

06

## Изменение характеристик поверхности стали 12X18H10T при лазерном модифицировании в слое графитовой пасты, содержащей наночастицы диоксида титана

© В.И. Проскуряков, И.В. Родионов

Саратовский государственный технический университет им. Гагарина Ю.А.,  
Саратов, Россия  
E-mail: prosku.94@mail.ru

Поступило в Редакцию 15 января 2021 г.

В окончательной редакции 28 февраля 2021 г.

Принято к публикации 1 марта 2021 г.

Проведены экспериментальные исследования лазерного модифицирования поверхности нержавеющей стали 12X18H10T в слое графитовой пасты и нанодисперсного порошка диоксида титана (анатаза). Установлено, что в результате лазерной импульсной обработки на поверхности образцов формируется микрогетерогенный модифицирующий слой. Поверхность характеризуется повышенными показателями микротвердости и параметров микронеровностей, зависящих в большой степени от напряжения импульса. В диффузионном слое опытных образцов выявлено образование мелкодисперсных частиц, размеры которых составляют от 100 до 300 нм.

**Ключевые слова:** нержавеющая сталь, лазерное импульсное воздействие, микроструктурирование поверхности порошком, микротвердость, шероховатость.

DOI: 10.21883/PJTF.2021.10.50975.18712

Повышение физико-механических характеристик и качества поверхности металлов и сплавов при лазерном спекании различных порошковых материалов является одной из актуальных задач технологии лазерного упрочнения. Ранее полученные результаты экспериментальных исследований показали, что основными управляющими факторами для решения подобных задач являются следующие:

— технологические режимы импульсного воздействия (энергия, частота и форма импульсов, количество сканирований поверхности, диаметр сфокусированного в пятно лазерного импульса);

— способы нанесения порошковых материалов (подача при помощи вспомогательного оборудования и специальных оснасток, прессование, обмазка предварительно подготовленной поверхности суспензионными составами и порошоксодержащими пастами);

— свойства модифицирующего порошка (физико-химические особенности, теплопроводность, удельная теплоемкость, дисперсность);

— свойства подложки (состояние поверхности, температура плавления, теплопроводность, удельная теплоемкость).

При нерационально выбранных режимах лазерной обработки зачастую происходит выгорание мелкодисперсных частиц порошкового материала либо их сильное (неконгруэнтное) оплавление. Поэтому выбор энергии импульса или плотности мощности импульса зависит от температуры плавления порошка, его коэффициента отражения, теплопроводности, дисперсности. Так, например, для тугоплавких материалов следует увеличить заданную энергию импульса, но при этом нужно умень-

шить частоту сканирования обрабатываемой поверхности [1–3]. Известно, что поверхностное легирование сталей и сплавов карбидами титана, тантала, вольфрама и ванадия может значительно повысить их износостойкость [4–6].

Анализ научно-технической литературы позволяет сделать вывод о многократном подтверждении высокой эффективности применения лазерного спекания легирующих порошковых материалов с металлической поверхностью для упрочнения того или иного изделия, а также показывает, что для достижения эффекта упрочнения при помощи данного метода необходимо использование дорогостоящего комплекса лазерного оборудования с устройством, подающим в зону обработки легирующие порошковые компоненты [7,8].

Известно, что способы предварительной обмазки обрабатываемой поверхности и изготовления специальных легирующих паст позволяют существенно упростить процесс упрочнения, уменьшить расход модифицирующего материала и энергетических ресурсов [9–11].

В связи с этим цель настоящей работы заключалась в исследовании изменения характеристик поверхности нержавеющей хромоникелевой стали в условиях лазерной обработки в слое обмазки, состоящей из нанодисперсного порошка диоксида титана (анатаза) и графитовой пасты, а также в установлении влияния режимов импульсного воздействия на состав, структуру и свойства модифицируемого слоя.

Для проведения исследований подготавливались образцы прямоугольной формы размером  $10 \times 10$  мм и толщиной 3 мм из нержавеющей стали аустенитного

**Таблица 1.** Зависимость энергии импульса от напряжения импульса ( $\tau = 0.5 \text{ ms}$ )

Номер образца	$U, \text{ V}$	$E, \text{ J}$
1	250	0.08
2	300	0.31
3	350	0.58
4	400	0.92
5	450	1.35

класса 12X18H10T. Перед лазерной обработкой с целью повышения структурной гетерогенности исходной поверхности и лучшего удержания на ней легирующей обмазки опытные образцы были подвергнуты воздушно-абразивной обработке с последующей промывкой [12].

Энергия единичного импульса при различных значениях напряжения определялась экспериментально при помощи прибора для измерения мощности и энергии лазерного излучения „Laserstar“. Результаты среднестатистических значений зависимости энергии импульса от напряжения импульса приведены в табл. 1.

В качестве модифицирующего состава использовалась смесь графитовой пасты (ГОСТ 8295–73) и порошка диоксида титана с кристаллической решеткой анатаза дисперсностью  $\leq 25 \text{ nm}$ . Компоненты смешивались до образования однородной массы, а затем полученная смесь наносилась на обрабатываемую поверхность тонким слоем толщиной  $150 \pm 50 \text{ }\mu\text{m}$ . При этом соотношение компонентов в смеси составляло 4:1 в пользу графитовой пасты.

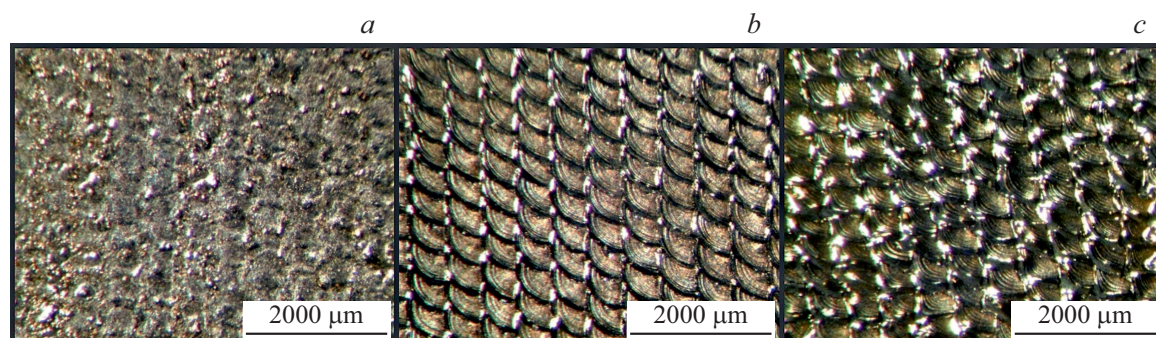
Лазерная обработка поверхности проводилась при различных значениях напряжения и размера пятна импульса без использования дополнительных защитных газовых сред в атмосфере воздуха. Значение напряжения импульса задавалось в диапазоне  $U = 250\text{--}450 \text{ V}$  с шагом  $50 \text{ V}$ . Диаметр пятна импульса составлял  $0.5$  и  $1 \text{ mm}$ . При каждом режиме обработки длительность импульса составляла  $0.5 \text{ ms}$ , шаг импульсов  $0.2 \text{ mm}$ , частота сканирования  $20 \text{ Hz}$ . Морфология модифицированной поверхности исследовалась методом оптической и растровой

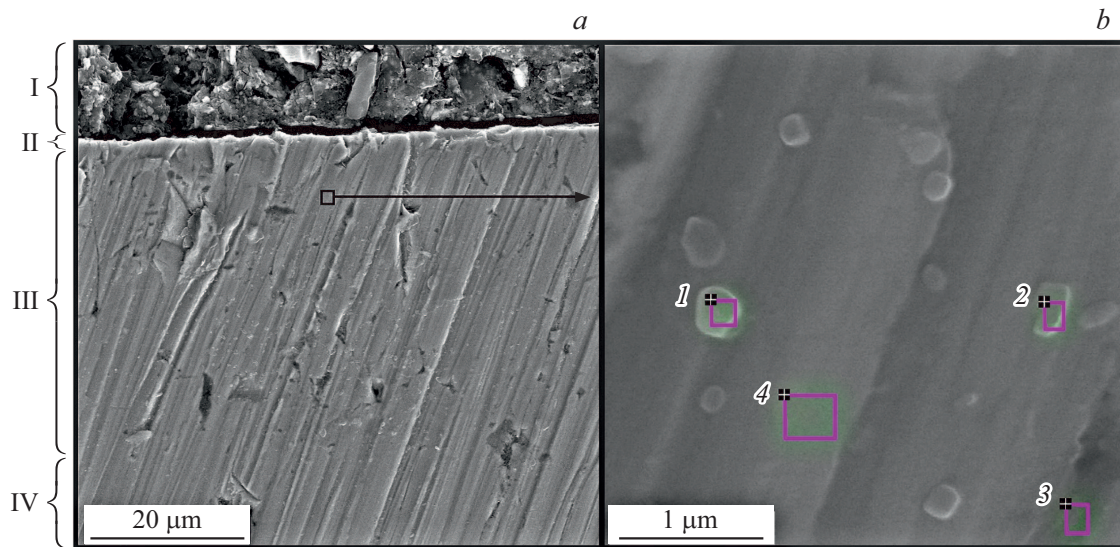
электронной микроскопии. Оптико-микроскопические исследования выполнялись с помощью микроскопа типа „МБС-10M“. Растровая электронная микроскопия изучалась на электронном микроскопе „MIRA II LMU“ с детектором „INCA PentaFETx3“, позволяющим анализировать элементный состав поверхности с выявлением параметров структуры модифицированного слоя.

Микротвердость поверхности образцов определялась на микротвердомере ПМТ-3М с индентором Виккерса при нагрузке  $0.9807 \text{ N}$  (ISO 6507-1:2005). На каждом образце проводилось по десять измерений, после чего рассчитывалось среднестатистическое значение микротвердости.

Профилометрические исследования шероховатости поверхности осуществлялись на высокоточном цифровом профилометре „Surftes SJ-410“ (Mitutoyo), где измерялись параметры микронеровностей  $R_a$ ,  $R_z$ ,  $R_{\text{max}}$ ,  $S_m$ . Все измерения проводились по десяти базовым линиям с последующей статистической обработкой результатов измерений.

Физические особенности лазерного спекания частиц порошка с металлической подложкой в слое графитовой пасты можно описать четырьмя стадиями. На первой стадии в начальный момент импульсного воздействия происходит нагрев компонентов обмазки и последующее их конгруэнтное оплавление. Вторая стадия характеризуется передачей избыточного количества энергии в тонкий поверхностный слой стальной подложки с его термической активацией. На третьей стадии происходит оплавление поверхностного слоя на глубине до  $10\text{--}15 \text{ }\mu\text{m}$  и его смешивание с частицами модифицирующих компонентов, а также процесс диффузии атомов спекаемого материала в глубь основного материала. Заключительная (четвертая) стадия — кристаллизация жидкой фазы за счет быстрого отвода тепла и охлаждения. Морфологические исследования поверхности, модифицированной лазерными импульсами при напряжении  $250 \text{ V}$ , показали значительную неоднородность образующихся кратеров. Увеличение напряжения до  $300 \text{ V}$  приводит к формированию равномерного рельефа поверхности. Последующее увеличение энергии импульса сопровождается существенным оплавлением обрабатываемой поверхности (рис. 1).

**Рис. 1.** Морфология стали 12X18H10T после лазерной обработки поверхности с экспериментальной обмазкой при напряжении  $250$  (a),  $300$  (b) и  $450 \text{ V}$  (c).



**Рис. 2.** *a, b* — структура микрошлифа модифицированной поверхности стали 12Х18Н10Т после лазерной импульсной обработки в слое обмазки при разном увеличении: I — эпоксидный клей, II — модифицированный поверхностный слой, III — диффузионный слой, IV — основа стали; 1–4 — обозначения спектров областей, по которым проводился энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный анализ.

Анализ элементного состава поперечного микрошлифа показал наличие в исследуемых областях таких химических элементов, как С, О, Al, Si, Cr, Mn, Fe, Ni, а также образование в диффузионном слое ультрамелкодисперсных и наноразмерных частиц, размер которых варьируется в диапазоне значений от 100 до 300 нм (рис. 2, *b*, табл. 2). Присутствие „следового“ (до 0.96 at.%) количества примесей алюминия в поверхностном слое связано с предварительной воздушно-абразивной обработкой образцов, при которой происходит внедрение отдельных частиц электрокорунда в глубь поверхности подложки. Установлено образование кислорода в пределах 3–4.5% в слое диффузионного насыщения.

Количество углерода в слое диффузии приближено к значению  $1.0 \pm 0.3$  at.%. Такое насыщение обработанной поверхности углеродом в результате лазерного спекания связано с содержанием данного элемента в большом количестве в графитовой обмазке.

Проведенные измерения микротвердости модифицированной поверхности показали, что лазерная обработка нержавеющей стали в слое экспериментальной обмазки из графитовой пасты и порошка анатаза в сравнении с микротвердостью исходной поверхности значительно повышает этот параметр: с  $1.4 \pm 0.1$  до  $13.6 \pm 0.1$  GPa. Аппроксимация экспериментальных данных зависимости микротвердости  $H$  от напряжения импульса  $U$  и диаметра  $d$  сфокусированного в пятно лазерного импульса представлена в форме эмпирической модели (рис. 3).

Построенная эмпирическая модель описывается регрессионным уравнением

$$H = (-721.053) + (-2.25)/x_1 + 8.082x_2 + (-3.275)x_2^2 + 5.781x_2^3 + (-3.767)x_2^4,$$

**Таблица 2.** Элементный состав исследуемых спектров областей образцов после лазерной обработки (в at.%)

Спектр	C	O	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Ti
1	1.03	3.63	—	0.51	15.61	0.58	62.34	7.41	7.89
2	0.89	—	—	0.61	14.55	0.64	67.94	6.66	8.71
3	0.97	—	—	0.61	15.05	0.80	66.81	6.98	8.78
4	1.01	4.33	0.96	0.54	13.15	0.56	65.52	6.11	7.82

где  $x_1$  — диаметр пятна излучения ( $d$ , mm),  $x_2$  — напряжение ( $U$ , V).

При этом коэффициент множественной детерминации  $R^2$  достигал  $\sim 0.72$ , т.е. полученная математическая модель на 72% удовлетворяла экспериментальным данным.

С помощью профилометрического метода измерения шероховатости поверхности по десяти базовым линиям были определены такие параметры микронеровностей, как среднеарифметическое отклонение профиля  $R_a$ , высота неровностей профиля по десяти точкам  $R_z$ , наибольшая высота профиля  $R_{max}$  и средний шаг неровностей  $S_m$ , а также плотность микровыступов  $D$ . На основании полученных данных измерения параметров профиля поверхности в автоматическом режиме строилась профилограмма микрорельефа поверхности. Профилометрические измерения шероховатости исходной абразивно-обработанной поверхности показали, что параметры шероховатости соответствуют значениям  $R_a = 0.8 \mu\text{m}$ ,  $R_z = 3 \mu\text{m}$ ,  $R_{max} = 4 \mu\text{m}$  и  $S_m = 8 \mu\text{m}$ . В результате лазерного импульсного модифицирования опытных образцов в слое графитовой пасты, содержащей наноразмерные частицы анатаза, при увеличении на-



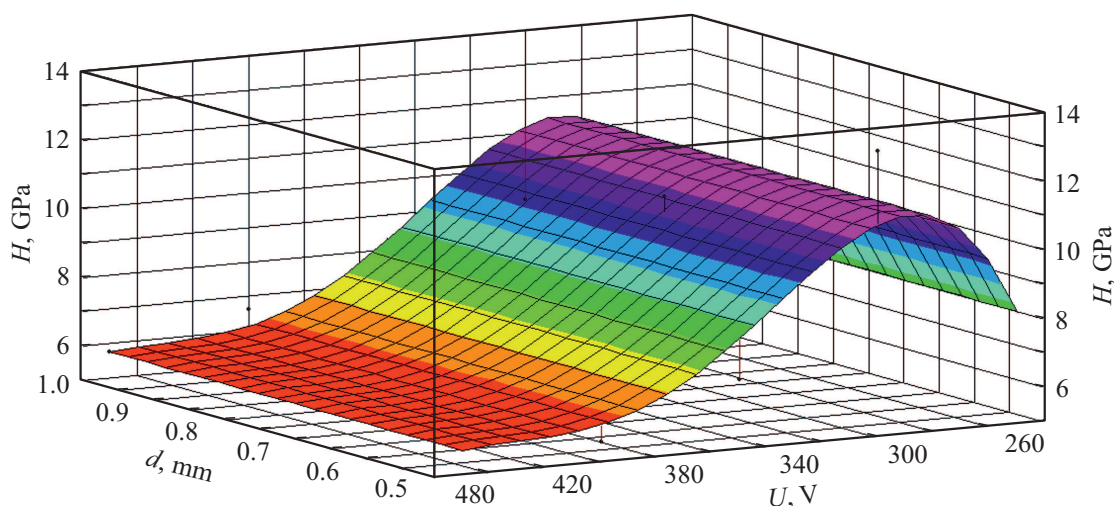


Рис. 3. Зависимость микротвердости поверхности стали от параметров лазерного импульсного воздействия.

Таблица 3. Среднестатистические значения параметров микронеровностей поверхности нержавеющей стали в результате лазерного модифицирования

Режимы лазерного спекания		Параметры шероховатости				
$d, \text{ mm}$	$U, \text{ V}$	$R_a, \mu\text{m}$	$R_z, \mu\text{m}$	$R_{\text{max}}, \mu\text{m}$	$S_m, \mu\text{m}$	$D, \text{ cm}^{-1}$
0.5	250	1.95	9.08	15.68	135.4	71.42
	300	2.57	9.58	18.05	140.1	71.16
	350	2.85	11.21	16.91	141.5	71.04
	400	6.75	24.00	41.63	218.7	45.45
	450	31.03	116.15	269.24	960	10.41
1.0	250	2.10	10.72	21.73	90.4	111.11
	300	3.37	13.93	17.64	456.6	21.73
	350	2.50	10.01	18.982	487.7	20.40
	400	1.31	4.73	23.50	432.6	23.25
	450	2.74	10.15	18.05	216.2	45.46

пряжения импульса происходит повышение параметров шероховатости поверхности (табл. 3).

Эффект увеличения параметров шероховатости при повышении напряжения импульса в первую очередь связан с увеличением размеров лазерных кратеров в условиях выгорания железа и действия паров отдачи [13].

В результате проведения комплекса экспериментальных исследований установлены особенности изменения морфологии, микротвердости и шероховатости поверхности стальных (12Х18Н10Т) образцов в результате лазерной импульсной модификации в слое нанесенной обмазки экспериментального состава „графитовая паста/наночастицы диоксида титана“. Максимальное значение микротвердости  $H = 13.6 \pm 0.1 \text{ GPa}$  было получено при напряжении импульсов 300 V и диаметре пятна излучения 0.5 mm. Такое изменение объясняется наличием

в обмазке высокого содержания углерода, приводящего к формированию в поверхностном слое стали карбидных фаз, вызывающих образование и развитие закалочных структур.

### Финансирование работы

Работа выполнена в рамках гранта Российского фонда фундаментальных исследований (конкурс на лучшие проекты фундаментальных научных исследований, выполняемые молодыми учеными, обучающимися в аспирантуре, — „Аспиранты“), проект № 19-33-90101.

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

### Список литературы

- [1] N.A. Saprykina, A.A. Saprykin, Appl. Mech. Mater., **379**, 56 (2013). <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.379.56>
- [2] А.Н. Черепанов, А.М. Оришич, В.Е. Овчаренко, А.Г. Маликов, В.О. Дроздов, А.П. Пшеничников, ФММ, **120** (1), 107 (2019). DOI: 10.1134/S0015323019010029 [Пер. версия: <https://doi.org/10.1134/S0031918X19010022>].
- [3] A.I. Gorunov, Metallurgist, **61** (5-6), 498 (2017). DOI: 10.1007/s11015-017-0523-8
- [4] J. Dutta Majumdar, B. Ramesh Chandra, I. Manna, Tribol. Int., **40** (1), 146 (2007). <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2006.04.006>
- [5] В. Бирюков, Photonics Russia, № 3, 40 (2015).
- [6] M.F. Teixeira, V.A.V. Schmachtenberg, G. Tontini, G.D.L. Semione, W.L. Weingaertner, V. Drago, J. Mater. Res. Technol., **6** (1), 33 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2016.04.002>
- [7] A.M. Kamat, S.M. Copley, J.A.A. Todd, Surf. Coat. Technol., **313**, 82 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.01.033>

- [8] A. Piasecki, M. Kotkowiak, M. Kulka, *Wear*, **376-377** (Pt B), 993 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.01.102>
- [9] T. Yamaguchi, H. Hagino, *Vacuum*, **155**, 23 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.05.050>
- [10] B. AlMangour, D. Grzesiak, J.-M. Yang, *J. Alloys Compd.*, **706**, 409 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.01.149>
- [11] V. Proskuryakov, I. Rodionov, V. Koshuro, A. Fomin, S. Borodina, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1410**, 012103 (2019). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1410/1/012103>
- [12] В.И. Проскуряков, И.В. Родионов, В.А. Кошуро, Л.Е. Куц, И.В. Перинская, *Письма в ЖТФ*, **46** (1), 12 (2020). DOI: 10.21883/PJTF.2021.10.50975.18712 [Пер. версия: 10.1134/S1063785020010125].
- [13] П.М. Кузнецов, А.О. Жигачев, *Вестн. Тамбов. ун-та. Сер. Естественные и технические науки*, **21** (3), 1080 (2016). DOI: 10.20310/1810-0198-2016-21-3-1080-1082