

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт электрофизики и электроэнергетики РАН

На правах рукописи

Хомич Юрий Владиславович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТЕЙ  
МЕТАЛЛОВ И КЕРАМИК НАНОСЕКУНДНЫМИ ИМПУЛЬСАМИ  
ЛАЗЕРНОГО УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ  
ДИФФУЗИОННОЙ СВАРКИ**

2.6.1 (05.16.01) – металловедение и термическая обработка металлов и  
сплавов

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:  
д.т.н, чл.-корр. РАН Ямщиков В.А.

Санкт-Петербург – 2021

## ОГЛАВЛЕНИЕ

<b>ВВЕДЕНИЕ</b> .....	5
<b>Глава 1. Обзор литературы по диффузионной сварке и лазерной модификации поверхности материалов.</b> .....	16
1.1 Описание процесса диффузионной сварки.....	16
1.2. Методы подготовки поверхности для диффузионной сварки.....	18
1.2.1. <i>Механическая обработка поверхности</i> .....	19
1.2.2. <i>Твердофазное соединение и низкотемпературная сверхпластичность</i> .....	21
1.2.3. <i>Использование промежуточных металлических прокладок</i> .....	23
1.2.4. <i>Диффузионная сварка разнородных материалов</i> .....	24
1.3. Лазерная термообработка поверхности перед сваркой.....	25
1.3.1. <i>Метод прямого лазерного микро и наноструктурирования</i> .....	26
1.3.2. <i>Прямое лазерное наноструктурирование фемтосекундным лазерным излучением</i> .....	28
1.3.4. <i>Прямое лазерное наноструктурирование наносекундным лазерным излучением</i> .....	29
<b>Глава 2. Теоретическая оценка, выбор лазерного источника, описание экспериментальной установки и разработка методики исследования</b> .....	32
2.1. Лазерный нагрев и пороговые плотности энергии при обработке материалов наносекундными импульсами УФ излучения .....	32
2.2. Формирование наноструктур вследствие оплавления поверхности твердого тела наносекундными лазерными импульсами .....	34
2.3. Изменение рельефа поверхности и сверление отверстий в результате лазерной абляции из твердой фазы без плавления .....	39

2.4 Экспериментальная установка для лазерной термообработки поверхности заготовок под сварку .....	43
2.5 Разработка методики исследования образцов .....	49
2.5.1 Подготовка и проведение экспериментов по многократному облучению поверхности заготовок одним лазерным пучком .....	49
2.5.2 Измерения параметров лазерного излучения на поверхности обрабатываемых образцов .....	50
2.5.3 Измерение микро- и наноструктур, полученных при модификации поверхности лазерным пучком .....	53
<b>Глава 3. Прямое лазерное микро- и наноструктурирование поверхности сталей, никелевого и бронзового сплавов .....</b>	<b>59</b>
3.1 Термообработка неподвижным лазерным пучком образцов из сталей марок 09X17H и 08X18H10T .....	60
3.2 Термообработка неподвижным и сканирующим лазерным пучком образцов из никелевого сплава марки ЧС 57 (ХН55МВЦ) .....	63
3.3 Термообработка сканирующим лазерным пучком образца из нержавеющей стали 12X18H10T .....	68
3.4. Термообработка сканирующим лазерным пучком образцов из бронзового сплава Cu-Cr. ....	72
3.5. Исследование элементного состава бронзового сплава после термообработки сканирующим лазерным пучком.....	78
<b>Глава 4. Экспериментальное исследование влияния лазерной термообработки поверхностей заготовок на свойства сварного шва металлов и сплавов.....</b>	<b>85</b>
4.1 Подготовка заготовок и методика экспериментов .....	85
4.2 Влияние предварительной лазерной термообработки поверхностей	

заготовок на свойства сварного шва ЧС57- ЧС57.....	89
4.3 Влияние предварительной лазерной термообработки поверхностей заготовок на свойства сварного шва сталь - бронза.....	96
4.4 Влияние предварительной лазерной термообработки поверхностей заготовок на свойства сварного шва сталей 08X18H10T - 09X17H.....	98
4.5 Обсуждение экспериментальных результатов .....	99
<b>Глава 5. Влияние лазерной перфорации элементов диффузионно-сварного соединения «керамика-медь-керамика» на его механические свойства .....</b>	<b>104</b>
5.1 Экспериментальная установка и подготовка материалов для лазерной термообработки.....	107
5.2 Подготовка установки для диффузионной сварки керамических деталей с использованием медной прокладки .....	111
5.3 Исследование механических свойств соединений «керамика-медь-керамика» при лазерной обработке поверхностей заготовок.....	113
<b>ВЫВОДЫ .....</b>	<b>122</b>
<b>СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ .....</b>	<b>124</b>

## ВВЕДЕНИЕ

Диффузионная сварка широко используется при изготовлении прецизионных узлов для соединения металлов, сплавов и керамических изделий в таких высокотехнологических отраслях как аэрокосмическая промышленность и атомная энергетика. Ее преимуществами являются высокое качество сварного соединения, возможность сварки разнородных материалов и деталей различных форм и размеров [1-7].

Технологическое развитие формирует потребности в освоении соединений разнообразных материалов при растущих требованиях к улучшению качества сварного шва и сокращению энергетических и временных затрат. Решение этой актуальной проблемы связано как с исследованием основных факторов, которые оказывают существенное влияние на процесс диффузионной сварки, так и с развитием новых методов предварительной подготовки свариваемых материалов. Одним из таких методов является предварительная поверхностная лазерная термообработка свариваемых поверхностей с целью формирования на них упорядоченных, микронных и субмикронных структур, направленно изменяющих физико-химические свойства поверхности.

Применение поверхностной термообработки обуславливается необходимостью избежать изменений геометрических размеров детали вследствие термодформаций, свойственных традиционным методам термообработки. В этом случае использование частотно-импульсных наносекундных лазеров полностью решает поставленную задачу, так как достигается сочетание высокой импульсной мощности излучения на уровне МВт с малой средней мощностью - несколько Вт.

Повышение прочности соединения при диффузионной сварке однородных и разнородных металлов возможно за счёт формирования на свариваемых поверхностях упорядоченных микронных и субмикронных структур с заданными параметрами геометрии и направленно изменяющих физико-химические свойства поверхности.

Ранее для изменения структуры поверхности применяли такие технологические приёмы, как нанесение гальванического никелевого покрытия, использование между свариваемыми материалами прослойки из тантала, а также создание на свариваемых поверхностях периодического рельефа посредством механической и лазерной термообработки. При этом было показано, что применение лазерной термообработки свариваемых поверхностей приводит к повышению предела прочности сварного соединения сталей [1].

Несмотря на перспективность использования метода лазерной модификации поверхности для повышения качества соединения при диффузионной сварке, данное направление пока не получило должного развития. Недостаточно исследован вопрос о выборе наиболее эффективного источника лазерного излучения. До сих пор темой дискуссий остаются механизмы и процессы формирования микро- и наноструктур на поверхности материалов, а также влияние создаваемых лазером структур на свойства сварного соединения.

В ряде случаев облучение поверхности металла лазерными импульсами приводит к закалке, повышению прочности и износостойкости материала [2]. При лазерной обработке с оплавлением конечная структура поверхностного слоя формируется на стадии быстрого охлаждения поверхности материала, находящегося в расплавленном, жидком состоянии. Оптимальное управление параметрами излучения позволяет варьировать глубину расплавленного слоя и характеристики получаемых микро- и наноструктур [3]. Кроме того, большая скорость охлаждения приводит к повышенной дефектности структуры, так как усиливается фазовый наклеп, происходит измельчение зерен, увеличение плотности дислокаций и рост напряжений в кристаллической решетке.

Одним из перспективных способов поверхностной термообработки поверхности технологических материалов является метод прямого лазерного наноструктурирования с использованием лазеров, генерирующих

ультрафиолетовое (УФ) излучение в наносекундном диапазоне длительностей. Было показано, что этот метод эффективен для формирования лазерно-индуцированных поверхностных структур, которые позволяют существенно модифицировать рельеф поверхности. Например, в работах [4, 5] полученные при облучении наносекундными лазерами субмикронные конусообразные структуры увеличивают эффективную площадь обработанной поверхности более чем на 50 % по сравнению с исходной.

Структурированный микро- и нанорельеф существенно увеличивает площадь контакта, что должно привести к повышению конструктивной прочности и надёжности сварного соединения. Кроме того, лазерная термообработка позволяет получить такие дополнительные преимущества, как снижение температуры и давления сварки, очистка исходной поверхности от примесей и загрязнений, увеличение устойчивости шва к окислению. Можно ожидать, что совместный вклад перечисленных факторов приведет к увеличению прочности соединения образцов, обработанных методом прямого лазерного наноструктурирования при сокращении энергетических и временных затрат.

Таким образом, исследование влияния предварительной обработки контактных поверхностей наносекундным лазерным УФ излучением на свойства их соединения при диффузионной сварке является актуальной задачей, решению которой посвящена настоящая диссертация.

Целью работы является разработка научных основ метода лазерной термической обработки поверхности металлов и сплавов одиночными импульсами и сканирующим пучком лазерного ультрафиолетового излучения наносекундной длительности с целью улучшения механических свойств соединений сталей и сплавов, полученных диффузионной сваркой, а также обоснование целесообразности использования лазеров для перфорации металлических прокладок и термообработки поверхности керамических заготовок при диффузионной сварке керамических материалов с металлами.

Учитывая поставленную цель, сформулированы следующие задачи работы:

– выбрать лазерный источник с определенными на основе теоретического анализа параметрами, и создать экспериментальную установку для проведения исследований по термической обработке свариваемых поверхностей ряда сталей, сплавов и керамик лазерными наносекундными импульсами;

– провести эксперименты по лазерной модификации поверхности в режимах неподвижного пятна облучения и сканирования лазерного пучка для выбора режима термообработки сталей и сплавов перед диффузионной сваркой;

– провести исследования влияния термической обработки свариваемых поверхностей ряда технологических сталей и сплавов на качество шва и механические свойства соединения после их диффузионной сварки и на основные параметры сварки;

– исследовать влияние термической обработки поверхности керамических образцов из нитрида кремния лазерными наносекундными импульсами и использования прослойки из перфорированной лазером медной фольги на механические свойства их соединения после диффузионной сварки.

Научная новизна диссертационной работы состоит в том, что впервые исследовано влияние режимов термической обработки наносекундными лазерными импульсами с длиной волны 355 нм на механические свойства соединений при диффузионной сварке. Показано, что предварительная термическая обработка поверхности сканирующим лучом наносекундного лазера позволяет существенно повысить механическую прочность диффузионно-сварного соединения металлических и керамических материалов.

Обоснована эффективность использования наносекундных УФ лазеров для получения микроотверстий при перфорации металлических прокладок и поверхности заготовок, в процессе диффузионной сварки керамических



материалов с использованием прокладок, что приводит к повышению механических свойств сварных соединений.

Впервые при облучении поверхности Cu-Cr бронзы сканирующим лучом наносекундного лазера с длиной волны 355 нм в диапазоне плотностей энергии от 0,6 до 1,2 Дж/см<sup>2</sup> обнаружены квазиупорядоченные шарообразные структуры диаметром около 500 нм, расположенные на конических ножках высотой порядка 1 мкм и выявлена корреляция их пространственной плотности от скорости сканирования.

Научная и практическая значимость работы заключается в том, что предложенный способ предварительной термической обработки поверхности образцов наносекундными импульсами лазерного УФ излучения приводит к улучшению механических свойств соединений металлических сплавов, полученных диффузионной сваркой в условиях горячего изостатического прессования (ГИП), а также позволил снизить оптимальную температуру процесса на 160 °С с сохранением механических характеристик сварного соединения и прочих условий сварки.

Использование наносекундного УФ лазера для сверления микроотверстий в металлических прокладках улучшает эффективность их применения при осуществлении диффузионной сварки керамических материалов и позволяет увеличить пределы прочности и относительного удлинения твердофазного соединения Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – медь – Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

На основании результатов работы поданы и получены положительные решения на три заявки на изобретения:

1. Ёлкин В. Н., Малинский Т. В., Миколуцкий С. И., Филин С. А., Хомич Ю. В., Ямщиков В. А. Заявка на изобретение № 2200132971/05(060110) от 07.10.2020 г. «Способ получения наноструктурированной поверхности металлической заготовки лазерной обработкой».
2. Вашуков Ю. А., Малинский Т. В., Миколуцкий С. И., Рогалин В. Е., Филин С. А., Хомич Ю. В. и Ямщиков В. А. Заявка на изобретение

№ 2200132971/05(060110) от 07.10.2020 г. «Способ диффузионной сварки керамики с керамикой или с металлами».

3. Малинский Т. В., Миколуцкий С. И., Рогалин В. Е., Филин С. А., Хомич Ю. В. и Ямщиков В. А. Заявка на изобретение № 2020132973/05(060114) от 07.10.2020 г. «Способ сварки деталей из жаропрочных сплавов на никелевой основе с использованием лазерного излучения».

Результаты, полученные в диссертационной работе, были использованы в ФГБУН Институте электрофизики и электроэнергетики РАН, АО «Научно-исследовательском и конструкторском институте энерготехники имени Н.А. Доллежала», ФГАОУ ВО «Самарском национальном исследовательском университете имени академика С.П. Королева», а также в АО «Российские космические системы». Созданные экспериментальные установки и разработанные методики использованы для совершенствования технологий лазерной обработки керамических изделий и металлических заготовок под диффузионную сварку.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Результаты разработки и исследования метода лазерной обработки поверхности ряда коррозионностойких сталей и сплавов перед проведением диффузионной сварки, включая выбор лазерного источника и режимов лазерной термической обработки.
2. Режим предварительной термической обработки поверхности образцов, изготовленных из сплава на никелевой основе ЧС 57, сканирующим пучком наносекундных импульсов лазерного излучения с длиной волны 355 нм приводящий к:
  - улучшению механических свойств (увеличению предела прочности и деформации растяжения более чем на 10 % и 20 %, соответственно, по сравнению с необработанными образцами) соединения, полученного диффузионной сваркой в условиях горячего изостатического прессования;
  - снижению оптимальной температуры сварочного процесса на 160 °С при сохранении механических характеристик диффузионно-сварного соединения.

3. Результаты исследования предварительной термической обработки поверхности Cu-Cr бронзы сканирующим пучком наносекундного лазера с длиной волны 355 нм при плотностях энергии излучения  $\approx 1$  Дж/см<sup>2</sup> и скорости сканирования луча 0,5÷1 мм/с, выявившие образование не наблюдавшихся ранее квазиупорядоченных структур с характерной шарообразной формой диаметром около 500 нм, расположенных на ножках высотой  $\approx 1$  мкм.

4. Метод перфорации микроотверстий в металлических прокладках и термической обработки поверхности керамических заготовок наносекундным УФ Nd:YаG лазером, позволяющий повысить прочность диффузионно-сварных соединений из керамики Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> с применением перфорированной лазером медной прокладки в 1,45 раза при одновременном увеличении значений относительного удлинения до 50 % по сравнению с применением сплошной прокладки и необработанных керамических образцов.

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Диссертация содержит 139 страниц машинописного текста, 11 таблиц, 65 рисунков по тексту и список литературы, который состоит из 136 ссылок на публикации отечественных и зарубежных авторов.

Во введении приводится актуальность темы диссертации, формируется цель и задачи работы, показана ее научная новизна, научная и практическая значимость полученных в работе результатов, перечислены основные положения, выносимые на защиту, а также рассмотрено краткое содержание работы по главам.

В первой главе, являющейся обзором литературы, проанализированы особенности процесса диффузионной сварки. Проведено сравнение различных методов подготовки свариваемых поверхностей, таких как механическая обработка, нанесение поверхностного наноструктурированного слоя, отжиг, использование промежуточного металлического слоя и эффекта низкотемпературной сверхпластичности. Рассмотрено влияние таких факторов, как температура, давление, время сварки. Проведён обзор методов лазерной модификации поверхности, который показал, что наиболее простым

и доступным для термообработки свариваемых поверхностей является метод прямого лазерного наноструктурирования с использованием лазеров, генерирующих излучение в наносекундном диапазоне длительностей.

Во второй главе представлена теоретическая оценка процессов лазерной термообработки материалов с целью модификации поверхности для последующей диффузионной сварки, обоснован выбор лазерного источника и его параметров, даны описания экспериментальной установки и методики исследования.

В третьей главе приведено исследование процессов лазерной термообработки поверхностей жаропрочного сплава на никелевой основе марки ЧС 57 (ХН55МВЦ), сталей марок 09Х17Н, 08Х18Н10Т, 12Х18Н10Т и Cu-Cr бронзы неподвижным и сканирующим пучком излучения наносекундного диапазона длительности с длиной волны излучения 355 нм.

При формировании микронных, субмикронных и наноструктур на поверхности этих материалов с применением наносекундного твердотельного Nd:YаG лазера с длиной волны 355 нм показано, что их появление возможно при энергиях лазерного излучения 0,5-5 Дж/см<sup>2</sup>, при количестве импульсов равном от 100 до 500 в зависимости от материала.

Впервые экспериментально определены основные режимы модификации поверхности Cu-Cr бронзы, приводящие к фазовым и структурным превращениям при ее облучении пучком наносекундного лазера с длиной волны 355 нм в различных диапазонах плотностей энергии излучения и разных скоростях сканирования. Показано, что при воздействии на полированную поверхность бескислородной меди и её сплавов, Cu-Cr и Cu-Cr-Zr одиночным импульсом Nd:YаG лазера с длиной волны излучения 355 нм при предпороговых плотностях энергии (при  $E \sim 0,6$  Дж/см<sup>2</sup>), в отсутствие заметных следов фазовых и структурных превращений (абляции), происходит необратимое поднятие поверхности металла в зоне облучения.

При обработке поверхности бронзы сканирующим лазерным пучком получены не наблюдавшиеся ранее квазиупорядоченные шарообразные

структуры характерной формы диаметром около 500 нм, в виде застывших капель на ножках высотой порядка 1 мкм. Они появлялись при термообработке сканирующим лазерным пучком с плотностью энергии около 1 Дж/см<sup>2</sup> и скоростью сканирования 1 мм/с.

Четвертая глава посвящена экспериментальному исследованию влияния предварительной лазерной термообработки заготовок на механические свойства диффузионно-сварного соединения металлов и сплавов.

После различной лазерной модификации поверхностей сплава ЧС57, сталей 08Х18Н10Т, 09Х17Н, 12Х18Н10Т и хромированной бронзы заготовки укладывались в тонкостенный герметичный контейнер определенными группами (с исходными и обработанными поверхностями) для дальнейшей диффузионной сварки методом горячего изостатического прессования. После сварки проводились испытания соединений на статическое растяжение.

Для соединения ЧС57 – ЧС57 наблюдалось увеличение предела прочности на 12 % и относительного удлинения на 21 % у деталей с лазерной обработкой при температуре диффузионной сварки 1160 °С. При температуре в 1000 °С увеличение предела прочности после обработки лазерным пучком с плотностью энергии 2 Дж/см<sup>2</sup> составило 29 %, а относительного удлинения – 160 %. Исследование свойств сварного шва показало, что повышение предела прочности и относительного удлинения соединений из стали и сплавов, вероятно, вызвано уменьшением среднего размера зерен, сформировавшихся в процессе предварительной лазерной термообработки.

В пятой главе исследовано влияние лазерной перфорации элементов на механические свойства диффузионно-сварного соединения образцов из керамики Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> с использованием медной прокладки.

Экспериментально подтверждена перспективность применения наносекундных УФ лазеров в качестве высокоточного источника локального нагрева при перфорации металлических прокладок и при нанесении микроотверстий на поверхности керамических заготовок для улучшения качества диффузионной сварки.

Проведены экспериментальные исследования механических свойств следующих групп диффузионно-сварных соединений керамика-медная прокладка-керамика: 1) со сплошными медными прокладками; 2) с перфорированными медными прокладками; 3) с перфорированными медными прокладками и с перфорированными углублениями на поверхности керамики.

При использовании перфорированной прокладки предел прочности соединения увеличился в среднем на 24 %, а величина относительного удлинения – на 37 % по сравнению с соединением через сплошную прокладку. Также, дополнение перфорации прокладки нанесением микроотверстий на контактных поверхностях керамических заготовок позволило достичь дальнейшего улучшения качества сварного соединения. Прочность соединения выросла в среднем на 45 %, а относительное удлинение почти на 50 % по сравнению с исходными значениями.

Помимо этого, за счет лазерной перфорации элементов получилось снизить такие основные параметры процесса сварки как время, давление и температура.

В заключении приводятся основные выводы и результаты настоящей диссертационной работы.

По материалам диссертации опубликовано 18 научных работ, в том числе 10 статей в журналах из перечня ВАК, 7 статей в журналах, входящих в базы данных WoS или Scopus, 6 публикаций в трудах конференций; а также получены положительные решения на 3 заявки на патенты.

Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на научных семинарах Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института электрофизики и электроэнергетики РАН, АО «Российские космические системы», АО «Научно-исследовательский и конструкторский институт энерготехники им. Н.А. Доллежала», а также докладывались на следующих всероссийских и международных симпозиумах и конференциях: 5<sup>th</sup> European Conference on Crystal Growth ECCG5 (Bologna, Italy, 9-11

September, 2015); Applied Nanotechnology and Nanoscience International Conference - ANNIC 2017 (Rome, Italy, 18-20 October, 2017); 14th Sino-Russia Symposium on Advanced Materials and Technologies (Beijing, China, 28 November – 01 December, 2017); International Conference on Physics and Mechanics of New Materials and Their Applications - PHENMA 2019 (Hanoi, Vietnam, November 7-10, 2019). XXV межд. конф. Оптика и спектроскопия конденсированных сред, г. Краснодар, 2019 г., научно-практической конференции учёных России и Хорватии: М, 2019, IX Международной конференции «Фотоника и информационная оптика» М. 2020.

# ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ ПО ДИФФУЗИОННОЙ СВАРКЕ И ЛАЗЕРНОЙ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ.

## 1.1 Описание процесса диффузионной сварки.

Согласно системе классификации и стандартизации [6] на сегодняшний день насчитывается более полусотни различных видов сварки материалов, каждый из которых можно отнести к одному из двух основных типов – сварку расплавлением (обычная дуговая сварка, лазерная сварка, электронно-лучевая сварка и т.д.) и сварку давлением (сварка трением с перемешиванием, взрывная и диффузионная сварка и т. д.). Одним из видов сварки давлением, получивших широкое распространение и имеющих дальнейшие перспективы развития вследствие ряда технологических преимуществ, является диффузионная сварка.

Диффузионная сварка — это способ получения неразъемного соединения, образовавшегося вследствие возникновения связей на атомарном уровне, появившихся в результате сближения контактных поверхностей за счет локальной пластической деформации при повышенной температуре, обеспечивающей взаимную диффузию в поверхностных слоях соединяемых материалов.

Основы современной технологии диффузионной сварки были заложены и развиты в СССР Н.Ф. Казаковым, М.Х. Шоршоровым, Ю.Л. Красулиным, Э.С. Каракозовым, А.В. Люшинским и др. [7-13].

Процесс диффузионной сварки состоит из нескольких основных этапов. Сначала свариваемые поверхности подготавливают и очищают. Затем из свариваемых деталей формируют сборку и помещают в камеру для создания вакуума или инертной среды, которая защищает контактные поверхности от окисления. Затем образец подвергается воздействию высокого давления и температуры, которые запускают процесс диффузии. Выбор способа нагрева определяется физико-химическими свойствами свариваемых материалов, размерами и конфигурацией изделия. Давление увеличивается посредством



использования гидравлического пресса, собственного веса детали или под воздействием дифференциального давления газа. Эти условия поддерживаются в течение определённого периода времени, необходимого для диффузии материалов.

Для осуществления диффузионной сварки используются вакуумные установки (традиционная диффузионная сварка) или газостаты (горячее изостатическое прессование). Принципиальная схема традиционной вакуумной установки представлена на рисунке 1.1 а. На ней представлены основные компоненты системы: вакуумная камера (1) с системой охлаждения (2), устройство приложения давления (3), источник нагрева (4) и система управления процессом (5). Различные модели вакуумных установок отличаются друг от друга конструкцией отдельных систем и узлов, но общие принципы их устройства и действия одинаковы. Принципиально другим методом диффузионной сварки является сварка в условиях горячего изостатического прессования (ГИП), общая схема которого представлена на рисунке 1.1 б. Газостат состоит из контейнера (3) с крышками (1 и 6), внутри которого расположены нагреватель (3) в термоизоляции (2) и рабочее пространство с заготовкой 5.

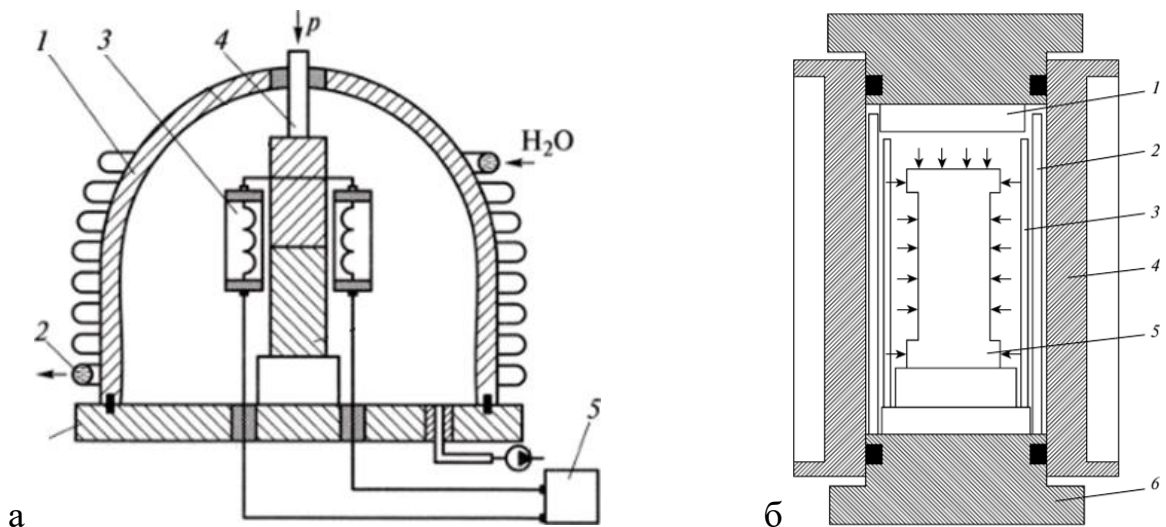


Рисунок 1.1 Схема сварного процесса в условиях традиционной диффузионной сварки (а) и горячего изостатического прессования (б)

Особенностью ГИП является одновременное воздействие на формуемое изделие высокого давления и высоких температур посредством газовой рабочей среды.

По сравнению с другими способами диффузионная сварка обладает целым рядом ключевых преимуществ, в том числе [14]:

1. Возможность соединения разнородных материалов.
2. Процесс позволяет производить высококачественные соединения.
3. Высокоточные компоненты сложной формы и крупногабаритные детали могут быть изготовлены без последующей обработки.
4. Отсутствие необходимости использования расходных материалов.
5. Отсутствие негативного воздействия на окружающую среду.

Благодаря этому диффузионная сварка получила широкое применение в таких областях науки, техники и промышленности, как машиностроение, аэрокосмическая промышленность, атомная энергетика и других. В настоящее время наблюдается тенденция к увеличению доли сварных соединений, выполненных диффузионной сваркой, в общем объеме сварочных работ.

Качество диффузионной сварки в первую очередь определяется физико-химическими свойствами свариваемых материалов, такими как коэффициент объемной диффузии и предел текучести. К основным технологическим параметрам, влияющим на протекания процесса сварки, относят температуру сварки, напряжение сжатия (сварочное давление), время изотермической выдержки (время сварки), состав газовой среды и давление в сварочной камере (вакуум, аргон, гелий, азот, водород, углеводороды, углекислый газ), а также подготовку свариваемых поверхностей (очистку, модифицирование рельефа поверхности) и введение в шов различных прослоек.

## **1.2. Методы подготовки поверхности для диффузионной сварки**

Одной из актуальных проблем дальнейшего развития технологии диффузионной сварки является сокращение материальных затрат на производство деталей за счёт уменьшения температуры сварки без ущерба для

качества соединения материалов [15].

Остановимся на отдельных исследованиях таких важных факторов, как форма и шероховатость поверхностей соединения, эффект низкотемпературной сверхпластичности, использование тонкого промежуточного слоя между свариваемыми материалами, особенности сваривания разнородных материалов, предварительная лазерная обработка поверхностей, которые направлены на решение указанной проблемы.

### *1.2.1. Механическая обработка поверхности*

Одним из факторов, оказывающих существенное влияние на качество диффузионного соединения, является рельеф свариваемых поверхностей, который в значительной степени влияет на кинетику развития первой стадии процесса сварки – формирование физического контакта.

В работе [16] на основе экспериментальных исследований образцов титана с различной шероховатостью было показано, что микроструктура свариваемых поверхностей является фактором, влияющим на качество соединения при диффузионной сварке. Материалами для подтверждения наличия кинетических зависимостей были выбраны образцы из сплавов ВТ20, ВТ6 и ВТ9, контактная поверхность которых обрабатывалась двумя разными методами механической обработки: чистовым точением ( $Ra \approx 6,8-7,0$  мкм) и полировкой ( $Ra \approx 0,01-0,02$  мкм). В качестве альтернативного способа модификации топографии поверхности в работе [13] использовался отжиг в диапазоне температур от 850 до 975°C. Затем осуществлялась сварка образцов в диапазоне температур (850–1000°C) и давлений (0,5 – 6,0 МПа) с последующим проведением механических испытаний на статический разрыв и количественной оценкой процессов, протекающих в области контакта. На основе экспериментальных данных в этой работе авторы делают вывод о том, что развитие деформационных рельефов оказывает существенное влияние на процесс сварки только в области высоких температур (950 - 1000°C).

В работе [17] показано, что механическая обработка титановых образцов перед диффузионной сваркой приводит к повышению качества соединения

вследствие формирования на контактной поверхности образцов слоя с мелкозернистой структурой, обеспечивающего высокую плотность очагов схватывания. Заготовки из сплава ОТ4 с исходной крупнозеренной структурой были разделены на две группы в зависимости от последовательности предварительной обработки: часть образцов подвергалась перед сваркой только после механической обработки путём точения, фрезерования или шлифования, остальные образцы после механической обработки подвергались вакуумному отжигу при температуре  $975^{\circ}\text{C}$  с целью ликвидации мелкозеренной приповерхностной зоны. Диффузионная сварка образцов проводилась при температурах  $800 - 1000^{\circ}\text{C}$ . Последующие испытание на разрыв и исследование топографии поверхности разрушения сварных соединений выявили превосходство первой группы образцов по прочностным характеристикам, а также различия в структуре поверхностей, сформированных при разрушении шва: образцы первой группы имели более развитый рельеф.

С целью дальнейшего изучения влияния топографии поверхности образцов на процесс диффузионной сварки в работе [18] и выявления закономерностей влияния микрогеометрии поверхности на кинетику процесса сварки авторами были исследованы образцы из титанового сплава с модельными выступами, имитирующими различные степени шероховатости свариваемых деталей. Одну партию образцов из сплава титана ВТ14 отполировали до значений шероховатости  $R_a$  в диапазоне  $0,01 - 0,03$  мкм, а вторую – обработали на токарном станке с целью получения микровыступов с шагом  $0,1$  мм и различными уклонами стенок треугольников (углами  $\beta$ ):  $15^{\circ}$ ,  $30^{\circ}$ ,  $45^{\circ}$ ,  $60^{\circ}$ . Затем была проведена диффузионная сварка образцов с тремя сочетаниями способов их обработки: оба образца с мелкозернистой структурой (необработанные), оба образца с крупнозернистой структурой (отожжённые при  $1000^{\circ}\text{C}$ ), полированный и точёный образцы. Обработка экспериментальных данных путем определения по фактограммам с поверхности разрушения площади образовавшегося контакта и физико-

математическое моделирование процессов показали, что увеличение угла  $\beta$  приводило к сокращению площади контакта и, соответственно, увеличению времени, необходимого для сварки. Также, развитие рельефа в виде увеличения угла микровыступов приводит к увеличению времени образования физического контакта вследствие локального деформационного упрочнения материала в вершинах выступов.

В тоже время, в работе [19], посвящённой исследованию влияния шероховатости поверхности на процесс и механизмы сжатия пустот при диффузионном соединении сплава Ti-6Al-4V, авторы приходят к неоднозначным выводам о влиянии шероховатости поверхности на процесс диффузионной сварки. Сварка образцов происходила при давлении 5 и 10 МПа. Средний размер пустот увеличивался при увеличении шероховатости Ra с 0,33 до 0,44 мкм, и сокращался при увеличении Ra до 0,46 мкм. Установлено, что степенная ползучесть является доминирующим механизмом при сжатии пустот, вклад которого уменьшается при увеличении Ra с 0,33 до 0,44 мкм, но увеличивается при дальнейшем увеличении Ra до 0,46 мкм.

### *1.2.2. Твердофазное соединение и низкотемпературная сверхпластичность*

Другим успешным направлением технологического развития является исследование твёрдофазного соединения материалов в условиях проявления низкотемпературной сверхпластичности (НС) материалов, которые на протяжении многих лет проводятся коллективом учёных из ИПСМ РАН. Концепция существования НС была сформулирована в работе [20]. Авторами было показано, что сокращение размера зерна алюминиевого сплава Al-0,4%-Cu-0,5%Zr с 4 до 0,3 мкм приводит к резкому понижению температуры проявления сверхпластичности с 420 до 220 °С. Это открытие получило развитие в большом количестве научных работ. Среди них можно выделить статьи [21-25] в которых было практически продемонстрировано наличие эффекта низкотемпературной сверхпластичности широкого круга технологических материалов, среди которых титановые сплавы ВТ6 и ВТ8,

жаропрочный никелевый сплав Инконель 718, микрокристаллический интерметаллид Ti-Al. Результаты этих исследований приведены в таблице 1.1.

Таблица 1.1 - Влияние размера зерна на температуру проявления СП [25]

Сплав	Средний размер зерен, мкм	Нижняя температура проявления СП, °С
Титановый сплав ВТ8	5	900
	0,06	550
Никелевый суперсплав	6	980
Инконель 718	0,3	650

В работе [25] были впервые представлены результаты качественного твердофазного соединения титанового сплава ВТ8 в условиях низкотемпературной сверхпластичности. В отличие от традиционной диффузионной сварки, твердофазное соединение такого типа требует специальной подготовки образцов с целью организации локальной сверхпластической деформации, которая может быть достигнута одним из двух способов: формированием специфического рельефа поверхности [26] или применением промежуточных слоёв (прокладок) [27].

Предварительное наноструктурирование образцов приводит к значительному снижению нижней температурной границы проявления сверхпластичности известных материалов. Так, в работе [28] рассмотрена физическая модель процесса формирования твердофазного соединения наноструктурного титанового сплава ВТ6 в условиях проявления низкотемпературной сверхпластичности и обоснована перспектива практического использования наноструктурированных материалов при разработке технологий изготовления полых изделий сваркой давлением для предприятий авиационного машиностроения.

С целью достижения эффекта низкотемпературной сверхпластичности широко применяется механическое наноструктурирование материалов.

В работе [29] представлены результаты диффузионной сварки наноструктурного сплава ВТ6. Сварка предварительно отшлифованных и отполированных образцов с различными размерами зерна (150 и 300 нм) проводилась в вакууме при давлении  $10^{-2}$  -  $10^{-3}$  Па и температуре 550 - 750°C. Анализ микроструктуры на электронном микроскопе и оценка прочности сварного шва на разрыв выявили существенное положительное влияние повышения дисперсности структуры сплава ВТ6 как на качество, так и на механические свойства сваренных образцов.

Работа [30] посвящена исследованию диффузионной сварки образцов из наноструктурированного титанового сплава Ti-6Al-4V в условиях низкотемпературной сверхпластичности в диапазоне температур 650-750°C. Исходные заготовки с размером зерна 3-5 мкм подвергались всесторонней ковке с целью сокращения размеров зерна до 0,3 мкм. После сварки наноструктурированных таким образом заготовок были произведены металлографические исследования, а также механические испытания на сдвиг, которые показали, что максимальная прочность соединения была достигнута при минимальной температуре 650°C.

### *1.2.3. Использование промежуточных металлических прокладок*

Для повышения интенсивности процесса диффузионной сварки и улучшения качества сварного шва разнородных, и в особенности, труднодеформируемых материалов, широко применяются тонкие металлические прокладки между свариваемыми плоскостями.

В работе [31] авторами в ходе исследования деформации в зоне соединения материалов при диффузионной сварке плоских образцов из титанового сплава и нержавеющей стали через никелевую прослойку были обнаружены застойные зоны с более слабым схватыванием материалов, чем на периферии образцов. Моделирование процесса сварки показало целесообразность структурирования никелевой прослойки с целью делокализации деформации в плоскости контакта.

В работе [32] автор указывает на ряд недостатков используемых в

большинстве случаев сплошных прокладок из технически чистых металлов. К ним относятся необходимость установки повышенных параметров давления, температуры и времени, а также сокращение скорости и качества формирования физического контакта. Также в качестве альтернативы сплошным предлагается использование перфорированных прокладок, позволяющих снизить сварочное давление при повышении скорости образования физического контакта и активизации процессов взаимодействия материалов вследствие интенсивной деформации металла прокладки. В статье представлена модель поведения перфорированной прокладки, которая может быть использована для инженерных расчётов при дальнейшем развитии теории диффузионной сварки.

#### *1.2.4. Диффузионная сварка разнородных материалов*

Широкое распространение композитных материалов в различных технологических областях требует получения качественных соединений. В работе [33] рассмотрены актуальные способы соединения керамики с металлами, из которых одним из наиболее распространённых является диффузионная сварка. В работе [34] были продемонстрированы результаты соединения керамики  $TiN-Si_3N_4$  со сплавом Incoloy 909 методом ГИП при температуре 1200К, давлении 200 МПа и времени 4 часа. Особенностью метода сварки керамики с металлами без промежуточных слоёв является получение очень тонкого реактивного слоя и надёжного соединения при необходимости применения очень высоких температуры и давления.

С целью сокращения энергозатрат в работе [35] был предложен новый метод сварки стали с керамикой  $Si_3N_4$  через тонкую составную прослойку, состоящую из аморфной фольги Cu50-Ti50В, фольги с чистым Ni, с добавлением тонкой прослойки Mo.

В ряде работ для сварки керамики с металлами успешно применялся метод ГИП. В [36] авторы за счёт использования FeNi-Cu прослойки при сварке  $Si_3N_4$  с Ni добились увеличения прочности на изгиб с 27,3 до 150 Мпа.

В работе [37] была произведена диффузионная сварка оксида алюминия



со сталью AISI 304 с использованием Ti, Cu или Mo в качестве прокладок. Средняя прочность соединений достигла 27 МПа с Ti-Mo и 65 МПа с Ti-Cu.

### 1.3. Лазерная термообработка поверхности перед сваркой

В работе [38] авторами была применена техника лазерной термообработки с расплавлением приповерхностного слоя заготовок из сплава Ti-Al с целью сокращения размеров зёрен для проведения последующей диффузионной сварки при пониженных температурах и сокращённом времени сварки. В качестве источника лазерного излучения использовался непрерывный CO<sub>2</sub> лазер мощностью 2 кВт. Обработка заготовок происходила в аргоновой атмосфере со скоростью сканирования луча 10 мм/с, модифицированная поверхность исследовалась на оптическом и сканирующем электронном микроскопах. После лазерной термообработки на поверхности наблюдалась мелкая дендритная структура, которая трансформируется в мелкозернистую структуру при температуре 1123К.

Исследование качества сварного шва проводилось при варьируемых параметрах температуры, давления и времени сварки. Сравнительный анализ показал, что качественное сварное соединение предварительно обработанных лазером образцов было возможно при температуре 1173 К, давлении 60 МПа, и времени сварки 1 час, в то время как сварка необработанных образцов при таких параметрах была невозможна.

В работе [1] были исследованы соединения стали марки 09X17H-Ш со сталью марки 08X18H10T и титановым сплавом марки ПТ-3В, полученные методом горячего изостатического прессования. На свариваемых поверхностях создавался рельеф в виде периодических поверхностных структур с заданными параметрами геометрии. Для нанесения рельефа производилась термообработка свариваемых поверхностей импульсным лазерным излучением с диаметром точки 1 мм и перекрытием точек 50 %. Упорядоченный волнообразный рельеф позволял существенно увеличивать площадь поверхности соединения, что повышает конструктивную прочность

и надежность сварного соединения, в том числе за счет механического подкрепления. Таким образом, можно полагать что применение и совершенствование методов лазерной термообработки позволит существенно улучшить качество диффузионной сварки.

### *1.3.1. Метод прямого лазерного микро и наноструктурирования*

В настоящее время лазеры находят широкое применение в различных областях науки, техники и промышленности. Современный прогресс нанотехнологий неразрывно связан с успешным применением лазерных источников для удовлетворения растущего спроса в наноматериалах и поддержки тенденций сокращения размеров устройств и их компонентов [3, 39-44]. Одним из важных направлений применения лазеров в данной области является формирование на поверхности твёрдых тел микро- и наноструктур, которые в значительной мере определяют морфологию и физико-химические свойства поверхности. Это представляет несомненный интерес для металловедения, физико-химической механики и физики твердого тела.

Наноструктурирование поверхности приводит к улучшению электрических, тепловых, электронно-эмиссионных, излучательных и трибологических свойств материалов [45-47]. Оно находит применение в селективном нанокатализе, спектроскопии, микроэлектронике, записи информации со сверхвысокой плотностью, в нанофотонике для разработки светоизлучающих устройств и в ортопедии и стоматологии для повышения биосовместимости живых тканей с имплантатами и протезами, а также в целом ряде других областей науки и техники.

Для получения микроструктур на поверхности материалов могут использоваться различные методы и технологии, такие как механическая обработка, литография, структурирование с помощью ионного или лазерного пучка [48-51].

Широкое распространение получило лазерное структурирование поверхности [52-54], позволяющее формировать лазерно-индуцированные периодические поверхностные структуры (ЛИППС), которые в ряде случаев

обуславливают изменение смачиваемости поверхности материалов, отражательных и трибологических свойств покрытий [55-57].

В автомобильной, аэрокосмической, оборонной и атомной промышленности поверхностные микро- и наноструктуры служат для повышения износостойкости керамических и металлических материалов и устройств, работающих при повышенных рисках возникновения коррозии. Нанесение нанопокровов с целью сокращения трения между деталями используется для улучшения эксплуатационных характеристик реактивных и дизельных двигателей [45, 46].

Одними из наиболее перспективных вследствие сравнительной простоты применения и высокой эффективности является метод прямого лазерного наноструктурирования [47-53]. Данный метод имеет всего одну стадию, заключающуюся в обработке поверхности материала сфокусированным оптической системой лазерным пучком (как показано на рисунке 1.2). На рисунке 1.2 все углы лучей по отношению к оптической оси сильно преувеличены для наглядности.

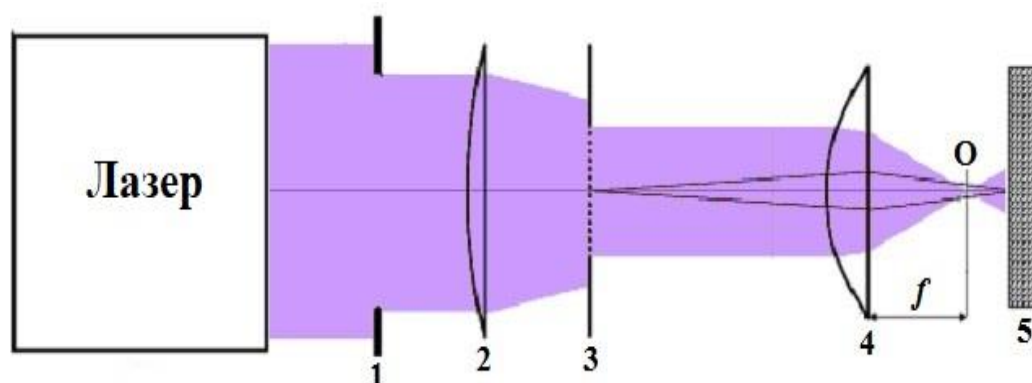


Рисунок 1.2 – Основные элементы оптической установки с проекционной схемой для прямого лазерного наноструктурирования: 1 - диафрагма; 2 – конденсорная линза; 3 – диафрагма; 4 – проекционная линза с фокусным расстоянием  $f$ ; 5 – обрабатываемый образец; O – фокус линзы 4.

Метод не требует использования каких-либо масок или других вспомогательных средств. В частности, отсутствует необходимость

применения специальной вакуумной камеры, в которую помещается обрабатываемый образец и лазерный пучок на протяжении всего его оптического пути, что необходимо, например, при обработке поверхности материалов электронными или ионными пучками частиц. К достоинствам метода следует отнести возможность получения микро- и наноструктур с определенными размерами и формой при использовании относительно простой и производительной установки, не требующей обеспечения мер безопасности по радиационной защите персонала [54, 55].

### *1.3.2. Прямое лазерное наноструктурирование фемтосекундным лазерным излучением*

При облучении материалов фемтосекундным лазерным излучением время воздействия короче времени передачи энергии электронами кристаллической решетке (около  $10^{-11}$  с). В результате во время поглощения лазерной энергии материал не успевает нагреться, но на его поверхности формируются периодические наноструктуры с периодом сопоставимым с длиной волны используемого лазерного излучения [57-58]. Механизмом образования таких структур принято считать интерференцию падающей электромагнитной волны и возбуждаемыми ею поверхностными плазмонами, так называемая плазмон-поляритонная модель [56, 57, 59].

Использование ультракоротких импульсов ограничивает рассеяние тепла и уменьшает повреждение примыкающих к пятну облучения областей материала. Чаще всего при наноструктурировании фемтосекундными лазерами энергия импульса находится диапазоне от  $10^{-7}$  до  $10^{-4}$  Дж, при этом плотность мощности может достигать значений около  $1 \text{ ТВт/см}^2$  [60 - 63].

Фемтосекундные лазеры используются для наноструктурирования металлов, полупроводников, полимеров и керамики. К ключевым недостаткам метода наноструктурирования фемтосекундным лазерным излучением можно отнести высокую стоимость оборудования и строгие требования к точной настройке оптической системы с использованием интерференционных диэлектрических зеркал, имеющих высокий коэффициент отражения только в

узком спектральном диапазоне и узком диапазоне углов падения. Эти факторы создают значительные технические трудности для широкого промышленного применения фемтосекундных лазеров и усиливают научный и практический интерес к использованию для наноструктурирования более доступных и простых в эксплуатации наносекундных лазерных источников.

#### *1.3.4. Прямое лазерное наноструктурирование наносекундным лазерным излучением*

В связи с рядом перечисленных выше недостатков фемтосекундных лазеров для термообработки поверхности целесообразно использовать лазеры, генерирующие коротковолновое УФ излучение в наносекундном диапазоне длительностей. Такие лазеры обладают значительно более высокой выходной энергией и эффективностью, что делает перспективным их применение для совершенствования методов подготовки поверхности при диффузионной сварке. Выбор УФ диапазона излучения предпочтителен тем, что в этом диапазоне большинство конструкционных материалов обладает значительным поглощением. Высокая энергия кванта УФ излучения обеспечивает несколько большую величину глубины обрабатываемого материала, по сравнению с источниками видимого и ИК излучения.

Длительность импульсов наносекундного лазерного излучения существенно больше времени электрон-фононной релаксации, которое для различных материалов составляет от нескольких до десятков пикосекунд. В связи с этим тепловые процессы, приводящие к изменению формы поверхности материала и его свойств, начинают происходить уже в течение воздействия лазерного импульса на материал [64-68].

Наносекундное лазерное излучение может использоваться для наноструктурирования поверхности различных материалов: полимеров, полупроводников, металлов и керамик [69-72].

Известно большое количество работ посвящено наноструктурированию поверхности кремния, как основного материала для изготовления интегральных микросхем, электронных приборов и солнечных батарей.

Например, для повышения КПД солнечной батареи можно увеличить ее поглотительную способность с помощью формирования на ее поверхности массива конусообразных микроструктур посредством обработки KrF-лазером, при этом параметры структур определяются видом буферного газа, в котором производится облучение [73, 74]. Зависимость характера и размеров поверхностных лазерно-индуцированных структур на кремнии от плотности энергии наносекундного излучения исследована в работе [75].

На поверхности германия, одного из широко применяемых полупроводниковых материалов, также возможно формирование наноконусов с помощью наносекундного излучения Nd:YAG лазера без использования буферного газа [69, 76]. В ряде работ [77, 78] представлена технология создания тонких пленок из наночастиц германия посредством лазерной абляции и последующего осаждения материала при облучении KrF- и Nd:YAG лазерами. Наносекундное лазерное излучение применяется для испарения металлических плёнок из кобальта и железа и получения наноразмерных капель на поверхности подложки [79].

В работе [80] представлена возможность изменения цвета нержавеющей стали путём обработки её поверхности излучением импульсного волоконного лазера с длиной волны 1064 нм в атмосфере различных газов (воздух, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, Ar). При этом форма получаемых структур и цвет поверхности определяется как видом используемого газа, так и скоростью сканирования пучка. Зависимость формы поверхностных структур, получаемых на стали, от вида буферного газа также обнаружена в работе [81], в которой регулировались параметры длительности импульса и длины волны излучения. Лазерное изменение размеров нанозерен на поверхности биомедицинских материалов из сплавов титана исследовано в [82]. Некоторые виды описанных выше структур, полученных на поверхности материалов с помощью наносекундного лазерного излучения, представлены на рисунке 1.3.

В работах [83, 84] представлены результаты экспериментов, в которых наблюдалось формирование субмикронных структур на поверхности

керамики из нитрида кремния и пленки из алмазоподобного углерода при многоимпульсном воздействии одиночного пучка наносекундного лазера на молекулярном фторе ( $F_2$ -лазера), генерирующего излучение с длиной волны 157 нм, относящееся к спектру вакуумного ультрафиолета. Коротковолновое излучение данного лазера интенсивно поглощается в атмосфере и практически всеми материалами, что обуславливает необходимость использования вакуумной камеры для подвода излучения к образцу, а также дорогостоящей оптики. Эта особенность и связанные с ней сложности делают целесообразным использование твердотельных или эксимерных лазеров с большей длиной волны. [83, 85].

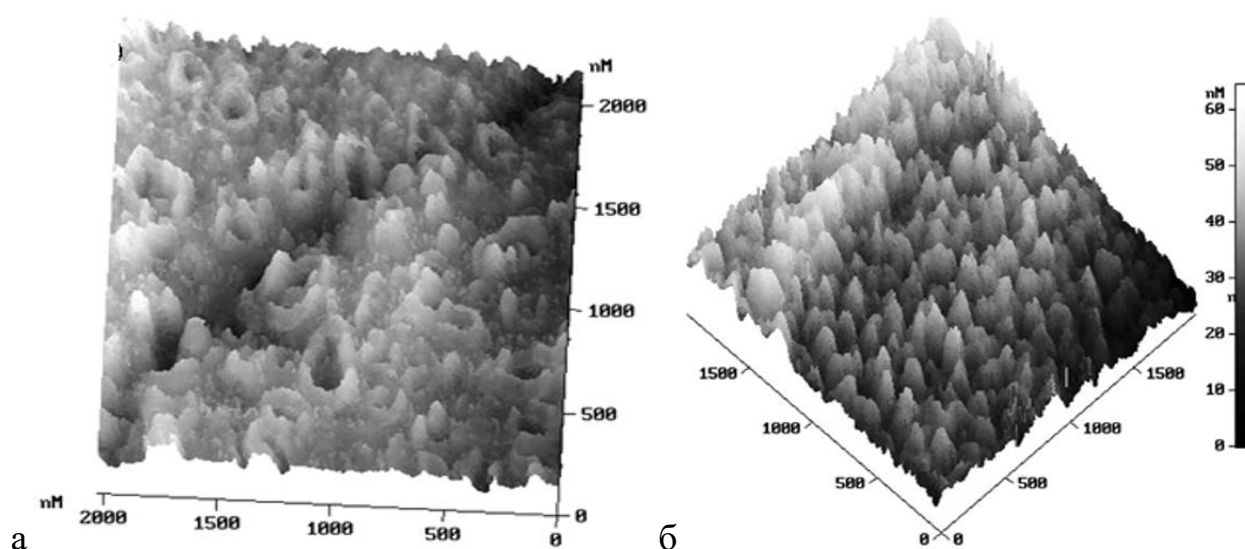


Рисунок 1.3 – Структуры, полученные при облучении наносекундным лазерным излучением: (а) эллиптические кратеры на нержавеющей стали [53] с размерами осей  $d_1 = 180-270$  нм,  $d_2 = 375$  нм и высотой брустверов около 60 нм; (б) структуры в виде пирамид с характерными размерами вдоль поверхности 120-170 нм и высотой около 30 нм на никеле [83].

Современное состояние исследований в этом направлении требует накопления практического опыта по формированию микро и наноструктур, на которые существенное влияние оказывают конкретные условия и особенности процессов, протекающих при их образовании.

## **ГЛАВА 2. ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА, ВЫБОР ЛАЗЕРНОГО ИСТОЧНИКА, ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Формирование разнообразных субмикро- и наноструктур на поверхности твердых тел связано с процессами, действующими во время лазерного воздействия на вещество [86-88]. Применение лазеров в различных технологиях в основном заключается в тепловом воздействии электромагнитного излучения на материал, в результате чего при достижении определенного уровня температур на поверхности и в объеме облучаемого материала могут развиваться различные физические процессы [89]:

- физические переходы (плавление, испарение, абляция);
- химические реакции (горение, окисление, восстановление);
- структурные процессы (фазовые переходы, взаимная диффузия, рекристаллизация, аморфизация);
- термомеханические явления (тепловое расширение, термонапряжение).
- различные виды эмиссии;

Величина температуры и скорость ее изменения определяет то, какие из вышеперечисленных процессов, и с какой интенсивностью, протекают на поверхности или в объеме материала. Несмотря на то, что в большинстве случаев внешнее воздействие на материал сопровождается одновременным развитием различных физических явлений, рассмотрение и построение физической модели обычно проводится с точки зрения преобладания одного физического процесса над другими.

### **2.1. Лазерный нагрев и пороговые плотности энергии при обработке материалов наносекундными импульсами УФ излучения**

Одним из основных параметров, определяющих возможность лазерной термообработки материалов, является температура нагрева.



Температура лазерного нагрева поверхности зависит от поглощенной мощности на единицу площади:  $q = P / S$ . Величина  $q$  называется плотностью мощности  $P = E / \tau$ , где  $E$  – энергия в импульсе,  $\tau$  – длительность импульса. Связь между температурой и плотностью мощности можно определить исходя из уравнения теплопроводности:

$$\frac{\partial T}{\partial t} - a \Delta T = \frac{Q}{\rho c}, \quad (2.1)$$

где  $Q$  – объемная плотность поглощенного светового излучения,  $a$  – температуропроводность,  $\rho$  – плотность,  $c$  – теплоемкость. Решение уравнения (2.1) с соответствующими граничными условиями и с учетом того, что

$$Q = q_0 \alpha (1 - R) \exp(-\alpha x),$$

для металлов и круглого источника тепла в виде лазерного пятна радиусом  $r_0$  дает следующее выражение [89]:

$$T = \frac{2q_0(1-R)\sqrt{a\tau}}{\lambda} \cdot \left( \frac{1}{\sqrt{\pi}} - i \operatorname{erfc} \frac{r_0}{2\sqrt{a\tau}} \right) + T_{in}, \quad (2.2)$$

где  $T_{in}$  – начальная температура материала,  $\alpha$  – коэффициент поглощения,  $\lambda$  – теплопроводность материала,  $R$  – коэффициент отражения. В случае использования импульсных лазеров справедливо соотношение  $r_0 \gg \sqrt{a\tau}$ , при котором из (2.2) имеем:

$$T = \frac{2q_0(1-R)\sqrt{a\tau}}{\lambda\sqrt{\pi}} + T_{in}. \quad (2.3)$$

Формула (2.3) позволяет рассчитать пороговую (критическую) плотность мощности  $q_{th}$  для нагревания поверхности до определенной температуры  $T$ :

$$q_{th} = \frac{(T - T_{in})\lambda\sqrt{\pi}}{2(1-R)\sqrt{a\tau}}. \quad (2.4)$$

Учитывая, что длительность импульса рассматриваемых в данной работе наносекундных лазеров составляет примерно 10 нс, приведем результаты расчетов пороговых плотностей при плавлении и испарении для различных материалов (Таблица 2.1).

Таблица 2.1 - Пороговые плотности различных материалов.

Материал	Никель	Медь	Нерж. сталь (08X18H10 / AISI 304)	Нитрид кремния
$a, \text{ м}^2/\text{с}$	$2,29 \cdot 10^{-5}$	$1,17 \cdot 10^{-4}$	$4,2 \cdot 10^{-6}$	$9,14 \cdot 10^{-6}$
R (355 нм)	0,073	0,1	0,32	0,13
$\lambda, \text{ Вт/м} \cdot \text{К}$	90,4	401	16,2	63
$T_m, \text{ К}$	1726	1356	1673 / 1728	2173
$T_v, \text{ К}$	3005	2835	~3200	н/д
$q_m, \text{ Вт/м}^2$	$2,59 \cdot 10^{11}$	$3,88 \cdot 10^{11}$	$1,48 \cdot 10^{11}$	$3,99 \cdot 10^{11}$
$q_v, \text{ Вт/м}^2$	$4,90 \cdot 10^{11}$	$9,28 \cdot 10^{11}$	$2,99 \cdot 10^{11}$	н/д

Из таблицы (2.1) по значениям пороговых плотностей мощности можно оценить минимально необходимые плотности энергии лазерного источника и, исходя из этого, определить размеры сфокусированного лазерного пятна. Для импульсов длительностью около 10 нс пороговая плотность энергии в импульсе для рассматриваемых материалов составит около 1 Дж/см<sup>2</sup>. Такие значения плотности энергии могут быть достигнуты при энергии в импульсе в несколько мДж и размеров лазерного пятна несколько сот микрометров. Таким требованиям удовлетворяют твердотельный Nd:YAG лазер, излучение которого может быть преобразовано с помощью нелинейно-оптических кристаллов в УФ область, и эксимерный ArF-лазер, генерирующие импульсы в наносекундном диапазоне длительностей.

## **2.2. Формирование наноструктур вследствие оплавления поверхности твёрдого тела наносекундными лазерными импульсами**

Уравнения теплопроводности также используются в модели формирования наноструктур вследствие оплавления поверхности твёрдого тела лазерным импульсом наносекундной длительности [40, 65]. Данная

модель позволяет оценить толщину оплавленного слоя различных материалов, а также приблизительный размер центров кристаллической фазы, образующихся в ходе остывания оплавленного слоя.

Задача математического описания процесса формирования наноструктур при лазерной термообработке, рассмотренная в [65, 66] состоит из двух этапов. Сначала описывается процесс оплавления материала при лазерной термообработке поверхности материала. Затем рассматривается процесс охлаждения расплавленного слоя вследствие распространения тепла в объеме облучаемого материала на основе теории образования кристаллических зародышей [65, 90]. Решение двух частей данной задачи позволяет получить выражение зависимости характерного размера наноструктур от длительности и плотности энергии лазерного импульса.

Программное обеспечение, основанное на имеющейся теоретической модели [91], позволяет предсказать такие характерные параметры лазерной модификации рельефа как толщина оплавленного слоя материала, время кристаллизации и размер кристаллического зародыша. При расчете задаются теплофизические параметры исследуемых материалов (таблица 2.2), задаётся длительность импульса и плотность энергии. Здесь  $T_m$  – температура плавления,  $\rho$  – плотность материала,  $H$  – скрытая теплота превращения,  $a$  – температуропроводность,  $c$  – удельная теплоемкость,  $\lambda$  – теплопроводность (индекс 1 относится к жидкой фазе, а 2 – к твердой),  $d$  – характерный размер, приходящийся на один атом.

Как показывает расчёт для некоторых металлов и сплавов (медь, никель, нержавеющая сталь, нитрид кремния) при плотности энергии в импульсе около  $5 \text{ Дж/см}^2$  толщина оплавленного слоя составляет несколько мкм, при этом возможно получение поверхностных наноструктур в диапазоне размеров от 1 до 100 нм (см. таблицу 2.3). Подробный анализ и расчет характерных параметров поверхностных структур представлен в работах [83, 91].

Таблица 2.2 - Основные физические данные для расчета характерных параметров лазерного структурирования.

Материал	Никель	Медь	Нерж. сталь (08X18H10)	Нитрид кремния (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> )
T <sub>m</sub> , К	1726	1356	1673 / 1728	2173
ρ, кг/м <sup>3</sup>	8909	8920	8000	3440
H, Дж/кг	627•10 <sup>3</sup>	204,7•10 <sup>3</sup>	84•10 <sup>3</sup>	5615•10 <sup>3</sup>
a, м <sup>2</sup> /с	2,29•10 <sup>-5</sup>	1,17•10 <sup>-4</sup>	~4•10 <sup>-6</sup>	9,14•10 <sup>-6</sup>
a <sub>1</sub> , м <sup>2</sup> /с	12•10 <sup>-6</sup>	41,2•10 <sup>-6</sup>	5,12•10 <sup>-6</sup>	7,86•10 <sup>-6</sup>
a <sub>2</sub> , м <sup>2</sup> /с	15,6•10 <sup>-6</sup>	72,3•10 <sup>-6</sup>	5,12•10 <sup>-6</sup>	7,86•10 <sup>-6</sup>
C, Дж/кг•К	443,6	385	500	2003
C <sub>1</sub> , Дж/кг•К	735	513	690	740
C <sub>2</sub> , Дж/кг•К	625	525	690	740
λ, Вт/м•К	90,4	401	16,2	63
λ <sub>1</sub> , Вт/м•К	78,6	188,5	28	20
λ <sub>2</sub> , Вт/м•К	72	352	28	20
d, м	2,48•10 <sup>-10</sup>	2,56•10 <sup>-10</sup>	2,85•10 <sup>-10</sup>	7,77•10 <sup>-10</sup>

Таблица 2.3 - Расчетные значения характерных параметров наноструктур на поверхности некоторых материалов.

Плотность энергии Q, Дж/м <sup>2</sup>	Материал	Длительность импульса τ, с	Толщина оплавленного слоя y, мкм	Время кристаллиз. t <sub>cryst</sub> , 10 <sup>-8</sup> с	Размер центра крист. фазы 2r, нм
5•10 <sup>4</sup>	нержавеющая сталь	10 <sup>-8</sup>	0,7	2,5	1
		10 <sup>-7</sup>	1,7	12	7
	никель	10 <sup>-8</sup>	1,5	35	18
		10 <sup>-7</sup>	2,9	148	76
	медь	10 <sup>-8</sup>	2,4	8	0,6
		10 <sup>-7</sup>	4,7	35	2,4

На рисунке 2.1 представлено общее распределение расчетных значений для характерного размера центров кристаллической фазы при варьируемых величинах длительности импульса и плотности энергии на примере никеля. В исследуемом диапазоне плотностей энергий и длительностей лазерных импульсов расчетный радиус кристаллического зародыша колеблется в диапазоне величин от 2 до 185 нм (рис. 2.1). При длительности  $2 \cdot 10^{-8}$  с и плотности энергии  $4 \text{ Дж/см}^2$  характерный размер кристаллического зародыша составляет около 20 нм и с увеличением энергии существенно не изменяется. Учитывая это, оценочный размер (диаметр) получаемых поверхностных наноструктур на никеле при плотности энергии  $4 \text{ Дж/см}^2$  будет составлять приблизительно 40 нанометров.

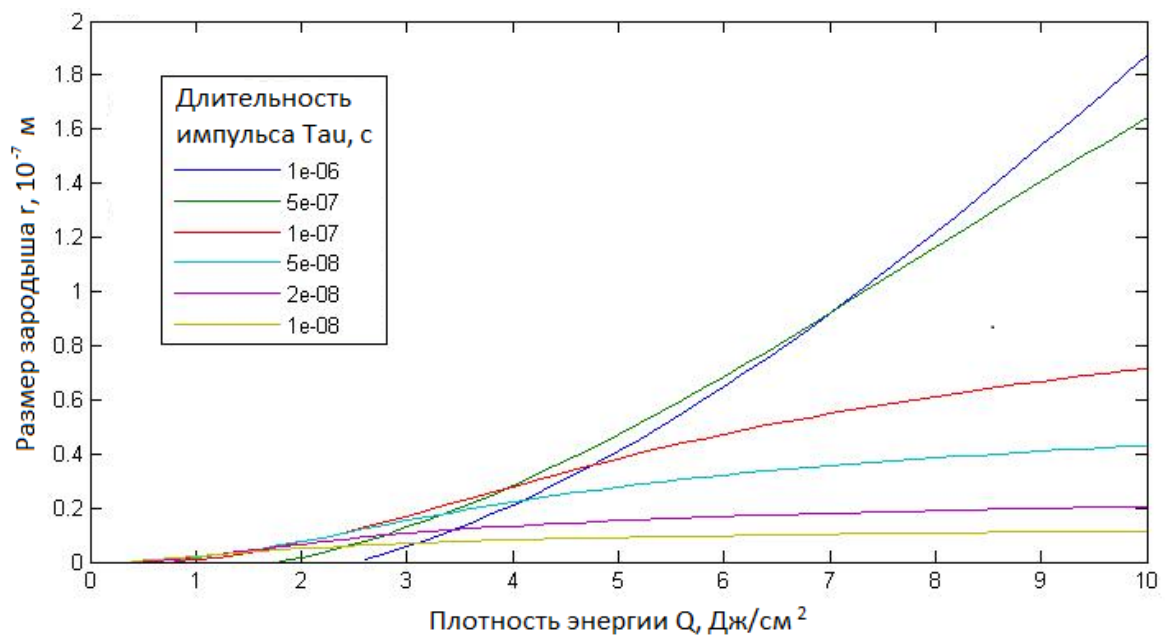


Рисунок 2.1 – Графики зависимостей характерного размера кристаллического зародыша на поверхности никеля ( $r$ ) от плотности энергии ( $Q$ ) при различных длительностях импульса лазерного излучения ( $\tau$ ).

На рисунке 2.2 приведены расчетные значения толщины оплавленного слоя на поверхности никеля. При увеличении плотности энергии толщина оплавленного слоя сначала значительно увеличивается, но после достижения определенных значений плотности энергии рост толщины практически

прекращается. Так, при длительности лазерного импульса 50 нс толщина оплавленного слоя для никеля достигает 3 мкм при плотности энергии более 8 Дж/см<sup>2</sup>. В диапазоне выбранных плотностей энергий и длительностей импульсов излучения расчетная толщина оплавленного слоя достигает значений нескольких микрометров.

Точки пересечения кривых на графике позволяют выбрать подходящие соответствия значений плотности энергии и длительности лазерного импульса, при которых будут достигнуты сопоставимые значения толщины оплавленного слоя. Так, в соответствии с приведенным расчетом для никеля, толщины оплавленного слоя равной 2 мкм можно достигнуть как при  $\tau = 2 \cdot 10^{-8}$  с и  $Q$  от 3 до 10 Дж/см<sup>2</sup>, так и при  $\tau = 5 \cdot 10^{-7}$  с,  $Q = 3,5$  Дж/см<sup>2</sup> или при  $\tau = 10^{-6}$  с,  $Q = 4,5$  Дж/см<sup>2</sup>.

Следует отметить, что технические характеристики Nd:YAG лазера и ArF-лазера позволяют проводить термообработку материалов при длительности импульса равной 10 – 20 нс в рассматриваемом диапазоне плотностей энергии.

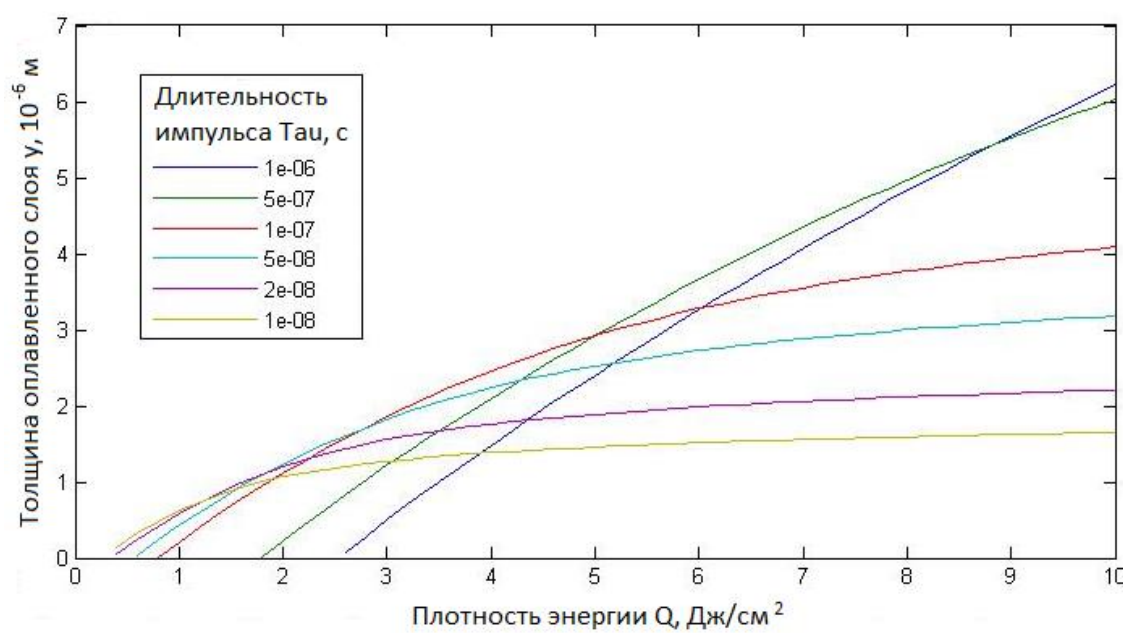


Рисунок 2.2 – Графики зависимостей толщины оплавленного слоя ( $y$ ) на поверхности никеля от плотности энергии ( $Q$ ) при различных длительностях импульса лазерного излучения ( $\tau$ ).

### 2.3. Изменение рельефа поверхности и сверление отверстий в результате лазерной абляции из твердой фазы без плавления

Для модификации свойств и рельефов поверхностей твердых тел широко применяется метод лазерной абляции (рисунок 2.3). Во время процесса абляции импульс лазерного излучения падает на поглощающую поверхность. В результате быстрого нагрева и испарения материала образуется плазменный факел удаляемых молекул и частиц. После окончания лазерного импульса, тонкий слой материала удаляется с поверхности на глубину  $h$ :

$$h = L_1 \ln\left(\frac{F}{F_{th}}\right), \quad (2.5)$$

где  $L_1$  - глубина поглощения излучения материалом,  $F$  – плотность энергии лазерного импульса,  $F_{th}$  – пороговая плотность энергии, ниже которой процесс абляции прекращается [92-94].

Такой эффект удаления материала с поверхности позволяет использовать лазеры для сверления отверстий. Причем возможность сфокусировать лазерное пятно до нескольких микрометров делает возможным сверление отверстий с очень маленьким диаметром.

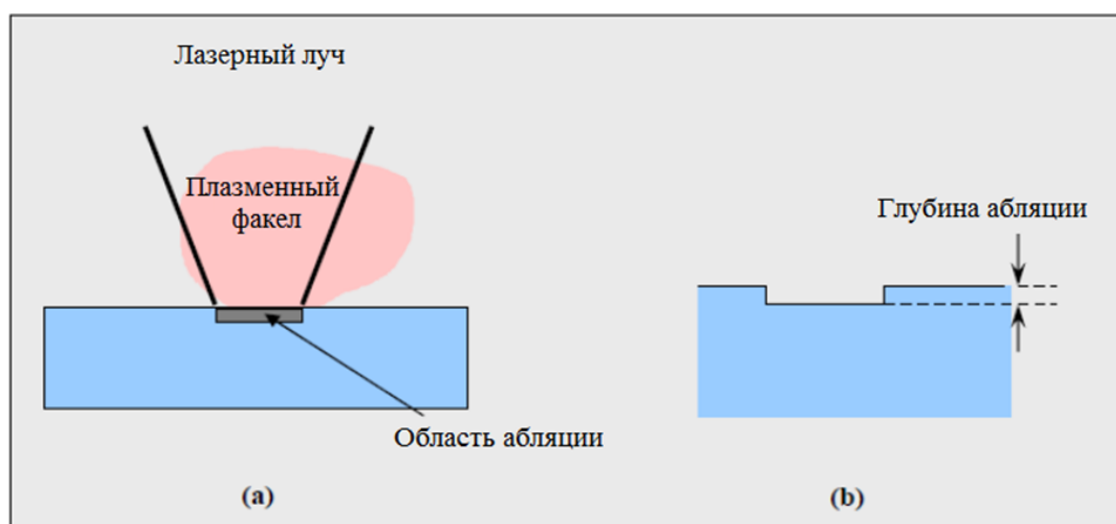


Рисунок 2.3 – Иллюстрация лазерной абляции в процессе облучения (а) и результат после облучения (б).

При лазерном сверлении обычно имеют дело с глубоким узким отверстием с аспектным отношением длины отверстия  $L$  к его диаметру  $d$  намного больше 1. Удаление материала из глубокого узкого отверстия имеет ряд существенных особенностей по сравнению с абляцией из мелкого пятна.

Поглощение падающего лазерного пучка в плазменном факеле изменяет распространение и поглощение падающего излучения в отверстии. Значительная (более 80 %) часть падающего излучения не достигает дна отверстия, а преобразуется в энергию плазменного факела. Плазменный поток, движущийся из отверстия за его пределы, является новым дополнительным источником энергии, действующим на боковые стенки другим образом по сравнению с прямым поглощением лазерного пучка стенками, и может рассматриваться как вторичный источник нагрева отверстия, который менее интенсивен, чем лазерный импульс, но намного более длителен [95].

Этот новый низкоинтенсивный источник может привести к формированию значительного слоя расплава на боковых стенках [96, 97], а также к нежелательному увеличению зоны теплового влияния [98]. В то же время, энергия, достигающая дна отверстия, падает и, соответственно, уменьшается глубина удаляемого за импульс материала.

Однако рассмотрение достаточно простой теоретической модели нагрева боковых стенок скважины лазерной плазмой при лазерном многоимпульсном сверлении высокоаспектных микроотверстий [43, 95] позволяет сделать правильный научно-обоснованный выбор лазерного источника и найти оптимальные параметры излучения: плотность энергии, длительность импульса и т.п.

В рамках предлагаемой модели безразмерные критерии для прямоугольного и гауссова пучков с учетом отсутствия плавления боковых стенок плазменным нагревом и искажения цилиндрического профиля обрабатываемого отверстия, имеют вид:



$$\frac{4L \cdot F_m(t_p)}{dK_{LP}K_{PH}F_{opt}} > 1 \text{ для прямоугольного пучка,} \quad (2.6)$$

$$\frac{16L \cdot F_m(t_p)}{dK_{LP}K_{PH}F_{opt}} > 1 \text{ для гауссова пучка.} \quad (2.7)$$

Здесь  $L$  – длина отверстия цилиндрической формы, которая меньше толщины пластины  $L_{max}$ ,  $t_p$  – длительность плазменного источника нагрева боковых стенок, которую можно оценить как  $t_p = L/v_p$ , где  $v_p$  – средняя скорость распространения плазмы от дна ко входу в отверстие,  $F_m(t_p)$  – пороговая плотность энергии плавления стенок для такого источника с длительностью  $t_p$  (если принять для оценок, что он имеет прямоугольную временную форму),  $d$  – диаметр отверстия (рисунок 2.4),  $K_{LP}$  – коэффициент преобразования лазерной энергии  $E$  в энергию плазмы  $E_P$ ,  $K_{PH}$  – коэффициент преобразования плазменной энергии  $E_P$  в энергию нагрева боковых стенок  $E_H$ ,  $F_{opt}$  – оптимальная плотность лазерной энергии, обеспечивающая получение отверстий близких к цилиндрическим [95].

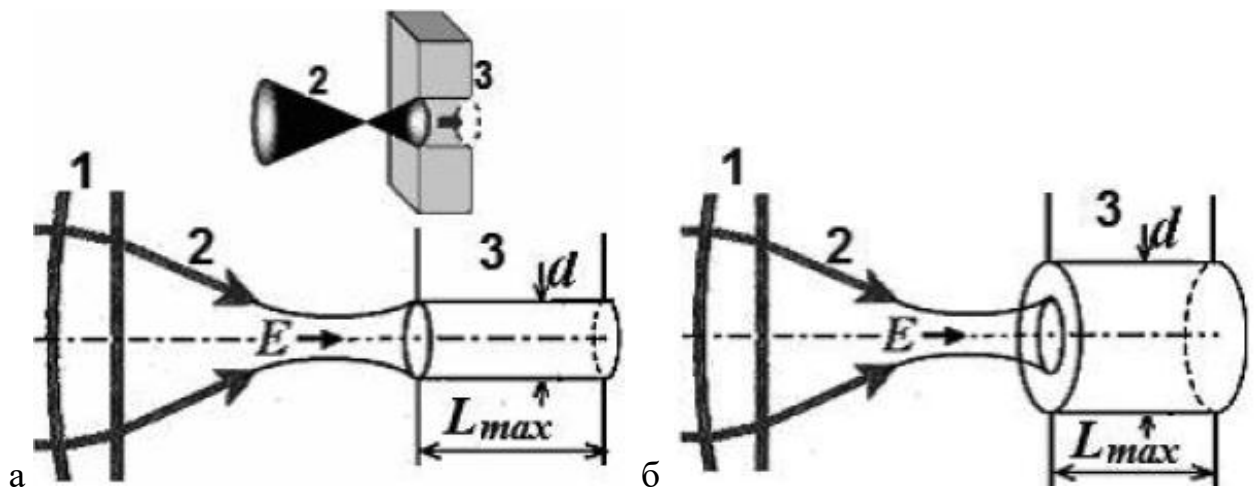


Рисунок 2.4 – Схематическое изображение основных параметров модели плазменного нагрева при сверлении неподвижным (а) и подвижным (б) пучком. 1 – фокусирующая линза; 2 – лазерный пучок с энергией в импульсе  $E$ ; 3 – пластина толщиной  $L_{max}$  и диаметром отверстия  $d$ .

Такой критерий показывает, что для подавления плазменного нагрева и одновременно получения при сверлении цилиндрических отверстий предпочтительны условия, которые увеличивают величину в левой части критериев (2.6), (2.7), тем самым улучшая их выполнение. Этому способствуют выбор пятен малого диаметра  $d$ , режимы облучения и условия, обеспечивающие уменьшение коэффициентов  $K_{PH}$ ,  $K_{LP}$ , и малые рабочие плотности лазерной энергии  $F_{opt}$ , требуемые для получения цилиндрических отверстий в рамках модели, не учитывающей плазменные эффекты.

Учитывая критерий для гауссова пучка (2.7), который характерен для наносекундного Nd:YAG лазера, в работе предлагается использовать несколько параметров для улучшения качества создаваемых отверстий в медной фольге с помощью твердотельного лазера. Во-первых, сверлить отверстия как можно меньшего диаметра (приблизительно 20 мкм). Во-вторых, использовать медную фольгу толщиной 100 мкм, что меньше эффективной длины плазменного факела  $L^* = 140$  мкм. Это позволяет уменьшить коэффициент  $K_{PH}$ , тем самым улучшая соотношение (2.7).

Из приведенных выше оценок следует, что для лазерной обработки различных материалов с целью микро- и наноструктурирования поверхности подходят импульсно-периодические наносекундные лазеры, генерирующие ВУФ и УФ излучение. Например, это эксимерный ArF-лазер ( $\lambda = 193$  нм) и твердотельный Nd:YAG лазер (третья гармоника с  $\lambda = 355$  нм). Электроразрядный эксимерный ArF-лазер имеет меньший ресурс работы по сравнению с твердотельными лазерами. Также ему необходима периодическая замена рабочего газа, что осложняет и удорожает технологический процесс. Поэтому для реализации метода прямого микро- и наноструктурирования был выбран наиболее надежный, эффективный и удобный в эксплуатации твердотельный Nd:YAG лазер, работающий в режиме генерации третьей гармоники с длиной волны излучения  $\lambda = 355$  нм.

## 2.4 Экспериментальная установка для лазерной термообработки поверхности заготовок под сварку

В ходе диссертационной работы и выполнения исследований по лазерной термообработке поверхности металлических и керамических заготовок под сварку была разработана и создана экспериментальная установка. При её создании учитывались следующие основные требования:

- возможность изменения диаметра поперечного сечения лазерного пучка в плоскости обрабатываемой поверхности в диапазоне от 20 - 500 мкм;
- возможность обработки поверхности металлов и сплавов как с допороговыми значениями плотности энергии излучения (до 0,5 Дж/см<sup>2</sup>), так и с плотностями энергии, превышающими порог абляции при наносекундных длительностях лазерных импульсов (свыше 1-2 Дж/см<sup>2</sup>);
- возможность обработки поверхности в различных газовых средах (активных - кислороде, азоте; инертных - аргоне, гелии) а также в вакууме;
- возможность обработки достаточных площадей поверхности путем сканирования одиночным лазерным пучком по заданной траектории;
- возможность варьирования частоты следования лазерных импульсов и скорости сканирования;
- возможность регулировки и контроля энергии импульса лазерного излучения:

Соблюдение такого набора требований позволяло исследовать процессы лазерной микрообработки и модификации, определять основные механизмы и находить общие закономерности создания поверхностного нанорельефа на различных материалах и при различных режимах облучения [99, 100].

В качестве источника излучения был выбран импульсный твердотельный Nd:YAG лазер HR2731 (Opotec Inc., USA). Этот лазер излучает на длине волны 1064 нм, а также на длинах волн второй (532 нм) и третьей

(355 нм) гармоник. Поскольку металлы и их сплавы обладают большим поглощением в УФ диапазоне, то для их обработки эффективны лазеры, работающие в данной области спектра.

На рисунке 2.5 приведены результаты измерений коэффициента отражения меди и сплава Cu-Cr, которые часто применяются для диффузионной сварки, а в таблице 2.4 приведены точные значения коэффициентов отражения на рабочих длинах волн. Измерения проведены на спектрофотометре Cary-5000 с приставкой UMA (измерения выполнены с использованием ресурсов межкафедральной учебно-испытательной лаборатории полупроводниковых материалов и диэлектриков ИЛМЗ «Монокристаллы и заготовки на их основе» НИТУ МИСиС). Из представленных данных ясно, что лазерная термообработка этих металлов будет наиболее эффективной в ультрафиолетовом диапазоне длин волн.

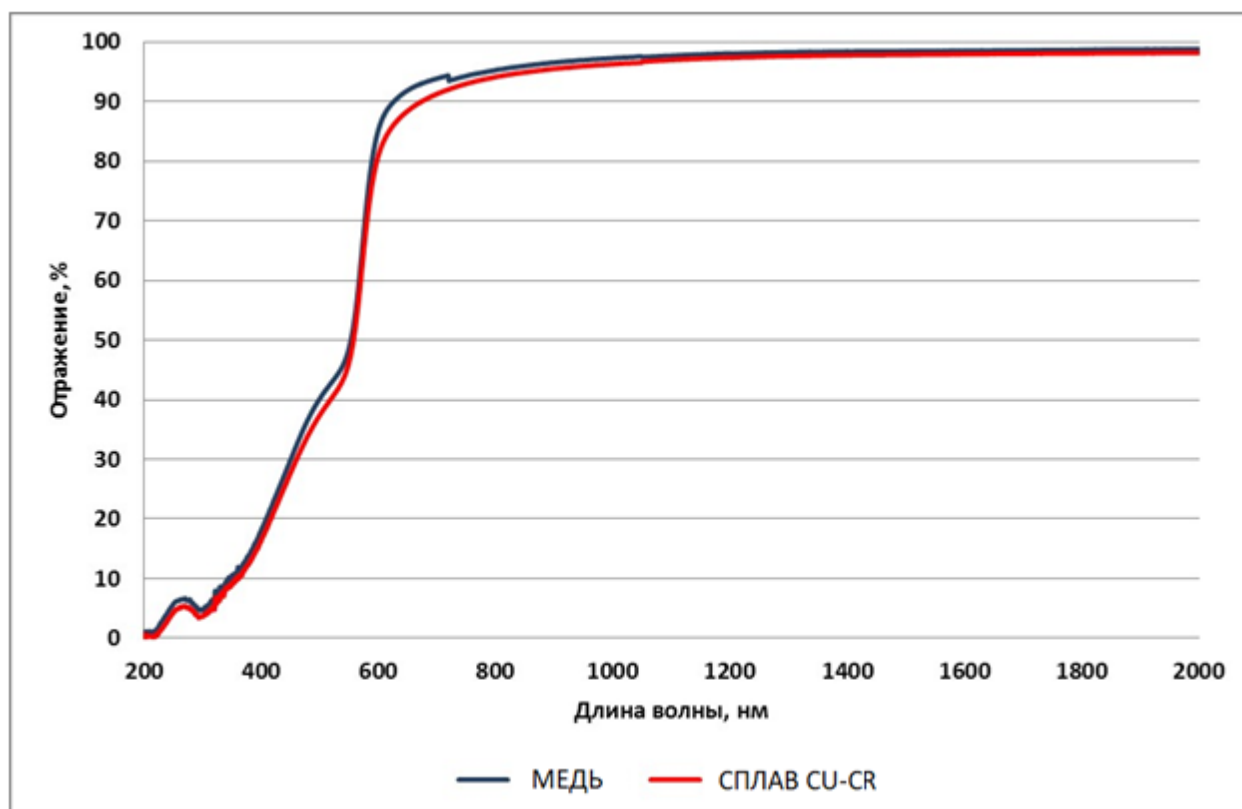


Рисунок 2.5 – Спектр отражения полированных образцов меди и сплава Cu-Cr.

Таблица 2.4 - Значения коэффициентов отражения на некоторых длинах волн для меди и сплава Cu-Cr

$\lambda$ , нм	R (%), медь	R (%), сплав Cu-Cr
355	10,459	9,416
1060	97,472	96,743

В связи с этим в работе используется третья гармоника Nd:YаG лазера на длине волны  $\lambda = 355$  нм. Внешний вид Nd:YаG лазера и его технические характеристики представлены на рисунке 2.6 и в таблице 2.5.

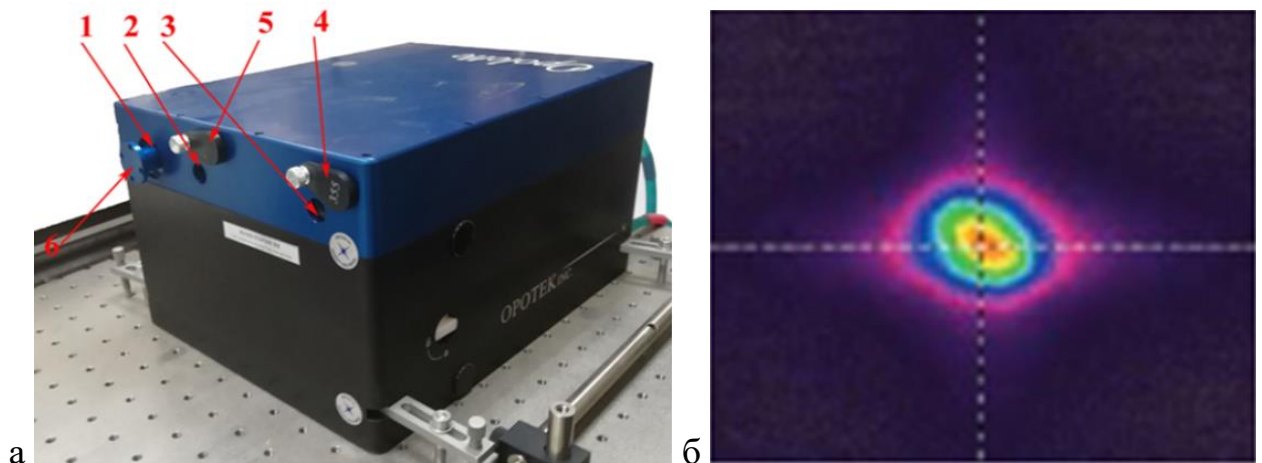


Рисунок 2.6 - Nd:YаG лазер: а) Внешний вид (1, 2, 3 - выходные окна для излучения 1064 мкм, 532 мкм и 355 мкм соответственно, 4 - заглушка для излучения 355 нм, 5 - заглушка для излучения 532 нм, 6 - заглушка для излучения 1064 нм), б) профиль интенсивности лазерного пучка.

Схема экспериментальной установки, подробно описанной в [101] представлена на рисунке 2.7 с незначительными изменениями. Излучение от лазера направляется к затвору 2. Во время обработки поверхности заготовок затвор открыт. В остальное время затвор перекрывает лазерный пучок, исключая попадание лазерного излучения на поверхность заготовки. Пропущенное электромеханическим затвором 2 лазерное излучение попадает на полупрозрачное зеркало 4. Порядка 90 % энергии излучения направляется

в формирующую оптическую систему, а небольшая часть (~10 %) поступает на приемник излучения 5, входящий в узел подсчета лазерных импульсов.

Таблица 2.5 - Технические характеристики Nd:YаG лазера HR2731.

Технические характеристики Nd:YаG лазера	
Длины волн излучения	355 нм и 532 нм
Энергия в импульсе	До 8 мДж
Частота следования импульсов	До 100 Гц
Длительность импульса	10 нс
Размер пучка (диаметр)	2-3 мм
Расходимость пучка	1-2 мрад

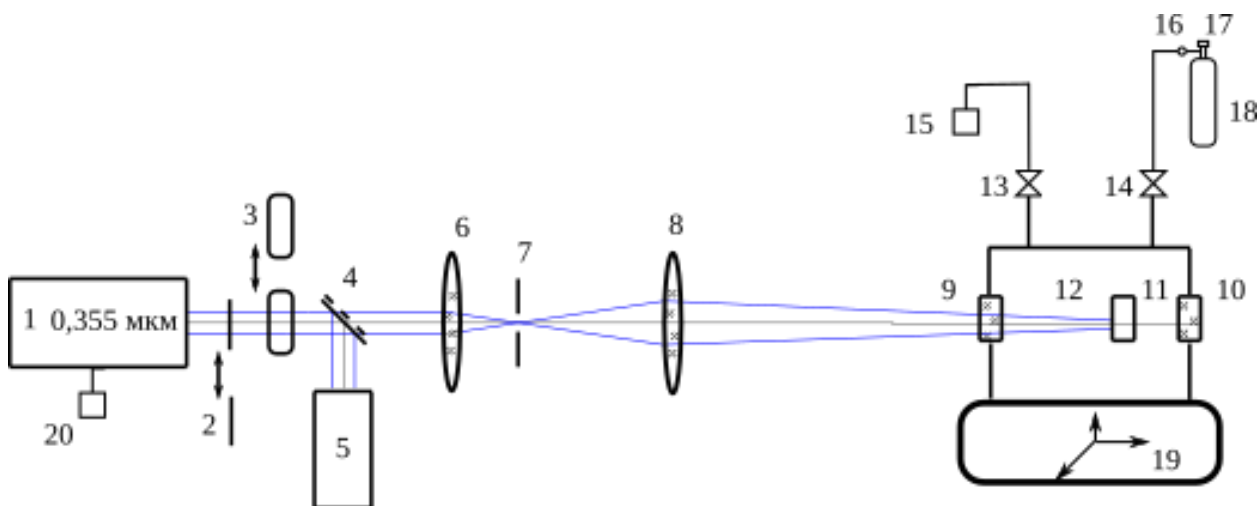


Рисунок 2.7 - Схема экспериментальной установки: 1 – лазер, 2 – электро-механический затвор, 3 – измеритель энергии, 4 – полупрозрачное зеркало, 5 – приемник излучения, 6 – конденсор, 7 – маска, 8 – линза, 9, 10 – окна газовой камеры, 11 – обрабатываемый образец, 12 – газовая камера, 13, 14 – газовые клапаны, 15 – насос, 16 – манометр, 17 – вентиль, 18 – газовый баллон, 19 – трехкоординатный предметный столик, 20 – насос.

Важным параметром, влияющим на форму и размеры получаемых наноструктур, является энергия лазерного излучения. Калибровка энергии лазерного импульса осуществляется при помощи эталонного измерителя

энергии 3 NOVA II (Ophir Optics Inc, США) с пироэлектрическим датчиком PESO-SH-V2.

После полупрозрачного зеркала 4 излучение направляется в формирующую оптическую систему, состоящую из конденсора 6, маски 7 и проекционной линзы 8, которая обеспечивает возможность изменения диаметра поперечного сечения лазерного пучка в плоскости обрабатываемой поверхности в диапазоне от 20 мкм до 500 мкм. Это позволяет обрабатывать поверхность металлов и сплавов с различными плотностями энергии: допороговыми, пороговыми и сверхпороговыми.

После формирующей оптической системы излучение попадает в камеру 12. В состав камеры входят флюоритовые окна 9 и 10, позволяющие проводить обработку излучением с длинами волн в диапазоне от вакуумного ультрафиолета до ближнего инфракрасного. В камере закрепляется образец 11. Камера вместе с образцом устанавливаются на трехкоординатном столике 19, состоящем из двух подвижек 8MT180 и одной подвижки 8MT175. Управление данными подвижками осуществляется посредством контроллера 8SMC1-USBhF (Standa Ltd, Литва).

Характеристики моторизованных подвижек: шаг ведущего винта – 0,5 мм, разрешение – 2,5 мкм (8MT1750) и 1,25 мкм (8MT180), максимальная скорость – 10 мм/сек (8MT1750) и 1 мм/сек (8MT180). Диапазон перемещения 150 мм (8MT1750) и 25 мм (8MT180).

При обработке образца в вакууме проводится откачка воздуха в камере вакуумным насосом 15 через вентиль 13. Возможен напуск инертного газа (аргон, гелий) из баллона 18 через вентили 14, 17. В этом случае давление контролируется манометром 16. В установке также реализован режим продувки инертным газом, когда поступающий из баллона газ откачивается насосом 15. Обработка в вакууме, инертном газе или с продувкой инертным газом позволяет исключить образование окислов на поверхности заготовок в процессе лазерной обработки. Импульсный твердотельный лазер оснащен насосом 20, прокачивающим специальный хладагент через лазерную головку.

Установка собрана на оптическом виброизолирующем столе (Integrated Dynamics Engineering, Германия), состоящем из сотовой оптической плиты и пневматической системы вибрационной изоляции. Конструкция оптического стола обеспечивает надёжную базовую поверхность для размещения элементов установки и отвечает высоким требованиям к жесткости, плоскостности, вибрационной изоляции и демпфированию. Отдельные элементы установки надёжно крепятся к верхней стальной пластине стола. Изображение установки представлено на рисунке 2.8.

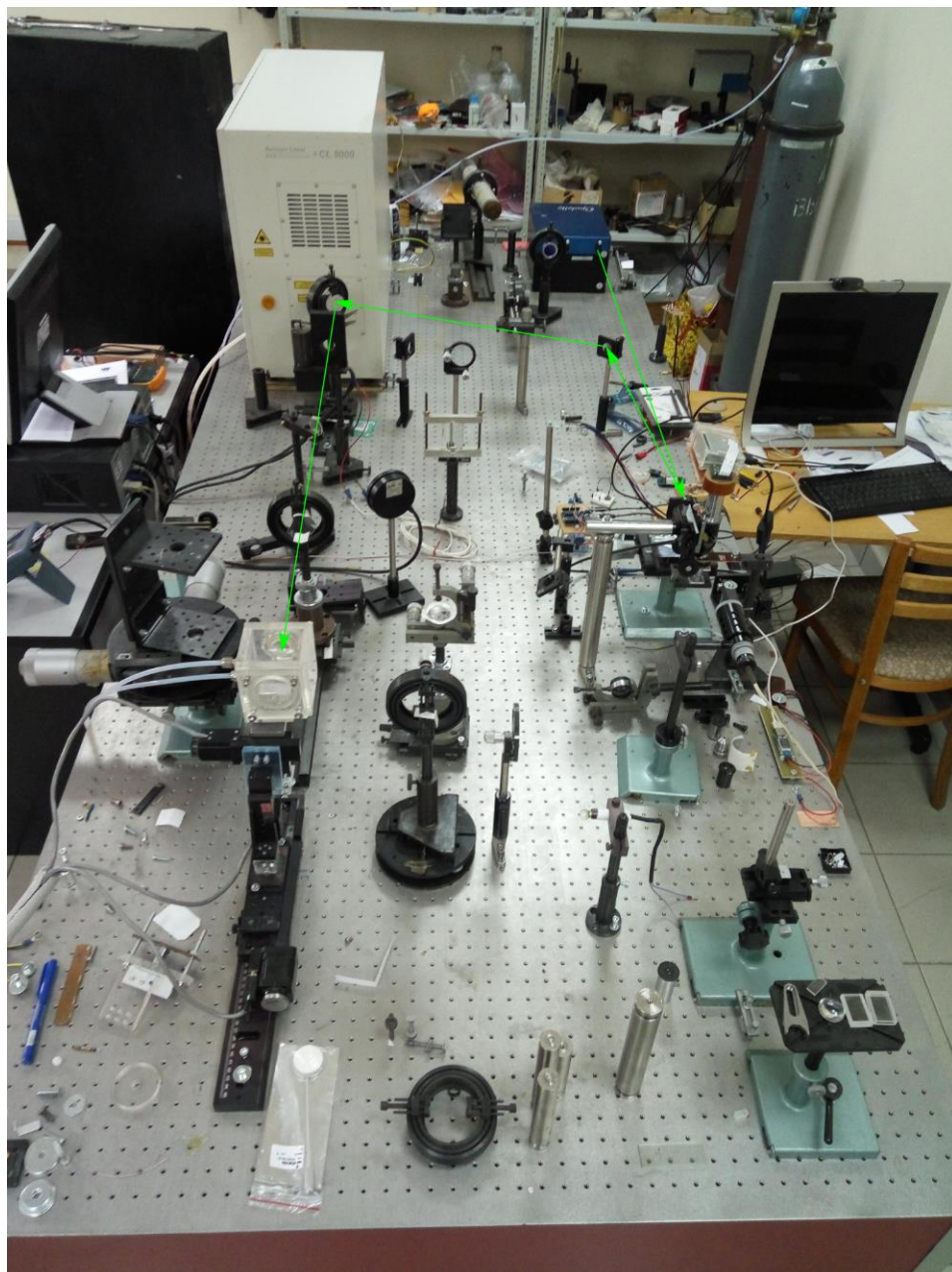


Рисунок 2.8 - Внешний вид установки. Ход лучей показан зеленым цветом.



## 2.5 Разработка методики исследования образцов

Для исследования процессов модификации поверхности стальных заготовок путем многократного облучения одним лазерным пучком была разработана методика, описывающая ход проведения экспериментов и процедуру последующего измерения параметров поверхностных структур. В качестве основного метода формирования микронных, субмикронных и наноструктур на поверхности металлов, их сплавов и керамики было использовано прямое лазерное наноструктурирование с помощью наносекундного твердотельного Nd:YAG лазера с длиной волны 355 нм. Под прямым наноструктурированием подразумевается модификация поверхности одиночным лазерным лучом без использования масок и других вспомогательных элементов.

Этот метод является отличается сочетанием простоты, гибкости и эффективности и позволяет достичь высокой локальности воздействия, соответствующей размерам лазерного пятна (около 100x100 мкм). При этом, в режиме сканирование пучка по поверхности с высокой частотой повторения импульсов излучения и шагом порядка 1 мкм он позволяет структурировать сравнительно протяженные участки поверхности с высоким пространственным разрешением.

*2.5.1 Подготовка и проведение экспериментов по многократному облучению поверхности заготовок одним лазерным пучком*

Методика экспериментального исследования процессов лазерной модификации рельефа свариваемых заготовок включает в себя обработку лазерным излучением с определенными параметрами (длиной волны, энергией, длительностью, числом и частотой следования импульсов излучения, диаметром и скоростью сканирования лазерного пучка) с дальнейшим исследованием морфологии полученных микро- и наноструктур. В ходе экспериментов проводились:

- измерение параметров лазерного излучения (размеры, энергия, плотность энергии) на поверхности обрабатываемых образцов;
- обработка поверхности с различными плотностями энергии и числом импульсов излучения в неподвижном пятне экспозиции;
- обработка поверхности с различными плотностями энергии, скоростью сканирования и частотой импульсов излучения в режиме сканирования лазерного пучка;
- исследование морфологии полученных микро- и наноструктур на обработанной поверхности.

Для проведения экспериментов применялись образцы размерами примерно 10x10x5 мм. При необходимости проводилась шлифовка поверхности образца и его выдерживание в ультразвуковой ванночке со спиртом в течение 30-60 минут. После этого, образец протирался специальной оптической бумагой. Облученные образцы хранились в специальных футлярах для оптических линз.

#### *2.5.2 Измерения параметров лазерного излучения на поверхности обрабатываемых образцов*

Перед началом экспериментов проводилась калибровка энергии твердотельного Nd:YAG лазера на длине волны 355 нм. В процессе калибровки Nd:YAG лазера находилось соответствие между фактической энергией лазерного излучения и номинальными показаниями в настройках лазера. Измерения проводились в диапазоне номинальных значений энергии от 60 до 100 %.

Результаты измерений вносились в таблицу, на основе которой строился график калибровки твердотельного лазера (рисунок 2.9). На рисунке 2.9 по оси абсцисс откладываются показания индикатора энергии лазера (в процентах), по оси ординат – измеренная энергия излучения (в мДж).

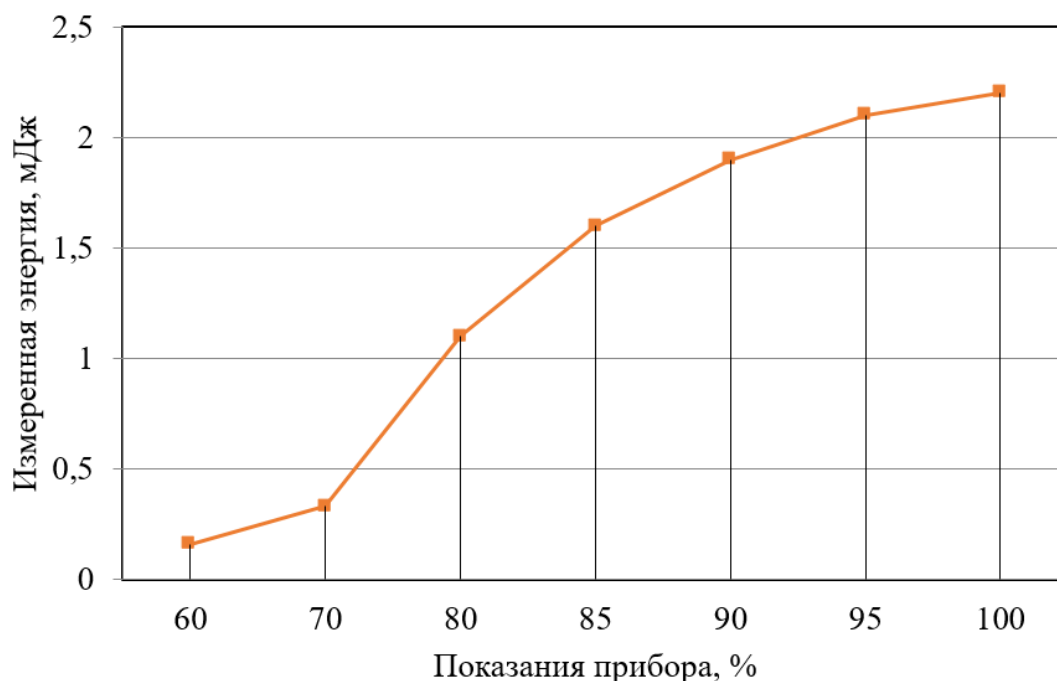


Рисунок 2.9 – График калибровки энергии Nd:YAG лазера.

Энергия, воздействующая на поверхность исследуемого образца, находилась путем умножения энергии, измеренной на выходе из лазера, на коэффициент пропускания оптического тракта. Для определения коэффициента пропускания на расстоянии 20-30 см за исследуемым образцом устанавливали измеритель энергии, а сам образец при помощи трехкоординатного столика выводили из оптического тракта. Затем включали лазер и измеряли энергию лазерного импульса, прошедшую через оптическую систему. Коэффициент пропускания определялся по формуле:

$$\tau = E/E_0, \quad (2.8)$$

где  $E$  - энергия на выходе лазера,  $E_0$  - энергия, зарегистрированная измерителем.

После калибровки энергии лазерного излучения определяли сечение лазерного пучка. С этой целью образцы подвергались предварительному облучению поверхности для дальнейшего определения размеров пятен облучения с помощью профилометра или оптического микроскопа.

При взаимодействии излучения с исследуемым объектом при превышении определённого уровня энергии облучения на поверхности

остается "след" в виде измененной области, радиус  $r_{\text{пор}}$  которой можно определить из выражения:

$$E_{\text{пор}} = E_0 \exp\left(-\left(r_{\text{пор}}/r_0\right)^2\right). \quad (2.9)$$

где  $r_0$  – радиус лазерного пятна,  $E_0$  – энергия в центре лазерного пучка. После несложных преобразований можно получить уравнение для площади обработанной поверхности  $S_{\text{пор}}$  при превышении порогового уровня энергии:

$$S_{\text{пор}} = S_0 \ln(E_0) - S_0 \ln(E_{\text{пор}}), \quad (2.10)$$

где  $S_0$  – характерная площадь лазерного пятна. Тангенс угла наклона кривой равен отношению  $S_0$  и  $S_{\text{пор}}$ . Таким образом, на основе экспериментальных данных по формуле (2.10) можно рассчитать размер лазерного пятна.

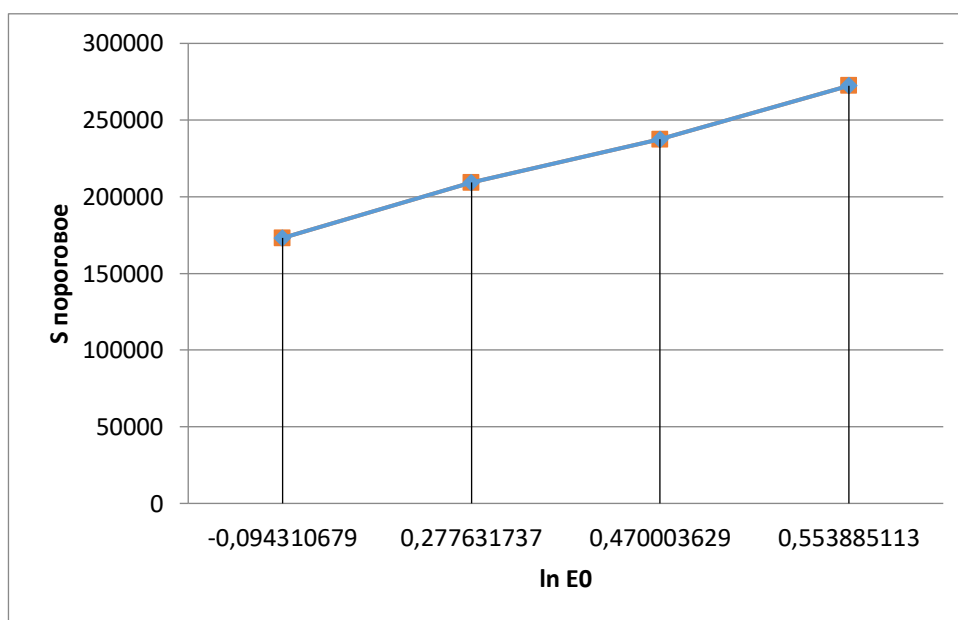


Рисунок 2.10 – Зависимость пороговой площади пятна ( $S_{\text{пороговое}}$ ) от логарифма энергии импульса Nd:YAG лазера.

Порядок определения следующий:

- Проводится облучение различных зон образца лазерными импульсами (или серией лазерных импульсов) с разной энергией;
- При помощи микроскопа измеряется площадь следов обработки;

- Строится график зависимости площади обработки от логарифма энергии (см. рис. 2.10);
- По углу наклона графика определяется  $S_0$  (см. формулу (2.10));
- По  $S_0$  определяется характерный размер сечения лазерного пучка.

Чтобы рассчитать плотность энергии в импульсе необходимо воспользоваться формулой:

$$J = \frac{E_0}{S_0}. \quad (2.11)$$

Данные по измерению параметров пятен облучения и режимам облучения заносились в соответствующие таблицы.

### *2.5.3 Измерение микро- и наноструктур, полученных при модификации поверхности лазерным пучком*

Исследование и получение характеристики топографии поверхности образцов производилось посредством бесконтактного оптического трёхмерного профилометра NewView 7300 (Zygo, США), атомно-силового микроскопа (АСМ) Alpha 300 (Witec, Германия) и растрового электронного микроскопа (РЭМ) JEOL JSM 6610LV.

Первичная оценка результатов облучения происходила на оптическом профилометре NewView 7300, позволяющем проводить высокоточные численные исследования трёхмерного рельефа образцов в бесконтактном режиме. Изображение профилометра представлено на рисунке 2.11.

В основе системы лежит принцип когерентной сканирующей интерферометрии. Выходящий из профилометра свет делится интерферометрическим объективом на два пучка; одна часть отражается от исследуемой поверхности, другая – от внутренней высококачественной опорной поверхности, находящейся внутри самого объектива. В результате наложения двух волновых фронтов наблюдается интерференция, выраженная в чередовании тёмных и светлых полос (интерференционная картина), форма которых отражает структуру поверхности исследуемого образца.



Рисунок 2.11 – Фотография профилометра NewView 7300

В процессе измерения происходит сканирование образца при перемещении в вертикальной плоскости объектива, установленного на пьезоэлектрический преобразователь, с одновременной регистрацией полученного сигнала об интенсивности света ПЗС-камерой.

Полученные данные преобразуются программным обеспечением MetroPro в трёхмерные карты топографии поверхности, которые служат основой для дальнейшего подробного численного анализа рельефа образца. Основные характеристики профилометра представлены в таблице 2.6.

Оптический профилометр обладает уникальным сочетанием ряда важных особенностей и преимуществ:

- Возможность бесконтактного исследования поверхности широчайшего спектра различных образцов: шероховатых и сверхгладких, прозрачных и светонепроницаемых (с отражательной способностью от 1 до 100 %), малого размера (менее 1 мм) и крупногабаритных (до 20x20x9 см).

- Широкий диапазон оптического масштабирования в диапазоне от 0,5X до 200X за счёт смены объективов и специальных зуммирующих линз. Данная особенность позволяет использовать систему как для оперативной оценки общей картины топографии поверхности образца при малых увеличениях с

полем зрения до 14 x 10 мм, так и для более подробного анализа структуры поверхности с пространственным разрешением до 340 нм.

- Сочетание высокой скорости и высокой точности измерений. Исследование образца в одной точке с субнанометровой точностью по вертикальной оси Z занимает от 1 до 30 секунд вне зависимости от используемого объектива.

- Простота использования и отсутствие необходимости специальной подготовки образцов перед исследованием.

Таблица – 2.6 Основные характеристики профилометра NewView 7300

Характеристика	Показатель
Максимальный диапазон сканирования рельефа по глубине	до 20 мм (ограничен рабочим расстоянием объектива)
Скорость измерения	от 1 до 30 с
Максимальное поле зрения	14,14 мм x 10,06 мм
Максимальное пространственное разрешение	0,34 мкм
Разрешение по высоте (оси Z)	< 0,1 нм
Объективы	От 1X до 100X

Перечисленные выше факторы делают оптический профилометр подходящей метрологической системой для оперативного контроля большого массива характерных структур рельефа, полученных на образцах при различных параметрах лазерного излучения. В частности, профилометр позволяет исследовать размеры пятен, образовавшихся на поверхности образцов после облучения наносекундными лазерными импульсами, с целью определения площади пятна облучения  $S_0$ .

Оптическая профилометрия также позволяет исследовать микронные и субмикронные поверхностные структуры в различных частях пятна облучения. Различие получаемых структур в центре и на периферии пятна

обуславливается гауссовым распределением интенсивности лазерного излучения от центра к периферии.

При всех описанных выше преимуществах оптической профилометрии к её ключевому недостатку можно отнести ограниченное пространственное разрешение на уровне 0,35 мкм, обоснованное наличием дифракционного предела оптического метода и делающее невозможным более подробное исследование полученных в процессе облучения наномасштабных структур.

По этой причине для более подробного анализа топографии поверхности в работе использовался атомно-силовой микроскоп Witec Alpha 300 (рис. 2.12, таблица 2.7), существенно дополняющий возможности профилометрии по исследованию рельефа облучённых материалов. Атомно-силовая микроскопия позволяет исследовать трёхмерный рельеф поверхности различных материалов (как проводящих, так и диэлектриков) с высокой точностью и пространственным разрешением на уровне единиц нанометров.



Рисунок 2.12 – Изображение атомно-силового микроскопа Alpha 300

Принцип работы атомно-силового микроскопа основан на растровом сканировании поверхности образца специальным зондом, представляющим из себя острие с радиусом закругления на уровне единиц нанометров. Зонд



расположен на направляющей, называемой кантилевером. В процессе сканирования зонд под воздействием сил взаимодействия с поверхностью описывает её рельеф, отклоняясь вверх и вниз вследствие прохождения по участкам с большей и меньшей высотой. Возникающий вследствие этого изгиб кантилевера конвертируется специализированным программным обеспечением в трёхмерную картину.

Таблица – 2.7 Характеристики атомно-силового микроскопа Alpha 300

Характеристика	Показатель
Максимальный диапазон сканирования и шаг	Моторизованная: 25 мм x 25 мм, 30мм по z Пьезо: 200 x 200 мкм, 20 мкм по z
Линейность обратной связи	лучше 0,03 %
Точность позиционирования	< 2 нм по x и y и < 0,2 нм по z
Объективы	10x, 20x, 50x, 100x
Разрешение сканирования	< 10 нм

Атомно-силовой микроскоп Alpha 300 позволяет получать оптические изображения всего пятна облучения, в пределах которых пользователь может выбирать участки для более подробного исследования. Измерения с помощью зонда атомно-силового микроскопа позволяют обнаружить в выделенных областях структуры субмикронных и наноразмеров. Все полученные в ходе экспериментов результаты заносятся в базу данных в форме таблиц рисунков графиков и записываются в отдельные файлы.

Рассмотренная выше методика позволяет с высоким разрешением проводить комплексные исследования процессов модификации поверхности стальных заготовок путем их многократного облучения одним лазерным пучком в широком диапазоне изменений параметров лазерного излучения и с учетом имеющегося опыта аналогичных отечественных и зарубежных научно-технических исследований обеспечивать соответствие характеристик, разрабатываемых материалов мировому уровню развития.

Таким образом, во второй главе диссертации были получены следующие результаты:

1. Проведен теоретический анализ физических механизмов прямого лазерного наноструктурирования и процесса лазерной термообработки материалов с целью модификации поверхности для последующей диффузионной сварки. Приведены оценки пороговых плотностей энергии для меди, никеля, нержавеющей стали и нитрида кремния. Рассчитаны толщина слоя, оплавленного лазерным импульсом, время кристаллизации расплава и характерного размера кристаллического зародыша для меди, никеля и нержавеющей стали в области наносекундных импульсов.

2. Предложены рабочие параметры обработки медной фольги с целью получения серии качественных микроотверстий в соответствии с простой теоретической моделью нагрева боковых стенок скважины лазерной плазмой при лазерном многоимпульсном сверлении высокоаспектных микроотверстий.

3. Проведен анализ подходящих для данной работы источников лазерного излучения. Выбран твердотельный импульсно-периодический Nd:YAG лазер (третья гармоника с длиной волны  $\lambda = 355$  нм). Путем теоретического анализа и полученных оценок определены параметры лазера: энергия излучения около 10 мДж, длительность импульсов 10 нс, частота следования импульсов до 100 Гц.

4. Разработана экспериментальная установка для прямого микро- и наноструктурирования поверхности на основе импульсно-периодического Nd:YAG лазера, генерирующего УФ излучение в наносекундном диапазоне длительностей.

5. Разработана методика эксперимента, которая позволяет с высоким разрешением проводить комплексные исследования процессов модификации поверхности заготовок из металлов и их сплавов путем их многократного облучения лазерным пучком в достаточно широком диапазоне изменений параметров лазерного излучения и скорости сканирования по поверхности.

### **ГЛАВА 3. ПРЯМОЕ ЛАЗЕРНОЕ МИКРО- И НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ СТАЛЕЙ, НИКЕЛЕВОГО И БРОНЗОВОГО СПЛАВОВ**

Для исследования процессов лазерной модификации поверхности металлов и сплавов путем многократного облучения одиночным неподвижным или сканирующим лазерным пучком использовалась экспериментальная установка, описанная в Главе 2.

При формировании микронных, субмикронных и наноструктур на поверхности различных технологических материалов использовался метод прямого лазерного наноструктурирования с применением наносекундного твердотельного Nd:YаG лазера с длиной волны 355 нм в соответствии с методикой, описанной выше и в [102, 103]. Следует отметить, что данный метод позволяет модифицировать образцы уже после их предварительной обточки на фрезерном или токарном станке. В рамках задачи достижения максимального развития рельефа поверхности образцов такая степень предварительной обработки не только допустима, но и целесообразна.

Вначале исследований проводились эксперименты по облучению поверхности образца одним неподвижным лазерным пучком, в которых использовались два режима: 1) фиксированное количество импульсов при изменении энергии лазерного импульса; 2) фиксированная энергия в импульсе при изменении количества лазерных импульсов.

В первом случае облучение производилось серией из 30 импульсов в неподвижном пятне облучения при различных энергиях импульса внутри калибровочного диапазона. Были проведены предварительные исследования рельефа поверхности на профилометре, позволившие определить и измерить сечение лазерного пучка [103].

Во втором случае облучение поверхности исследуемого образца производилось сериями из примерно 5, 30, 100, 500 и 2000 импульсов при постоянной энергии лазерного импульса внутри калибровочного диапазона.

В качестве объектов исследования воздействия лазерной термообработки на поверхность были выбраны коррозионностойкие жаропрочные стали марок 09X17H, 08X18H10T и 12X18H10T, никелевый сплав ЧС57 и бронзовый сплав Cu-Cr (99,5% Cu, 0,5% Cr). Выбор образцов был осуществлён при содействии Научно-исследовательского и конструкторского института энерготехники имени Н.А. Доллежала и был продиктован перспективностью использования этих материалов в атомной отрасли. Далее приводятся наиболее важные результаты по каждому обрабатываемому материалу.

Эксперименты по облучению поверхности образцов из нержавеющей стали, никелевого и бронзового сплавов проводились в режиме воздействия одиночным сканирующим лазерным пучком.

### **3.1 Термообработка неподвижным лазерным пучком образцов из сталей марок 09X17H и 08X18H10T**

Обработка коррозионностойких жаропрочных сталей марок 09X17H и 08X18H10T наносекундными импульсами производилась в диапазоне плотностей энергии излучения от 2 до 18 Дж/см<sup>2</sup> при частоте следования импульсов 1 Гц [85, 104].

Лазерное излучение с плотностью до 3 Дж/см<sup>2</sup> для стали марки 09X17H, и с плотностью 3,5 Дж/см<sup>2</sup> для стали марки 08X18H10T, не вызывало видимых изменений на поверхности. Первые изменения появлялись при плотностях выше данного порогового значения (рис. 3.1). На рисунке различимы обработанная центральная часть и необработанные участки поверхности. Заметна первоначальная структура поверхности, представляющая собой набор микротрещин и микронеровностей. В зоне пятна эта структура начинает размываться и микротрещины постепенно исчезают. Одновременно в периферийной зоне пятна начинает формироваться мелкомасштабный субмикронный рельеф, который виден на фотографии в виде темного кольца. Его образование обусловлено осаждением испарённых продуктов обработки

поверхности лазерным излучением.

При увеличении плотности энергии до  $4 \text{ Дж/см}^2$  (рис. 3.2) наблюдаются заметные отличия обработанной поверхности от необработанной. В центре пятна сглаживаются и исчезают "крупные" микротрещины шириной порядка  $1 \text{ мкм}$ , видимые на необработанной поверхности.

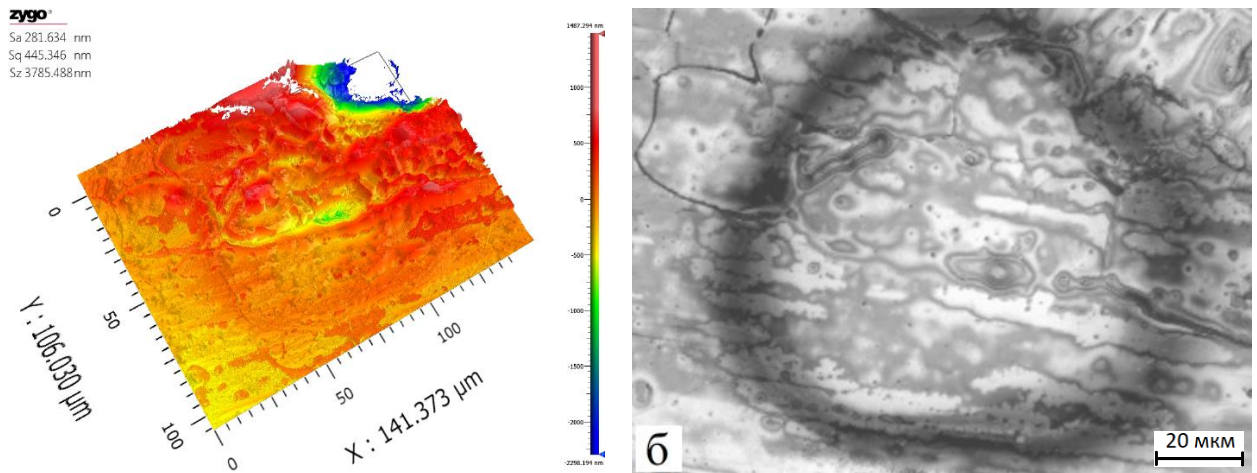


Рисунок 3.1 – Данные профилометрии поверхности стали 09X17H после лазерной термообработки (30 импульсов, плотность энергии  $3 \text{ Дж/см}^2$ ).

а) трехмерный профиль поверхности; б) изображение поверхности

В периферийной зоне лазерного пятна, показанной на рисунке 3.2б, виден край образующегося кратера с высотой стенок  $1 \text{ мкм}$  и глубиной около  $2 \text{ мкм}$ . На стенках кратера наблюдается квазипериодический рельеф микронного масштаба, который вероятно обусловлен возбуждением капиллярных волн, возникающих в зоне расплава без существенного абляционного удаления материала.

При дальнейшем увеличении плотности энергии продолжается углубление кратера и рост высоты его стенок (рис. 3.3). Характер поверхности дна кратера не меняется по сравнению с меньшими плотностями энергии и представляет собой структуру с волнообразным рельефом в зоне абляционного удаления материала и с перепадами высот порядка микрометра.

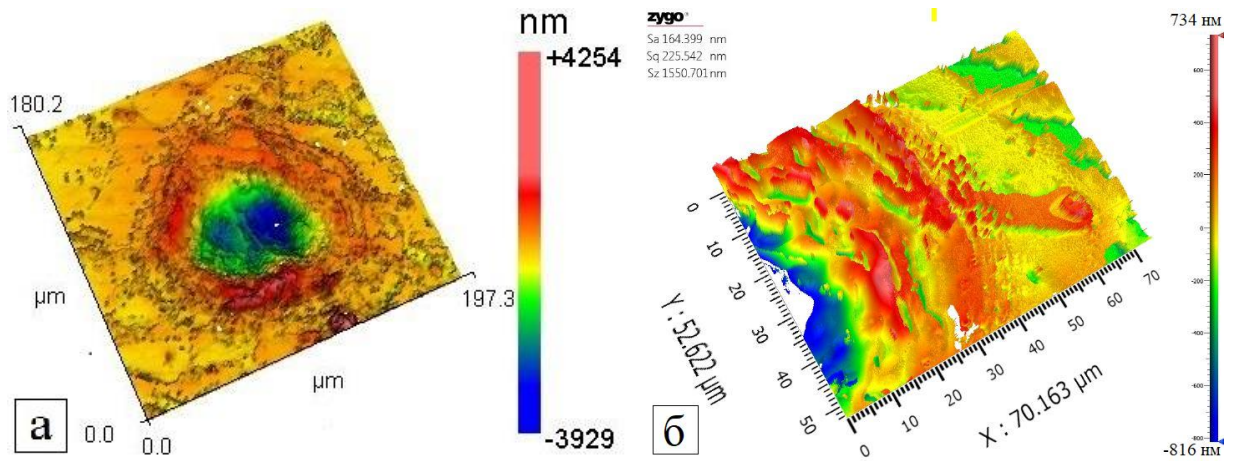


Рисунок 3.2 – Данные профилометрии поверхности образца (09X17Н) после лазерной термообработки (30 импульсов, плотность энергии 4 Дж/см<sup>2</sup>).

а) Общий вид пятна; б) периферия

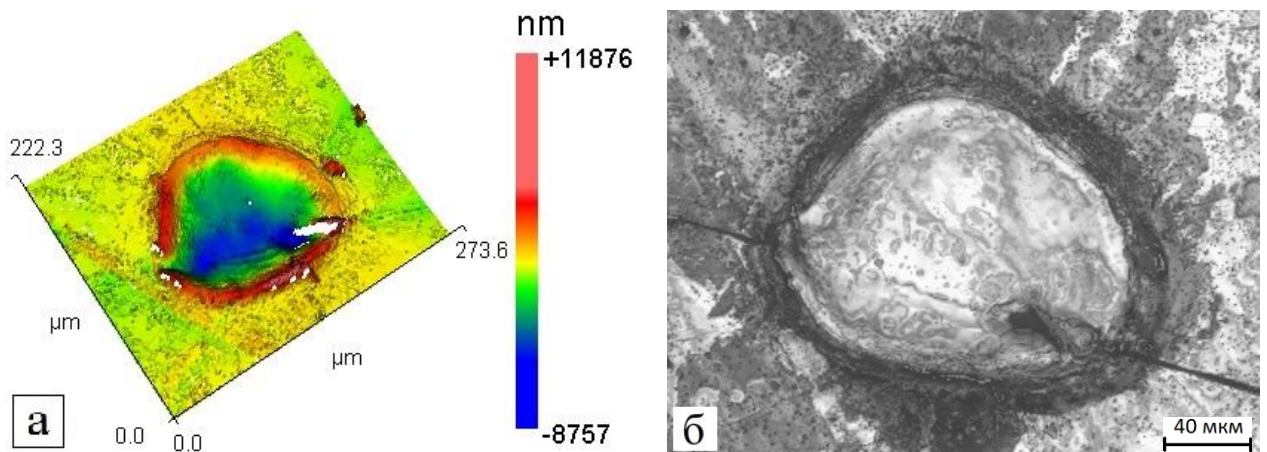


Рисунок 3.3 – Данные профилометрии поверхности образца (09X17Н) после лазерной термообработки (30 импульсов, плотность энергии 14 Дж/см<sup>2</sup>).

а) Трехмерный профиль поверхности; б) фотография поверхности

Эксперименты показали, что изменения, происходящие в образце, изготовленном из стали 08X18Н10Т, похожи на изменения, происходящие под действием лазерного излучения в образцах стали 09X17Н. Отличия заключаются лишь в разных значениях плотности энергии, необходимых для формирования отдельных видов микрорельефов, так как порог абляции у стали 08X18Н10Т выше, чем у стали 09X17Н.

### 3.2 Термообработка неподвижным и сканирующим лазерным пучком образцов из никелевого сплава марки ЧС 57 (ХН55МВЦ)

На примере образцов из никелевого жаропрочного сплава ЧС 57 была исследована зависимость характера образовавшихся при лазерной обработке структур от исходного рельефа поверхности. При облучении предварительно подвергнутых грубой шлифовке неподвижных образцов излучением, вызывающим абляцию, образовывался только кратер в центре пятна с окружающим его бруствером. По мере возрастания плотности энергии излучения, кратер увеличивался в размерах, а наиболее интересные структуры были выявлены в периферийной части пятна при достаточно большом количестве импульсов. На рисунке 3.4 при плотностях энергии  $0,35 \text{ Дж/см}^2$  и 2000 импульсах показаны характерные лазерно-индуцированные периодические поверхностные структуры (ЛИПС). Они имеют форму червеобразных бороздок и канавок, а также закругленных выпуклостей размером от одного до нескольких микрометров.

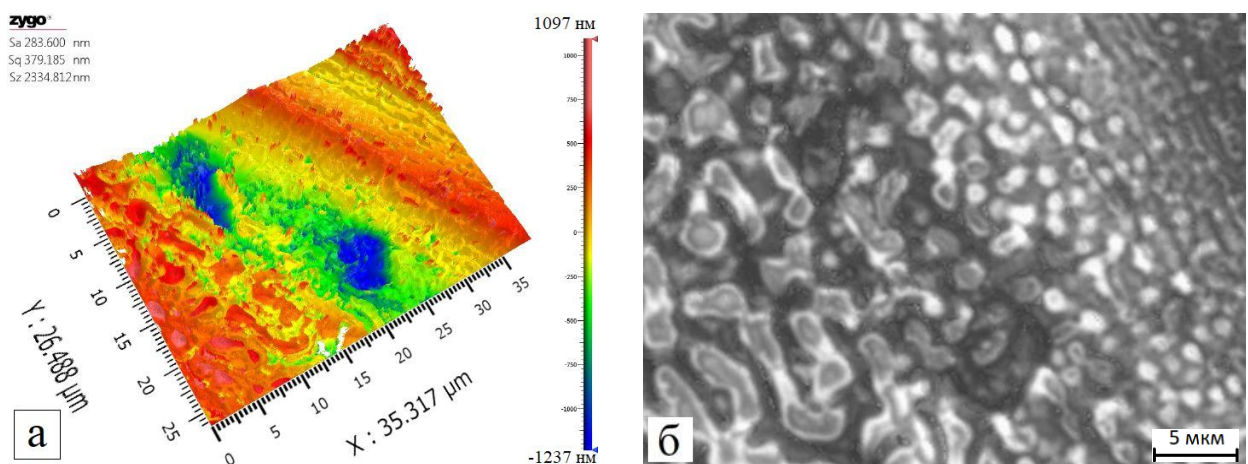


Рисунок 3.4 – Данные профилометрии поверхности образца ЧС 57 после лазерной термообработки (2000 импульсов; плотность энергии  $0,35 \text{ Дж/см}^2$ );  
 а) Трехмерный профиль поверхности; б) фотография поверхности

При более высоких плотностях энергии до  $0,7 \text{ Дж/см}^2$  наблюдались конусообразные структуры, развивающиеся при 500 импульсах

воздействующего излучения (рис. 3.5). В периферийной зоне также наблюдались микроконусы (рис. 3.6). Наличие хорошо развитой поверхности в виде ЛИППС в периферийной зоне пятна облучения говорит в пользу проведения экспериментов по сканированию лазерным пучком по поверхности для предотвращения образования кратеров и формирования микро- и наноструктур по всей площади материала.

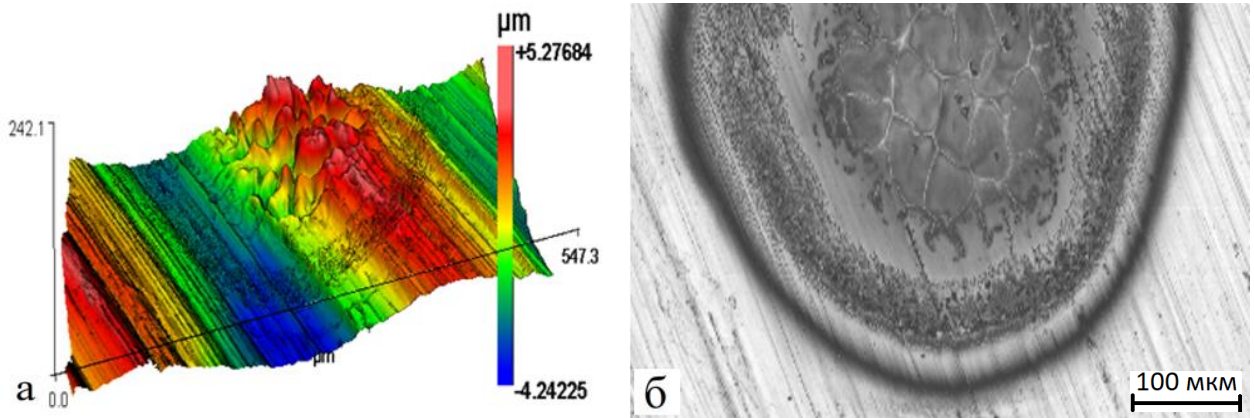


Рисунок 3.5 – Данные профилометрии поверхности образца ЧС 57 после лазерной термообработки (500 импульсов, плотность энергии 0,7 Дж/см<sup>2</sup>);  
а) трехмерный профиль поверхности; б) фотография поверхности

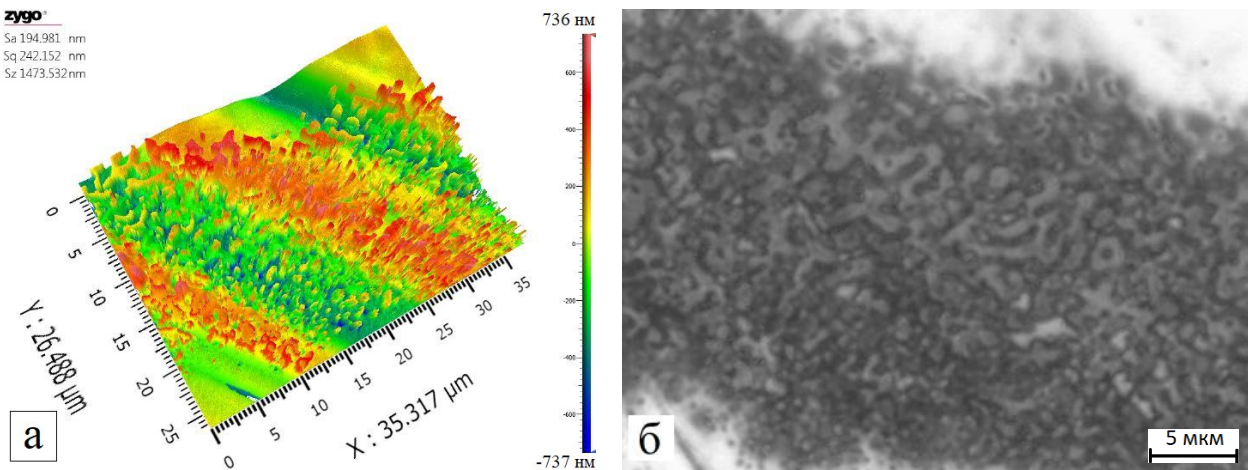


Рисунок 3.6 – Данные профилометрии поверхности образца ЧС 57 после лазерной термообработки (500 импульсов, плотность энергии 0,7 Дж/см<sup>2</sup>, периферия). а) Трехмерный профиль поверхности; б) фотография поверхности



Таким образом, образование мелкозернистых структур микронного и субмикронного масштаба наблюдалось, как правило, в периферийной части лазерного пучка. Такие структуры в виде конусов, трещин, бороздок и других структур должны способствовать улучшению адгезионной способности поверхности за счет развития поверхности.

Для более углубленного изучения процесса было проведено исследование полированных образцов сплава ЧС57 [105]. При лазерном воздействии на полированные образцы сплава ЧС57 наблюдалась несколько иная картина, представленная на рис. 3.7

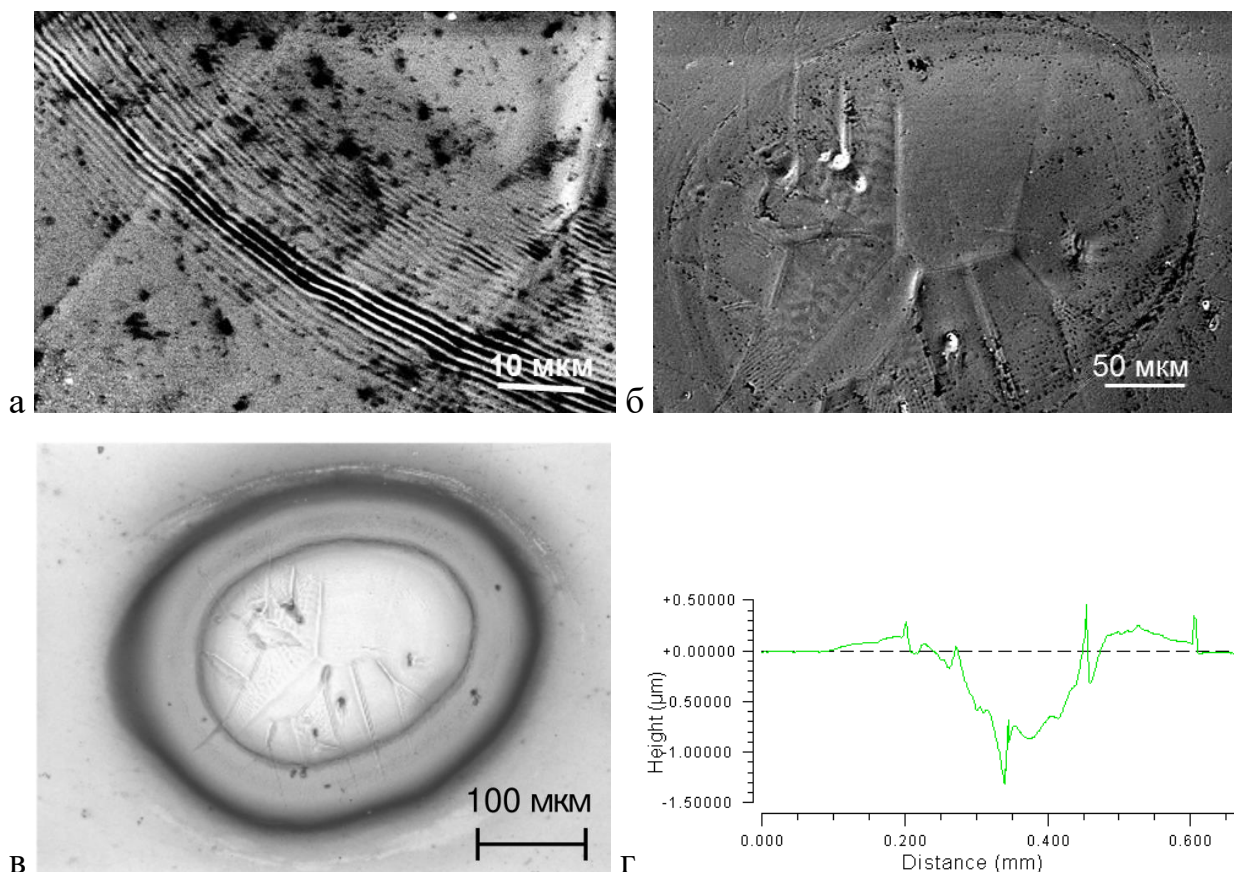


Рисунок 3.7 - Поверхность сплава ЧС57 после лазерного воздействия: а) РЭМ микрофотография фрагмента краевой зоны; б) РЭМ микрофотография всего пятна; в) оптическая микрофотография с профилометра; г) профиль пятна

Как на рисунке, при облучении образца 30 импульсами Nd:YаG лазера на длине волны  $\lambda = 355$  нм при плотности энергии в импульсе  $2,5$  Дж/см<sup>2</sup> в

центральной части облученной зоны образуется кратер глубиной до 1 мкм (рис. 3.7 г) с бруствером из испаренного и застывшего металла. В зоне кратера практически отсутствуют следы пребывания металла в жидкой фазе. Присутствуют лишь несколько микрократеров диаметром порядка 1 мкм.

Предполагается, что они возникли вследствие локального поглощения излучения включениями абразива. Проявились границы зерен, в некоторых из них наблюдались следы кристаллографического скольжения. Вокруг кратера (рис. 3.7 а) возникла зона концентрических полос шириной 10 – 15 мкм. Расстояние между этими линиями составляет около 1 мкм. Появление таких полос было обнаружено при плотности энергии лазерного импульса 2 Дж/см<sup>2</sup>.

При увеличении плотности энергии излучения этот эффект становится более заметен. Предполагается, что складки возникли в результате резкого термического расширения нагретой облученной зоны относительно холодного массива образца. Поверхность образца в зоне кратера приобрела следы высокотемпературной пластической деформации (рис. 3.7 б).

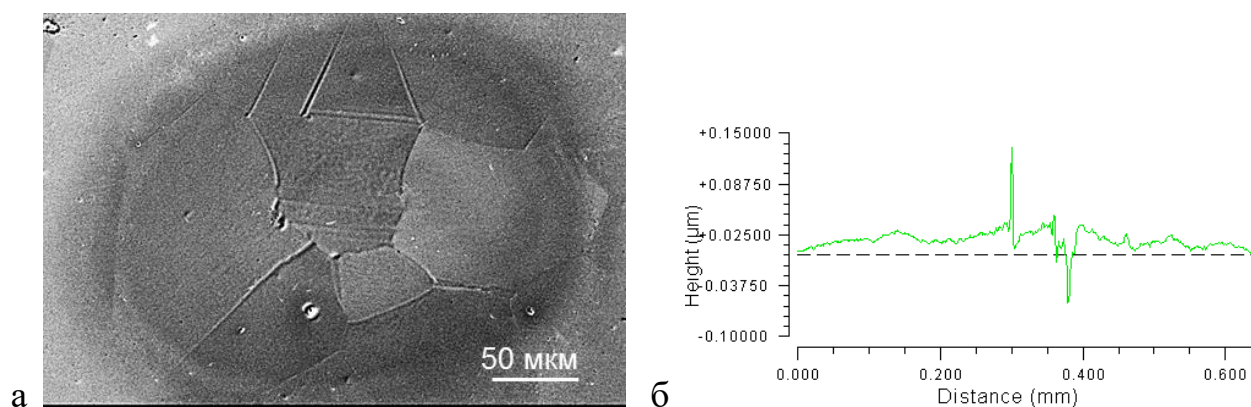


Рисунок 3.8 - Поверхность сплава ЧС57 после лазерного воздействия: а) РЭМ микрофотография пятна; б) профиль пятна

При допороговых значениях плотности энергии в импульсе 0,25 - 1 Дж/см<sup>2</sup> на поверхности полированного образца плазменный факел и кратерообразование не наблюдались, однако следы лазерного воздействия тем не менее присутствовали. На рис. 3.8 приведены результаты воздействия 30 импульсами при плотности энергии 0,55 Дж/см<sup>2</sup> на поверхность сплава.

Металл в зоне воздействия слегка вспучился; возникло необратимое поднятие материала. Визуализировались границы зерен. В некоторых зернах появились следы кристаллографического скольжения.

На рис. 3.9 приведено изображение фрагмента полосы на поверхности сплава ЧС57, возникшей после воздействия сканирующим лучом лазера (режим «змейка»). Параметры излучения: плотность энергии в импульсе приблизительно  $0,2 \text{ Дж/см}^2$ , частота повторения  $f = 100 \text{ Гц}$ , скорость перемещения лазерного луча по поверхности  $1 \text{ мм/с}$ . На рис. 3.9. б отчетливо видно, что наряду с очисткой обработанной поверхности от загрязнений и оксидов в этой области исчезли мелкие царапины.

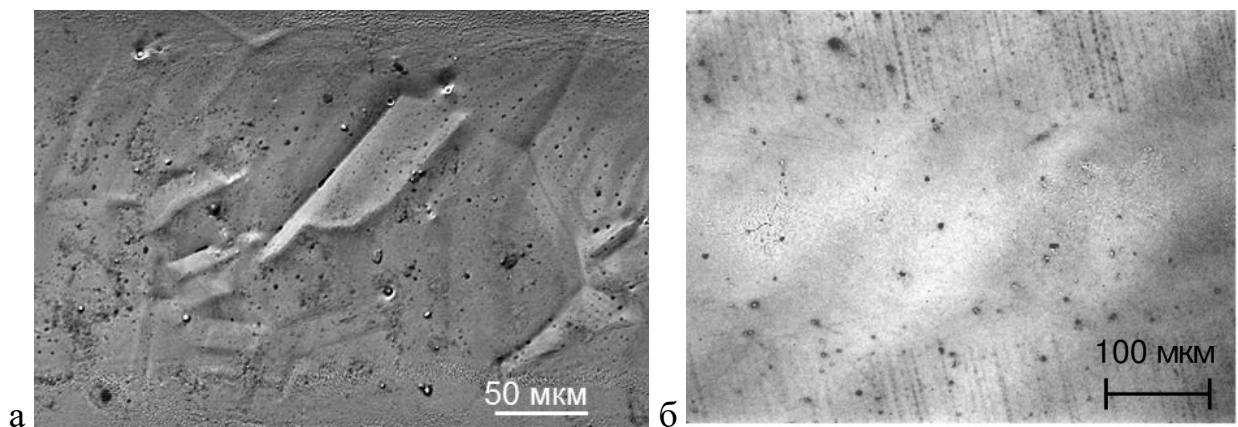


Рисунок 3.9 - Обработанная лазерным излучением полоса на поверхности сплава ЧС57: а) РЭМ микрофотография; б) оптическая микрофотография с профилометра

С помощью специальной приставки к РЭМ до и после лазерной термообработки исследовался элементный состав сплава ЧС57. Измерения показали, что элементный состав в центральной зоне пятна практически не изменился. Однако при исследовании обработанных полос, полученных при перемещении лазерного луча по образцу, выяснилось, что в элементном составе на поверхности полос появилось 3 – 4 % кислорода. При этом пропорциональный состав сплава не изменился.

### 3.3 Термообработка сканирующим лазерным пучком образца из нержавеющей стали 12X18Н10Т

При изучении влияния лазерной термообработки поверхности на качество шва при диффузионной сварке наибольший интерес представляет исследование процессов модификации поверхности в режиме сканирования лазерного пучка по протяженной поверхности [104, 106]. Несмотря на то, что механизмы взаимодействия лазерных импульсов с поверхностью под действием неподвижного пятна и в режиме сканирования лазерного пучка имеют одну природу, могут возникать особенности из-за скорости перемещения пучка. Предполагалось, что в условиях сканирования не должно быть таких значительных локальных различий, как между центром и периферией пучка.

Обработка поверхности образцов из нержавеющей стали 12X18Н10Т проводилась одиночным сканирующим лазерным пучком диаметром около 400 мкм. Стоит отметить, что облучение стальных образцов происходило в вакууме или в среде инертных газов (например, аргона) во избежание окисления поверхности. Профиль и фотография исходной поверхности образцов из стали, предназначенных для обработки сканирующим пучком, представлены на рисунке 3.10.

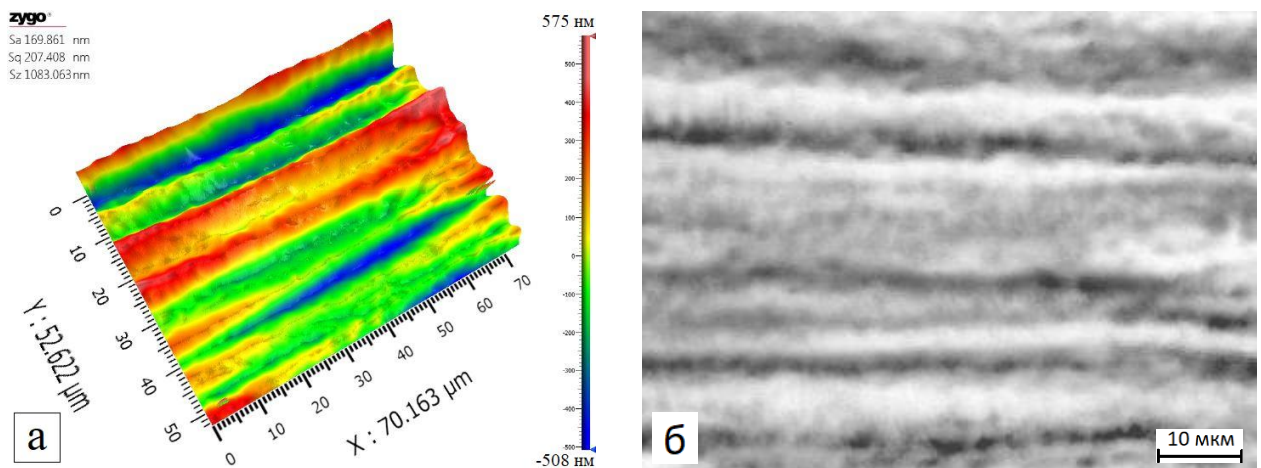


Рисунок 3.10 – Измерения исходной поверхности нержавеющей стали 12X18Н10Т: а) трехмерный профиль поверхности; б) микрофотография

На рисунке видны следы механической обработки в виде борозд шириной от 10 до 40 мкм и высотой до 5 мкм с неровными рифлеными краями с периодичностью около 5 мкм.

При низкой плотности энергии около  $0,2 \text{ Дж/см}^2$ , скорости сканирования  $1 \text{ мм/с}$  в откачанной среде структура и форма рельефа поверхности образца практически не изменялась. По-прежнему наблюдался рифленый характер поверхности после механической обработки и выступы с поперечными размерами до  $5 \text{ мкм}$ . Уменьшение скорости сканирования вплоть до  $0,1 \text{ мм/с}$  при такой низкой плотности энергии не приводило к каким-либо заметным изменениям рельефа. Из этого следует, что при обработке сканирующим лазерным пучком число импульсов в пятне облучения не оказывало заметного влияния на формирование поверхностного рельефа, по крайней мере, для плотностей энергий до порога оплавления или абляции материала.

При увеличении плотности энергии до  $0,6 \text{ Дж/см}^2$  заметно оплавление поверхности с формированием оплавленных борозд шириной от  $5$  до  $10 \text{ мкм}$  и каналов между ними (рисунок 3.11).

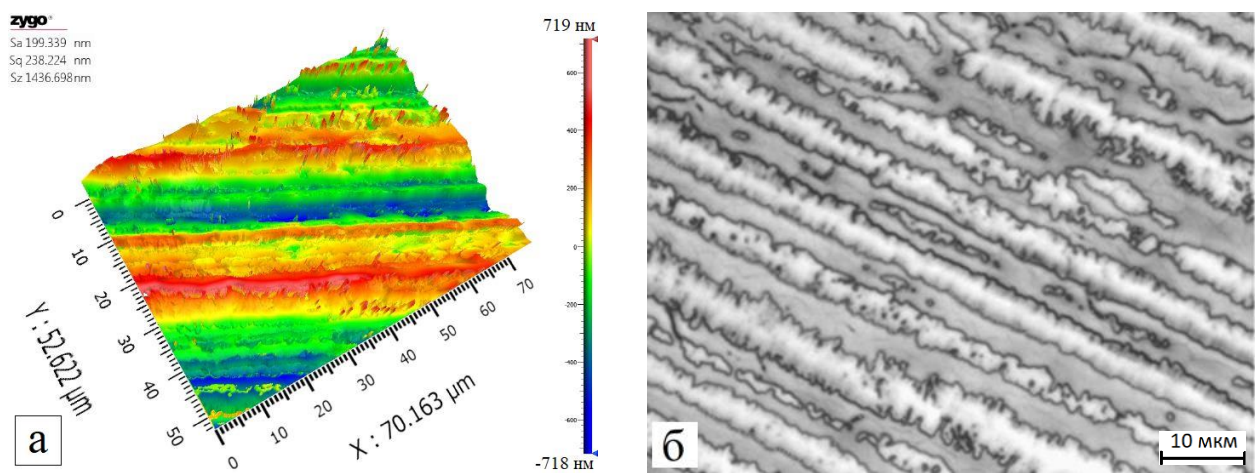


Рисунок 3.11 – Данные профилометрии поверхности стали после лазерной термообработки (скорость сканирования –  $1 \text{ мм/с}$ ; плотность энергии –  $0,6 \text{ Дж/см}^2$ ): а) трехмерный профиль; б) фотография.

Как показывает АСМ анализ поверхности (рисунок 3.12), данные оплавленные борозды располагались на высоте до  $500 \text{ нм}$  друг от друга.

Округлые края таких структур свидетельствовали о движении расплавленного материала [104].

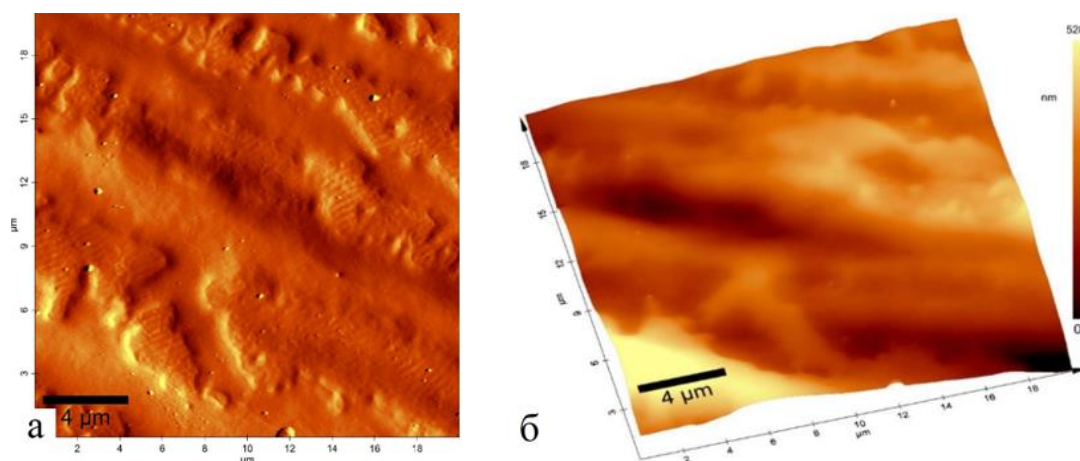


Рисунок 3.12 – а) Двумерное и б) трехмерное АСМ изображения поверхности нержавеющей стали 12Х18Н10Т после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1 мм/с; плотность энергии в импульсе – 0,6 Дж/см<sup>2</sup>).

При дальнейшем увеличении плотности энергии до 1 Дж/см<sup>2</sup> наблюдалось сильное оплавление поверхности. Борозды в процессе оплавления начали разбиваться на круглые холмообразные островки с поперечными размерами от 5 до 10 мкм и высотой приблизительно 500 нм (рисунок 3.13).

При исследовании поверхности образца на атомно-силовом микроскопе (рисунок 3.14) были видны множественные следы оплавления поверхности. Помимо упомянутых холмообразных островков микрометровых размеров видны прямые параллельные борозды шириной 200-300 нм с периодичностью около 500 нм, которые в некоторых местах распадались на островки с поперечными субмикрометровыми размерами (200-500 нм).

При понижении скорости сканирования до 0,25 мм/с при той же плотности энергии 1 Дж/см<sup>2</sup> количество импульсов лазерного излучения, падающих на единицу площади поверхности образца, увеличивалось. Рельеф в виде борозд шириной около 10 мкм оставался, однако многочисленные

холмообразные следы оплавления, как на рисунке 3.14, исчезали. Это следствие дальнейшего оплавления и абляционного удаления части материала с поверхности образца.

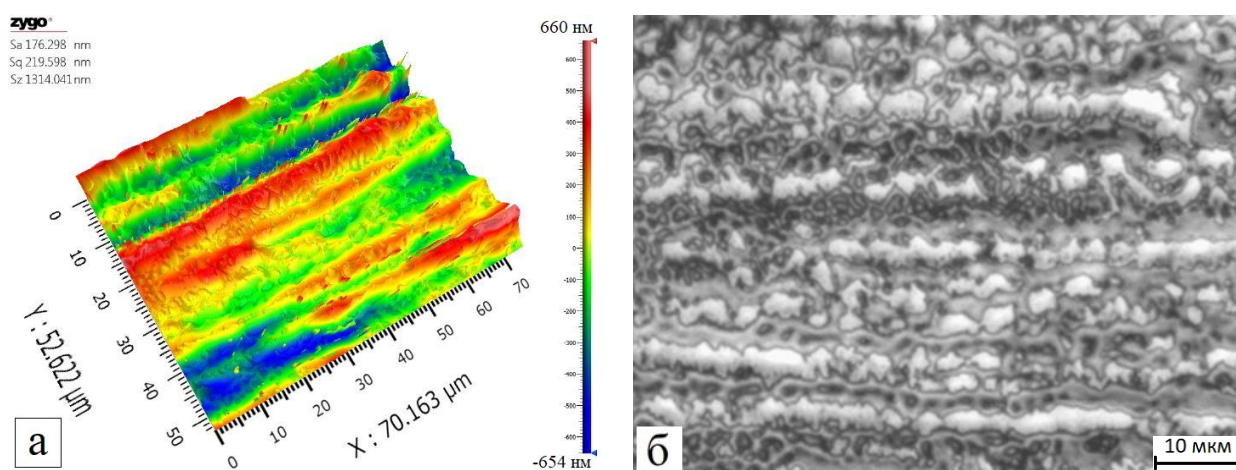


Рисунок 3.13 – Данные профилометрии поверхности нержавеющей стали после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1 мм/с; плотность энергии – 1 Дж/см<sup>2</sup>). а) Трехмерный профиль поверхности; б) фотография поверхности.

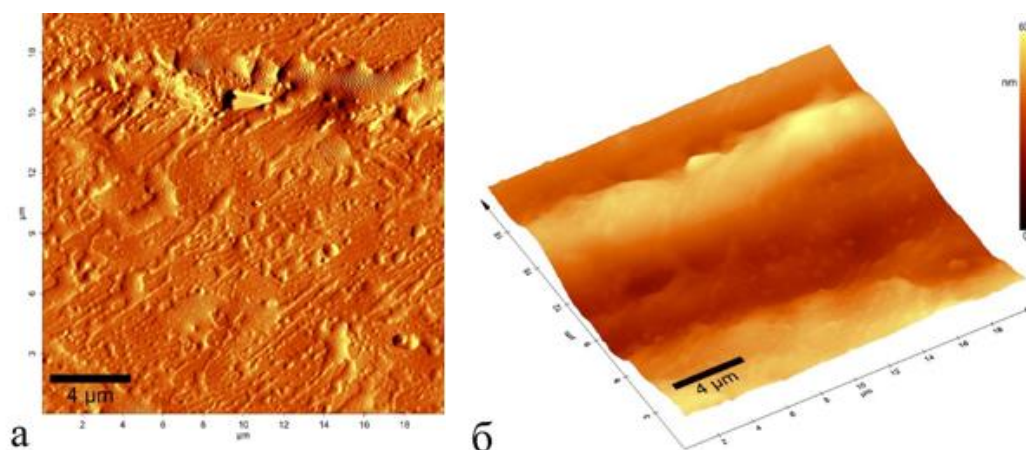


Рисунок 3.14 – а) Двумерное и б) трехмерное АСМ изображения поверхности нержавеющей стали после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1 мм/с; плотность энергии в импульсе – 1 Дж/см<sup>2</sup>).

Таким образом, образование мелкозернистых структур микронного и субмикронного масштаба наблюдалось, как правило, в периферийной части

лазерного пучка. Предполагается, что развитие поверхности за счет образования конусов, трещин и бороздок, а также в виде ЛИППС может привести к улучшению адгезионной способности поверхности.

### 3.4. Термообработка сканирующим лазерным пучком образцов из бронзового сплава Cu-Cr.

Для термообработки образцов бронзы также был выбран режим воздействия одиночным сканирующим лазерным пучком. После механической обработки на поверхности образцов из Cu-Cr бронзы наблюдались следы в виде борозд с шириной от 30 до 40 мкм, высотой до 10 мкм и периодом около 50 мкм (рис. 3.15). Тем не менее, была возможна их модификация после лазерной термообработки поверхности, создающей микронные и субмикронные структуры [107, 108].

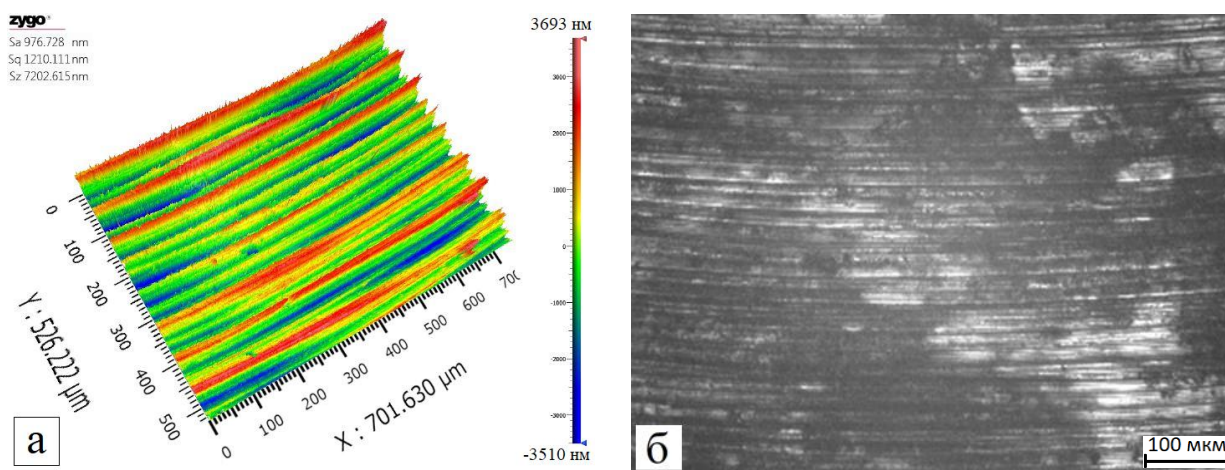


Рисунок 3.15 – Данные профилометрии исходной поверхности бронзы.

а) трехмерный профиль поверхности; б) фотография поверхности.

Как хорошо видно на рисунке 3.16 крупномасштабная структура и форма рельефа практически не изменялась. Изменению подвергалась мелкомасштабная структура: исчезли микроострия, поверхность стала более гладкой. При низких плотностях энергии в импульсе (до  $0,4 \text{ Дж/см}^2$ ) как на воздухе, так и в инертной среде (аргон) или в вакууме происходило удаление оксидного слоя, поэтому изображение на профилометре становилось более



четким. На рисунке 3.13 представлены данные профилометрии поверхности бронзы после лазерной термообработки в аргоновой среде при скорости сканирования 1,0 м/с и плотности энергии в импульсе 0,35 Дж/см<sup>2</sup>.

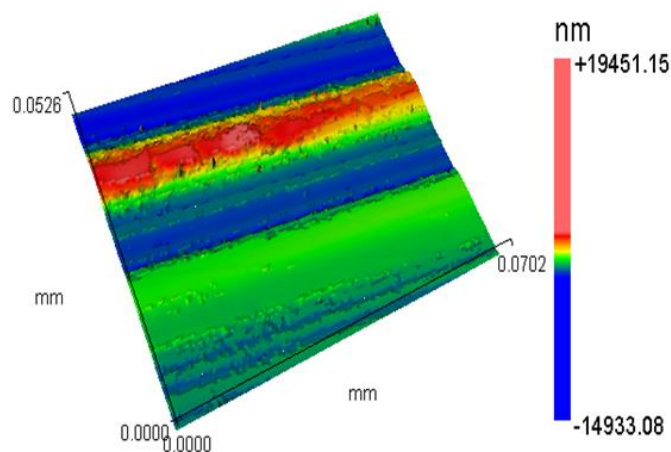


Рисунок 3.16 – Данные профилометрии поверхности бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1,0 мм/с; плотность энергии в импульсе – 0,35 Дж/см<sup>2</sup>; аргон).

На рисунке 3.17 показаны результаты профилометрии образца при увеличении плотности энергии до 0,85 Дж/см<sup>2</sup> при той же скорости сканирования - 1 мм/с. При данных плотностях энергии наблюдалось оплавление поверхности.

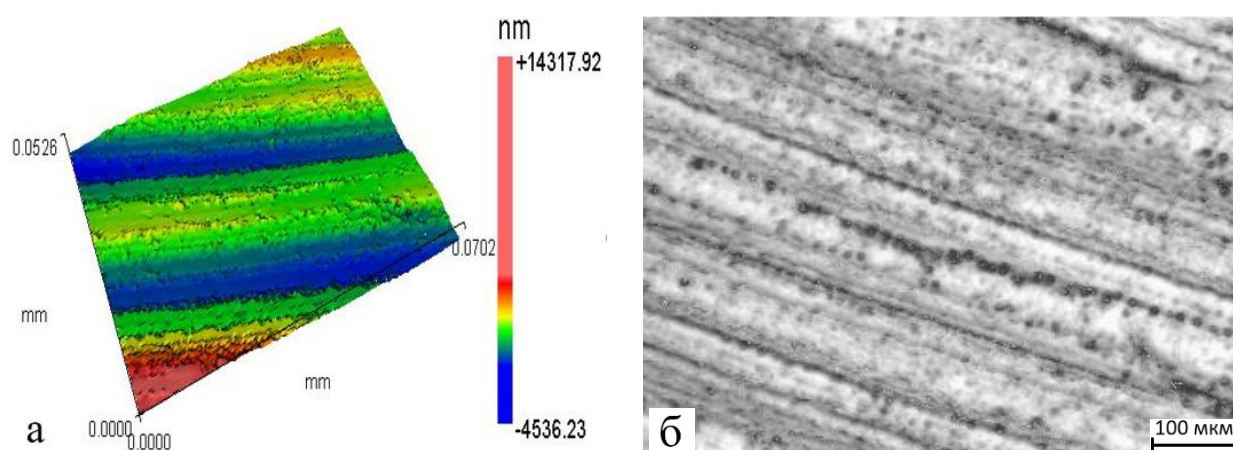


Рисунок 3.17 – Данные профилометрии поверхности бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1,0 мм/с; плотность энергии – 0,85 Дж/см<sup>2</sup>; вакуум). а) трехмерный профиль; б) фотография поверхности.

Хорошо видно, что начали формироваться новые мелкомасштабные структуры, наблюдаемые в микроскоп в виде темных точек. Точки в основном располагались вдоль линий, направление которых совпадало с направлением следов механической обработки. Размеры возникших структур менее 1 мкм.

При увеличении плотности энергии до  $1,2 \text{ Дж/см}^2$  (рис. 3.18) количество точечных структур значительно увеличивалось, а также заметно увеличивался уровень развития поверхности.

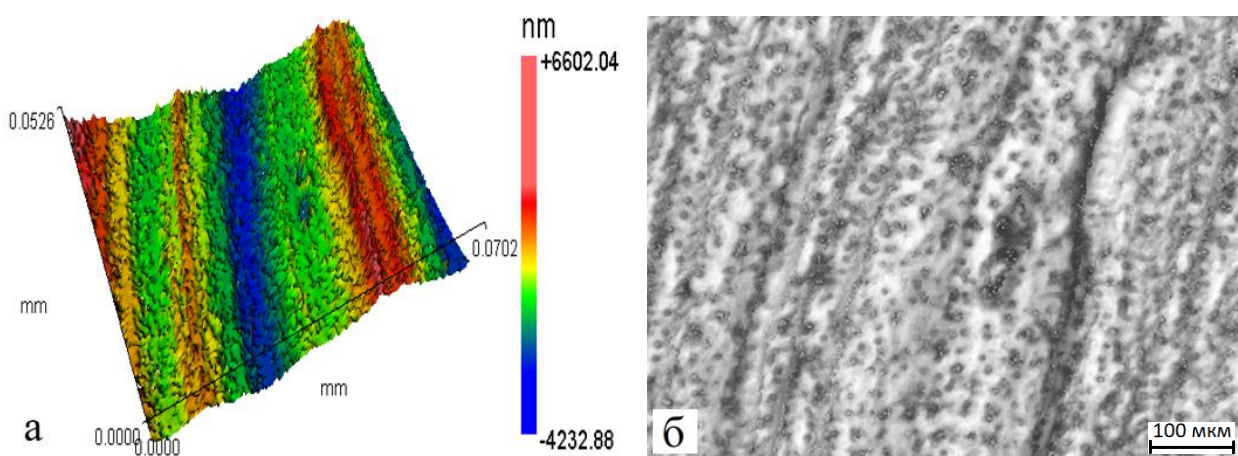


Рисунок 3.18 – Данные профилометрии поверхности бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования –  $1,0 \text{ мм/с}$ ; плотность энергии –  $1,2 \text{ Дж/см}^2$ ; вакуум).

Для более детального исследования полученных структур был использован сканирующий электронный микроскоп (СЭМ). На изображении, полученном с помощью СЭМ, видны шарообразные структуры с диаметром около  $500 \text{ нм}$ , которые находятся на конических подставках-ножках толщиной  $300\text{-}400 \text{ нм}$  (рисунок 3.19), расстояние между такими структурами составляет  $1,5 - 2 \text{ мкм}$  [108, 109]. На рисунке также хорошо показаны червеобразные борозды и каналы с поперечными размерами от  $1$  до  $3 \text{ мкм}$  и протяженностью около  $10 \text{ мкм}$ . На сформированных бороздах в большом количестве наблюдались структуры круглой формы с диаметром менее  $1 \text{ мкм}$ .

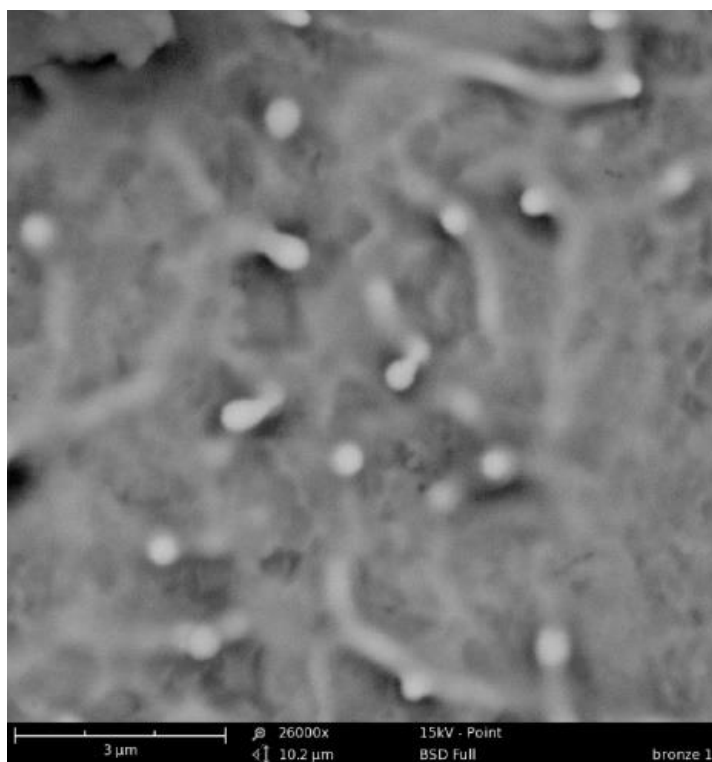


Рисунок 3.19 – Изображение СЭМ бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1,0 мм/с; плотность энергии – 1,2 Дж/см<sup>2</sup>; вакуум).

Для выявления размеров упомянутых выше конических подставок, на которых расположены круглые структуры, был использован атомно-силовой микроскоп. На рисунке 3.20 представлено АСМ изображение фрагмента трехмерного профиля образца из бронзы. Как видно из рисунка 3.17, высота конических подставок составила величину от 300 до 1000 нм.

При уменьшении скорости сканирования в два раза до 0,5 мм/с увеличивалось количество импульсов, приходящихся на пятно облучения и при той же плотности энергии в импульсе 1,2 Дж/см<sup>2</sup> наблюдалось дальнейшее развитие поверхности и увеличение количества точечных круглых структур при обработке в вакууме (рисунки 3.21, 3.22). Данные структуры относятся к так называемым лазерно-индуцированным периодическим поверхностным структурам [73, 110].

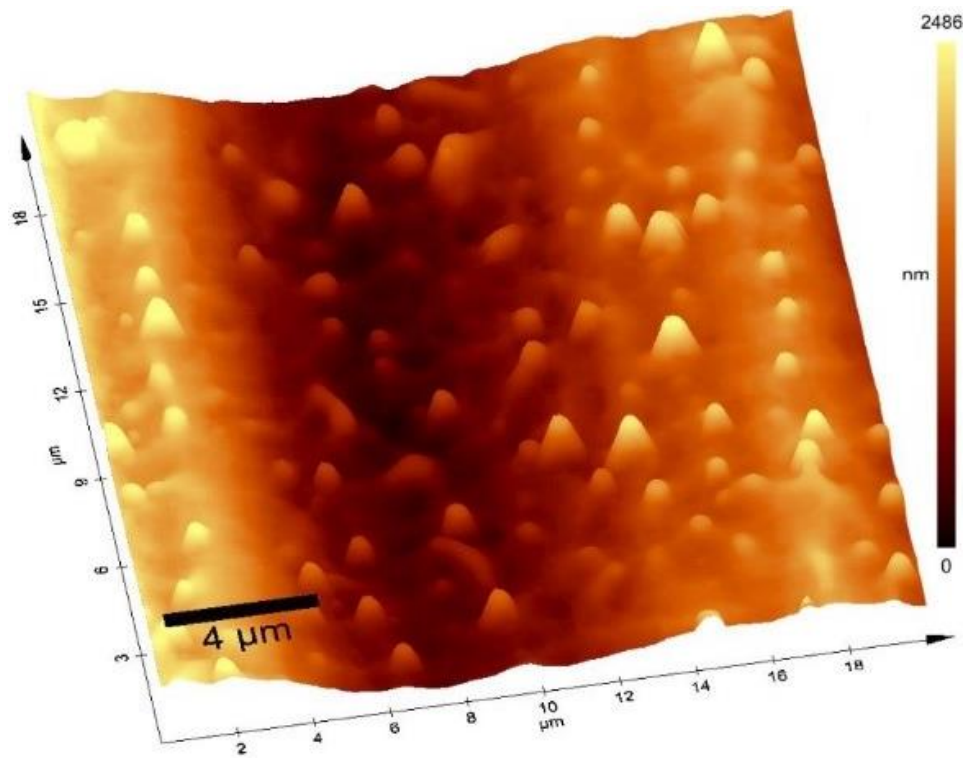


Рисунок 3.20 – АСМ изображение профиля поверхности бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования – 1,0 мм/с; плотность энергии в импульсе – 1,2 Дж/см<sup>2</sup>; вакуум).

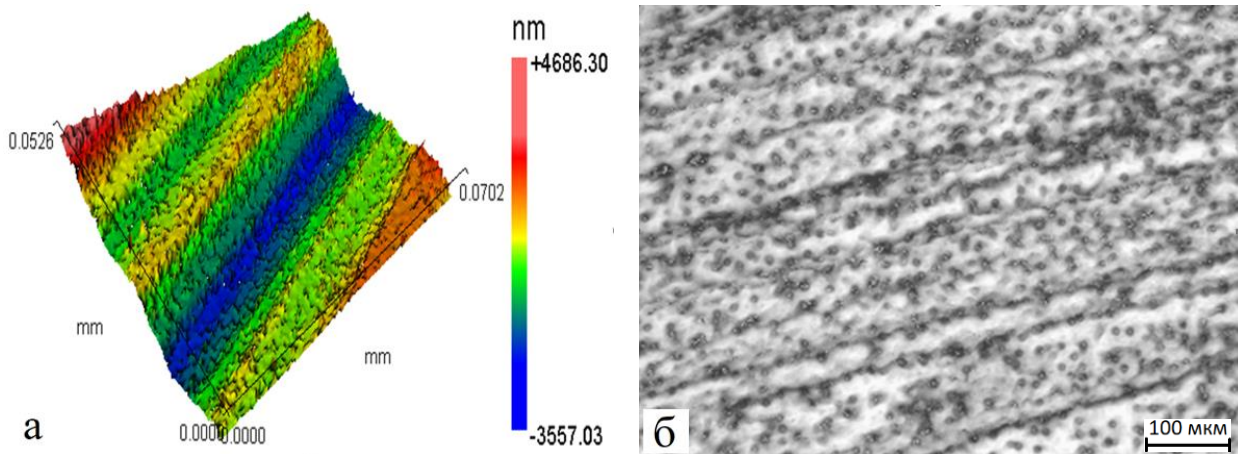


Рисунок 3.21 – Данные профилометрии поверхности бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования – 0,5 мм/с; плотность энергии в импульсе – 1,2 Дж/см<sup>2</sup>; вакуум). а) Трехмерный профиль; б) фотография.

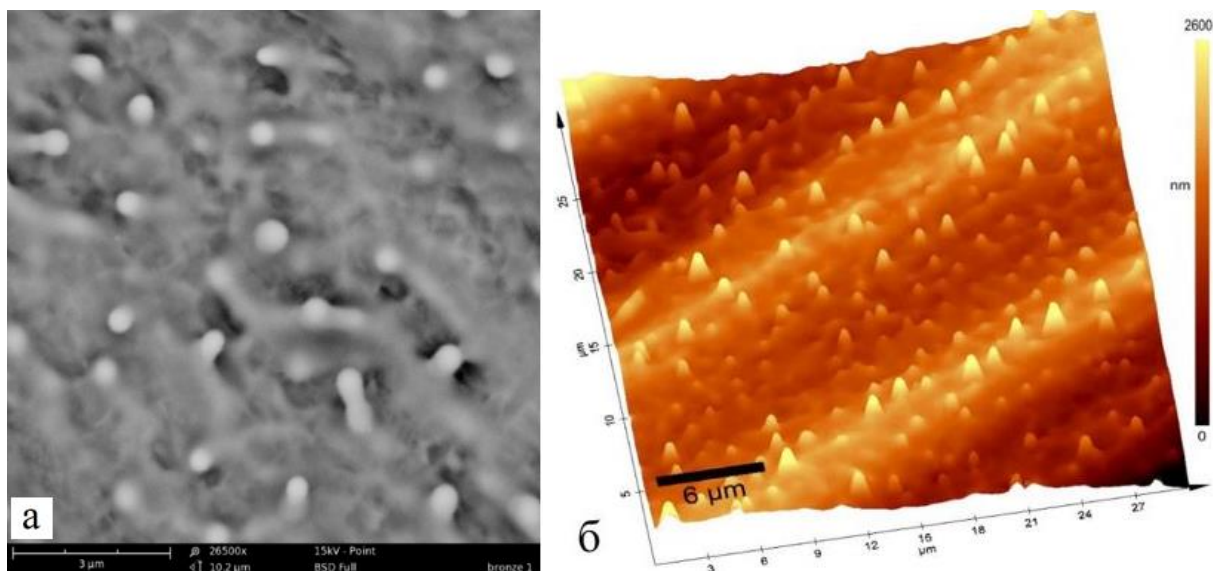


Рисунок 3.22 – СЭМ и АСМ изображения поверхности бронзы после лазерной термообработки (скорость сканирования – 0,5 мм/с; плотность энергии – 1,2 Дж/см<sup>2</sup>; вакуум).

В условиях настоящих экспериментов возникновение новых структур в виде субмикронных сферических капель на ножках при характерном расстоянии микронного порядка между структурами вдоль поверхности 1,5 – 2 мкм может быть объяснено совместным действием плавления, испарения и быстрого застывания в некотором диапазоне плотности энергии, выше порога плавления.

Модуляция рельефа поверхности, например, в виде капиллярных волн с характерными для металлов и сплавов микронными периодами [59] приводила к соответствующей модуляции температуры и испарительного давления вдоль поверхности в виде некоторой двумерной квазипериодической решетки. Расплав при таком неоднородном испарении выдавливался вдоль поверхности в места минимумов испарительного давления, где и происходил выброс жидких струй расплава преимущественно в направлении поперек поверхности. При этом силы поверхностного натяжения приводили к развитию сферических капель на концах этих струй на заключительной стадии их развития, когда заканчивается действие импульсного испарительного давления и начинается затвердевание расплава.

### 3.5. Исследование элементного состава бронзового сплава после термообработки сканирующим лазерным пучком

Несмотря на появившиеся в последнее время работы, посвященные прямому лазерному наноструктурированию [3, 40, 71], вопрос о влиянии процесса абляции на состав химических элементов облучаемых материалов остается мало исследованным. Для определения изменения концентрации легирующих элементов при лазерной термообработке поверхностей металлов и сплавов в газовой среде были выбраны образцы из бронзы [111].

Образцы, представляющие из себя бронзовые цилиндрические заготовки диаметром 10 мм и толщиной 5 мм, помещались в камеру. Чтобы поверхность образцов в процессе обработки не окислялась, из камеры предварительно откачивался воздух. Термообработка проводилась сканирующим пучком наносекундных лазерных импульсов с длиной волны 355 нм, диаметром около 200 мкм, перемещающимся со скоростью 1 мм/с по траектории "змейка" с расстоянием между строчками 20 мкм. Плотность энергии менялась в диапазоне от 0,15 Дж/см<sup>2</sup> до 1,85 Дж/см<sup>2</sup>. Частота следования импульсов составляла 100 Гц. Было получено 8 зон, соответствующих следующим плотностям энергии в лазерном импульсе: 0,15 Дж/см<sup>2</sup>, 0,25 Дж/см<sup>2</sup>, 0,35 Дж/см<sup>2</sup>, 0,5 Дж/см<sup>2</sup>, 0,65 Дж/см<sup>2</sup>, 0,85 Дж/см<sup>2</sup>, 1,2 Дж/см<sup>2</sup> и 1,85 Дж/см<sup>2</sup>.

Поверхность термообработанных образцов исследовались на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Phenom Pro (Phenom-World, Нидерланды) с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) X-Act Oxford Instruments (Англия), позволяющем анализировать морфологию поверхностей и их элементный состав.

Изображение необработанного участка поверхности показано на рисунке 3.23. На поверхности видны следы механической обработки от резца в виде мелкомасштабной и крупномасштабной структуры. У мелкомасштабных структур характерный период составлял несколько микрометров, у крупномасштабных - около 50 мкм.

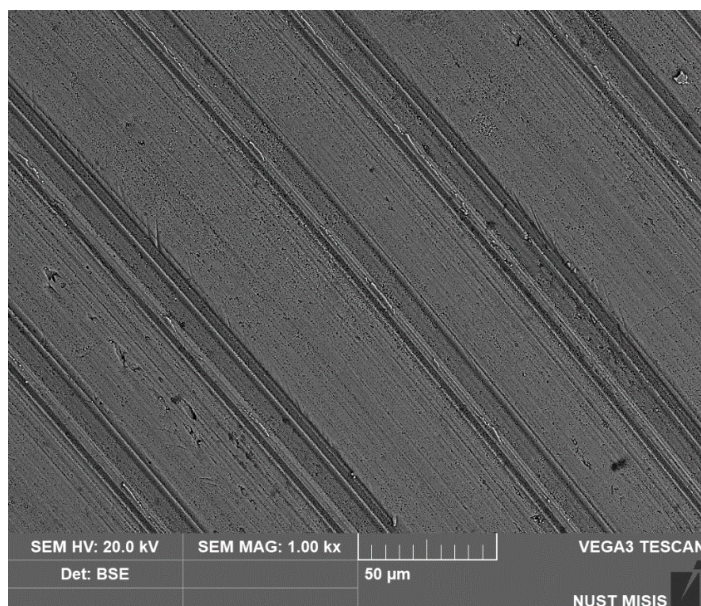


Рисунок 3.23 – СЭМ изображение исходной поверхности бронзы Cu-Cr.

Измеренный приставкой ЭДС спектр необработанной поверхности показан на рисунке 3.24. На рисунке видно, что основной материал заготовки – медь. Исходное содержание хрома, измеренное приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии с погрешностью  $\pm 0,1 \%$ , составляет  $0,5 \%$ . Исходное содержание меди –  $92,4 \%$   $\pm 0,1 \%$ . Небольшое присутствие кислорода ( $1,0 \%$   $\pm 0,1 \%$ ) связано, очевидно, с процессами окисления меди на воздухе.

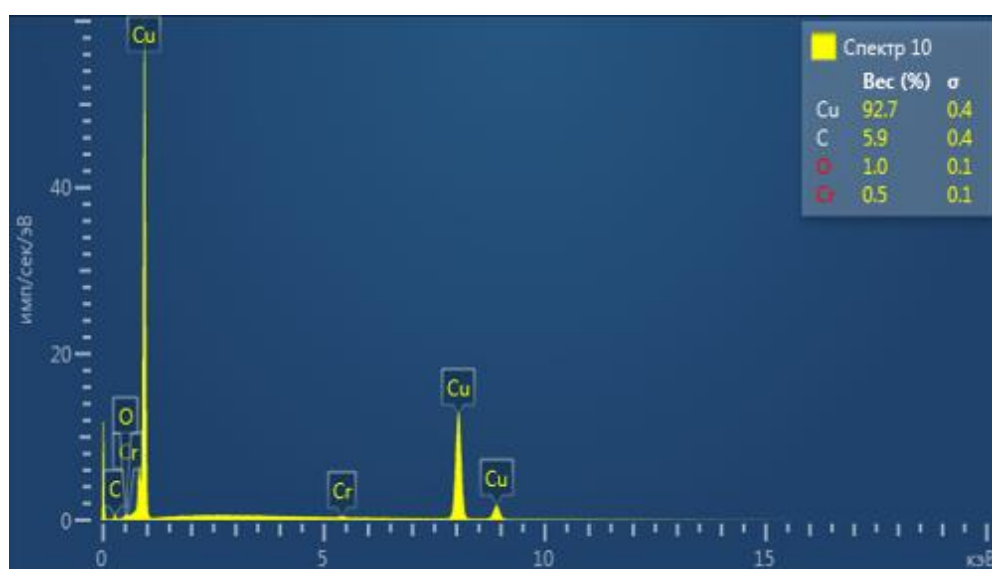


Рисунок 3.24 – Результаты ЭДС-анализа исходной поверхности Cu-Cr бронзы.

Термообработка поверхности бронзы сканирующим пучком наносекундных лазерных импульсов привела к образованию новых субмикронных структур. СЭМ изображение таких структур приведено на рисунке 3.25 (а).

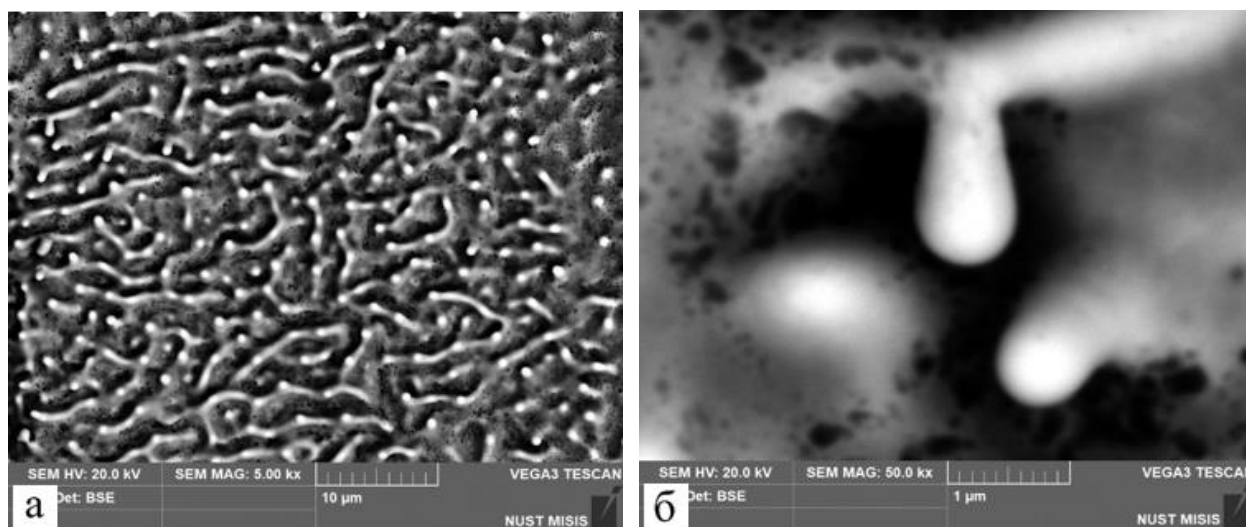


Рисунок 3.25 – СЭМ изображение с увеличением 5 кХ (а) и 50 кХ (б) новых субмикронных и микроструктур, образующихся при лазерной термообработке поверхности бронзы Cu-Cr сканирующим пучком наносекундных импульсов с плотностью энергии 0,85 Дж/см<sup>2</sup>.

На рисунке видны светлые участки бороздок холмообразных структур, расположенных на расстоянии нескольких микрометров друг от друга. На вершинах холмов наблюдаются шарообразные структуры на ножках. При плотностях энергии 0,15 - 0,25 Дж/см<sup>2</sup> их плотность невысока – несколько структур на 100 мкм<sup>2</sup>. С увеличением плотности энергии в импульсе плотность структур увеличивается. Наибольшая плотность новых структур порядка 20 на 100 мкм<sup>2</sup> наблюдается при плотностях энергии 0,85 Дж/см<sup>2</sup>.

На вершинах "холмов" видны структуры, напоминающие застывшие капли на ножках-подставках (рис. 3.25 б). Верхняя часть элемента субмикронной структуры сферическая, ее диаметр составлял порядка 600 нм. У ножки, на которой расположена капля, длина порядка 1 мкм. Диаметры конической ножки у разных структур отличались и лежат в диапазоне



от 350 нм (почти в 2 раза меньше диаметра вершины) до 600 нм (что примерно равно диаметру верхней части элемента наноструктуры).

Одновременно с ростом новых структур наблюдалось изменение концентрации хрома в приповерхностном слое. Как видно из рисунка 3.26, с увеличением плотности энергии лазерного излучения до  $1,2 \text{ Дж/см}^2$  росла концентрация хрома и одновременно росла концентрация новых наноструктур. Далее при увеличении плотности энергии до  $1,85 \text{ Дж/см}^2$  концентрация хрома уменьшалась и одновременно уменьшалась концентрация новых наноструктур.

Этот факт говорит о неравномерном удалении элементов сплава с поверхности материала в процессе абляции. При малых плотностях энергии лазерного излучения, когда нагрев поверхностного слоя незначительно превышал температуру плавления, меди удалялось больше. Возможно, это может быть связано с более низкой температурой плавления и кипения меди ( $1085 \text{ }^\circ\text{C}$  и  $2562 \text{ }^\circ\text{C}$ ) по сравнению с хромом ( $1907 \text{ }^\circ\text{C}$  и  $2672 \text{ }^\circ\text{C}$ ). При больших плотностях энергии лазерного излучения происходил значительный перегрев поверхности, которого вполне достаточно для удаления как меди, так и хрома.

Максимальная концентрация хрома соответствует наибольшей плотности субмикронных структур в виде капель на ножках. При околопороговых значениях плотности энергии концентрация новых структур низкая, и изменения концентрации хрома незначительные.

При увеличении плотности энергии в импульсе сначала происходил рост субмикронных структур и одновременно увеличивается процентное содержание хрома. При максимальной плотности новых структур концентрация хрома достигала наибольших значений -  $0,9 \% \pm 0,1 \%$ .

Далее с еще большим увеличением плотности энергии число структур начинало уменьшаться вместе с процентным содержанием хрома в приповерхностном слое. Субмикронные структуры в виде сферы на ножках-подставках исчезали, одновременно концентрация хрома в приповерхностном слое возвращалась к исходному значению для необработанной бронзы.

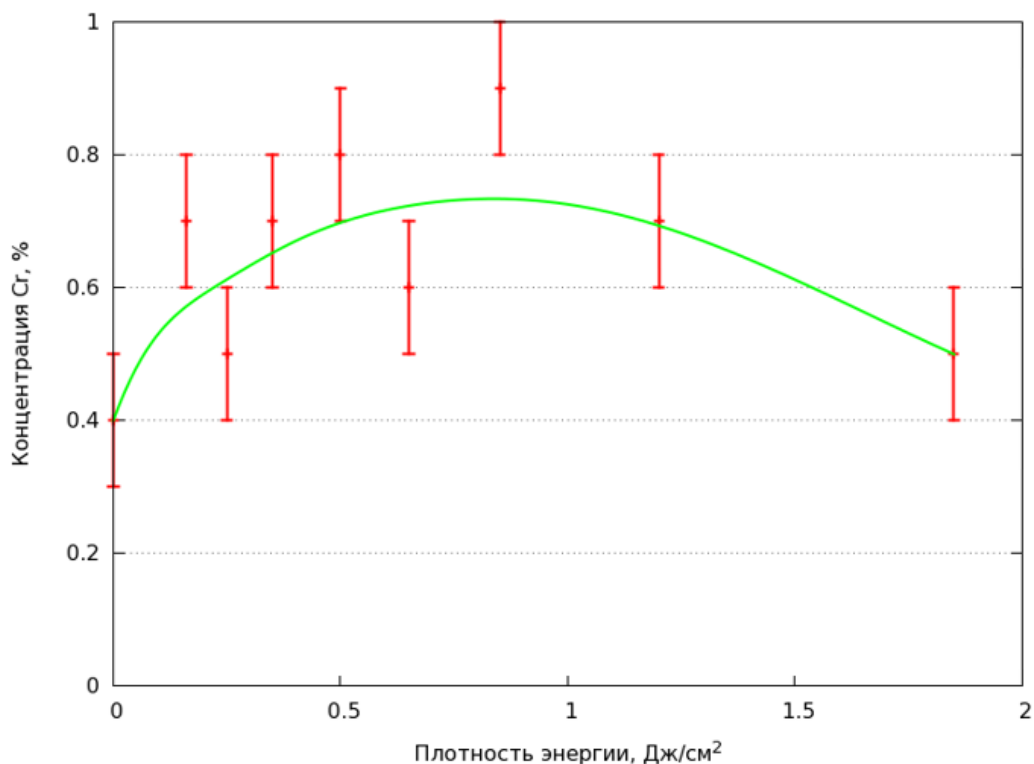


Рисунок 3.26 – Экспериментальная зависимость концентрации хрома в приповерхностном слое термообработанного участка от плотности энергии излучения.

Таким образом, в данной главе проведено исследование процессов лазерной модификации поверхностей никелевого сплава марки ЧС 57 (ХН55МВЦ), сталей марок 09Х17Н, 08Х18Н10Т и 12Х18Н10Т, а также Cu-Cr бронзы при термообработке в режимах неподвижного и сканирующего луча лазера с длиной волны излучения 355 нм наносекундной длительности.

Экспериментально установлено, что изменения рельефа в исследованных образцах, происходящие под действием лазерного излучения, имеют схожий характер. Отличия заключаются в разных значениях плотности энергии необходимых для формирования отдельных видов микрорельефов. Причем пороги плотности энергии абляции, при которых начинают происходить эти изменения у сплава ЧС57 выше, чем у стали 08Х18Н10Т и стали 09Х17Н.

Получены поверхностные структуры в форме микроконусов, микроборозд, микропор, а также ЛИППС, которые могут способствовать

улучшению адгезионной способности материалов. Показано, что их появление возможно при плотности энергии лазерного излучения 1-5 Дж/см<sup>2</sup>, при количестве импульсов равном от 100 до 500. Более высокие плотности энергии и количество импульсов приводят к значительному оплавлению в области пятна облучения и формированию глубокого кратера с относительно высоким бруствером из расплавленного материала вокруг пятна.

Для экспериментов по диффузионной сварке выбраны режимы предварительной лазерной термообработки, при которой достигалась наиболее развитая и мелкозернистая структура поверхности.

Выбран режим лазерной термообработки стали перед проведением диффузионной сварки. Это термообработка при плотности энергии в диапазоне от 0,5 до 2 Дж/см<sup>2</sup> в вакууме или среде аргона. Развитие поверхности нержавеющей стали наблюдалось при скорости сканирования 1 мм/с. При более высоких плотностях энергии на поверхности стали происходило значительное образование оксидов даже в откачанной газовой среде.

Впервые экспериментально определены основные режимы модификации поверхности Cu-Cr бронзы, приводящие к фазовым и структурным превращениям при ее облучении сканирующим пучком наносекундного лазера с длиной волны 355 нм в различных диапазонах плотностей энергии излучения и разных скоростях сканирования. Обнаружены не наблюдавшихся ранее квазиупорядоченные шарообразные структуры характерной формы диаметром около 500 нм, расположенные на ножках высотой порядка 1 мкм, которые возникают при плотностях энергии излучения около 1 Дж/см<sup>2</sup>. При скорости сканирования луча 1 мм/с плотность распределения по поверхности составляет около 20 структур на 100 мкм<sup>2</sup>, а при скорости сканирования до 0,5 мм/с их количество на единицу поверхности увеличивается приблизительно в два раза.

Экспериментально исследована зависимость концентрации хрома в приповерхностном слое термообработанного участка сплава Cu-Cr от

плотности энергии излучения в диапазоне от  $0,15 - 1,85 \text{ Дж/см}^2$ . Показано, что максимальная концентрация хрома  $0,9 \%$  соответствует наибольшей плотности (около  $20$  шт. на  $100 \text{ мкм}^2$ ) субмикронных структур в виде застывших капель на ножках. Это наблюдалось при термообработке сканирующим лазерным пучком с плотностью энергии около  $1 \text{ Дж/см}^2$  и скоростью сканирования  $1 \text{ мм/с}$ .

## **ГЛАВА 4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЛАЗЕРНОЙ ТЕРМООБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТЕЙ ЗАГОТОВОК НА СВОЙСТВА СВАРНОГО ШВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ.**

Развитие поверхности в виде конусов, трещин и бороздок, а также в виде ЛИППС может приводить к улучшению адгезионной способности поверхности. Поэтому определенные выше параметры лазерного излучения, позволившие модифицировать поверхность образцов данным образом, были использованы в дальнейших исследованиях по лазерной обработке образцов из ряда металлических сплавов (сталей марок 08X18H10T, 09X17H, 12X18H10T, никелевого сплава ЧС57 и бронзы Cu-Cr) с последующей диффузионной сваркой в условиях горячего изостатического прессования [112, 113]. Сварка в условиях ГИП (см. рис. 1.1б) обладает рядом преимуществ перед традиционной диффузионной сваркой, в том числе возможностью сваривать детали больших размеров с высокой точностью положения и однородностью сварного шва (без микропор и микротрещин), а также возможности одновременно осуществлять сварку большого числа деталей в одинаковых условиях.

В ходе выполненных исследований в настоящей работе сначала была проведена предварительная лазерная обработка поверхностей вышеуказанных металлов и сплавов с последующей диффузионной сваркой в условиях горячего изостатического прессования. Затем был измерен ряд механических параметров сварных соединений, в частности, предел прочности и относительное удлинение. Исследовались следующие сварные соединения: ЧС57 – ЧС57, 08X18H10T – 09X17H и 12X18H10T – Cu-Cr.

### **4.1 Подготовка заготовок и методика экспериментов**

Обрабатываемые лазером заготовки помещались в герметичную камеру, которая сначала откачивалась, а затем наполнялась инертным газом - аргоном под давлением 1,5 атм. Исследуемые образцы подвергались предварительной

лазерной термообработке при длине волны 355 нм, длительности импульса 10 нс, частоте следования импульсов 100 Гц и радиусе сечения лазерного пятна в плоскости заготовки 220 мкм. Лазерный пучок перемещался по поверхности заготовки по растровой траектории ("змейка") с шагом вдоль оси  $x$  - 10 мкм и шагом вдоль оси  $y$  - 30 мкм, скорость сканирования – 1 мм/с. Таким образом, коэффициент перекрытия лазерных пятен (отношение площади, обработанной двумя лазерными импульсами к площади одного пятна, умноженное на 100 %) превышал 99 %:

$$k = (S_i \cap S_{i+1}) / S_i \cdot 100 \%, \quad (4.1)$$

где  $S_i$  – площадь поверхности, обработанная  $i$ -м импульсом.

При исследовании соединений ЧС57- ЧС57 использовались заготовки, имеющие форму цилиндров диаметром 22 мм и длиной 15 мм. В ходе экспериментов применялись следующие режимы лазерного облучения: плотность энергии в режиме 1 составляла 2 Дж/см<sup>2</sup>, а в режиме 2 – 3 Дж/см<sup>2</sup>.

Исследуемая сварная сборка состояла из трех групп образцов: по два образца в каждой группе. После лазерной обработки три группы образцов укладывались в тонкостенный контейнер по схеме, указанной на рисунке 4.1.

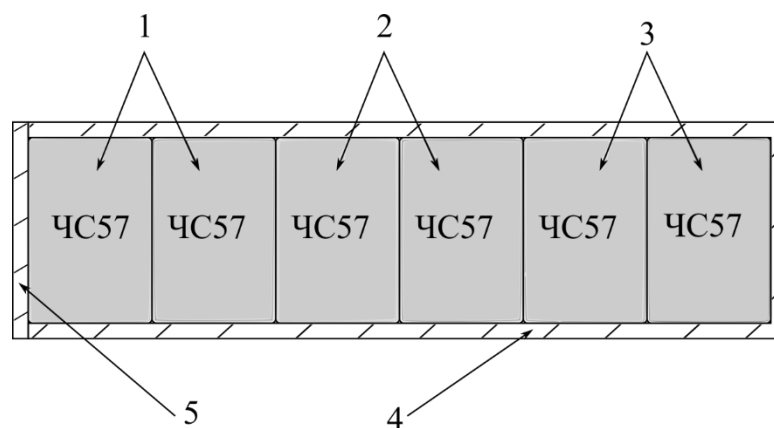


Рисунок 4.1 – Схема укладки образцов в контейнер для последующей сварки методом горячего изостатического прессования: 1 - 3 - стальные заготовки, обработанные соответственно по режимам 1, 2 и без лазерной обработки; 4 - тонкостенный контейнер, 5 - крышка контейнера.

Образцы первой группы были обработаны по режиму 1, образцы второй группы - по режиму 2. Два образца третьей группы были контрольными – они не подвергались лазерной обработке. Далее контейнер 4 закрывался крышкой 5. Окончательная заварка крышки к контейнеру осуществлялась электронным лучом в вакууме, что гарантировало наличие вакуума внутри контейнера.

После проверки герметичности шва контейнер помещался в камеру для горячего изостатического прессования. Внешний вид собранного контейнера показан на рисунке 4.2 а.

Горячее изостатическое прессование всех шести заготовок, обработанных по режимам 1 и 2 и не обработанных, осуществлялась одновременно и при одинаковых условиях. Сварная камера заполнялась аргоном при определенных значениях давления и температуры, которые поддерживались в течение установленного времени сварки. Сварка проводилась в двух температурных режимах: при температурах 1160°C и 1000°C. При этом в обоих случаях давление составляло 160 Мпа, а время сварки - 3 часа. На рисунке 4.2 представлена циклограмма изменения давления и температуры в газостате.

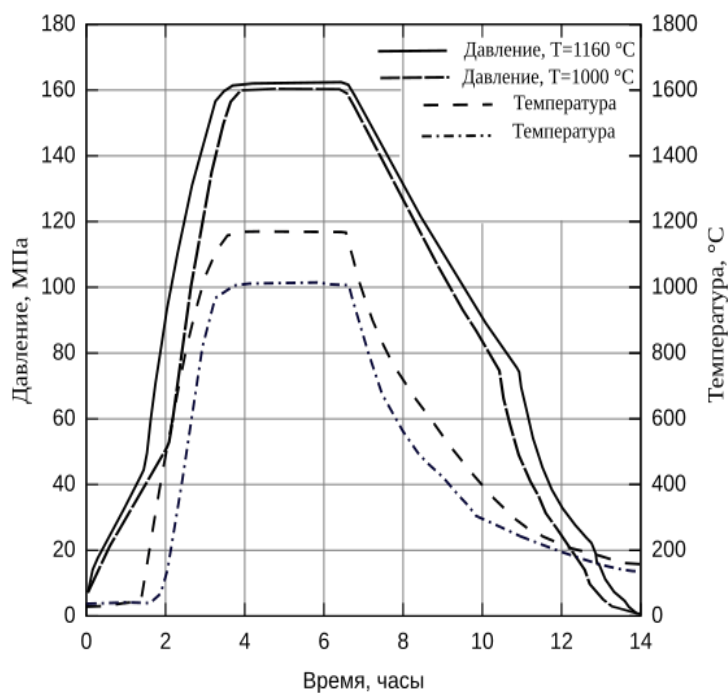


Рисунок 4.2 - Циклограммы изменения давления и температуры в газостате.

После сварки проводились измерения предела прочности сварного шва, а также относительное удлинение. Из сваренной заготовки (рис. 4.3б) диаметром 22 мм вырезалось по 4 образца форма и размер которых соответствовали типу I по ГОСТ6996-66 (рис. 4.4, таблица 4.1) [114]. Затем образцы испытывались на статическое растяжение при комнатной температуре. Необходимо отметить, что у всех исследуемых материалов, кроме бронзового сплава Cu-Cr разрыв происходил по сварному шву.



Рисунок 4.3 - Контейнер с образцами перед помещением в камеру для горячего изостатического прессования (а) и вид сваренной заготовки с вырезанными из нее образцами для испытаний (б)

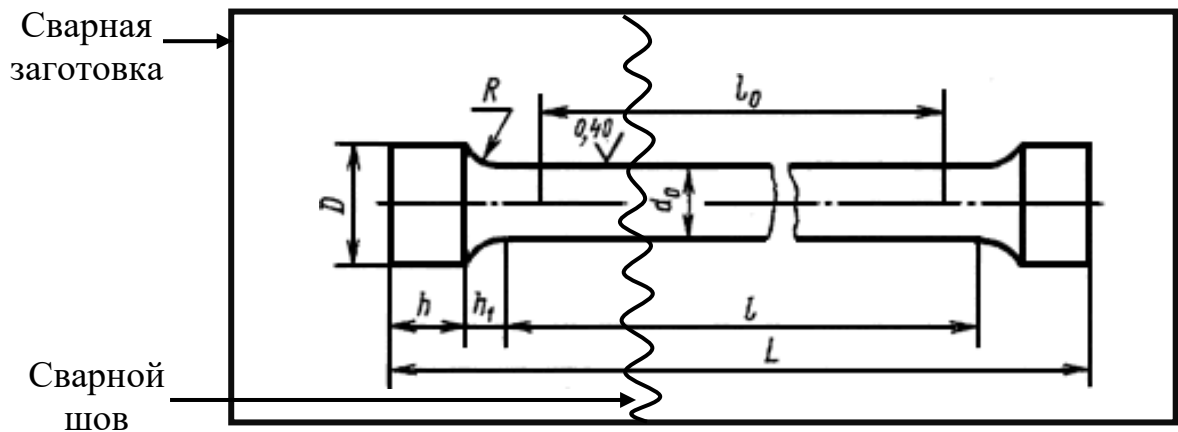


Рисунок 4.4 – Схема вырезки образцов тип I по ГОСТ6996-66 из сварной заготовки.



Таблица 4.1. Размеры образцов тип I по ГОСТ6996-66

Тип образца	$d_0$	$d$	$K$	$D$	$h$	$h_1$	$R$	$l_0$	$l$	$L \pm l$
I	$3 \pm 0,1$	-	0,03	6	4	2	1	15	18	30

$K$  - допускаемая разность наибольшего и наименьшего диаметров образца.

#### 4.2 Влияние предварительной лазерной термообработки поверхностей заготовок на свойства сварного шва ЧС57- ЧС57

На рисунке 4.5 а представлены результаты измерения относительного удлинения для соединений, полученных диффузионной сваркой в условиях горячего изостатического прессования со следующими параметрами: температура  $T = 1160$  °С, давление  $P = 160$  МПа, время сварки  $t = 3$  ч [115, 116]. Наблюдалось заметное по сравнению с контрольными образцами увеличение (на 12 % в режиме 2) предела прочности разрушению у деталей с лазерной обработкой. Увеличивалось также и относительное удлинение. Как видно из рисунка 4.4 б, после лазерной термообработки относительное удлинение увеличилось с 42 % до 51 %, что соответствует приросту на 21 %.

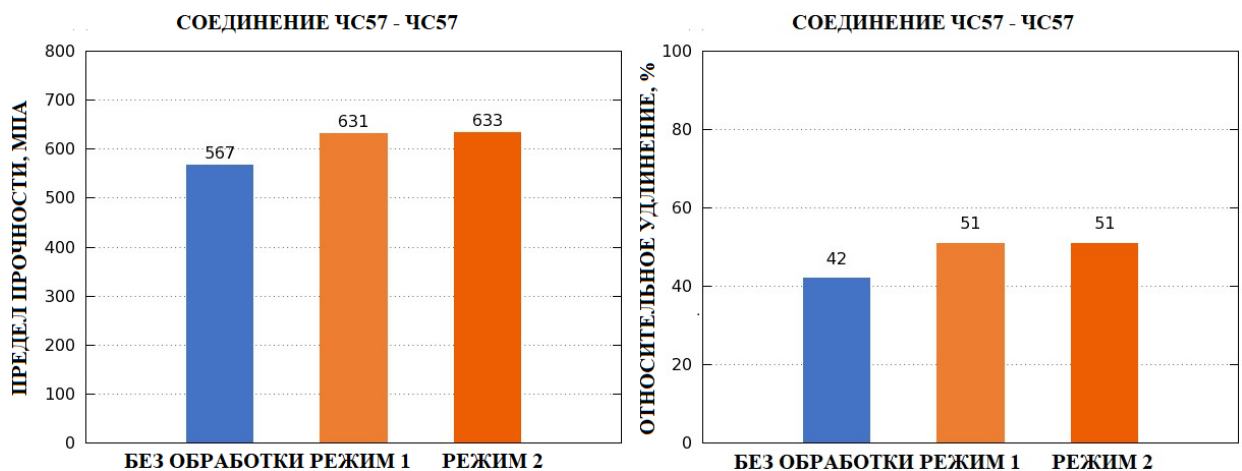


Рисунок 4.5 – Предел прочности (а) и относительное удлинение (б) сварных соединений деталей из ЧС57 без лазерной термообработки и после нее.

Температура сварки  $T = 1160$  °С, давление  $P = 160$  МПа, время сварки  $t = 3$  ч.

Для удобства представления результаты испытаний характеристик сварных соединений, полученных при температуре 1160 °С, сведены в таблицу 4.2. Приведенные цифры соответствуют средним значениям по результатам четырех измерений, выполненных при комнатной температуре.

Таблица 4.2. Механические свойства соединений, полученных при температуре 1160 °С

Состояние свариваемых поверхностей	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
Без ЛО	<u>556÷578</u>	<u>39÷44</u>
	567	42
ЛО на режиме №1 (обе поверхности)	<u>628÷634</u>	<u>48÷53</u>
	631	51
ЛО на режиме №2 (обе поверхности)	<u>620÷650</u>	<u>50÷53</u>
	633	51

При снижении температуры горячего изостатического прессования до 1000 °С и сохранении остальных параметров (давления и времени сварки) отличия параметров сварного соединения обработанных и необработанных лазерным пучком заготовок становятся более значительными. Как видно из графика на рисунке 4.6 а, увеличение предела прочности после обработки лазерным пучком с плотностью энергии 2 Дж/см<sup>2</sup> составило 29 %.

Еще большая разница наблюдается для значений относительного удлинения (рисунок 4.6 б). Для режима 1 относительное удлинение увеличилось на 160 %. В то же время для режима 2 оно на 20 % ниже по сравнению с режимом без лазерной обработки. Вероятно, это обусловлено тем, что, как было установлено в Главе 3 настоящей работы, при плотностях энергии излучения выше 2 Дж/см<sup>2</sup> происходит значительное окисление поверхности стали даже в откачанной газовой среде.

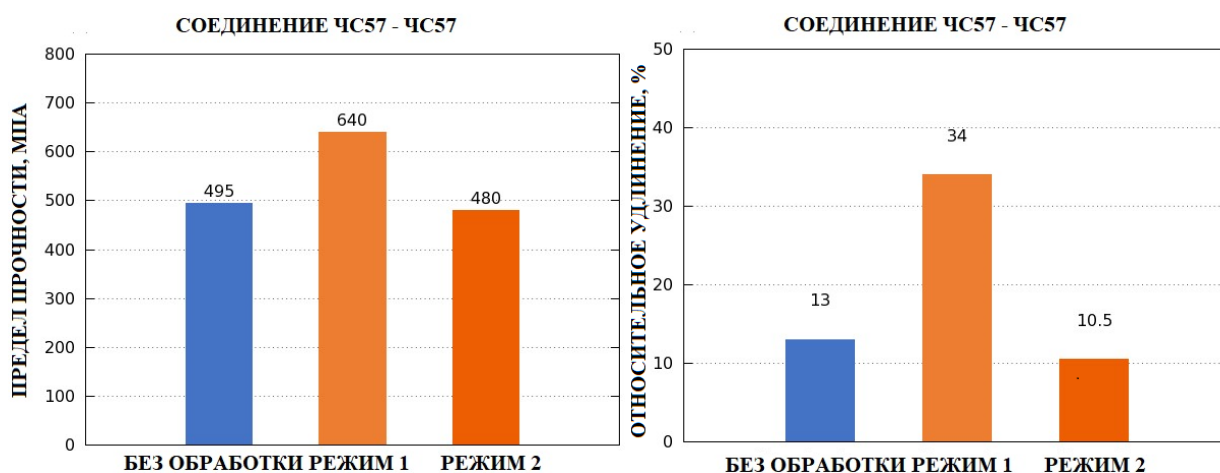


Рисунок 4.6 – Предел прочности (а) и относительное удлинение (б) сварных соединений деталей из ЧС57 без лазерной термообработки и после нее.

Температура сварки  $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , давление  $P = 160\text{ МПа}$ , время сварки  $t = 3\text{ ч}$ .

Результаты испытаний сварных соединений, полученных при температуре  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , приведены в таблице 4.3.

Таблица 4.3. Механические свойства соединений, полученных при температуре  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

Состояние свариваемых поверхностей	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
Без ЛО	$\frac{451 \div 526}{495}$	$\frac{9,3 \div 16}{13}$
ЛО на режиме 1	$\frac{613 \div 649}{640}$	$\frac{30,7 \div 36}{34}$
ЛО на по режиме 2	$\frac{454 \div 510}{480}$	$\frac{8,7 \div 12,7}{10,5}$

Для исследования химического состава и структурных характеристик полученных соединений были изготовлены шлифы поперечного сечения сварного соединения и проведены измерения при помощи электронного микроскопа Vega 3 Tescan с приставкой для энергодисперсионного спектрального анализа. На рисунке 4.7 представлена характерная структура

соединения при увеличении 150X. Ширина шва у контрольных образцов и у образцов, обработанных по режимам 1 и 2, составляет величину порядка 20 мкм. Перед исследованием образцы были предварительно протравлены.

Во всех трех случаях наблюдалась похожая картина: вне шва видны границы зерен, охватывающие площади с характерным размером от 10 до 100 мкм, в области шва на всех фотографиях видны границы зерен. Если вдали от шва наблюдалась структура с крупными зернами (порядка десятков микрометров, то в области шва видна структура с характерным размером зерна порядка нескольких микрометров (рис. 4.8).

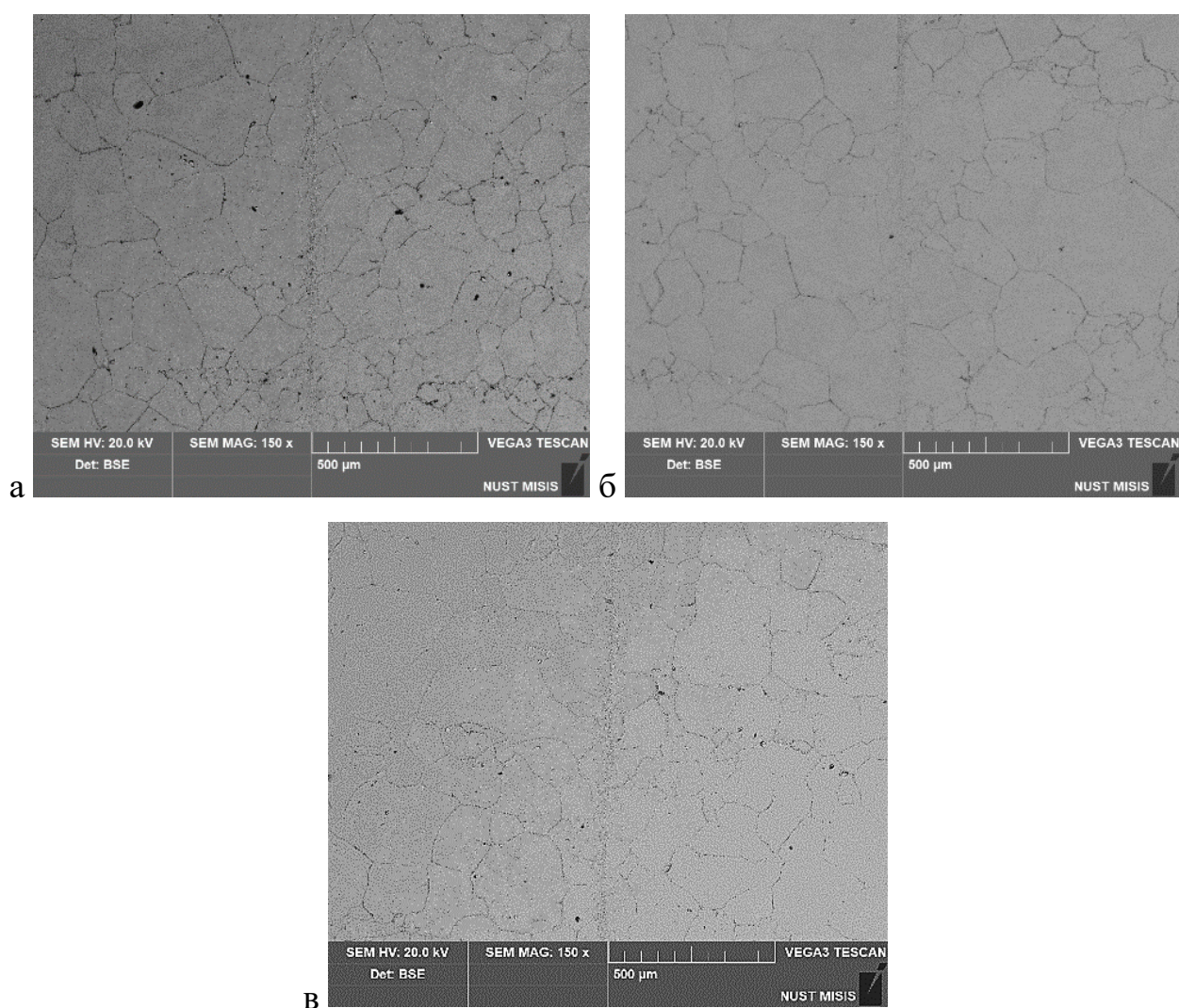


Рисунок 4.7 – Изображения с увеличением 150X поперечного сечения сварного соединения ЧС57- ЧС57 для заготовок без лазерной обработки (а), с лазерной обработкой по режиму 1 (б) и режиму 2 (в)

Изображения для всех трех случаев похожие, особенностей для швов с обработанными поверхностями выделить не удалось.

Изображения поперечного сечения сварного соединения с увеличением 5000X приведены на рисунке 4.8. На них видны разломы вдоль границ зерен, причем в зоне шва эти разломы имеют меньшую длину – несколько микрометров.

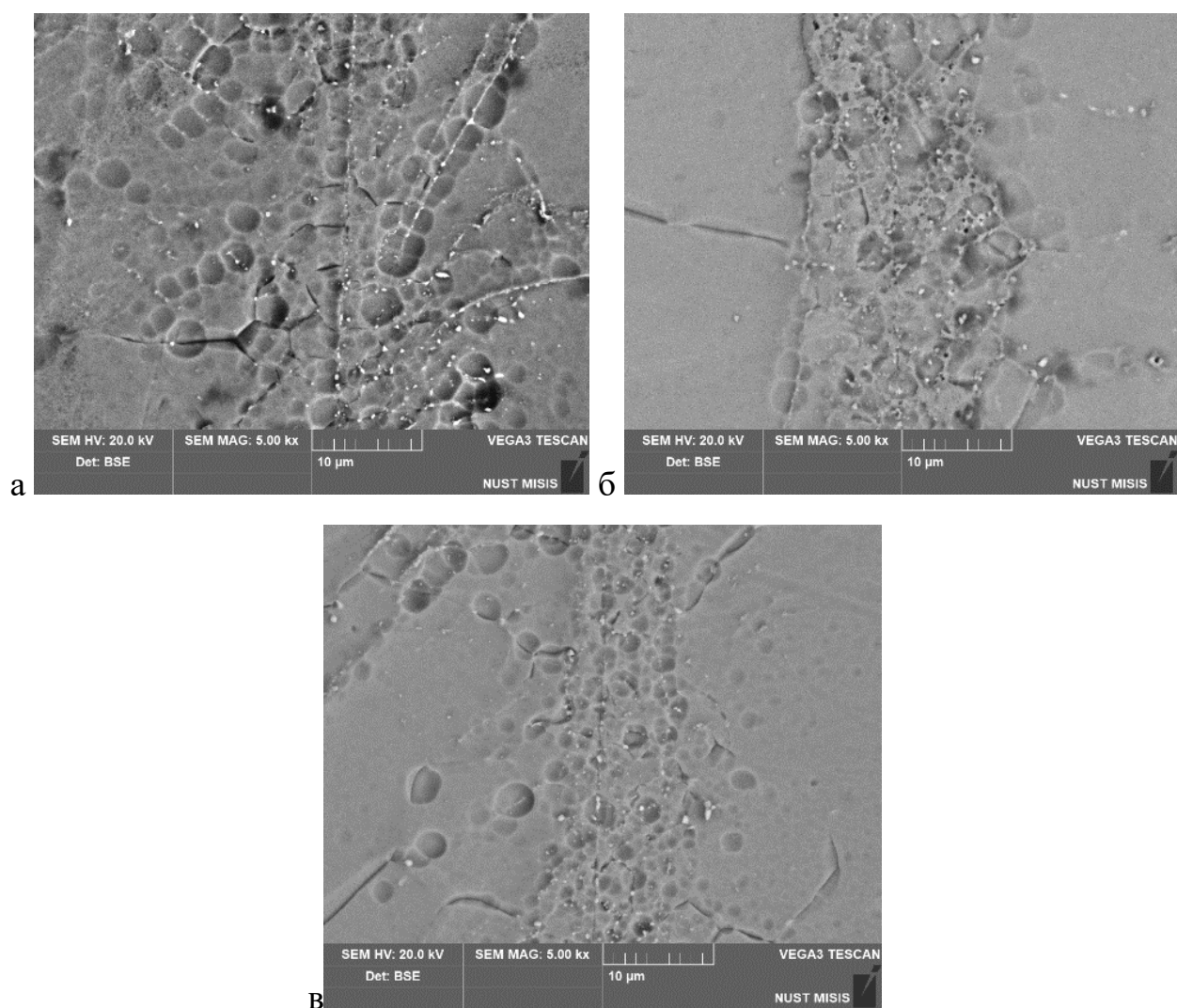


Рисунок 4.8 – Изображения с увеличением 5000X поперечного сечения сварного соединения ЧС57- ЧС57 для заготовок без лазерной обработки (а), с лазерной обработкой по режиму 1 (б) и режиму 2 (в).

Околошовная зона, для которой характерна мелкозернистая структура, имеет ширину ~20 мкм. Изображения однотипные, существенные различия

между обработанными лазерным излучением и необработанными (контрольными) образцами незаметны.

В ходе исследования определялся химический состав образцов в зоне сварного соединения и в прилегающих к нему областях. Измерения проводились методом энергодисперсионного спектрального анализа вдоль линии перпендикулярной шву. Измерения начинались на расстоянии около 50 мкм от шва, проходили через сварной шов и заканчивались на расстоянии около 50 мкм от шва. Фиксировались распределения концентрации основных элементов – никеля, хрома, железа, а также легирующих – марганца, молибдена и вольфрама. Распределение химических элементов для контрольных образцов без лазерной обработки представлено на рисунке 4.9а, а для образцов, обработанных сканирующим лазерным пучком с плотностями энергии 2 Дж/см<sup>2</sup> и 3 Дж/см<sup>2</sup>, на рисунках 4.9б и 4.9в, соответственно. Для всех трех заготовок в зоне сварного шва не было обнаружено изменение концентрации элементов. Вероятно, в процессе лазерной термообработки химический состав приповерхностной зоны менялся незначительно, а толщина модифицированной зоны мала – не более нескольких микрометров, поэтому изменения химического состава в зоне шва незаметны. Учитывая приведенные выше результаты, можно сделать вывод, что предварительная термообработка свариваемых поверхностей заготовок из стали ЧС57 наносекундными импульсами лазерного УФ излучения при предварительной обработке свариваемых поверхностей сканирующим пучком наносекундных лазерных импульсов с длиной волны 355 нм, длительностью 10 нс, следующих с частотой 100 Гц, с плотностью энергии 2 Дж/см<sup>2</sup> улучшала механические свойства сварного шва: увеличивалось более, чем на 10 % предел прочности и более, чем на 20 % относительное удлинение. Кроме того, лазерная термообработка позволила снизить температуру процесса горячего изостатического прессования на 160 °С с сохранением механических свойств сварного соединения.

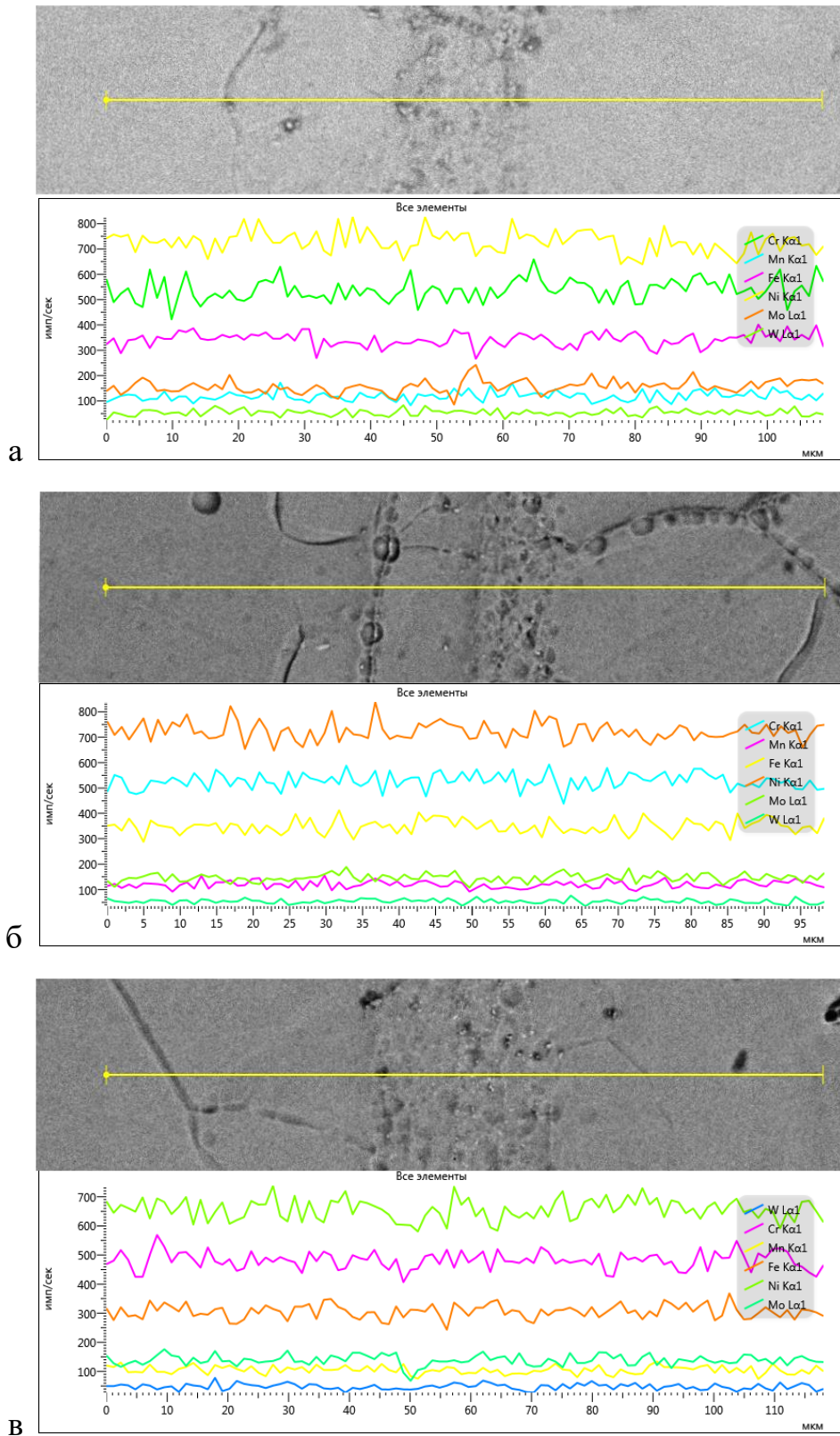


Рисунок 4.9 – Фотография зоны сварного соединения и распределение элементов в направлении перпендикулярном шву вдоль линии для контрольных заготовок: без лазерной обработки (а); обработанных по режиму 1 (2 Дж/см<sup>2</sup>) (б); обработанных по режиму 2 (3 Дж/см<sup>2</sup>) (в)

На характеристики диффузионной сварки существенное влияние оказывали такие условия, как плотность энергии и количество лазерных импульсов; лазерная термообработка одной или обеих поверхностей.

#### 4.3 Влияние предварительной лазерной термообработки поверхностей заготовок на свойства сварного шва сталь - бронза

Предназначенные для диффузионной сварки образцы стальных заготовок 12Х18Н10Т имели форму цилиндров диаметром 18 мм и длиной 15 мм, а заготовки из бронзы Cu-Cr - диаметром 18 мм и длиной 5 мм. По сравнению с предыдущим случаем, отличие состояло в том, что плотность энергии лазерного излучения при обработке стальных заготовок составляла – 2 Дж/см<sup>2</sup>, а при обработке бронзы - 1 Дж/см<sup>2</sup>.

После термообработки три группы заготовок сталь + бронза + сталь укладывались в тонкостенный контейнер по схеме, указанной на рисунке 4.10.

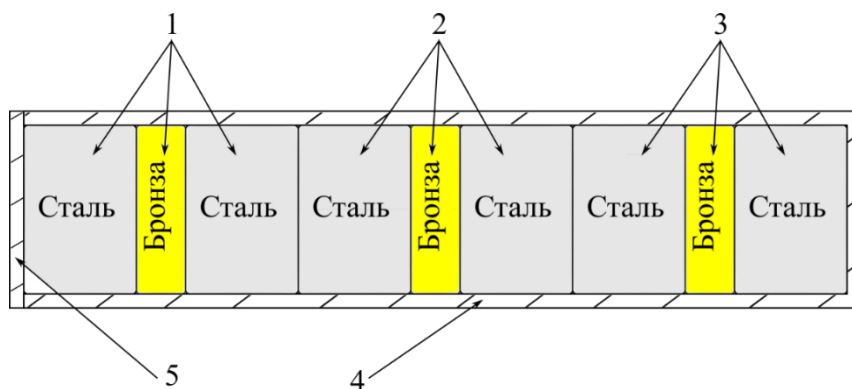


Рисунок 4.10 – Схема укладки образцов из стали 12Х18Н10Т и бронзы Cu-Cr в контейнер для диффузионной сварки: 1 - 3 - сборки сталь - бронза - сталь, обработанные по режимам 1, 2 и без лазерной термообработки, соответственно; 4 - тонкостенный контейнер, 5 - крышка контейнера.

В первой группе проводилась лазерная термообработка свариваемых поверхностей и стальных, и бронзовых заготовок. Во второй группе лазерная термообработка поверхности проводилась только у стальных образцов. Третья группа была контрольной (без лазерной обработки). Далее контейнер



4 закрывался крышкой 5 и заваривался электронным лучом в вакууме.

После проверки герметичности шва контейнер помещался в камеру для горячего изостатического прессования. Стальные заготовки сваривались по торцевой поверхности с заготовками из бронзы Cu-Cr. Сварка всех трех групп осуществлялась одновременно и при одинаковых условиях. Сварная камера заполнялась аргоном под давлением 160 МПа при температуре 1160 °С. Время сварки составляло 3 часа.

После сварки проводились измерения предела прочности сварного шва. Из сваренной заготовки изготавливали образцы тип I по ГОСТ6996-66 и испытывали их на статическое растяжение при комнатной температуре [109, 117].

Результаты испытаний сварных соединений приведены в виде ступенчатых графиков на рисунке 4.11. Обработка только стальной заготовки (средний столбец) не привела к увеличению предела прочности сварного шва. При обработке же одновременно двух поверхностей качество сварного соединения улучшалось - предел прочности увеличился на 5 % – с 245 МПа до 258 МПа.

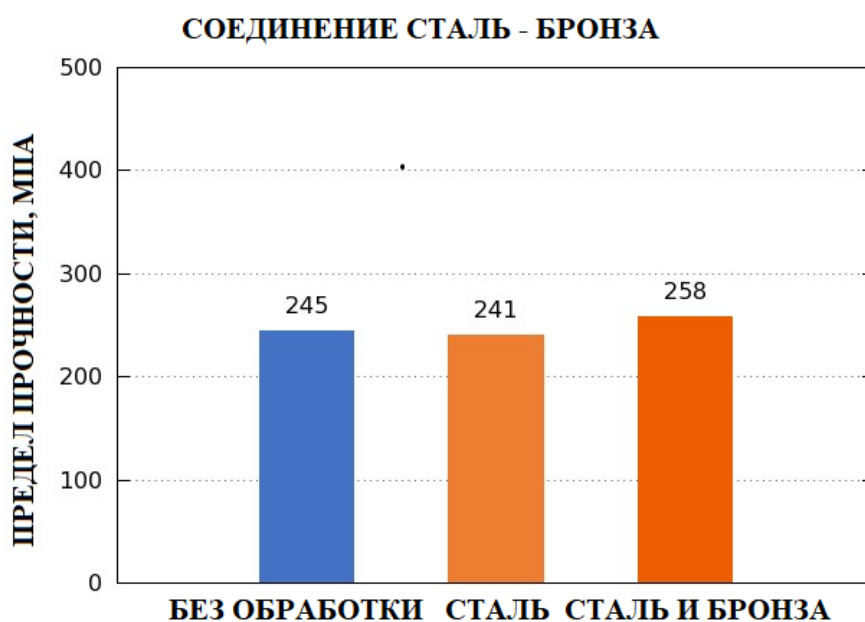


Рисунок 4.11 – Предел прочности сварных соединений сталь-бронза без лазерной термообработки и после неё.

#### 4.4 Влияние предварительной лазерной термообработки поверхностей заготовок на свойства сварного шва сталей 08X18H10T - 09X17H

Предназначенные для диффузионной сварки поверхности стальных заготовок 08X18H10T - 09X17H имели форму цилиндров диаметром 22 мм и длиной 15 мм. Также, как и в предыдущих случаях, их лазерная термообработка проводилась лазерным пучком с плотностью энергии в пятне на поверхности заготовки  $2 \text{ Дж/см}^2$ .

После обработки три группы заготовок 08X18H10T - 09X17H укладывались в тонкостенный контейнер по схеме, указанной на рисунке 4.12. Далее контейнер 4 закрывался крышкой 5. Окончательная заварка крышки к контейнеру осуществлялась электронным лучом в вакууме.

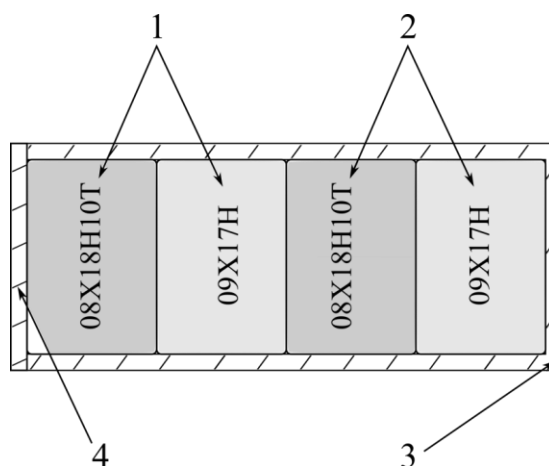


Рисунок 4.12 – Схема укладки образцов из стали 08X18H10T и 09X17H в контейнер для диффузионной сварки: 1 - сборка 08X18H10T – 09X17H с поверхностями, обработанные соответственно по режиму 1; 2 - контрольная сборка 08X18H10T – 09X17H (без лазерной обработки); 3 - тонкостенный контейнер; 4 - крышка контейнера.

После проверки герметичности шва контейнер помещался в камеру для горячего изостатического прессования. Стальные заготовки сваривались по торцевой поверхности. Сварка всех трех групп осуществлялась одновременно и при одинаковых условиях. Камера заполнялась аргоном под давлением

160 МПа при температуре 1160 °С. Время сварки составляло 3 часа.

Результаты испытаний сварных соединений приведены в виде ступенчатых графиков на рисунке 4.13. Как следует из рисунка, за счет лазерной термообработки поверхностей предел прочности сварного соединения увеличился с 416 МПа до 474 МПа - на 14 %.

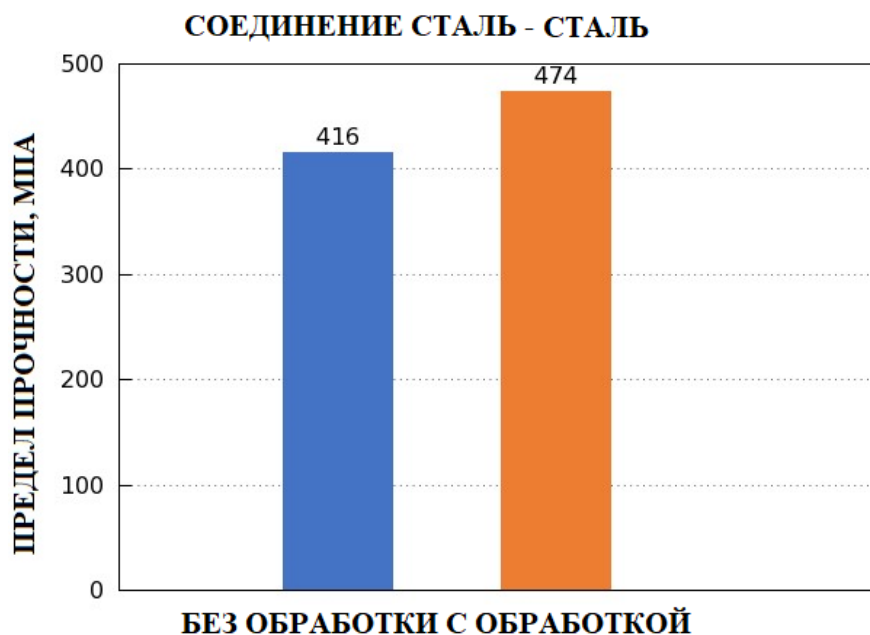


Рисунок 4.13 – Предел прочности сварных соединений сталь 08X18H10T – сталь 09X17H без лазерной термообработки и после неё.

#### 4.5 Обсуждение экспериментальных результатов

В работе была проведена предварительная лазерная термообработка поверхностей ряда сталей (08X18H10T, 09X17H, 12X18H10T), и сплавов (никелевого сплава ЧС57 и бронзы Cu-Cr) с последующей диффузионной сваркой в условиях горячего изостатического прессования. С одной стороны, это позволило повысить механические свойства сварного соединения: увеличить предел прочности и относительное удлинение. С другой стороны, лазерная термообработка позволила улучшить производительность процесса горячего изостатического прессования, а именно уменьшить температуру и время сварки. Рассмотрим возможные причины, способные приводить к данным улучшениям, более детально.

Для защиты от окисления поверхности все подготовленные к исследованиям заготовки как обработанные механически, так и обработанные лазерным излучением, до помещения их в сварочный контейнер хранились в сосуде, заполненном бензином. Очевидно, в обоих случаях обработки происходила очистка исходных поверхностей от примесей и загрязнений. Поэтому фактор очистки поверхности должен был одинаково сказываться на процессе сварки как для обработанных, так и для необработанных образцов.

Ранее в работе [1] использовалось лазерное нанесение периодических поверхностных структур с заданными параметрами геометрии. Образованный таким способом упорядоченный волнообразный рельеф позволял увеличить эффективную площадь поверхности соединения, а также повысить конструктивную прочность и надежность сварного соединения. В условиях эксперимента, описанного выше, созданные при лазерном облучении структуры располагались на поверхности заготовок достаточно хаотично. Это препятствовало контакту через боковые стенки и не способствовало увеличению площади контакта свариваемых деталей, как в случае [1].

Наиболее вероятной причиной улучшения свойств сварного соединения являлось появление низкотемпературной сверхпластичности в результате предварительной лазерной обработки поверхностей заготовок. Сверхпластичность - свойство некоторых металлов и сплавов, обладающих мелкозернистой структурой, в определенном диапазоне температур сильно деформироваться (степень деформации до 1000 % и более) без разрушения или трещинообразования под действием относительно малых нагрузок.

На возможность снижения температуры появления эффекта сверхпластичности было указано в статье [20], описывающей возможность снижения на 200 °С нижней температуры проявления сверхпластичности для алюминиевого сплава. Явление сверхпластичности сплава при пониженной температуре, вызванное уменьшением размера зерен, было названо авторами «низкотемпературной сверхпластичностью».

Впоследствии была показана возможность появления низкотемпературной сверхпластичности и для жаропрочных сплавов. Эти сплавы играют важнейшую роль в авиационной и космической технике, как материал деталей газовых реактивных двигателей, в том числе турбин. Жаропрочные сплавы при нормальной температуре обычно очень твердые и хрупкие, их механическая обработка оказывается очень сложной и дорогой. Как показано в работе [118] никелевый жаропрочный сплав Инконель 718 со средним размером зерен 6 мкм, проявляет эффект СП при 980 °С, а уменьшение среднего размера зерен до 0,3 мкм позволяет демонстрировать сверхпластические свойства этого сплава уже при 650 °С [23].

Металлы и сплавы с низкотемпературной сверхпластичностью характеризуются сверхмелким зерном с диаметром порядка 1 мкм и менее. Улучшение параметров сварного шва в результате наноструктурирования поверхности заготовок для титановых сплавов ВТ6 и ВТ14 были отмечены в работе [119]. Имеется немало экспериментальных и теоретических работ, показывающих, что зернограничная диффузия может на порядки превышать значения в объеме зерен [30, 120-121]. Создание поверхностных наноструктур может улучшить качество соединения как за счет большей плотности границ зерен, обеспечивающих более активную диффузию в материале, так и в результате облегченной пластической деформации ультрамелкозернистого материала. Помимо формирования структур в абляционном режиме интересным с точки зрения пластической деформации может оказаться режим допороговой лазерной обработки поверхности как бескислородной меди, так и бронзового сплава [122, 123].

Улучшение качества сварного шва (увеличение предела прочности и относительного удлинения) соединений из стали и сплавов, вероятно, вызвано уменьшением среднего размера зерен, сформировавшихся в процессе предварительной лазерной термообработки. Из-за малой глубины проникновения лазерного излучения происходит нагрев тонкого приповерхностного слоя с последующим быстрым отводом тепла. Высокая

скорость охлаждения приводит к образованию поверхностных наноструктур с характерным размером менее 100 нм [124], что существенным образом влияет на кинетику формирования твердофазного соединения, ускоряя захлопывание микропор [125, 126]. Это улучшает механические свойства сварного шва и позволяет уменьшить температуру процесса сварки.

Второй причиной улучшения механических свойств сварного соединения может являться более равномерное распределение степени деформации в соединениях с предварительной лазерной термообработкой поверхности, приводящее к более эффективному диффузионному захлопыванию пор в зоне соединения. Исследование равномерности соединения образцов титанового сплава и нержавеющей стали, полученного сваркой давлением, проведено в работах [31, 127], в которых была показана возможность делокализации деформации за счет изменения топографии поверхности прослойки.

В нашем случае лазерная обработка свариваемых поверхностей приводит к появлению наноструктур, способствующих более равномерному распределению степени деформации в области шва сварного соединения.

Таким образом, в данной главе представлены результаты проведения предварительной лазерной термообработки поверхностей ряда металлов (сталей ЧС57, 08Х18Н10Т, 09Х17Н, 12Х18Н10Т и бронзы БрХ) с последующей диффузионной сваркой в условиях ГИП.

Для соединения ЧС57 – ЧС57 наблюдалось увеличение предела прочности на 12 % и относительного удлинения на 21 % у деталей с лазерной обработкой при температуре диффузионной сварки 1160 °С. При температуре в 1000 °С увеличение предела прочности после обработки лазерным пучком с плотностью энергии 2 Дж/см<sup>2</sup> составило 29 %, а относительного удлинения 160 %. Причем при плотности энергии 3 Дж/см<sup>2</sup> наблюдалось заметное уменьшение рассматриваемых параметров соединения. Для соединения Бронза – Сталь предел прочности незначительно увеличился на 5 % – с 245 МПа до 258 МПа при температуре диффузионной сварки 1160 °С. Для

соединения 08X18H10T – 09X17H предел прочности увеличился на 14 % - с 416 МПа до 474 МПа.

Как видно из приведенных результатов, предварительная обработка свариваемых поверхностей сканирующим пучком наносекундных лазерных импульсов ведет к улучшению свойств сварного шва: увеличению предела прочности более чем на 10 %, а относительного удлинения - более чем на 20 % для определенных соединений материалов. Также предварительная лазерная обработка позволяет улучшить производительность процесса сварки, в частности, снизить температуру и уменьшить время сварки.

## **ГЛАВА 5. ВЛИЯНИЕ ЛАЗЕРНОЙ ПЕРФОРАЦИИ ЭЛЕМЕНТОВ ДИФфуЗИОННО-СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ «КЕРАМИКА-МЕДЬ-КЕРАМИКА» НА ЕГО МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

В предыдущей главе было экспериментально показано, что повышение качества соединения при диффузионной сварке разнородных металлов возможно за счёт формирования на свариваемых поверхностях микронных и субмикронных поверхностных структур посредством лазерного облучения [1, 128]. Лазерная термообработка также находит применение в случае диффузионно-сварного соединения деталей из керамики или труднодеформируемых металлов. При этом применяется метод, когда в зону контакта помещают тонкую металлическую прокладку. Основными недостатками использования сплошных прокладок являются неравномерность деформации и образование застойных зон [32, 129], из-за чего процессы соединения деталей приходится проводить при повышенных значениях давления и температуры, а также может наблюдаться неполное формирование физического контакта.

Решение проблемы неравномерности деформации и устранение застойных зон возможно за счёт лазерного микроструктурирования поверхности элементов металлокерамического соединения [130]. В частности, нанесение на металлическую прослойку микроотверстий [43, 131] позволяет активизировать физико-химические процессы взаимодействия между материалами соединения за счёт более интенсивной пластической деформации металла прокладки, снижает сварочные давления и повышает скорость формирования физического контакта [32, 129] по сравнению с применением сплошных прокладок.

Недостатками использования механической технологии сверления прокладок являются продолжительное время сверления и быстрый износ сверла малого диаметра, а в случае перфорирования прокладок с помощью игольчатых пресс-форм, возможны трудности изготовления таких пресс-форм, имеющих высокую плотность расположения игловок. В отличие от них



лазерная технология сверления микроотверстий дает возможность точного позиционирования каждого отверстия с высокой плотностью перфорации и обладает достаточно высокой производительностью. К тому же она применима для модификации поверхности самих керамических заготовок.

Рассмотрим вопрос о выборе наиболее подходящего лазерного источника для перфорации металлических прокладок [43, 95, 131-133].

Предложенная в работе [32] теоретическая модель трансформации перфорированной прокладки при диффузионной сварке материалов показывает необходимость уменьшения диаметра просверливаемых в металлической прокладке отверстий. Основные параметры, используемые в модели, указаны на рисунке 5.1:  $r$  – радиус перфорированных отверстий,  $r_n$  – радиус нейтральной поверхности,  $S$  – расстояние между центрами отверстий [32].

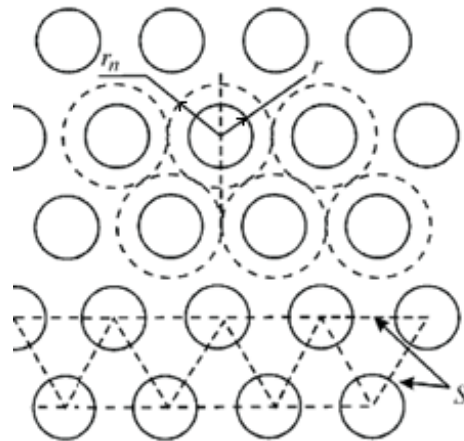


Рисунок 5.1 – Схема расположения перфорационных отверстий в прокладке для модели трансформации с указанием характерных размеров

Основное уравнение модели для радиуса перфорационных отверстий ( $r_t$ ), который изменяется в процессе сварки, имеет вид:

$$r_t = \sqrt{\frac{r_n^2 \cdot \varepsilon_t - r_0^2}{\varepsilon_t - 1}}, \quad (5.1)$$

где  $r_0$  – начальный радиус отверстия до диффузионной сварки,  $\varepsilon_t$  – степень деформации металлической прокладки. Из него следует, что величина

деформации и коэффициент перфорации  $K_{p0}$  (отношение площади отверстий к площади обрабатываемого материала) зависят от начального радиуса следующим образом [32]:

$$\varepsilon_{tr} = \frac{r_0^2}{r_n^2}, \quad K_{p0} = \frac{\pi}{2\sqrt{3}} \left( \frac{r_0}{r_n} \right)^2 \quad (5.2)$$

Из уравнений (5.2) видно, что степень деформации и коэффициент перфорации определяется радиусом отверстия, то есть чем он меньше, тем меньше деформация самой прокладки. Также нетрудно заметить, что для трансформации перфорированной прокладки в сплошную в процессе сварки требуется, чтобы накопленная деформация превышала начальный коэффициент перфорации в  $\approx 1,1$  раза ( $2\sqrt{3}/\pi$ ). То есть, чем меньше коэффициент перфорации, тем меньше необходимо приложить усилий для деформации прокладки во время сварки.

При лазерном сверлении диаметр отверстия будет зависеть от размера сфокусированного пятна, который в свою очередь определяется известной формулой для дифракционного предела лазерных лучей в дальнем поле:

$$d - \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \alpha} = 0, \quad (5.3)$$

где  $\lambda$  – длина волны лазерного излучения,  $n$  – показатель преломления окружающей среды,  $\alpha$  – угол расхождения лазерного луча,  $d$  – минимальный диаметр лазерного пятна. Из уравнения (5.3) следует, что для получения малого диаметра лазерного пятна целесообразно использовать наиболее короткие длины волн, лежащие в области УФ и ВУФ излучений. При этом, чем короче длительность импульсов излучения, тем более высокое качество отверстий достигается при лазерной обработке поверхностей [43, 92, 95]. С учетом этого целесообразно использовать твердотельные лазеры, генерирующие УФ излучение в наносекундном диапазоне длительностей, что позволяет помимо металлов обрабатывать и керамику [39, 71, 133]. Они являются достаточно мощными, эффективными и обладают высоким ресурсом работы и выпускаются серийно.

## 5.1 Экспериментальная установка и подготовка материалов для лазерной термообработки

В качестве основного источника лазерного излучения для создания микроотверстий в настоящей работе был использован наносекундный Nd:YAG лазер, работающий на третьей гармонике с длиной волны излучения 355 нм, в составе экспериментальной установки, схема которой показана на рисунке 5.2.

От Nd:YAG лазера 1 часть лазерного излучения проходила через открытый затвор 2 и полупрозрачной пластинкой 3 направлялась на приемник излучения NOVA II (Ophir Optics Inc., USA) 4. Приемник излучения 4 позволял контролировать число импульсов лазерного излучения, фокусируясь линзой 5 на плоскости обрабатываемой медной фольги 6. За обрабатываемой фольгой был установлен приемник излучения (PESOSH\_V2) 7 для регистрации лазерного излучения после образования отверстия. Обрабатываемый материал помещался на трехкоординатный столик 8, управляемый от контроллера 9. Программирование контроллера осуществляется с помощью компьютера 10.

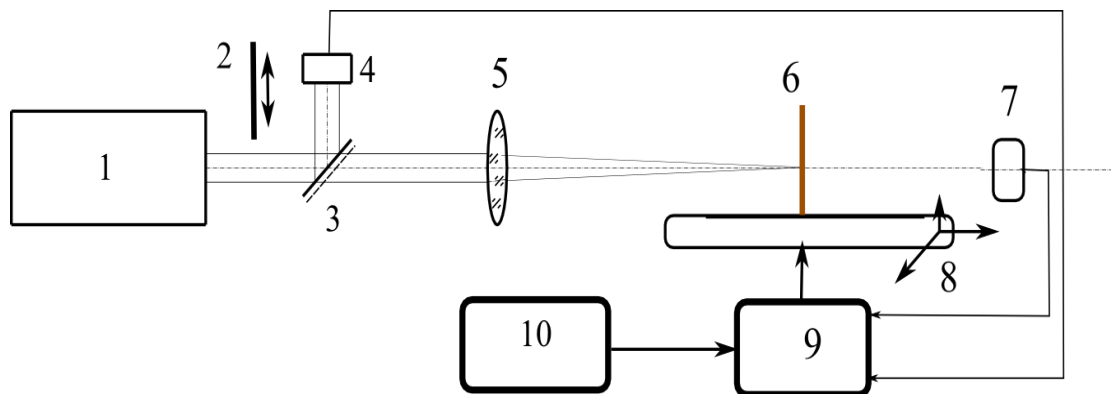


Рисунок 5.2 – Схема установки для лазерного сверления отверстий. 1 – рабочий лазер, 2 – затвор, 3 – полупрозрачная пластина, 4 – приемник излучения, 5 – линза, 6 – обрабатываемая фольга, 7 – приемник излучения, 8 – трехкоординатный столик, 9 – контроллер, 10 – компьютер.

Фотография металлической прокладки на трехкоординатном столике представлена на рисунке 5.3. Трехкоординатный столик перемещал требуемый участок фольги в зону лазерного пучка и останавливался. Выбранный участок обрабатывался заданное время при определенной частоте лазерными импульсами. Для получения отверстий в фольге толщиной 100 мкм требовалось порядка 200 лазерных импульсов. При появлении сигнала с приемника 7 образец перемещался на новый участок фольги.

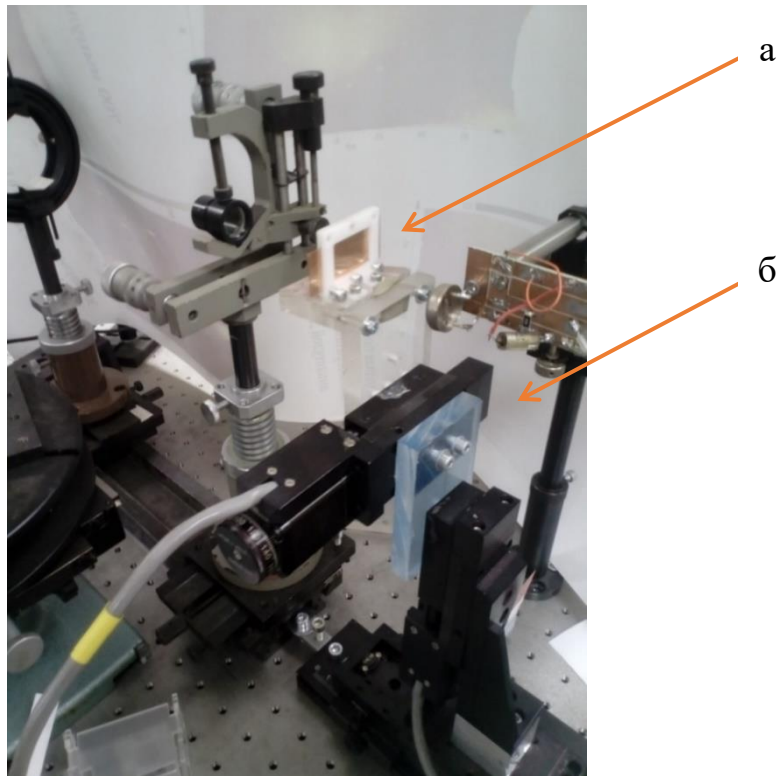


Рисунок 5.3 – Фотография обрабатываемой медной фольги (а), закрепленной на трехкоординатном столике (б).

Лазерный луч перемещался относительно образца по траектории "змейка" (рис. 5.4), останавливаясь в зонах сверления отверстий. Размер общей обрабатываемой области определялся размером свариваемых заготовок (диаметром около 15 мм). Расстояние между отверстиями  $h$  можно регулировать, тем самым определяя коэффициент перфорации металлической прокладки. Фотография медной фольги, которая была обработана по описанной методике, представлена на рисунке 5.5.

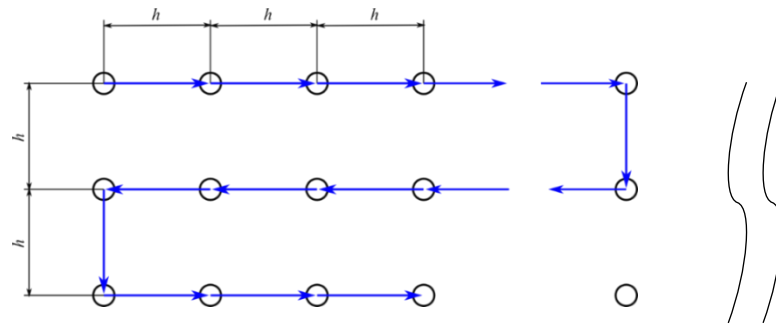


Рисунок 5.4 – Схема расположения отверстий в медной фольге и траектория перемещения лазерного пучка (показана синими стрелками).

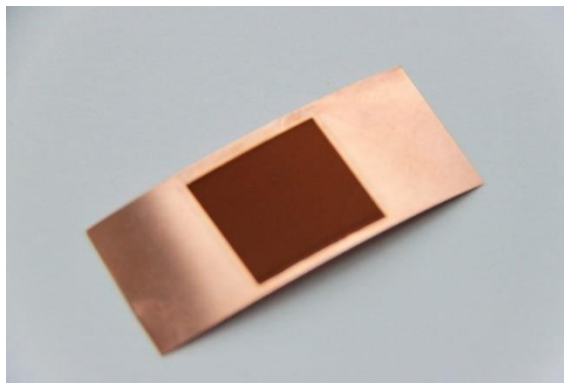


Рисунок 5.5 – Фотография медной фольги с областью микроотверстий, просверленных лазерным излучением

Для экспериментов были использованы прокладки, изготовленные из медной фольги марки М1 толщиной 100 мкм. В качестве керамического материала использовались образцы из нитрида кремния цилиндрической формы высотой 10 мм и диаметром 15 мм с отшлифованными торцевыми поверхностями.

Были исследованы три группы сварного соединения. В первой группе сварной прокладкой служила медная фольга без перфорирования. Во второй группе применялась фольга, микроструктурирование которой производилось с помощью излучения Nd:YAG лазера с длиной волны 355 нм (выходная энергия 5 мДж, длительность импульсов 10 нс и частота следования импульсов 100 Гц). Были получены отверстия диаметром около 30 мкм с расстоянием между отверстиями в 125 мкм. В третьей группе также

использовалась медная фольга с микроотверстиями, но дополнительно, на свариваемых керамических поверхностях лазером по прямоугольной сетке 8 мм x 8 мм и с шагом 1 мм создавались углубления диаметром 0,1 мм и глубиной 2 мм.

Топография обработанной поверхности медной фольги, измеренная на профилометре ZYGO NewView, показана на рисунке 5.6. Общий вид пятен показан на рисунке 6.6а.

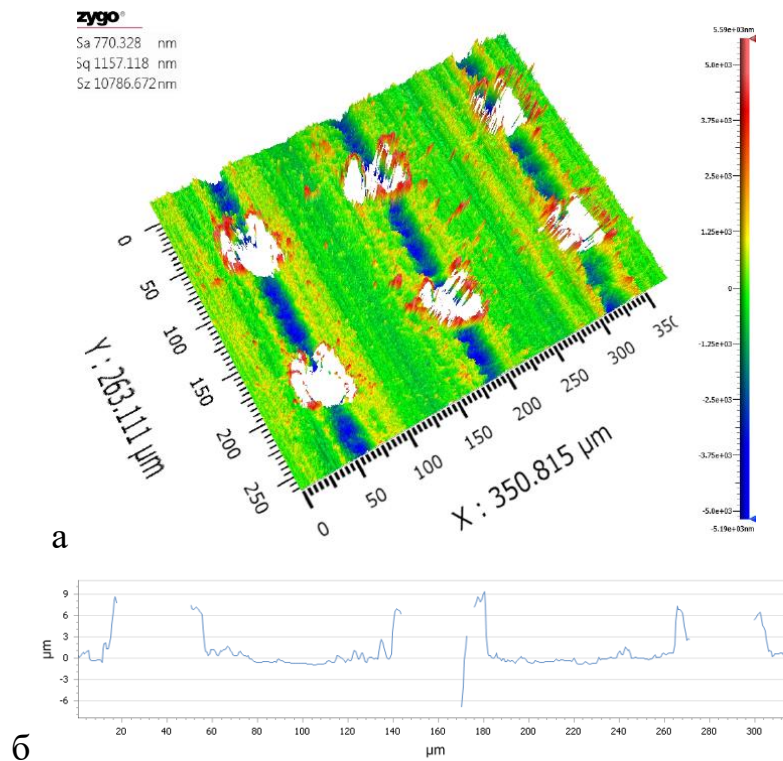


Рисунок 5.6 – Данные обработанной поверхности с входной стороны с профилометра Zygo NewView, полученные через объектив с увеличением 20X. а) трехмерное изображение; б) профиль по секущей (белая прямая).

Для определения характерных размеров лазерной обработки медной фольги был построен профиль по секущей прямой (см. рисунок 5.6б). Как видно, со стороны входа лазерного луча диаметр отверстия лежит в диапазоне от 30 до 40 мкм. Среднее расстояние между отверстиями составляет 125 мкм. Высота брустверов, связанных с наплавлением материала, в среднем достигала 10 мкм по высоте.

## 5.2 Подготовка установки для диффузионной сварки керамических деталей с использованием медной прокладки

Диффузионная сварка исследуемых образцов осуществлялись на серийной установке промышленного назначения МДВ-301 94 (ООО «ЭЛМИКС», РФ). Схема установки для диффузионной сварки показана на рисунке 6.7. Сварочная камера установки в форме прямоугольного параллелепипеда имеет объем приблизительно  $60 \text{ дм}^3$ ; предельно достижимая степень разрежения атмосферы в ней порядка  $10^{-3} \text{ Па}$ . В конструкцию установки входит пневмоцилиндр, развивающий усилия до  $5500 \text{ кН}$ .

С учетом поставленных в работе задач и геометрии образцов была спроектирована и изготовлена сборочно-сварочная и нагревательная оснастка. В вакуумную камеру установки было вмонтировано разработанное приспособление, обеспечивающее правильную сборку опытных образцов, регулировку их положения (высоты) в камере, а также сварку (рис. 5.7).

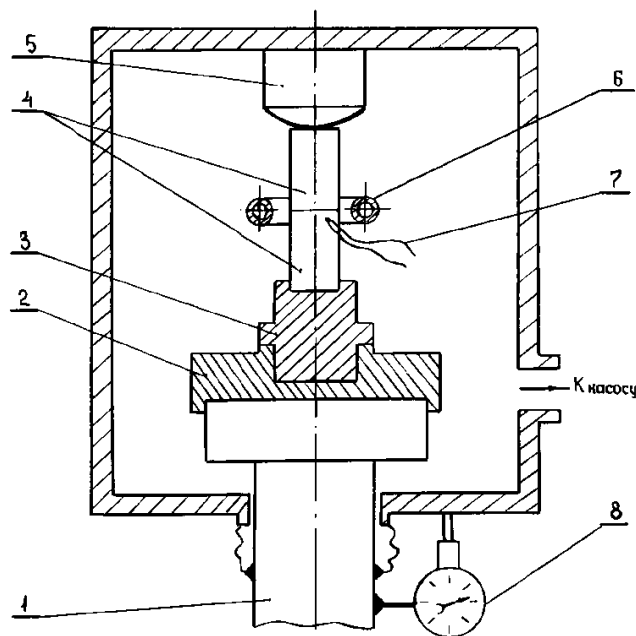


Рисунок 5.7 – Схема установки для диффузионной сварки: 1, 5 – нижний (подвижный) и верхний штоки вакуумной камеры, соответственно; 2 – центрирующий фланец; 3 – вкладыш (сменный); 4 – свариваемые керамические образцы; 6 – индуктор; 7 – термопара; 8 – индикатор.

Приспособление состоит из двух основных деталей: центрирующего фланца 2, установленного на нижнем подвижном штоке 1 вакуумной камеры, и вставленного в него вкладыша 3. Вкладыш 3 являлся сменным, благодаря чему в данном приспособлении можно было закреплять образцы различного диаметра, а также регулировать по высоте положение стыка свариваемых образцов 4 относительно индуктора 6.

Нагрев свариваемых деталей производился токами высокой частоты (ТВЧ), вырабатываемыми входящим в комплект установки генератором типа ЛЗ – 67В (мощность 60 кВт; частота 66 кГц). Это обстоятельство потребовало изготовления соответствующих нагревательных устройств – индукторов.

Форма и размеры индукторов были выбраны с учетом геометрии экспериментальных образцов и особенностей нагрева ТВЧ. Индуктор устанавливался непосредственно в зоне керамического образца, и между индуктором и керамическим образцом размещался специальный экран из графита и молибдена. При включенном генераторе ТВЧ специальный экран нагревался до высоких температур, и являлся источником нагрева для свариваемых керамических образцов.

Также в состав сварочного комплекса входила аппаратура контроля и управления основными параметрами процесса сварки. Контроль термического цикла сварки производился с помощью хромель-алюмелевой термопары и потенциометра типа КСП-4. Спай термопары зачеканивался в предварительно просверленное в керамическом образце отверстие на глубину 1,5...2,0 мм на расстоянии примерно 1 мм от плоскости стыка. Технические возможности потенциометра КСП-4 позволяли помимо выполнения контрольной функции поддерживать температуру сварки на заданном уровне.

Измерение степени разрежения атмосферы в камере осуществлялось с помощью вакуумных манометрических преобразователей типа ПМТ-2 и ПМИ-2 и вакуумметра ВИТ-2П. Для обеспечения контроля величины осевой деформации образцов (осадка соединения) в процессе сварки в конструкцию установки вводился индикатор 8-часового типа (рис. 5.7).



Сварка проводилась в вакууме при остаточном давлении около  $10^{-2}$  мм ртутного столба. Температура сварки варьировалась в диапазоне от 900 °С до 1030 °С, давление сжатия – от 8 до 20 МПа. Время сварки составляло 20 минут. При использовании перфорированных прокладок время выдержки под давлением сокращалось до 15 минут.

После сварки образцы подвергались механическим испытаниям на трехточечный изгиб. Устройство состояло из двух опор, соединяющей их перемычки и двух узлов – цангового зажима и удлинителя для закрепления испытываемого сварного образца. Также измерялись величины сдвиговых деформаций, и определялся характер их распределения в сплошной и перфорированной прокладках.

### **5.3 Исследование механических свойств соединений «керамика-медь-керамика» при лазерной обработке поверхностей заготовок**

Для сравнения прочностных характеристик и деформационной способности сварных соединений проводились экспериментальные исследования следующих групп соединений керамика-медная прокладка-керамика: со сплошными медными прокладками - 1; с перфорированными медными прокладками - 2; с перфорированными медными прокладками и с углублениями на поверхности керамики - 3. Схематически три группы диффузионно-сварных соединений показаны на рисунке 5.8.

Результаты механических испытаний представлены на рисунке 5.9. Проведенные испытания показали, что при использовании сплошной прокладки и температуре сварки менее 950 °С прочность соединения крайне нестабильна и изменялась в широких пределах от 8 до 50 МПа. Причём увеличение времени сварки более 30 минут не приводило к улучшению механических свойств. Повышение температуры до 1000 – 1050 °С влекло за собой рост прочности соединения от 61 МПа (рис. 5.9а). При этом относительное удлинение  $\varepsilon$  (рис. 5.9б) составляло 19...30 %.

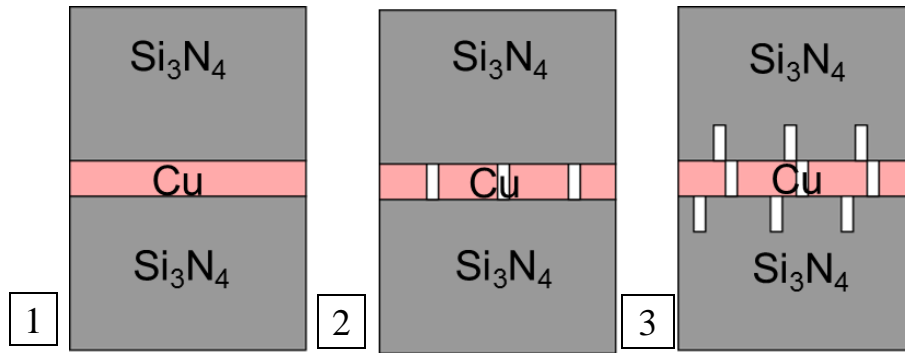


Рисунок 5.8 – Схемы диффузионно-сварных соединений типа керамика-медная прокладка-керамика: 1 – со сплошными медными прокладками; 2 – с перфорированными медными прокладками; 3 – с перфорированными медными прокладками и с углублениями на поверхности керамики.

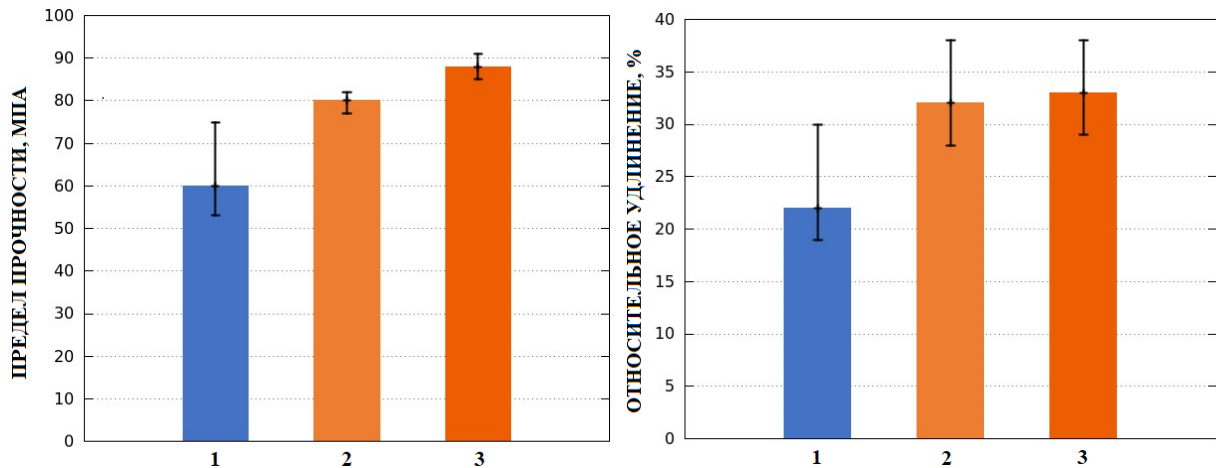


Рисунок 5.9 – Предел прочности (а) и относительное удлинение (б) сварных соединений керамических заготовок из Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> при использовании: 1 – сплошной медной прокладки, 2 – перфорированной медной прокладки; 3 – перфорированной медной прокладки с углублениями на контактных керамических поверхностях.

При использовании перфорированных прокладок прочностные характеристики составили 77-82 МПа. Дополнительное нанесение углублений на керамические поверхности дало увеличение прочности до 85-91 МПа. Относительное удлинение для второй и третьей групп образцов также увеличивалась до 32 % и 33 %, соответственно.

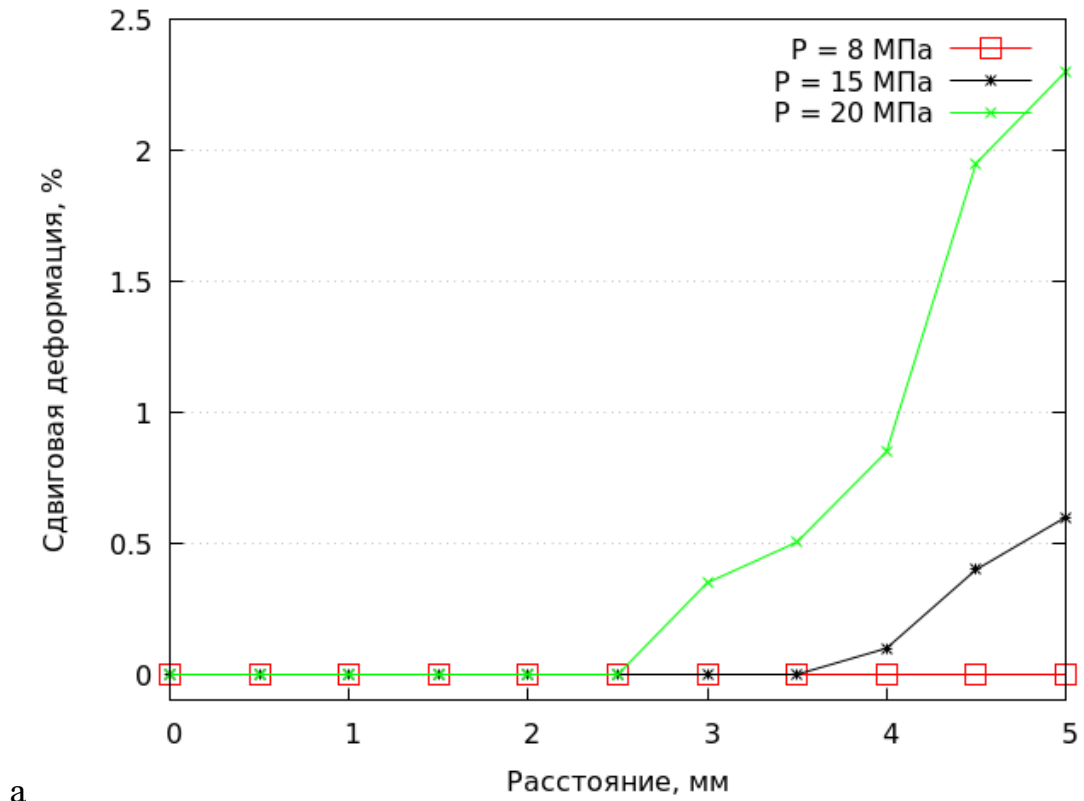
Таким образом, предварительная лазерная обработка фольги и керамических поверхностей соединения существенно улучшила механические свойства шва при диффузионной сварке.

Известно, что наиболее благоприятные условия для активации поверхностей деталей и их соединения образуются в зоне действия касательных напряжений и деформаций сдвига. Для оценки влияния деформаций на прочность и относительное удлинение сварных соединений были проведены измерения распределения деформаций в соединениях со сплошной медной прослойкой и прослойкой с перфорированными отверстиями с шагом 1,75 мм и радиусом 250 мкм. Результаты измерений представлены на рисунке 5.10.

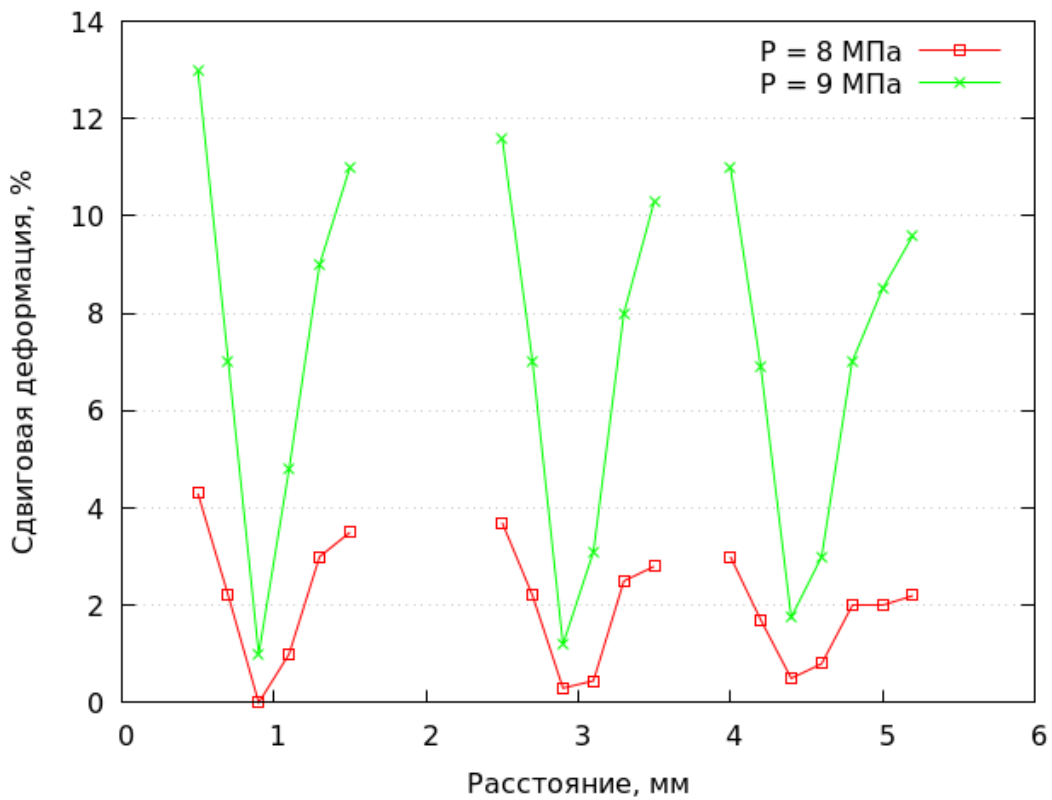
В случае сплошной прокладки (рис. 5.10а) при давлениях около 8 МПа сдвиговые деформации незначительны. С повышением давления сварного процесса до 15 - 20 МПа сдвиговые деформации растут, однако наблюдалась их локализация в относительно узкой краевой области. Расширить область деформаций можно было бы путем дальнейшего увеличения давления сварного процесса, но диапазон давлений ограничен прочностью керамики.

Зависимость распределения величины сдвиговых деформаций от расстояния до центра для соединения с перфорированной прокладкой приведена на рисунке 5.10б. В этом случае почти на порядок увеличивались абсолютные величины сдвиговых деформаций по сравнению со сплошными прослойками. Деформации уже не локализованы в краевой зоне, а распределены более равномерно по всей контактной поверхности и росли с повышением давления.

При использовании перфорированной прослойки стало возможным провести сварочный процесс при давлении значительно ниже предела прочности керамики.



а



б

Рисунок 5.10 – Зависимости распределения величины сдвиговых деформаций от расстояния до центра в сплошной (а) и в перфорированной (б) прокладке на расстоянии 10...20 мкм от поверхности контакта для различных значений давления сварки  $P$  при температуре  $T = 1030^\circ\text{C}$ .

На рисунке 5.11 для третьей группы сварного соединения керамических заготовок с лазерным перфорированием контактных поверхностей показана зависимость глубины заполнения каналов по радиусу от расстояния до центра заготовок. Видно, что при давлении сварки 10 МПа неполное заполнение каналов наблюдалось уже на расстояниях 2 мм от центра свариваемых заготовок. Увеличение же давления до 15 МПа приводило к полному заполнению каналов по всей контактной поверхности, что обусловило повышение прочности сварного соединения.

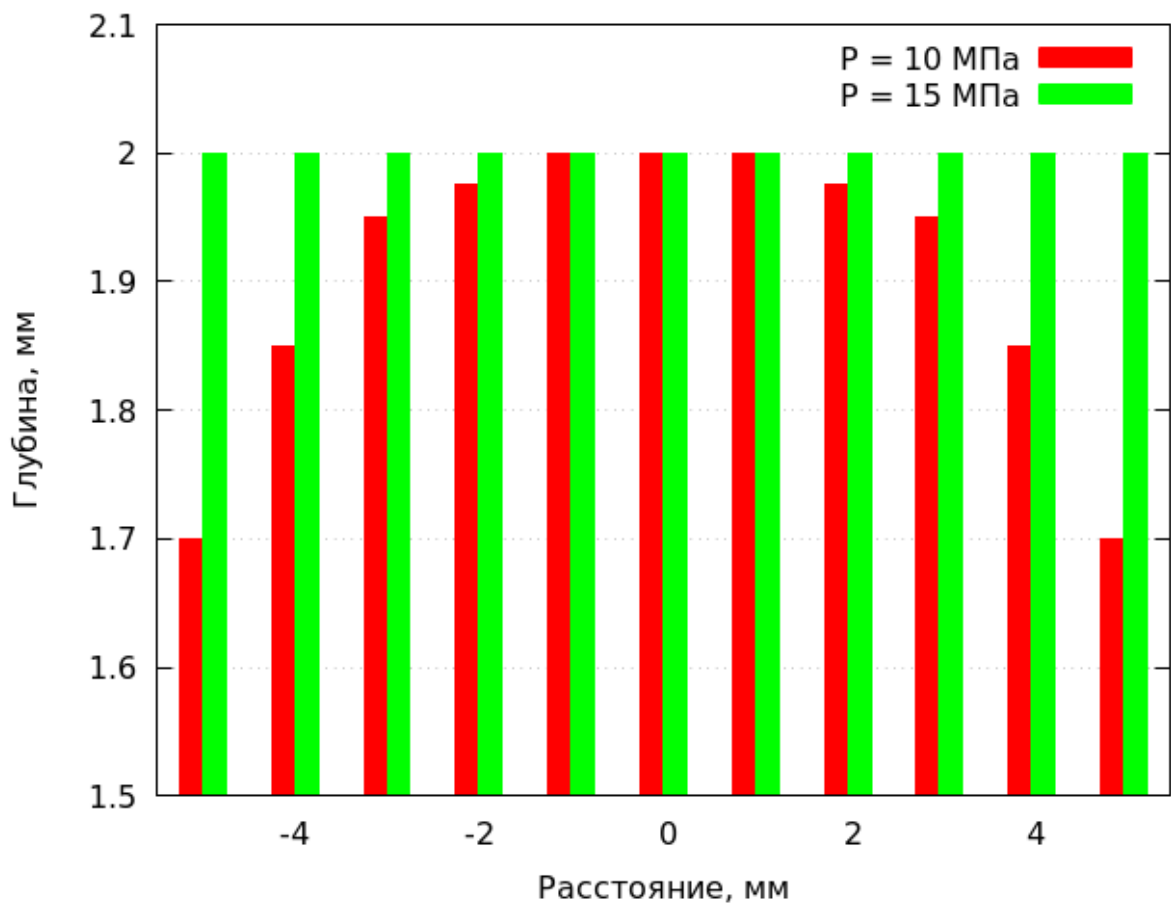


Рисунок 5.11 – Глубина заполнения перфорационных каналов по радиусу керамических заготовок.

Экспериментальные данные показывают улучшение механических свойств сварного соединения при использовании перфорированных прослоек по сравнению со сплошными. Это обусловлено изменением напряженно-деформированного состояния прокладки и прилегающей к ней области. На

характеристики сварного соединения разнородных материалов оказывают влияние остаточные напряжения рядом с границей «металл-керамика» в зоне соединения [134], а также изменение механических свойств керамики вблизи зоны соединения, в частности, появление микротрещин [135]. Поле остаточных напряжений в диффузионно-сварных соединениях разнородных материалов формировалось вследствие различия физико-механических характеристик, в особенности коэффициента термического расширения.

Величина и характер распределения остаточных напряжений зависят от геометрических факторов, типа соединения и параметров процесса сварки. При этом увеличение сварочного давления и времени воздействия на свариваемые материалы могут привести к нежелательным эффектам (образование микротрещин в керамическом материале), снижающим качество сварного соединения. Этим, в частности, объясняется отсутствие увеличения прочности соединения при увеличении времени процесса сварки до 30 минут и более.

Одним из факторов, снижающим прочность соединений со сплошными прослойками является неравномерное распределение напряжений в прослойке. В центральной части наблюдалась в основном нормальная составляющая напряжений, а необходимая для получения соединения при достаточно низких температурах и давлении тангенциальная составляющая увеличивалась с удалением от центра. Это подтверждено графиком, приведенным на рисунке 6.10а. На расстояниях до нескольких миллиметров от центра соединения сдвиговые деформации близки к нулю, обуславливая появление застойных зон.

Исследования влияния перфорированных прокладок на кинетику формирования физического контакта металл–керамика и прочностные характеристики полученных сварных соединений показали, что металл прокладки подвержен деформации по схеме «давление + сдвиг» и деформируется с высокой скоростью ( $3,5 \times 10^{-2}$  мин<sup>-1</sup>).

Такое воздействие обусловлено изменением напряжённо-

деформированного состояния перфорированной прокладки (по сравнению со сплошной) в процессе её деформации [13, 32, 128, 136]. В этом случае более значительные сдвиговые деформации возникают во всём объёме прокладки, и распределены более равномерно по контактной поверхности, чем в случае сплошной прокладки, где эти деформации развиты лишь в краевой области (рисунок 6.10).

Выбранные размеры и шаг отверстий обеспечили трансформацию перфорированной прокладки в процессе сварки в сплошную, что увеличило прочность сварного соединения вследствие снижения послесварочных остаточных напряжений и контактного упрочнения пластичной прокладки [32]. Кроме того, в условиях диффузионной сварки области неравномерных атом-вакансионных состояний являются источниками аномально интенсивных потоков вакансий и дислокаций, обуславливающих большие скорости массопереноса в материале и его высокую химическую активность. В данном случае это повышает химическую активность материала прокладки и его взаимодействие со свариваемым материалом. Данные факторы позволили повысить предел прочности шва на 30 % (рисунок 5.9) при использовании перфорированной прокладки.

Наблюдаемое на рисунке 5.9 увеличение предела прочности сварного соединения до 85...91 МПа при сочетании перфорированной металлической прокладки и углублений в керамических поверхностях также можно объяснить интенсификацией и улучшением равномерности деформационного процесса. При этом происходит аналогичная деформация металла прокладки в условиях «давление + сдвиг», которая может быть осуществлена не только благодаря наличию отверстий в деформируемой прокладке, но и за счет отверстий в другом соединяемом материале (керамике).

Еще одна причина повышения прочности, по-видимому, связана с появлением армированных каналов в керамике. Если в контактной поверхности керамики создать систему углублений, то при сварке металл прокладки начнёт затекать в эти отверстия вследствие развития деформаций.

Постепенно отверстия заполняются металлом, и приконтактная зона керамического материала будет представлять собой «композит» – «хрупкая матрица – пластичные волокна».

Таким образом в настоящей главе диссертации были получены следующие основные результаты:

Теоретически обоснована и экспериментально продемонстрирована перспективность использования наносекундных УФ лазеров в качестве высокоточного источника локального нагрева при нанесении перфорированных микроотверстий как в металлических прокладках, так и в поверхностях керамических заготовок для улучшения процесса диффузионной сварки керамических материалов с применением металлических прокладок.

Проведены экспериментальные исследования механических свойств следующих групп диффузионно-сварных соединений керамика-медь-керамика:

- 1. со сплошными медными прокладками;
- 2. с перфорированными медными прокладками;
- 3. с перфорированными медными прокладками и с перфорированными углублениями на поверхности керамики.

В ходе проведённых экспериментов было установлено, что использование перфорированных медных прокладок толщиной 100 мкм с микроотверстиями диаметром 30 мкм и периодом в 125 мкм, а также дополнительное нанесение лазером углублений на свариваемых поверхностях керамики  $\text{Si}_3\text{N}_4$  позволило:

- интенсифицировать пластическую деформацию материала перфорированной прокладки, что существенно повлияло на кинетику образования сварного соединения и сделало распределение деформации по поверхности соединения существенно более равномерным по сравнению со сплошной прослойкой;

- при использовании только перфорированных прокладок увеличить



предел прочности соединения до 77-82 МПа, а величину относительного удлинения до 28-38 % по сравнению с 53-75 МПа и 18-30 % для неперфорированных прокладок;

- в случае сочетания перфорированных прокладок с использованием перфорированных отверстий на контактных поверхностях керамики получить сварные соединения, имевшие прочность в среднем в 1,45 раза большую, чем соединения со сплошной прокладкой при одновременном увеличении средних значений относительного удлинения почти на 50 %;

- снизить основные параметры процесса сварки, при которых формируются высокопрочные соединения, а именно время, давление и температуру.

## ВЫВОДЫ

1. Разработаны научные основы метода лазерной обработки поверхности ряда коррозионностойких, в т.ч. жаропрочных сталей и сплавов, включая выбор лазерного источника и режимов лазерной термической обработки, обеспечивающих оптимальное качество поверхности перед проведением диффузионной сварки.

2. Экспериментально показано, что предварительная термическая обработка сканирующим пучком наносекундного лазера с длиной волны  $\lambda = 355$  нм при плотностях энергии излучения в диапазоне  $2 \div 3$  Дж/см<sup>2</sup> и скорости сканирования луча 1 мм/с поверхности образцов, изготовленных из жаропрочного сплава на никелевой основе ЧС 57, приводит к улучшению механических свойств сварных соединений: увеличению прочности на растяжение и деформации растяжения более чем на 10 и 20 %, соответственно, по сравнению с необработанными образцами – при оптимальной температуре (1160 °С) диффузионной сварки в условиях горячего изостатического прессования.

3. Установлено, что предварительная лазерная термическая обработка поверхности образцов, изготовленных из жаропрочного сплава на никелевой основе ЧС 57, при пониженной температуре сварки в 1000 °С приводит к увеличению прочности на растяжение до 30 % и деформации растяжения до 150 % по сравнению с необработанными образцами, что позволяет снизить температуру процесса горячего изостатического прессования на  $\approx 160$  °С при сохранении механических характеристик сварного соединения.

4. Впервые экспериментально обнаружены и исследованы не наблюдавшиеся ранее квазиупорядоченные структуры шарообразной формы диаметром  $\approx 500$  нм, расположенные на ножках высотой  $\approx 1$  мкм на поверхности Cu-Cr бронзы при её облучении сканирующим пучком Nd:YAG лазера с длиной волны излучения  $\lambda = 355$  нм в диапазонах плотностей энергии излучения  $0,1 \div 2$  Дж/см<sup>2</sup> и скоростей сканирования  $0,5 \div 1$  мм/с. Установлено, что при скорости сканирования луча 1 мм/с плотность распределения

шарообразных структур по поверхности составляет около 20 структур на 100 мкм<sup>2</sup>, а при скорости сканирования до 0,5 мм/с их количество на единицу поверхности увеличивается приблизительно в два раза.

5. Перфорация микроотверстий в металлических прокладках и термообработка поверхности керамических заготовок с применением наносекундного Nd:YаG лазера перед осуществлением диффузионной сварки позволили повысить прочность сварных соединений из керамики Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> с применением перфорированной лазером медной прокладки в 1,45 раза при одновременном увеличении значений относительного удлинения до 50 % по сравнению с применением сплошной прокладки.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Ёлкин В.Н., Гордо В.П., Мелюков В.В. Диффузионная сварка разнородных металлов в условиях горячего изостатического прессования. Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. 2013. Том 15. № 4, с. 68-72.
2. Майоров В.С. Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок. / Под ред. В.Я. Панченко. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009 – 664 с.
3. Макаров Г.Н. Применение лазеров в нанотехнологии: получение наночастиц и наноструктур методами лазерной абляции и лазерной нанолитографии. Успехи физических наук. 2013. Том 183. № 7. С. 673-718.
4. S.I. Mikolutskiy, R.R. Khasaya, Yu. V. Khomich, V.A. Yamshchikov. Formation of various types of nanostructures on germanium surface by nanosecond laser pulses. Journal of Physics: Conference Series. 2018. V. 987. P. 012007.
5. C. H. Crouch, J. E. Carey, J. M. Warrender, M. J. Aziz, E. Mazur. Comparison of structure and properties of femtosecond and nanosecond laser-structured silicon. Appl. Phys. Lett. 2004. V. 84. P. 1850-1852.
6. ГОСТ Р ИСО 857-1-2009. Сварка и родственные процессы. Словарь. Часть 1. Процессы сварки металлов. Термины и определения. Москва: Стандартинформ, 2010. 54 с.
7. Казаков Н. Ф. Диффузионная сварка материалов. М.: Машиностроение, 1976. 312 с.
8. Шоршоров М.Х. Фазовые превращения и изменения свойств стали при сварке. Атлас. Наука, 1972.
9. Красулин Ю.Л. Взаимодействие металла с полупроводником в твердой фазе. М.: «Наука», 1971. 119 с.
10. Каракозов Э.С. Соединение металлов в твердой фазе. М.: Metallurgy, 1976. 264 с.
11. Мусин Р.А. Диффузионная сварка жаропрочных сплавов / Р.А. Мусин, В.Н. Анциферов, В.Ф. Квасницкий – М.: Metallurgy, 1979. – 208 с.

12. Бачин В.А. Диффузионная сварка стекла и кремния с металлами. М.: Машиностроение, 1986, 184 с.
13. Люшинский А.В. Диффузионная сварка разнородных материалов М. : Издательский центр «Академия», 2006. 208 с.
14. Shirzadi A. A. Diffusion bonding. Web article, University of Cambridge, 2004.
15. Comley P.N. Lowering the heat-the development of reduced SPF temperature titanium alloys for aircraft production. Materials Science Forum, 2004, V. 447-448, P. 233 - 238.
16. Пешков В. В., Петренко В. Р., Булков А. Б., Балбеков Д. Н. Механизм образования физического контакта при диффузионной сварке // Вестник ВГТУ. 2011. №10.
17. Пешков В.В., Булков А.Б., Ларсов С.М. Влияние микроструктуры контактных поверхностей на образование соединения при диффузионной сварке титана // Вестник ВГТУ. 2017. №2.
18. Пешков В. В., Сафонов С. В., Булков А. Б., Стрыгин А. И., Балбеков Д. Н. Влияние микрогеометрии поверхности на кинетику развития контакта при высокотемпературной термомодеформационной обработке титана // Вестник ВГТУ. 2012. №4.
19. Li H., Li M.Q., Kang P.J. Void shrinking process and mechanisms of the diffusion bonded Ti-6Al-4V alloy with different surface roughness. Appl Phys A. 2016. V. 122, No. 18.
20. Валиев Р.З., Кайбышев О.А., Кузнецов Р.И., Мусалимов Р.Ш., Ценев Н.К. Низкотемпературная сверхпластичность металлических материалов. Доклады АН СССР, 1988, Т. 301, № 4, С. 864 - 866.
21. Астанин В.В. Получение металло-матричных композитов с применением эффекта сверхпластичности. Вестник УГАТУ. 2002. Вып. 2. С. 34 -43.
22. Salishchev G.A., Valiakhmetov O.R., Galejev R.M. Formation of submicrocrystalline structure in the titanium alloy VT8 and its influence on the mechanical properties. J. Mater. Sci. 1993. V. 28. P. 2898 - 2902.

23. Valitov V.A., Kaibyshev O.A., Mukhtarov Sh. Kh., Gajnutdinova N.R. Formation of micro-, submicro- and nanocrystalline structures in nickel-base alloys, in Proceedings of the First Joint International Conference “Recrystallisation and Grain Growth”, Springer-Verlag, 2001, P. 563 - 568.
24. Imayev R.M., Imayev V.M. Mechanical Behavior of TiAl Submicrocrystalline intermetallic compound at elevated temperature. *Scr. Met.*, 1991, V. 25, P. 2041 - 2046.
25. Kaibyshev O.A., Lutfullin R.Ya., Safiullin R.V., Fatkullin S.N. Problems and promises of integral technology based on the combination of superplastic forming and diffusion bonding (SPF/DB). *Materials Science Forum*. Vols. 170 – 172, Trans Tech Publications, Switzerland, 1994, P. 737 - 742.
26. Галимов А.К., Мухаметрахимов М.Х., Лутфуллин Р.Я., Тюрганов А.Г. Моделирование и сварка давлением титанового сплава ВТ6 в состоянии низкотемпературной сверхпластичности. *Технология машиностроения*. 2005. №2. С. 61 – 65.
27. Lutfullin R.Ya., Mukhametrakhimov M. Kh. Solid-phase joint formation in Ti-6Al-4V alloy under conditions of low temperature superplasticity. *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2010. V. 25. P. 142-147.
28. Лутфуллин Р.Я. Сверхпластичность и твердофазное соединение наноструктурированных материалов. Ч.I Влияние размера зерна на твердофазную свариваемость сверхпластичных сплавов / Письма о материалах. 2011. 1. С.88-91.
29. Кудрявцев Е.А., Лопатин Н.В., Салищев Г.А., Иванисенко Э.В., Жеребцов С.В., Сенкевич К.С. Влияние размера зерна на режимы диффузионной сварки наноструктурных листов из сплава ВТ6. *Научные ведомости. Серия: Математика. Физика*. 2012. № 17 (136). Вып. 28. С. 232-235.
30. М.Х. Мухаметрахимов. Сварка давлением наноструктурных листов из титанового сплава Ti-6Al-4V в условиях низкотемпературной сверхпластичности. *Письма о материалах*. 2013. Т. 3. № 4. С. 276-279.

31. Р. Г. Хазгалиев, М. Ф. Имаев, Р. Р. Мулюков, Ф. Ф. Сафин. Модифицирование поверхности прослойки никеля для делокализации деформации при сварке давлением образцов титанового сплава и нержавеющей стали. Письма о материалах. 2015. Т. 5. № 2. С.133-137.
32. Лямин Я.В. Модель трансформации перфорированной прокладки в сплошную при диффузионной сварке материалов. Вестник ПГТУ. Машиностроение, материаловедение. 2010. Т. 12. С. 25 - 31.
33. Zhang Y., Feng D., He Z.Y., Chen X.C. Progress in Joining Ceramics to Metals. Journal of Iron and Steel Research International. 2006. 13 (2). P.1-5.
34. Larker R., Wei L., Loberg B., Olsson M., Johansson S. AEM investigation of ceramic/incoloy 909 diffusional reactions after joining by HIP. Journal of Materials Science. 1994. V. 29. P. 4404-4414.
35. Zhai Y., Ren J.-L., Zhuang L.J. Diffusion bonding of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and steel 40Cr Using Interlayer Amorphous Alloy. Journal of Metal. 1995. 31(9). P. 423–427.
36. Chen, Z. & X., Gu, & F., Fang, & G., Li. Research on diffusion bonding of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> to Ni using non-active metal interlayer FeNi/Cu. Transactions of the China Welding Institution. 2001. V. 22(3). P. 25–28.
37. Travessa, D.N., Ferrante, M., & Ouden, G. Diffusion bonding of aluminium oxide to stainless steel using stress relief interlayers. Materials Science and Engineering A. 2002. V. 337. P. 287-296.
38. Wu G.Q., Huang Z. Superplastic forming/diffusion bonding of laser surface melted TiAl intermetallic alloy. Scripta Materialia. 2001. V. 45. P. 895-899.
39. Токарев В.Н., Хомич В.Ю., Шмаков В.А., Ямщиков В.А. Возможность прямого лазерного наноструктурирования поверхности без оплавления материала. Физика и химия обработки материалов. 2008. №4. С. 18-25.
40. Хомич В.Ю., Шмаков В.А. Механизмы и модели прямого лазерного наноструктурирования материалов. Успехи физических наук. 2015. Т.185. № 5. С. 489-499.
41. Tokarev V.N., Shmakov V.A., Yamschikov V.A., Khasaya R.R., Mikolutskiy S.I., Nebogatkin S.V., Khomich V.Yu. Review of methods of direct laser surface

nanostructuring of materials. Congress Proceedings 29th International Congress on Applications of Lasers and Electro-Optics, ICALEO 2010. Anaheim, CA, 2010. P. 1257-1265.

42. Tokarev V.N., Shmakov V.A., Yamschikov V.A., Khasaya R.R., Mikolutskiy S.I., Khomich V.Yu. Suppression of laser plasma melting side walls in laser drilling high aspect ratio microvias. Congress Proceedings 29th International Congress on Applications of Lasers and Electro-Optics, ICALEO 2010. Anaheim, CA, 2010. P. 966-975.

43. Tokarev V.N., Cheshev E.A., Bezotosnyi V.V., Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Vasil'eva N.V. Optimization of plasma effect in laser drilling of high aspect ratio microvias. Laser Physics. 2015. V. 25. P. 056003.

44. Nebogatkin S.V., Khomich V.Yu., Leonov D.I., Shmakov V.A., Tokarev V.N., Yamshchikov V.A. Formation of nanostructures on the surface of superhard materials by nanosecond radiation of F2-laser. 8th International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies - NN11 Abstract Book. 2011. C. 302.

45. Wan Y., Xiong D.S. The effect of laser surface texturing on frictional performance of face seal. J. Mater. Process. Technol. 2008, 197, 96–100.

46. Wu Z., Deng J.X., Chen Y., Xing Y.Q., Zhao J. Performance of the self-lubricating textured tools in dry cutting of Ti-6Al-4V. Int. J. Adv. Manu. Technol. 2012, № 62, P. 943–951.

47. Токарев В.Н., Хомич В.Ю., Шмаков В.А., Ямщиков В.А. Формирование наноструктур при лазерном плавлении поверхности твердых тел. Доклады Академии наук. 2008. Т. 419. № 6. С. 754-758.

48. Khasaya R.R., Khomich V.Yu., Shmakov V.A., Tokarev V.N., Yamshchikov V.A. Material surface nanostructuring by VUV and UV nanosecond laser irradiation. 8th International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies - NN11 Abstract Book. 2011. P. 20.

49. Mikolutskiy S.I., Khomich V.Yu., Shmakov V.A., Tokarev V.N., Yamshchikov V.A. Formation and growing of nanostructures on solid surface



melted by laser pulse. 8th International Conference on Nanosciences & Nanotechnologies - NN11 Abstract Book. 2011. P. 333.

50. Khasaya R.R., Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Nebogatkin S.V., Shmakov V.A., Tokarev V.N., Yamshchikov V.A. Direct laser surface nanostructuring without material melting. 3rd International Workshop on Laser-Matter Interaction 2012 Book of abstracts. 2012. P. 61.

51. Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Shmakov V.A., Urlichich Yu.M., Yamshchikov V.A. Nanostructure formation on solid surfaces melted by laser pulse. Advanced Laser Technologies 2012 edited by B. Neuenschwander, V. Romano, P. Cam, P. Schwaller, M. Schmid, S. Pilz, S. Pimenov. 2012. P. 179-180.

52. Миколуцкий С.И., Хомич В.Ю., Шмаков В.А. Формирование наноструктур на поверхности промышленных материалов под действием излучения ArF-лазера. Сборник трудов 23-й международной научной конференции Лазеры. Измерения. Информация: тезисы. под редакцией Привалова В.Е. 2013. С. 27.

53. Tokarev V.N., Shmakov V.A., Khasaya R.R., Yamshchikov V.A., Khomich V.Yu. Direct laser nanostructuring of the material surface by the 193 nm and 248 nm wavelength irradiation. Book of abstracts 7th International conference on Nanosciences & Nanotechnologies (NN10) 2010. P. 87.

54. Железнов Ю.А., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Хасая Р.Р., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А., Токарев В.Н. Экспериментальная установка для прямого лазерного микро- и наноструктурирования поверхности твердых тел. Успехи прикладной физики. 2014. Т. 2. № 3. С. 311-316.

55. Mikolutskiy S.I., Khomich V.Yu., Shmakov V.A., Yamshchikov V.A. Formation of micro-and nanostructures on solid surfaces by ArF-laser radiation. Book of abstracts: Advanced Laser Technologies, 2014 P. 27.

56. Корольков В.П., Ионин А.А., Кудряшов С.И., Селезнев Л.В., Синицын Д.В., Самсонов Р.В., Маслий А.И., Медведев А.Ж., Гольденберг Б.Г. Фемтосекундное лазерное наноструктурирование поверхности Ni/Cu-фольг. Квантовая электроника. 2011. Том 41(4). С. 387–392.

57. Макин В. С., Макин Р. С., Воробьев А. Я., Гуо Ч. Диссипативные наноструктуры и универсальность Фейгенбаума в неравновесной нелинейной системе металл – мощное поляризованное УКИ излучение. Письма в ЖТФ. 2008. Том 34. С. 55-64.
58. Голосов Е. В., Ионин А. А., Кудряшов С. И. и др. Фемтосекундная лазерная запись субволновых одномерных квазипериодических наноструктур на поверхности титана. Письма в ЖЭТФ. 2009. Том 90. С. 116-120.
59. Ахманов С.А., Емельянов В.И., Коротеев Н.И., Семиногов В.Н. Воздействие мощного лазерного излучения на поверхность полупроводников и металлов: нелинейно-оптические эффекты и нелинейно-оптическая диагностика. Успехи физических наук. 1985. Том 147. С. 675-745.
60. Minoshima K., Kowalevich A.M., Hartl I., Ippen E.P., Fujimoto J.G. Photonic device fabrication in glass by use of nonlinear materials processing with a femtosecond laser oscillator. Optics Letters. 2001. Vol. 26 (19). P. 1516-1518.
61. Sikorski Y., Said A.A., Bado P., Maynard R., Florea C., Winick K.A. Optical waveguide amplifier in Nd-doped glass written with near-IR femtosecond laser pulses. Electronics Letters. 2000. Vol. 36 (3). P. 226-227.
62. Deshpande D.C., Malshe A.P., Stach E.A., Radmilovic V., Alexander D., Doerr D. Investigation of femtosecond laser assisted nano and microscale modifications in lithium niobate. Journal of Applied Physics. 2005. Vol. 9. P. 074316-1 – 074316-9.
63. Заботнов С.В., Головань Л.А., Остапенко И.А., Рябчиков Ю.В., Червяков А.В., Тимошенко В.Ю., Кашкаров П.К., Яковлев В.В. Фемтосекундное наноструктурирование кремниевых поверхностей. Письма в ЖЭТФ. 2006. Том 83 (2). С. 76–79.
64. Хомич В.Ю., Шмаков В.А. Образование наноструктур на поверхности твердых тел при лазерном плавлении. Доклады Академии наук. 2011. Т. 438. № 4. С. 460-464.
65. Миколуцкий С.И., Хомич В.Ю., Шмаков В.А., Ямщиков В.А. Зарождение и рост наноструктур на поверхности твердого тела, оплавленного лазерным импульсом. Российские нанотехнологии. 2011. Т. 6. № 11-12. С. 65-69.

66. Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Shmakov V.A., Yamshchikov V.A. Model of nanostructure formation on solid surface melted by laser pulse. Proceedings of the International Conference "Nanomaterials: Applications and Properties" ed. by A. D. Pogrebnyak, A. Grigonis, T. V. Lyutyu. 2012. P. 159-162.
67. Khomich V.Yu., Mikolutskiy S.I., Shmakov V.A., Yamshchikov V.A. Formation of nanostructures on solid surface melted by laser pulse. New ideas for industry NANOFAIR 2012. 2012. P. 214.
68. Хомич В.Ю., Урличич Ю.М., Шмаков В.А., Токарев В.Н., Галстян А.М., Миколуцкий С.И., Ямщиков В.А. Формирование субмикронных структур на поверхности диоксида циркония при воздействии наносекундного лазерного излучения. Физика и химия обработки материалов. 2012. № 6. С. 15-19.
69. Mikolutskiy S.I., Khasaya R.R., Khomich Yu.V., Yamshchikov V.A. Formation of various types of nanostructures on germanium surface by nanosecond laser pulses. Applied Nanotechnology and Nanoscience International Conference Book of abstract. ANNIC, 2017. С. 47-48.
70. Mikolutskiy S.I., Khasaya R.R., Khomich Yu.V., Yamshchikov V.A., Zheleznov Yu.A. Growth and formation of nanostructures on metal surfaces under the action of nanosecond laser pulses. Abstracts book of 5th European Conference on Crystal Growth 2015. P. 313.
71. Ганин Д.В., Миколуцкий С.И., Токарев В.Н., Хомич В.Ю., Шмаков В.А., Ямщиков В.А. Образование микронных и субмикронных структур на поверхности диоксида циркония при наносекундном лазерном воздействии. Квантовая электроника. 2014. Т. 44. № 4. С. 317-321.
72. Миколуцкий С.И., Хомич В.Ю., Ямщиков В.А., Токарев В.Н., Шмаков В.А. Исследование процессов формирования наноструктур на поверхности материалов под действием излучения ArF-лазера. Успехи прикладной физики. 2013. Т. 1. № 5. С. 548-552.
73. Pedraza A.J., Fowlkes J., Lowndes D.H. Silicon microcolumn arrays grown by nanosecond pulsed-excimer laser irradiation. Applied Physics Letters. 1999. Vol. 74. P. 2322-2324.

74. Crouch C.H., Carey J.E., Warrender J.M., Aziz M.J., Mazur E., Genin F.Y. Comparison of structure and properties of femtosecond and nanosecond laser structured silicon. *Appl. Phys. Lett.* 2004. Vol. 84. P. 1850-1852.
75. Kumar P., Krishna M.G., Bhattacharya A. Excimer laser induced nanostructuring of silicon surfaces. *J Nanosci Nanotechnol.* 2009. Vol. 9(5). P. 3224-3232.
76. Medvid A., Onufrijevs P., Mozolevskis G., Dauksta E. Two-stage of nanocones formation by laser radiation on the surface of semiconductors. *Proceedings of NAP 2012.* Vol. 1. No 1. 01PCN44(3pp).
77. Yap S.S., Siew W.O., Ladam C., Dahl O., Reenaas T. W., Tou T. Y. Nanosecond laser ablation and deposition of Ge films. *Proc. SPIE. Nanostructured Thin Films III (August 23, 2010).* Vol. 7766. P. 776614.
78. Vadavalli S., Valligatla S., Neelamraju B., Dar M.H., Chiasera A., Ferrari M., Desai N.R. Optical properties of germanium nanoparticles synthesized by pulsed laser ablation in acetone. *Frontiers in Physics.* 2014. Vol. 2. Article 57.
79. Krishna H., Favazza C., Gangopadhyay A.K., Kalyanaraman R. Functional nanostructures through nanosecond laser dewetting of thin metal films. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society.* 2008. Vol. 60. No. 9. P. 37-42.
80. Luo F., Ong W., Guan Y., Li F., Sun S., Lim G.C., Hong M. Study of micro/nanostructures formed by a nanosecond laser in gaseous environments for stainless steel surface coloring. *Applied Surface Science.* 2015. Vol. 328. P. 405–409.
81. Pereira A., Cros A., Delaporte P., Georgiou S., Manousaki A., Marine W., Sentis M. Surface nanostructuring of metals by laser irradiation: effects of pulse duration, wavelength and gas atmosphere. *Appl. Phys. A.* 2004. Vol. 79. P. 1433–1437.
82. Guillemot F., Prima F., Tokarev V.N., Belin C., Porte-Durrieu M.C., Gloriant T., Baquey C., Lazare S. Single Pulse Krf Laser Ablation and Nanopatterning in Vacuum of  $\beta$ -Titanium Alloys Used in Biomedical Applications. *Appl. Phys. A.* 2004. Vol. 79. P. 811-813.

83. Лапшин К.Э., Обидин А.З., Токарев В.Н., Хомич В.Ю., Шмаков В.А., Ямщиков В.А. Формирование наноструктур на поверхности нитрида кремния под воздействием излучения F2-лазера. Физика и химия обработки материалов. 2008. № 1. С. 43-49.
84. Лапшин К.Э., Обидин А.З., Токарев В.Н., Хомич В.Ю., Шмаков В.А., Ямщиков В.А. Прямое лазерное наноструктурирование поверхности алмазных пленок и керамики нитрида кремния наносекундными импульсами излучения F2 –лазера. Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 11-12. С. 50-57.
85. Ёлкин В.Н., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Хасая Р.Р., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Влияние облучения наносекундными лазерными импульсами на структуру поверхности металлических сплавов. Физика и химия обработки материалов. 2016. № 6. С. 5-12.
86. Железнов Ю.А., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Хасая Р.Р., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Обработка поверхности титана наносекундным лазерным излучением. Письма о материалах. 2014. Т. 4. № 1 (13). С. 45-48.
87. Т.В. Малинский, С.И. Миколуцкий, В.Е. Рогалин, Ю.В. Хомич, В.А. Ямщиков, И.А. Каплунов, А.И. Иванова. Модификация поверхности кремния при воздействии излучения наносекундного ультрафиолетового лазера. Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. 2020. Вып. 12. С. 628-636.
88. Ю.А. Железнов, Т.В. Малинский, С.И. Миколуцкий, В.Е. Рогалин, Ю.В. Хомич, В.А. Ямщиков, И.А. Каплунов, А.И. Иванова. Модификация поверхности твердого сплава WC—3% Co мощными наносекундными ультрафиолетовыми лазерными импульсами. Деформация и разрушение материалов. 2020. № 11. С. 11-14.
89. Вейко В.П. Технологические лазеры и лазерное излучение. СПб: СПбГУ ИТМО, 2007. 52 с.
90. Шмаков В.А. Силовая оптика. М.: Наука, 2004. 318 с.

91. С.И. Миколуцкий. Исследование формирования микро- и наноструктур на поверхности твердых тел при облучении лазерными импульсами наносекундной длительности. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук. Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики. Санкт-Петербург, 2017. 132 с.
92. Basting D. Excimer Laser Technology. Guttngen: Lambda Physik AG, 2001. P. 292
93. Dyer P.E., Jenkins S.D., Sidhu J. Development and origin of conical structures on XeCl laser ablated polyimide. *Applied Physics Letters*. 1986. V. 49. P. 453.
94. Dyer P.E., Jenkins S.D., Sidhu J. Novel method for measuring excimer laser ablation thresholds of polymers. *Applied Physics Letters*. 1988. V. 52. P. 1880.
95. Токарев В.Н., Чешев Е.А., Малинский Т.В., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А., Железнов Ю.А., Безотосный В.В., Артемов В.Г. Подавление нежелательного эффекта плазменного плавления боковых стенок скважины при лазерном сверлении. *Успехи прикладной физики*. 2013. Т. 1. № 6. С. 686-691.
96. Kononenko, Taras & Konov, Vitalii & Garnov, Serge & Danielius, Romualdas & Piskarskas, Algis & Tamosauskas, Gintaras & Dausinger, F. Comparative study of the ablation of materials by femtosecond and pico- or nanosecond laser pulses. *Quantum Electronics*. 1999. V. 29. P. 724–728.
97. Chang, J.J., Warner, B., Dragon, E.P., & Martinez, M.W. Precision micromachining with pulsed green lasers. *Journal of Laser Applications*. 1998. Vol. 10. No. 6. P. 285–291.
98. A. Luft, U. Franz, L. Emsermann, J. Kaspar. A study of thermal and mechanical effects on materials induced by pulsed laser drilling. *Applied Physics A*. 1996. V. 63. No. 2. P. 93–101.
99. Каплунов И. А., Хомич Ю.В., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Рогалин В.Е., Ямщиков В.А., Иванова А.И. Воздействие мощного ультрафиолетового лазерного импульса на полированные металлы и

полупроводники // Тезисы докладов международной конференции ФизикаА. СПб 19–23 октября 2020 года, Санкт-Петербург 2020. С. 323-324.

100. Хомич Ю.В., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Рогалин В.Е., Ямщиков В.А., Каплунов И.А., Иванова А.И. Воздействие мощного ультрафиолетового импульса на карбид вольфрама (WC-3 % Co). Сб. научных трудов IX Международной конференции «Фотоника и информационная оптика», Москва, 2020. С. 499 – 500.

101. Ю.А. Железнов, Т.В. Малинский, С.И. Миколуцкий, В.Н. Токарев, Р.Р. Хасая, Ю.В. Хомич, В.А. Ямщиков. Экспериментальная установка по микро- и наноструктурированию поверхности твердых тел лазерным излучением. Прикладная физика. 2014. № 3. С. 83-87.

102. Хомич В.Ю., Железнов Ю.А., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Хасая Р.Р., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Разработка технологии лазерной обработки керамических покрытий и заготовок под сварку. Отчет о НИР № 472-16ро от 14.09.2016.

103. Хомич В.Ю., Железнов Ю.А., Мошкунов С.И., Ямщиков В.А., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Хасая Р.Р., Хомич Ю.В. Разработка технологии лазерной обработки поверхностей заготовок под сварку. Отчет о НИР № 13.007-000 от 06.10.2015.

104. S.I. Mikolutskiy, R.R. Khasaya, Yu. V. Khomich. Influence of nanosecond laser radiation on the surface structure of metals. Proceedings of the 14th Sino-Russia Symposium on Advanced Materials and Technologies. November, 2017. Beijing: Metallurgical Industry Press. P. 319–325.

105. Ю. А. Железнов, Т.В. Малинский, С.И. Миколуцкий, В.Е. Рогалин, Ю.В. С. А. Филин, Хомич, В.А. Ямщиков, И.А. Каплунов, А.И. Иванова. Деформационные процессы на поверхности никелевого сплава при воздействии наносекундными лазерными импульсами. Деформация и разрушение материалов. 2021. № 2. С. 15-20.

106. С.И. Миколуцкий, Ю.В. Хомич. Влияние лазерного УФ излучения наносекундной длительности на структуру и адгезионные свойства металлов и сплавов. *Физика металлов и металловедение*. 2021. Т. 122. №2. С. 159-165.
107. Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Рогалин В.Е., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А., Каплунов И.А., Иванова А.И., Умнов В.О. Модификация поверхности сплава Cu-Zr при воздействии мощного ультрафиолетового лазерного импульса. Сборник научных трудов «Лазеры в науке, технике, медицине». 2020. Т.31. С. 230-232.
108. Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Рогалин В.Е., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Субмикронные и микроструктуры, образующиеся на поверхности бронзы CuCrZr при обработке сканирующим лазерным пучком. *Материалы XXV межд. конф. Оптика и спектроскопия конденсированных сред*, г. Краснодар, 2019 г. С. 79 – 82.
109. Вашуков Ю.А., Демичев С.Ф., Еленев В.Д., Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Лазерная обработка поверхности металлических сплавов для диффузионной сварки // *Прикладная физика*. 2019. №1. С.82-87.
110. Huis in't Veld B., Groenendijk M., Fischer H. Initiation of femtosecond laser machined ripples in steel observed by scanning helium ion microscopy. *Journal of laser micro/nanoengineering*. 2010. Vol. 5(1). P. 28-34.
111. Елкин В.Н., Малинский Т.В., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Изменение топографии поверхности бронзы при облучении сканирующим импульсным наносекундным лазерным излучением. *Физика и химия обработки материалов*. 2019. № 1. С. 27-35.
112. V.Yu. Khomich, V.A. Yamshchikov, S.I. Mikolutskiy. Formation of surface micro and nanostructures when exposed to laser UV and VUV radiation of nanosecond duration. Chapter 5. *Advanced Materials. Proceedings of the International conference on Physics and Mechanics of New Materials and Their Applications (PHENMA 2019)*. P. 49-60.



113. S.I. Mikolutskiy, T.V. Malinskiy, Yu.V. Khomich, V.A. Yamshchikov. Surface treatment by nanosecond laser for diffusion welding. Book of abstracts of International Conference on Advanced Laser Technologies ALT'19, Prague, Czech Republic. 2019. P. 263.
114. ГОСТ 6996-66 ИСО 4136-89. Сварные соединения. Методы определения механических свойств. Москва: Стандартинформ, 2018. 67 с.
115. Yu.V. Khomich, V.A. Yamshchikov. The effect of preliminary laser surface treatment on the mechanical properties of a solid-phase compound of an iron-nickel alloy in diffusion welding. Chapter 6. Advanced Materials. Proceedings of the International conference on Physics and Mechanics of New Materials and Their Applications (PHENMA 2019). P. 61-71.
116. Yu.V. Khomich, V.A. Yamshchikov. The effect of preliminary laser surface treatment on the mechanical properties of a solid-phase compound of an iron-nickel alloy in diffusion welding. Book of abstracts of Physics and Mechanics of New Materials and Their Applications (PHENMA 2019). P. 160-161.
117. Khomich Yu. V., Malinskiy T. V., Rogalin V.E., Kaplunov I. A., Ivanova A. I. Features of microrelief formation during laser treatment of Cu-Cr-Zr alloy surface for diffusion welding. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 2020. V. 939. P. 012035.
118. Mahoney M.W. Superplastic properties of alloy 718. Superalloy 718, in Metallurgy and Applications. Ed. Loria E.A., TMS, 1989, P. 391-405.
119. Лутфуллин Р.Я., Мухаметрахимов М.Х., Валитов В.А., Мухтаров Ш.Х., Классман П.А. Наноструктурирование и твердофазная сварка труднообрабатываемых сплавов // Перспективные материалы. 2011. № 12. С. 295–300.
120. Мухаметрахимов М.Х. Влияние микроструктуры на ударную вязкость твердофазных соединений сварных образцов из титанового сплава ВТ6 // Письма о материалах. 2014. Т. 4. № 3. С. 195–198.
121. Хазгалиев Р.Г, Мухаметрахимов М.Х., Лутфуллин Р.Я. Деформация прослойки никеля в процессе соединения титанового сплава и нержавеющей

стали // Всероссийская научно-практическая конференция молодых ученых, аспирантов и студентов "Современные проблемы естествознания", Россия, Чебоксары. 2009. С. 230–233

122. T. V. Malinskiy, S. I. Mikolutskiy, V. E. Rogalin, Yu. V. Khomich, V. A. Yamshchikov, I. A. Kaplunov, and A. I. Ivanova Plastic Deformation of Copper under the Action of High-Power Nanosecond UV Laser Pulse. *Technical Physics Letters*. 2020. V. 46. No. 8. P. 831–834.

123. Малинский Т.В., Миколуцкий С.И., Рогалин В.Е., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Высокоэнергетическое воздействие ультрафиолетового лазера на полированную поверхность бескислородной меди // Тезисы докладов научно-практической конференции учёных России и Хорватии: Сборник – НИТУ «МИСиС», 2019, С. 171 -173.

124. Mikolutskiy S. I., Khomich V. Yu., Shmakov V. A., Yamshchikov V. A. Formation and growth of nanostructures on the surface of solids melted by laser pulses. *Nanotechnologies in Russia*. 2011. V. 6. P. 733-738.

125. Kaibyshev O.A., Lutfullin R.Ya., Berdin V.K. The effect of superplasticity and solid state weldability of the titanium alloy Ti-4,5Al-3Mo-1V. *Acta Metall. Mater.*, 1994, V. 42, No. 8, P. 2609-2615.

126. Мухаметрахимов М.Х. Твердофазная свариваемость листов титанового сплава ВТ6 при пониженной температуре // Письма о материалах. 2015. № 2 (5). С. 194–197.

127. Хазгалиев Р.Г., Мухаметрахимов М.Х. Твердофазное соединение титанового сплава с нержавеющей сталью через наноструктурированную прослойку из никелевого сплава // Перспективные материалы. 2011. № 12. С. 529–534.

128. Лямин Я.В., Мусин Р. Деформируемость перфорированных прокладок при диффузионной сварке // Сварочное производство. 1994. С. 24-26.

129. Бордаков П. Активация схватывания разнородных материалов при контактном взаимодействии в вакууме // Проблемы машиностроения и автоматизации. 1999. Т. 2. С. 65-69.

130. Железнов Ю.А., Малинский Т.В., Хомич Ю.В., Ямщиков В.А. Влияние сканирующего пучка наносекундных лазерных импульсов на микротопографию керамических покрытий  $Al_2O_3$ . Физика и химия обработки материалов. 2017. № 4. С. 31-36.
131. Yu. A. Vashukov, V. D. Elenov, Yu. A. Zheleznov, T. V. Malinskiy, S. I. Mikolutskiy, Yu. V. Khomich, V. A. Yamshchikov. Effect of laser perforation of elements of a diffusion-bonded ceramic–copper–ceramic joint on its mechanical properties. *Inorganic Materials*. 2021. Vol. 57. No. 2. P. 203–207.
132. Хомич В.Ю., Ямщиков В.А. Основы создания систем электроразрядного возбуждения мощных  $CO_2$ -,  $N_2$ - и  $F_2$ - лазеров. М: Физматлит, 2014. 168 с.
133. Zheleznov Yu.A., Malinskiy T.V., Khomich Yu.V., Yamshchikov V.A. The effect of a scanning nanosecond laser pulse beam on the microtopography of ceramic  $Al_2O_3$  coatings. *Inorganic Materials: Applied Research*. 2018. V. 9. No.3. P. 460-463.
134. He Y., Zhang J., Li X. Characterization of the  $Si_3N_4/Si_3N_4$  joints fabricated using particles modified braze // *Mater. Sci. Eng. A*. 2014. V. 616. P. 107-115.
135. Hattali M., Mesrati N., Tréheux D. Electric charge trapping, residual stresses and properties of ceramics after metal/ceramics bonding // *J. Eur. Ceram. Soc*. 2012. V. 32. P. 717 - 725.
136. Перевезенцев В.Н., Пупынин А.С., Свирина Ю.В. Анализ влияния пластической деформации на диффузионные свойства границ зерен // *ФММ*. 2005. Т.100. №1.С.17-23.