser machining technology of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic with complex shape / *Jinlong Yang, Juanli Yu, Yuanyuan Cui, Yong Huang* // *Ceramics International*. — 2012. — Vol. 38. — P. 3643–3648.
4. **Пячин, С. А.** Новые технологии получения функциональных наноматериалов: лазерная абляция, электроискровое воздействие / *С. А. Пячин, М. А. Пугачевский, А. Б. Пагубко*. — Хабаровск : ТОГУ, 2014. — 38 с.
5. **Кузин, В. В.** Эффективное применение высокоплотной керамики для изготовления режущих и деформирующих инструментов / *В. В. Кузин* // *Новые огнеупоры*. — 2010. — № 12. — С. 13–19.  
**Kuzin, V. V.** Effective use of high density ceramic for manufacture of cutting and working tools / *V. V. Kuzin* // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2010. — Vol. 51, № 6. — P. 421–426.
6. **Кузин, В. В.** Изнашивание режущих пластин из нитридной керамики при обработке отливок из серых чугунов / *В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, С. Ю. Федоров* // *Вестник машиностроения*. — 2013. — № 3. — С. 58–62.  
**Kuzin, V. V.** Wear of nitride ceramic inserts in machining gray cast iron castings / *V. V. Kuzin, S. N. Grigor'ev, S. Yu. Fedorov* // *Russian Engineering Research*. — 2013. — Vol. 33, № 6. — P. 343–347.
7. **Кузин, В. В.** Воздействие импульсного лазерного излучения на поверхность керамики VOK71 / *В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, М. Ю. Федоров* [и др.] // *Новые огнеупоры*. — 2015. — № 7. — С. 48–52.  
**Kuzin, V. V.** Effect of Pulsed Laser Radiation on the Surface of Ceramic VOK71 / *V. V. Kuzin, S. N. Grigor'ev, M. Yu. Fedorov* [et al.] // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2015. — Vol. 56, № 4. — P. 390–393.
8. **Кузин, В. В.** Особенности воздействия импульсного лазерного излучения на поверхность керамики

водят к увеличению ширины и глубины трека. Систематизация результатов исследования периодических микроструктур, образующихся в поверхностном слое оксидной керамики под воздействием непрерывного лазерного излучения, позволила идентифицировать основные типы этих микроструктур и измерить их основные характеристики. Выявлено наличие трещин разного вида в модифицированном поверхностном слое оксидной керамики и проведена их классификация.

\* \* \*

*Данная работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках выполнения государственного задания в сфере научной деятельности (задание № 2014/105, проект № 1908).*

ВОК71 в воде / *В. В. Кузин, М. Р. Портной, С. Ю. Федоров, Н. Р. Портной* // *Новые огнеупоры*. — 2015. — № 8. — С. 43–46.

**Kuzin, V. V.** Features of pulsed laser radiation action on a ceramic VOK71 surface in water / *V. V. Kuzin, M. R. Portnoi, S. Yu. Fedorov, N. R. Portnoi* // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2015. — Vol. 56, № 4. — P. 394–397.

9. **Kuzin, V.** Surface modification of zirconia (Y-TZP) ceramics induced by pulsed laser machining / *V. Kuzin, S. Grigor'ev, M. Fedorov* // *Applied Mechanics and Materials*. — 2015. — Vol. 752/753. — P. 481–484.

10. **Кузин, В. В.** Влияние теплового потока на неоднородность напряжений в поверхности оксидной керамики с развитым рельефом / *В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, М. Р. Портной* // *Новые огнеупоры*. — 2015. — № 6. — С. 66–68.

**Kuzin, V. V.** The influence of heat flow on the nonuniformity of the stresses in the surface of oxide ceramic with fully developed relief / *V. V. Kuzin, S. N. Grigor'ev, M. R. Portnoi* // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2015. — Vol. 56, № 3. — P. 314–317.

11. **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* // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2014. — Vol. 54, № 6. — P. 497–501.

12. **Кузин, В. В.** Роль теплового фактора в механизме износа керамических инструментов. Часть 2. Микроуровень / *В. В. Кузин, С. Н. Григорьев, М. Ю. Федоров* // *Трение и износ*. — 2015. — № 1. — С. 50–55.

**Kuzin, V. V.** Role of the thermal factor in the wear mechanism of ceramic tools. Part 2. Microlevel / *V. V. Kuzin, S. N. Grigor'ev, M. Yu. Fedorov* // *Journal of Friction and Wear*. — 2015. — Vol. 36. — P. 40–44. ■

Получено 22.12.15  
© В. В. Кузин, 2016 г.