

06

Исследование влияния обработки лазерными импульсами наносекундной длительности на микроструктуру и сопротивление усталости технически чистого титана

© Ю.Р. Колобов¹, С.С. Манохин^{1,¶}, В.И. Бетехтин², А.Г. Кадомцев², М.В. Нарыкова², Г.В. Одинцова³, Г.В. Храмов⁴

¹ Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия

² Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

³ Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия

⁴ Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород, Россия

¶ E-mail: manohin@icp.ac.ru

Поступило в Редакцию 16 сентября 2021 г.

В окончательной редакции 28 сентября 2021 г.

Принято к публикации 28 сентября 2021 г.

Исследовано влияние обработки лазерными импульсами наносекундной длительности на сопротивление усталости пластинчатых образцов рекристаллизованного (размер зерен порядка 2–3 мкм) технически чистого титана (марки ВТ1-0) при воздействии циклической нагрузки растяжением. Установлена возможность повышения сопротивления усталостному разрушению исследованных образцов за счет импульсной лазерной обработки более чем на 100% при испытаниях на базе до 10⁶ циклов. Представлены результаты исследований методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии микроструктуры подповерхностного слоя исследуемого материала после воздействия наносекундным лазерным облучением и последующих усталостных испытаний. Сделано предположение о проявлении процесса направленной перпендикулярно поверхности образца кристаллизации расплавленного лазерным пучком тонкого подповерхностного слоя.

Ключевые слова: титан, поверхность, импульсное наносекундное лазерное облучение, ударно-волновое воздействие, усталостные свойства.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.02.51913.19025

Одним из перспективных направлений в области создания новых технологий обработки металлических материалов медицинского назначения является поверхностная модификация с использованием концентрированных потоков энергии, в том числе лазерного облучения [1–3]. Подавляющее большинство широко применяющихся в производственной практике способов модификации поверхностей материалов связано со значительным разогревом их приповерхностных слоев или всего объема материала. В значительной степени избежать этого позволяет активно развиваемый в последнее десятилетие перспективный метод обработки поверхностей металлических материалов лазерными импульсами короткой (пико-, нано- и субнаносекундной) и ультракороткой (субпико- и фемтосекундной) длительности [1–3]. Развивающиеся при таком воздействии процессы, связанные с изменением рельефа поверхности и фазово-структурными превращениями в тонких подповерхностных (толщиной 1–5 мкм) слоях, позволяют формировать уникальный комплекс физико-химических и механических свойств указанных областей материалов. Варьируя параметры лазерного облучения, можно контролируемым образом изменять рельеф поверхности от макро- до наноуровня, в том числе создавая много-модальную шероховатость, с которой связано проявление

супергидрофобных или супергидрофильных свойств поверхности. Известно, что переход от режима абляции материала поверхности к режиму ударно-волновой обработки (лазерная ковка, в англоязычной литературе reening) позволяет улучшать механические характеристики как подповерхностных, так и приповерхностных слоев материалов до глубины от одного до нескольких сотен микрометров [1,4]. Однако вопрос о влиянии наносекундного лазерного облучения на механические свойства при циклическом нагружении титановых сплавов на данный момент малоизучен. В настоящей работе проведено исследование влияния наносекундного лазерного облучения на сопротивление усталости рекристаллизованного технически чистого титана, а также изучение особенностей изменения рекристаллизованной структуры приповерхностного слоя исследуемого сплава в процессе наносекундного лазерного облучения и испытаний на усталость.

В качестве материала для исследований выбран технически чистый титан марки ВТ1-0, химический состав которого приведен в таблице.

Для исследования усталости использовались плоские образцы в форме сечения двутавра с толщиной рабочей базы 1 мм, шириной 3 мм и длиной 40 мм, изготовленные методом электроэрозионной резки на

Химический состав сплава ВТ1-0 (на основе Ti)

	Содержание элементов, wt.%						
	Al	Fe	Si	O	C	N	H
Требование	< 0.7	< 0.25	< 0.1	< 0.2	< 0.07	< 0.04	< 0.006
Фактически	< 0.01	< 0.12	< 0.01	< 0.14	< 0.01	< 0.01	< 0.01

установке „AQ300L“. Испытания на усталость в режиме циклического нагружения проводились на оборудовании Центра наноструктурных материалов и нанотехнологий НИУ „БелГУ“ с использованием испытательной машины Instron Electropulse E3000, оснащенной электромагнитным приводом. Как известно, частота нагружения подбирается в соответствии с амплитудно-частотной характеристикой (АЧХ), которая зависит от жесткости испытываемого образца. Частота испытаний 15 Hz в настоящей работе была выбрана в области, где отсутствуют искажения синусоидального характера АЧХ, которые наблюдаются при более высоких частотах при комнатной температуре.

Структурные исследования проводились на просвечивающих электронных микроскопах (ПЭМ) Tecnai G2 F20 S-TWIN, FEI TecnaiOsiris при ускоряющем напряжении 200 kV. Подготовка вырезаемых перпендикулярно поверхности образца тонких фольг (ламелей) для ПЭМ осуществлялась методом ионного утонения сфокусированным ионным пучком в колонне растрового электронно-ионного микроскопа FEI Scios.

Лазерная обработка образцов проводилась под слоем воды (толщиной порядка 2 mm) на установке „Минимаркер-2“ со следующими параметрами облучения: длина волны $\lambda = 1064$ nm, длительность импульса $\tau \sim 100$ ns, энергия в импульсе $E \approx 10^{-3}$ J, частота следования импульсов $\nu = 50$ kHz, скорость сканирования лазерного пучка $v = 1500$ mm/s, плотность мощности одиночного импульса $F \sim 1$ GW/cm². Лазерное облучение образцов проведено в сканирующем режиме с заданным системой управления максимально плотным размещением кратеров на поверхности без их наложения (в точку падает один импульс, без перекрытия). Диаметр сфокусированного на поверхности лазерного пучка составлял 35 μ m.

Для приготовления тонкой фольги (ламели) из подповерхностного слоя исследуемого материала методом „cross-section“ использовался растровый электронно-ионный микроскоп FEI Scios Dual Beam (ЦКП ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“). Ламели вырезались из середины отдельно расположенных кратеров в виде расплывшейся капли расплава, образовавшихся при воздействии одиночного импульса. По периферии таких кратеров отчетливо наблюдается выпуклый валик с овальными краями, дополнительно свидетельствующий о локальном плавлении.

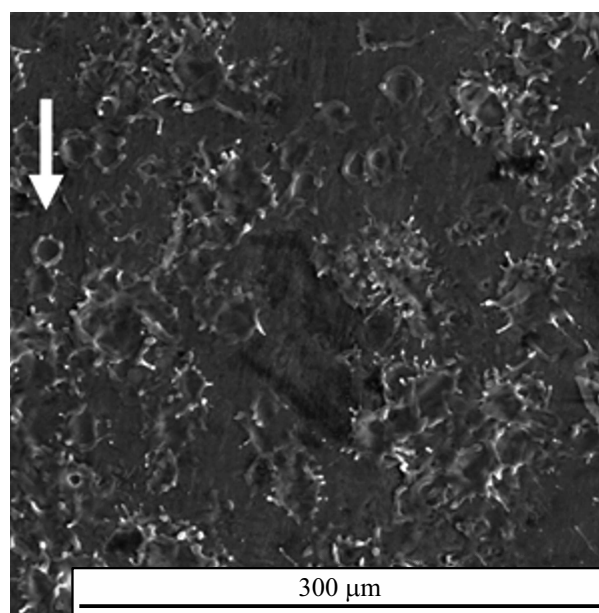


Рис. 1. Микроструктура поверхности образцов сплава ВТ1-0 в исходном рекристаллизованном состоянии после обработки лазерными импульсами наносекундной длительности под слоем воды. Стрелкой показан одиночный кратер, характерный для воздействия одного импульса. Плотность мощности одиночного импульса ~ 1 GW/cm².

При выбранной в работе скорости сканирования лазерного пучка по поверхности материала (под слоем воды) в металлографическом микроскопе можно наблюдать как отдельные, так и перекрывающиеся кратеры (рис. 1). Как известно, возникновение кратеров связано с тем, что при плотности мощности лазерного импульса выше порога появления абляции происходит микровзрыв с образованием кратера на поверхности образца и светящейся плазмы вместе с разлетающимися твердыми и жидкими частицами. Площадь, занятая перекрывающимися кратерами, определялась с помощью свободно распространяемой аналитической программы „ImageJ“. Для выполнения такого анализа изображения обрабатывались путем повышения контраста и значительного увеличения яркости средних тонов. Такая операция приводит к тому, что на изображении остаются видимыми только кратеры, что делает возможным расчет занятой кратерами площади поверхности, которая составляла порядка 80%. Рельеф в области лазерной обработки

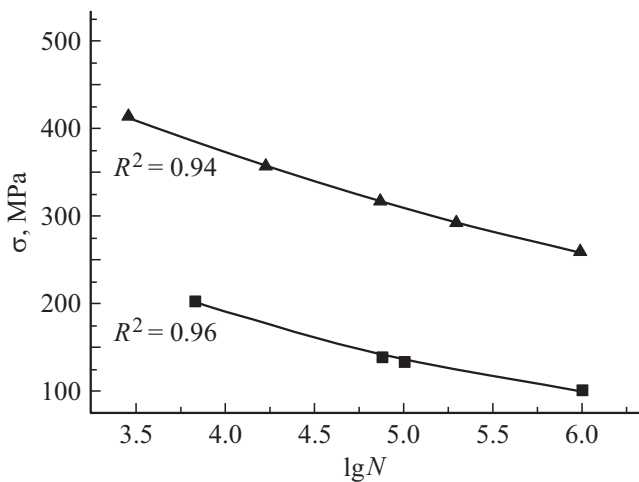


Рис. 2. Кривые усталости для образцов сплава VT1-0 в исходном рекристаллизованном состоянии (квадраты) и после обработки лазерными импульсами наносекундной длительности (треугольники) в воде (с плотностью мощности одиночного импульса $\sim 1 \text{ GW/cm}^2$).

был исследован на поперечном срезе кратера, который был получен с применением сфокусированного ионного пучка в колонне растрового электронного микроскопа. Значения глубины кратера и высоты окружающего его валика, измеренные по отношению к исходному уровню поверхности, составляют 6 и $0.5 \mu\text{m}$ соответственно.

Для определения предела выносливости по результатам экспериментов были построены (рис. 2) зависимости максимального напряжения в цикле от числа циклов до разрушения (диаграмма Вёллера) для образцов рекристаллизованного титана VT1-0 в исходном состоянии и после предварительной обработки поверхности лазером. Как видно из рис. 2, для всей области задаваемых напряжений образцы после обработки наносекундным лазерным облучением в среднем выдерживают значительно большее напряжение при одинаковом количестве циклов до разрушения, чем в исходном состоянии без лазерной обработки. Таким образом, модификация подповерхностного слоя исследуемых образцов наносекундным лазерным облучением приводит к существенному повышению сопротивления усталостному разрушению.

На изображениях, полученных с помощью просвечивающей электронной микроскопии, после наносекундного лазерного воздействия и усталостных испытаний в приповерхностном слое наблюдается модифицированный слой глубиной порядка $1\text{--}2 \mu\text{m}$ (рис. 3, *a, b*). Данный слой сформировался в результате лазерной обработки импульсами наносекундной длительности под слоем воды, поскольку в его микроструктуре не обнаруживаются каких-либо отличий от наблюдаемой после лазерного облучения до испытаний на усталость (рис. 3, *d*). Микроструктура исследуемого сплава представляет собой кристаллиты удлиненной пластинчатой

формы шириной порядка 300 nm и длиной $2\text{--}3 \mu\text{m}$. Кристаллиты вытянуты преимущественно в направлении, перпендикулярном поверхности образца, как это и должно быть при кристаллизации с теплоотводом в данном направлении. На основе картины микродифракции (рис. 3, *c*) можно сделать заключение, что разориентация между кристаллитами соответствует малоугловой (угол разориентировки менее 15°). Расположение рефлексов не соответствует двойниковой разориентации, поскольку при двойниковании в рассматриваемой ориентации кристаллита $[000\bar{1}]$ (рис. 3, *c*) наблюдались бы двойниковые рефлексы, расположенные симметрично плоскости типа (1010) [5]. Таким образом, близкорасположенные рефлексы от плоскостей типа $(\bar{1}010)$, $(\bar{1}100)$, $(0\bar{1}10)$ и других свидетельствуют о наличии малоугловых границ между соседними кристаллитами. Можно предположить, что такая разориентация кристаллитов связана с их зарождением из расплава на поликристаллической подложке с отчетливо выраженной кристаллографической текстурой. Таким образом, кристаллическая подложка, на которой кристаллизуются и растут вытянутые монокристаллические структурные элементы (кристаллиты), задает кристаллоструктурное соответствие с подложкой наблюдаемых блоков с малоугловой взаимной разориентацией. Такое обычно наблюдается при росте блочных монокристаллов из жидкой фазы на твердофазной кристаллической подложке. Вероятно, в зависимости от текстуры прокатки, задающей преимущественно тип кристаллографической плоскости (на которой будет формироваться зародыш кристаллизации), можно получать те или иные кристаллические структуры с заданной кристаллографической ориентацией.

Обнаружено, что обработка экспериментальных образцов рекристаллизованного технического чистого титана (марки VT1-0) в виде пластин лазерными импульсами наносекундной длительности приводит к значительному повышению условного предела выносливости при приложении циклической нагрузки растяжением и количестве циклов до 10^6 . Установлено, что данный эффект связан с формированием в тонком (толщиной порядка $2 \mu\text{m}$) подповерхностном слое в процессе воздействия наносекундных лазерных импульсов пластинчатой микроструктуры с вытянутыми (преимущественно перпендикулярно поверхности образца) элементами микроструктуры, имеющими поперечный размер порядка 300 nm и длину $2\text{--}3 \mu\text{m}$. Формирование охарактеризованной выше субмикроструктуры подтверждает установленное ранее проявление процесса направленной перпендикулярно поверхности образца (в направлении теплоотвода) кристаллизации расплавленного лазерным пучком подповерхностного слоя.

Известно, что измельчение структуры металлов и сплавов до наномасштабного уровня хотя бы в одном направлении препятствует зарождению и распространению трещин, которое при усталости в исследованном

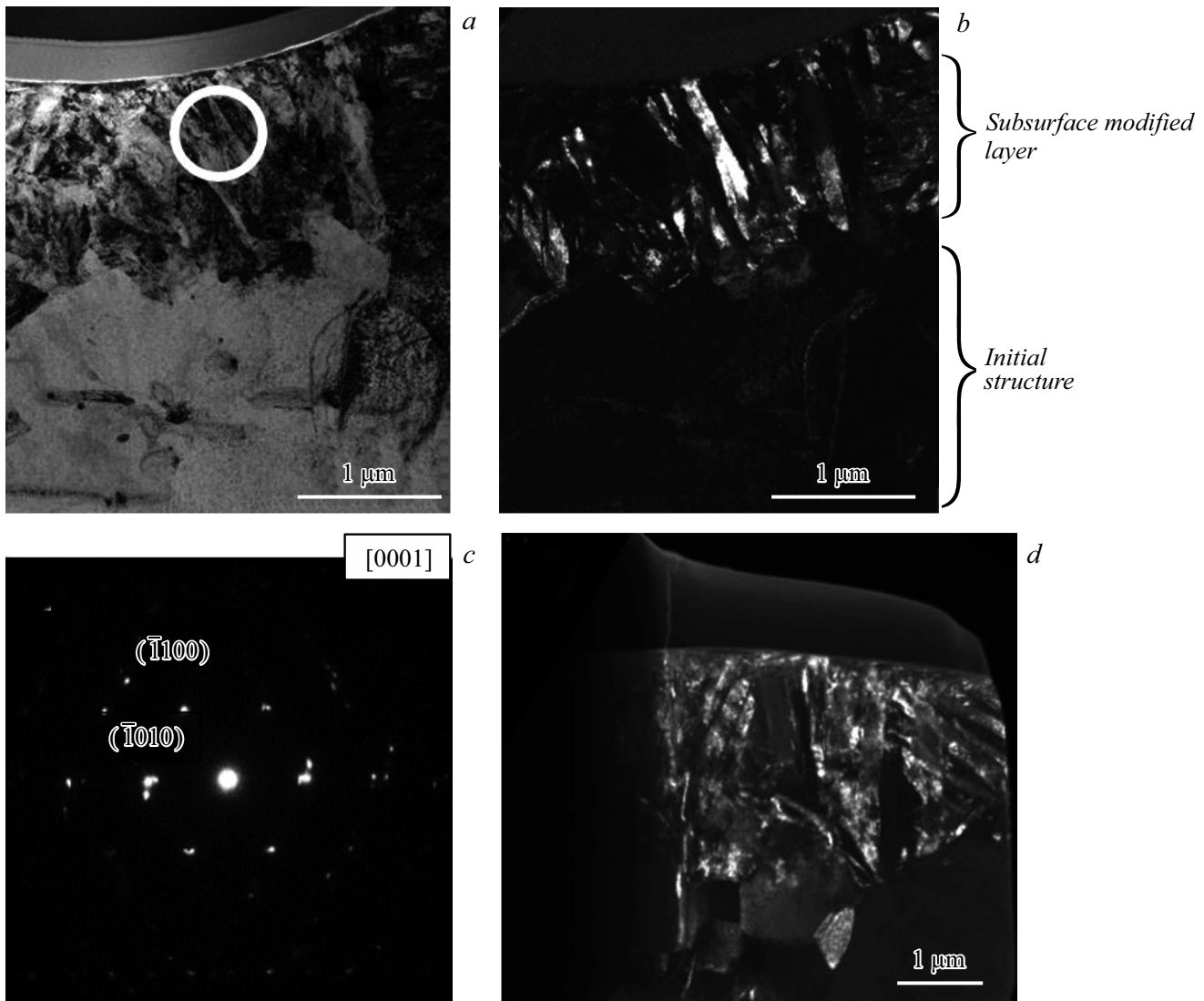


Рис. 3. Микроструктура образца технического чистого титана (BT1-0) в исходном рекристаллизованном состоянии после предварительной обработки наносекундным лазерным пучком под водой (при плотности мощности одиночного импульса $\sim 1 \text{ GW/cm}^2$) и усталостных испытаний ($1 \cdot 10^6$ циклов, напряжение в цикле 100 МПа). *a* — светлопольное; *b* — темнопольное изображение (просвечивающая электронная микроскопия); *c* — микродифракция (область ее получения отмечена на части *a*); *d* — темнопольное изображение исходного рекристаллизованного образца (до облучения), приведенное для сравнения (просвечивающая растровая электронная микроскопия).

диапазоне циклов нагружения преимущественно происходит в тонких приповерхностных слоях.

Благодарности

Структурные исследования проводились с использованием научного оборудования ЦКП ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН (Москва).

Финансирование работы

Работа в основной части, связанной с исследованием структуры сплава BT1-0 после наносекундного лазерного воздействия, поддержана Российским научным фон-

дом (проект № 19-12-00221), в дополнительной части, связанной с определением параметров рельефа поверхности, в том числе геометрических размеров одиночных кратеров на поверхности образцов исследуемого сплава, выполнена при финансовой поддержке в рамках государственного задания (номер госрегистрации АААА-А19-119100800130-0).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Ю.Р. Колобов, Изв. вузов. Физика, **61** (4), 11 (2018).
[Yu.R. Kolobov, Russ. Phys. J., **61** (4), 611 (2018).
DOI: 10.1007/s11182-018-1440-4].
- [2] V.P. Veiko, Yu.Yu. Karlagina, E.E. Egorova, E.A. Zernitskaya, D.S. Kuznetsova, V.V. Elagin, G.V. Odintsova, J. Phys.: Conf. Ser., **1571** (1), 012010 (2020).
DOI: 10.1088/1742-6596/1571/1/012010
- [3] А.А. Ионин, С.И. Кудряшов, А.А. Самохин, УФН, **187** (2), 159 (2017). DOI: 10.3367/UFNr.2016.09.037974 [A.A. Ionin, S.I. Kudryashov, A.A. Samokhin, Phys. Usp., **60** (2), 149 (2017). DOI: 10.3367/UFNe.2016.09.037974].
- [4] W. Jia, Q. Hong, H. Zhao, L. Li, D. Han, Mater. Sci, Eng. A, **606**, 354 (2014). DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.108
- [5] P.G. Partridge, Met. Rev., **12** (1), 169 (1967).
DOI: 10.1179/mtrl.1967.12.1.169