

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС»

На правах рукописи

Симонов Юрий Владимирович

**МЕХАНИЗМЫ И ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ
МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЁВ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ПРИ СЕЛЕКТИВНОЙ
ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ**

Специальность 05.16.09 – «Материаловедение» (металлургия)

Диссертация
на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, доцент,
профессор кафедры физики
Ушаков Иван Владимирович

Москва – 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ФОРМИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКОЙ	9
1.1. Современные технологии лазерной обработки металлов и металлических сплавов	9
1.2. Механические свойства аморфно-нанокристаллических металлических сплавов и специфика их обработки лазерным излучением	17
1.3. Особенности структурного строения титановых сплавов. Разновидности лазерной обработки конструкционных титановых сплавов	30
1.4. Цель и задачи исследования	41
ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ВЯЗКОСТИ МИКРОРАЗРУШЕНИЯ ТОНКИХ ОБРАЗЦОВ И ПОКРЫТИЙ	43
2.1. Актуальные проблемы корректного определения механических свойств твёрдых материалов	43
2.2. Используемые материалы и методика их подготовки	46
2.3. Методика механических испытаний тонких лент на подложках ...	48
2.4. Определение допустимых нагрузок на индентор и расстояний между соседними областями нагружения при использовании одинаковых нагрузок	52
2.5. Выявление минимально допустимого расстояния от физической границы образца до точек индентирования	65
2.6. Выводы по второй главе	74
ГЛАВА 3. МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЛАЗЕРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ	75
3.1. Перспективные методы формирования механических свойств поверхности металлических сплавов	75

3.2. Методика лазерной обработки титановых сплавов ВТ18у и ВТ9 ...	76
3.3. Обработка титановых сплавов лазерной плазмой при фокусировке импульсного излучения наносекундной длительности над поверхностью образца	80
3.4. Использование импульсов миллисекундной длительности при лазерной обработке титановых сплавов	82
3.5. Микротвёрдость поверхности титановых сплавов, обработанных наносекундными лазерными импульсами	85
3.6. Моделирование прогрева металлического сплава при воздействии импульсного лазерного излучения	91
3.7. Выводы по третьей главе	107
ГЛАВА 4. МЕТОДЫ СЕЛЕКТИВНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ	109
4.1. Параметры селективной лазерной обработки поверхностей титановых сплавов	110
4.2. Механические свойства поверхностных слоёв титанового сплава ВТ18у, сформированного с помощью лазерной обработки по АЛГ № 1 и АЛГ № 2	113
4.3. Закономерности изменения микротвёрдости HV лазернообработанных поверхностей сплава ВТ18у при увеличении нагрузки на индентор	116
4.4. Динамическое наноиндентирование поверхностного слоя титанового сплава ВТ9, подвергнутого селективной лазерной обработке	119
4.5. Определение нанотвёрдости и модуля Юнга необработанной и лазернообработанных поверхностей титанового сплава ВТ9 по методике Оливера-Фарра	122
4.6. Выводы по четвёртой главе	132
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ	134
ЛИТЕРАТУРА	136
ПРИЛОЖЕНИЯ	160

ВВЕДЕНИЕ

Существуют различные методы лазерной обработки металлических сплавов [1, 2]. Традиционные методы лазерной обработки связаны с лазерной закалкой, сваркой, резкой, аморфизацией, лазерным сверлением, лазерной наплавкой/напылением и пр. [3, 4]. Совершенствование методов лазерной обработки материалов обеспечивается развитием теоретических представлений о физике процессов, сопровождающих воздействие лазерного излучения на твёрдые материалы. Отдельно отметим значительный прогресс лазерной техники. Современные лазерные установки имеют высокий коэффициент полезного действия. Существует возможность управления длительностью импульса, его формой, частотой следования импульсов, распределением энергии в облучаемой области, прецизионную точность фокусирования импульсов и позиционирования обрабатываемого образца и пр. Это обеспечивает не только развитие «традиционных» методов лазерной обработки, но и появление новых подходов и технологий.

В последнее время разработаны новые методы лазерной обработки материалов и изготовления деталей заданной формы [2, 5]. К таким методам относятся лазерный пининг (peening), лазерные аддитивные технологии, селективная лазерная обработка и др. [6-9]. Лазерные аддитивные технологии позволяют формировать изделия сложной геометрической формы с достаточно высокими механическими свойствами. Лазерный пининг и селективная лазерная обработка нацелены на улучшение свойств готовых изделий.

Для тонких (~ 30 мкм) образцов аморфно-нанокристаллических металлических сплавов достаточно эффективной является селективная обработка серией наносекундных лазерных импульсов [10]. При селективной лазерной обработке происходит избирательное воздействие ударной волны и кратковременного прогрева на дефектные области нано- и микромасштабных размеров в материале. Такая обработка позволяет улучшить комплекс механических свойств аморфно-нанокристаллических материалов за счёт уменьшения вредного влияния концентраторов механических напряжений, микротрещин, пор и т. п. Благодаря переводу дефектных областей в неопасное

состояние удаётся одновременно повысить значения микротвёрдости наноструктурного материала на 15 – 20 % и коэффициента вязкости микроразрушения в ~ 1,5 раза. Отличительной особенностью селективной лазерной обработки является сохранение исходного наноструктурного состояния образца в целом [11, 12].

Вместе с тем подавляющую часть используемых в современной промышленности материалов составляют традиционные металлические сплавы с поликристаллической структурой. Это сплавы на основе железа, титана, алюминия, никеля и пр. Отметим, что свойства многих готовых изделий, во многом определяются свойствами тонкого поверхностного слоя. В ряде случаев улучшение физико-химических свойств поверхностного слоя способно обеспечить повышение эксплуатационных свойств изделия и его срока службы.

Научный и практический интерес представляет исследование возможностей формирования механических свойств поверхности и приповерхностных слоёв титановых сплавов с использованием таких режимов лазерной обработки, которые обеспечивают преимущественное воздействие на дефектные области и, в конечном итоге, способствуют повышению механических и эксплуатационных свойств изделий из этих сплавов [13-16]. Выбор титановых сплавов в качестве объектов исследования обоснован их эксплуатационными свойствами, жаропрочностью, коррозионной стойкостью, малым удельным весом. Ряд титановых сплавов имеет смешанную ($\alpha+\beta$)-структуру. Такая структура является «своеобразным аналогом» аморфно-нанокристаллической структуры образцов, на которых был апробирован метод селективной лазерной обработки [11, 12], очевидно с учётом существенно бóльших геометрических размеров кристаллитов. Это обеспечивает широкое использование этих сплавов в промышленности [17-19].

Разработка технологии селективной лазерной обработки сплавов титана, помимо практической значимости, позволяет уточнить физический процесс селективного воздействия лазерных импульсов на дефектную структуру, получить новые знания о механизмах взаимодействия теплового фронта, создаваемого лазерным излучением, с дефектами, что обуславливает актуальность исследования.

Научная новизна результатов исследования

1. Усовершенствован способ механических испытаний в центральных и граничных участках тонких твёрдых образцов, нанесённых на подложки, позволяющий определять оптимальные и допустимые режимы локального нагружения пирамидкой Виккерса при выявлении вязкости микроразрушения.

2. Разработана модель теплового воздействия лазерных наносекундных импульсов на системы наноразмерных пор, расположенных в приповерхностном слое металлического сплава.

3. Показана возможность использования селективной лазерной обработки, ранее апробированной на аморфно-нанокристаллических металлических сплавах, для титановых сплавов ВТ18у и ВТ9, с учётом коррекции режимов лазерного воздействия.

4. Установлены зависимости микро- и нанотвёрдости от нагрузки для поверхности титановых сплавов ВТ18у и ВТ9, подвергнутых обработке серией наносекундных лазерных импульсов.

5. Впервые показана возможность одновременного повышения стойкости к формированию трещин при локальном нагружении пирамидкой Виккерса, модуля Юнга, нанотвёрдости в 2-4 раза и микротвёрдости в 1,4 раза при селективной импульсной лазерной обработке поверхности титановых сплавов.

Практическая значимость работы

Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических пленок (патент № 2699945) может быть использован для механических испытаний центральных и граничных областей тонких образцов и покрытий. Разработанная программа для ЭВМ «MODEL_DISTRIBUTION_OF_VAC_AND_PORES» (номер государственной регистрации 2020611660) позволяет моделировать процесс формирования пор в приповерхностном слое материала.

Полученные результаты были использованы в Центральной лаборатории ПАО «Пигмент» (г. Тамбов, акт об использовании от 05.12.2018).

Экспериментально установленные режимы лазерной обработки позволяют одновременно повысить микротвёрдость и стойкость к формированию трещин при локальном нагружении поверхности титановых сплавов пирамидкой Виккерса.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Способ определения оптимальных и допустимых нагрузок и расстояний до границы тонкого твёрдого образца для обеспечения получения достоверных значений коэффициента вязкости микроразрушения.

2. Зависимости микротвёрдости и нанотвёрдости обработанных лазером участков титановых сплавов ВТ18у и ВТ9 от нагрузки на индентор.

3. Модель взаимодействия фронта лазерного прогрева в поверхностном слое металлического сплава с дефектными областями, образованными порами, позволяющая выявить условия селективности воздействия лазерных импульсов.

4. Методика упрочнения поверхности металлических сплавов на основе титана, не требующая защитной атмосферы и основанная только на использовании серии наносекундных лазерных импульсов и системы точного позиционирования излучения на обрабатываемую поверхность.

5. Параметры лазерной обработки титановых сплавов ВТ18у и ВТ9, обеспечивающие одновременное увеличение стойкости к растрескиванию при локальном нагружении пирамидкой Виккерса с усилием до 4,9 Н, значений микротвёрдости – в полтора раза и нанотвёрдости – в четыре раза.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием стандартных методик испытаний, соответствием полученных результатов современным теоретическим представлениям, подтверждением теоретических представлений экспериментальными результатами, независимой апробацией полученных результатов в заводской лаборатории и их использованием на производстве, апробацией результатов на научных конференциях.

Личный вклад автора. На всех этапах выполнения диссертационной работы автор принимал прямое участие в постановке задач исследования, в планировании и методическом обеспечении эксперимента, в проведении большинства экспериментальных измерений, в обсуждении полученных результатов и формулировании выводов. Вся экспериментальная работа и необходимые расчёты проводились соискателем лично или при его непосредственном участии.

Публикации. Основные результаты диссертации опубликованы в девятнадцати работах, в том числе в шести статьях в журналах из перечня, рекомендованного ВАК (индексируемых WoS, Scopus), в десяти тезисах и материалах докладов. Получены патент на изобретение № 2699945 на способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических плёнок и Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2020611660.

Апробация работы. Основные результаты исследования были представлены на научных конференциях: 2-я Всероссийская национальная науч. конф. студентов, аспирантов и молодых учёных «Молодёжь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований» (Комсомольск-на-Амуре, 2019 г.); XV Междунар. семинар МНТ-XV «Структурные основы модифицирования материалов» (Обнинск, 2019 г.); XV и XVI Российская ежегодная конф. молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (Москва, 2018, 2019 г.); 8-я Междунар. конф. «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва, 2019 г.); XXV Уральская школа металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Екатеринбург, 2020 г.); I Междунар. молодёжная науч. конф. «Новые материалы XXI века: разработка, диагностика, использование» (Москва, 2020 г.); XI научно-практический семинар «Актуальные проблемы физики конденсированных сред» (Екатеринбург, 2018 г.); научный семинар технологов-машиностроителей «Перспективные направления развития финишных и виброволновых технологий» (Ростов-на-Дону, 2021 г.).

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, четырёх глав, общих выводов, списка цитируемой литературы из 198 наименований и четырёх приложений. Работа изложена на 190 страницах машинописного текста, содержит 58 рисунков и 3 таблицы.

По итогам конкурса МЕТАЛ-ЭКСПО'2020 (Москва – 2020 г.) коллектив молодых учёных из трёх человек, в состав которого входил Симонов Ю.В., за работу, посвящённую селективной лазерной обработке металлических сплавов, занял призовое место, награждён дипломом и денежной премией.

ГЛАВА 1. ФОРМИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКОЙ

1.1. Современные технологии лазерной обработки металлов и металлических сплавов

С использованием лазерных установок можно получать излучение с различной длиной волны, плотностью мощности, длительностью импульсов, частотой следования импульсов и т. д. Воздействие лазерного излучения на поверхность материала нельзя свести к чисто тепловым эффектам [20]. Варьирование параметров лазерного излучения позволяет создавать различные физические условия на обрабатываемой поверхности твёрдых материалов.

Лазерные установки, предназначенные для обработки твёрдых материалов, позволяют создавать на облучаемых участках поверхности высокие плотности мощности, необходимые для быстрого нагрева, расплавления и/или испарения поверхностного слоя материала. Стремительное развитие лазерных технологий обусловлено широкими возможностями обработки металлов с использованием лазерного излучения, развитием лазерного оборудования и снижением его стоимости.

Лазерная обработка имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционными методами обработки: механической, термической, химической, плазменной, химико-термической и пр. Существует возможность локальной обработки отдельных участков поверхности образца. Можно реализовать высокие и сверхвысокие скорости нагрева и охлаждения. Это позволяет получать различную структуру и различные механические свойства поверхностного слоя материала [21-23].

Исследование специфики тепловых процессов, происходящих в материале в процессе лазерной обработки, требует учёта закономерностей взаимодействия лазерного излучения с поверхностным слоем обрабатываемого металлического сплава. Поглощение энергии поверхностью металлического сплава приближённо может быть описано следующим образом [10]:

$$q(x) = q_0(1 - R)\exp(-\int_0^x \alpha(\xi)d\xi), \quad (1.1)$$

где q_0 , q_x – плотности мощности потока излучения на поверхности и в глубинных слоях металлического сплава; x – глубина от поверхности; R и α – коэффициенты отражения и поглощения света. Для реальных материалов точный расчёт процесса прогрева поверхности лазерным излучением выполнить достаточно сложно, так как интенсивность поглощения лазерного излучения определяется коэффициентом поглощения, который зависит от материала, качества поверхности, температуры материала, длины волны излучения, угла падения излучения и пр. [3, 24, 25]. Расчёт специфики лазерного нагрева требует учёта увеличения поглотительной способности обрабатываемой поверхности при росте её температуры. Отметим также, что с ростом толщины оксидной плёнки коэффициент поглощения может увеличиться в несколько раз, что существенно в случае многократной обработки поверхности лазерным излучением. Варьируя шероховатость поверхности и её химический состав, можно существенно влиять на энергетическую эффективность технологии тепловой лазерной обработки.

Помимо нагрева в поверхностном слое материала инициируются ударные волны, на поверхность может воздействовать лазерная плазма. Соответственно разработаны различные методы лазерной обработки.

В ряде случаев требуется осуществить поверхностную обработку, используя существенно меньшие значения энергии и/или плотности мощности, чем для процессов сплавления, сварки и формирования отверстий (лазерной резки) [26-28]. Отметим, что при поверхностной обработке требуется нагрев лишь ограниченного по толщине поверхностного слоя [29, 30].

При осуществлении лазерной закалки поверхности массивного образца её нагревают с помощью кратковременных импульсов лазерного излучения. За время лазерного импульса малой длительности успевает прогреться только тонкий поверхностный слой металлического сплава. После окончания действия лазерного импульса облучённый участок охлаждается с высокой скоростью. Это

обеспечивается хорошей теплопроводностью массивного металлического образца, температура которого в целом существенно не повышается. В результате такого воздействия формируется закалённый поверхностный слой с высокой твёрдостью [23].

В случае лазерной закалки без оплавления существенное влияние на свойства материала оказывает стадия его нагрева. Это связано с тем, что в ходе последующего быстрого охлаждения возможна фиксация стадии превращений, формирующихся в результате нагрева. При традиционной термообработке используются диаграммы равновесных состояний для анализа фазовых превращений. В случае лазерной обработки, в зависимости от скорости нагрева, реализуется сдвиг критических точек превращения. Высокая скорость лазерного нагрева поверхности приводит к смещению температуры рекристаллизации поверхностного деформированного слоя металлического сплава. Режим лазерной обработки с оплавлением формирует финишную структуру поверхностного обработанного слоя на стадии охлаждения материала.

С помощью лазерного излучения, в случае отсутствия быстрого теплоотвода, можно осуществлять лазерный отжиг. Это можно реализовать при лазерном нагреве тонкого образца, когда его толщина соизмерима с размерами облучаемого участка. В основе лазерного отжига массивного образца лежит его длительный нагрев, что обеспечивает снятие остаточных напряжений [3, 23] и получение более равновесной структуры.

Скорость охлаждения лазерно-обработанной поверхности оказывает существенное влияние на структуру и свойства металлических сплавов. Как правило, увеличение скорости охлаждения приводит к уменьшению размера зёрен. Скорости роста кристаллитов и формирования зародышей, характеризующие процесс кристаллизации, зависят от температуры переохлаждения. Характер данной зависимости достаточно сложный. В случае медленного охлаждения скорость роста кристаллов и скорость образования зародышей кристаллизации невелики. Кристаллиты начинают формироваться по всему объёму расплавленного материала. Направления роста кристаллитов разные, что приводит к формированию больших зёрен.

При низких скоростях охлаждения различные участки кристаллитов имеют одинаковый химический состав, соответствующий исходному химическому составу сплава. В случае увеличения скорости охлаждения не успевают происходить диффузионное перераспределение элементов. Участки кристаллитов, сформировавшихся в начале процесса кристаллизации, насыщены тугоплавкими элементами. В свою очередь, области зёрен, образованные в конце кристаллизации, содержат много легкоплавких элементов. Если величина скорости охлаждения расплава превышает 10^6 К/с, то химические элементы не успевают перераспределиться в жидком состоянии. Зёрна становятся однороднее по химическому составу.

По мере роста скорости охлаждения разница между температурами кристаллизации и равновесного превращения на поверхности расплава становится менее выраженной. Особенно это характерно для сплавов, расположенных на подложке, для которых зона контакта с подложкой характеризуется наибольшим переохлаждением. Как следствие, на границе материала с подложкой, где скорости формирования кристаллитов и их роста максимальны, формируются столбчатые зёрна. В случае, если скорость охлаждения больше 10^6 К/с, формируется плоский фронт зёрен, а измельчение зёрен положительно влияет на многие свойства сплава. В частности, удаётся достичь хорошего сочетания прочности и пластичности. Изменения внутреннего строения зёрен, их размера и формы оказывают заметное влияние на однородное распределение химических элементов в кристаллизующемся сплаве [2, 3, 23, 31].

Лазерное напыление в вакууме осуществляется за счёт испарения материала в вакууме. При этом испаряемые частицы материала в газовой фазе конденсируются на поверхности обрабатываемого изделия или подложке. В результате это приводит к формированию напылённого слоя с новым химическим составом.

Лазерное излучение используется также и при создании упрочнённого поверхностного слоя с заданными характеристиками за счёт легирования и наплавки. Обрабатываемый участок образца нагревается выше температуры

плавления. Затем в зону облучения подаются легирующие компоненты. Варьируя количество и химический состав легирующего материала, можно получить поверхностный слой с заданным химическим составом и структурой [32-34].

При определённых условиях лазерная обработка инициирует оплавление поверхности материала, с помощью которого обычно улучшают качество поверхности. Сюда относится повышение твёрдости, изменение степени шероховатости, снижение удельного количества пор в некотором объёме и т. д. В зависимости от свойств исходного материала и применяемых параметров лазерного излучения регулируется толщина обработанного поверхностного слоя.

Стоит отметить, что при обеспечении сверхвысоких скоростей нагрева и охлаждения удаётся получать аморфизированную поверхность [23]. Получение аморфного состояния поверхностного слоя требует не только сверхбыстрого нагрева, но и сверхбыстрого охлаждения. Данные требования ограничивают толщину аморфизированного слоя до нескольких микрометров или десятков микрометров. В этой связи большие перспективы имеет лазерная аморфизация обычных промышленных сталей и чугунов с одновременным легированием поверхности для увеличения её склонности к аморфизации. На поверхность чугуна или стали наносится порошок бора или кремния, а затем поверхность оплавляют лазером. Режимы оплавления подбирают таким образом, чтобы после охлаждения состав сплава отличался наибольшей склонностью к аморфизации.

Достаточно распространённое применение в промышленном производстве находят перспективные технологии лазерной сварки металлических деталей. Лазерная сварка позволяет соединять образцы за счёт местного расплавления материалов с последующим застыванием (кристаллизацией) расплавленной зоны [27, 35]. Для сварки металлов используются твердотельные (в том числе волоконные) и газовые лазеры как периодического, так и непрерывного действия. Скорости лазерной сварки с непрерывным излучением в несколько раз превышают традиционные методы сварки плавлением: порядка 0,015–0,055 м/с и более. Это означает не только высокую производительность процесса, но и малые затраты энергии, что обуславливает экономическую

эффективность лазерной сварки. При лазерной сварке импульсным излучением скорость процесса значительно ниже, чем при сварке непрерывным излучением, и практически сопоставима со скоростями при традиционных методах сварки. В целом, лазерная сварка имеет множество преимуществ перед другими видами сварки. В первую очередь, это возможность сварки самого широкого спектра материалов: от высоколегированных, высокоуглеродистых сталей и сплавов цветных металлов до пластмасс, керамики, алмазов, стекла и разнородных соединений [27, 36, 37]. Кроме того, лазерная сварка позволяет осуществлять соединение свариваемых деталей в труднодоступных участках и при разных пространственных положениях лазерного пучка относительно поверхности деталей (диапазон углов наклона 15–30°). Обычно традиционные способы сварки не позволяют реализовать подобные вещи. Также отмечается высокое качество сварных соединений, в ряде случаев механические свойства швов оказываются соизмеримыми со свойствами основного материала. К тому же нагрев деталей и их деформации минимальны. Они примерно в 3–5 раз ниже, чем при дуговой сварке (это наиболее характерно для импульсно-периодических режимов). Экономия электроэнергии и присадочных материалов является немаловажным преимуществом технологий лазерной сварки.

Существенно, что свойства разных сплавов, подвергнутых лазерной обработке по схожим режимам, могут существенно отличаться друг от друга. При этом возможно как упрочнение, так и разупрочнение участков, обработанных лазером. Одной из возможных причин такого поведения ряда материалов после лазерной обработки является наличие или отсутствие остаточных напряжений в поверхностном слое.

В работе [38] исследуется качество композитного соединения Cu–Ni–Fe со сталью 65Г при сварке с применением оптоволоконного лазера. Эксперимент проводился на иттербиевом оптоволоконном лазере IPG модели YLR-1000. В качестве образцов использовались заготовки в виде дисков и алмазосодержащие сегменты. Сварка проводилась в защитной среде аргона. Установлено высокое качество лазерной сварки разнородных по теплофизическим свойствам

материалов при боковом смещении лазерного луча относительно свариваемого стыка. Показана возможность реализации процесса лазерной сварки неоднородных материалов. Прочностные свойства получаемого сварного соединения зависят от скорости сварки и величины бокового смещения лазера относительно свариваемого стыка.

Достаточно успешно процесс лазерной сварки реализуется на тонких деталях [39]. Использование традиционных способов сварки, таких как точечная, контактная, газвольфрамовая, электронно-лучевая и дуговая, не оправдано в авиационно-космической технике. Слабые и легко разрушаемые металлические швы, получаемые при традиционной сварке, требуют дополнительного укрепления наклёпом, что ведёт к снижению обтекаемости. В этих условиях применение лазерной сварки позволяет получить высококачественный прочный сварной шов. В работе [39] предложена методика подбора оптимального режима для лазерной сварки конструкций малой толщины. Так, сплав на никелевой основе сваривали с использованием импульсного твердотельного лазера с длиной волны излучения 1,06 мкм. Металлографический анализ и механические испытания образцов показали соответствие качества сварных швов тонких деталей авиационно-космической техники техническим требованиям.

Авторы работы [40] рассматривают влияние параметров излучения волоконного лазера малой мощности на лазерную сварку магниевых сплавов. Анализируются энергия импульса, угол облучения, типы защитной атмосферы и оказываемое ими влияние на проплавление и микроструктуру сварного шва. Авторы приходят к выводу, что низкая импульсная энергия даёт лучший результат при получении сварных швов. Увеличение угла между падающим излучением и зоной сварного стыка позволяет устранить дефекты наплавки в соединении.

Исследовано влияние параметров импульсной лазерной сварки и присадочного металла на микроструктуру и механические свойства нового термически обработанного сплава Al-4.7Mg-0.32Mn-0.21Sc-0.1Zr [41]. Определены оптимальные параметры импульсной лазерной сварки: форма лазерных импульсов; перекрытие импульсов (0,2–0,25 мм); длительность

импульсов (12 мс); скорость обработки (2 мм/с). Импульсная лазерная сварка без присадочного металла Al-5Mg и с ним приводила к формированию duplexных (столбчатых и мелкозернистых) литейных структур с дефектами в зоне сварного шва: трещинами и порами. Применение присадочного металла Al-5Ti-1V для сварки способствует образованию мелкой зернистой структуры со средним размером зерна $4\pm 0,2$ мкм без дефектов в сварном шве. Средняя концентрация элементов в сварном шве составляет: Mg – 2,8 %; Mn – 0,2 %; Zr – 0,1 %; Sc – 0,15 %; Ti – 2,1 %. Предел прочности на разрыв сварного сплава с AlTiV составил 260 МПа, что совпадает с пределом прочности основного металла в литом состоянии. После отжига при температуре 643 К в течение 6 часов предел прочности на разрыв увеличивается на 60 МПа [41].

Аддитивные лазерные технологии являются быстроразвивающейся отраслью промышленного производства и основаны на поэтапном процессе изготовления деталей со сложной геометрической формой [5, 9, 42-44]. Существующие в настоящее время установки для аддитивных технологий имеют небольшой объём рабочей камеры, что ограничивает размеры производимых заготовок. При выпуске заготовок больших размеров, ввиду долгого времени выращивания, внутри деталей могут накапливаться значительные термические напряжения. Это может привести к деформации выращиваемой заготовки или её разрушению при последующей технологической и механической обработке. Поэтому более рационально с использованием технологий аддитивного производства получать тонкостенные и сложно конфигурированные изделия. Таким образом, можно производить фрагменты одного изделия с последующей сваркой или пайкой их между собой.

Один из процессов аддитивного производства – селективное лазерное спекание, основанное на процессе плавления и спекания материала в порошковой среде. Процесс селективного лазерного спекания позволяет изготавливать детали без использования штампов или инструментов. Возможность вторичной переработки, то есть повторного использования порошка, является важным преимуществом, так как приводит к минимальным

потерям материала. Порошки могут использоваться от 12 до 14 раз без значительных изменений свойств, что свидетельствует об экологической безопасности данного процесса.

Аддитивное производство сплава марки 2124 Al–Cu методом селективного лазерного спекания рассматривается в работе [45]. Целью данного исследования было выявление влияния параметров лазерной обработки на уплотнение, микроструктуру и механические свойства сплава. Сплавы Al–Cu используются в гражданском самолетостроении, но имеют ряд недостатков, что существенно ограничивает сферу их возможного применения. Оптимизация параметров селективного лазерного спекания позволяет улучшить эксплуатационные свойства данных сплавов. Установлено, что лазерная обработка излучением с мощностью 150 Вт и скоростью сканирования 0,1 м/с позволяет достичь предела прочности 300,96 МПа. Однако низкое удлинение демонстрирует хрупкость материала, что связано с наличием пор и трещин. Использование специальных опор при создании детали уменьшает образование трещин, что приводит к получению образцов с более высокой плотностью и стабильными механическими свойствами.

Авторы работы [46] исследовали влияние искусственного старения на микроструктуру и механические свойства сплава Al-3.02Mg-0.2Sc-0.1Zr, полученного селективным лазерным плавлением. После старения отмечается рост твёрдости до 120 HV по сравнению со значением 85 HV для исходного образца. Удаётся получить максимальный предел прочности на разрыв в 400 МПа и предел текучести в 327 МПа. Пластичность сплава можно регулировать за счёт подбора параметров старения.

1.2. Механические свойства аморфно-нанокристаллических металлических сплавов и специфика их обработки лазерным излучением

Существующие аморфно-нанокристаллические металлические сплавы (АМНКРМС) характеризуются уникальным набором физико-механических свойств. Перспективность их исследования обусловлена тем, что для

традиционных материалов зачастую достаточно сложно достичь требуемого сочетания прочностных, химических и, например, магнитных свойств [47-49]. Большое применение в настоящее время находят сплавы на основе кобальта и железа с торговыми марками 82К3ХСР, 84КХСР, 86КГСР, Finemet, Vitroperm, Nanoperm и т. д. Они используются в качестве основных материалов силовой электроники: синфазных дросселях для электромагнитных фильтров, силовых трансформаторах, магнитных усилителях и т. д.

Представляют интерес АМНКРМС с термостабильной аморфной матрицей. Нанокристаллиты, формирующиеся в структуре сплава благодаря термообработке, могут изменять свои размеры в процессе кристаллизации [50]. При определённых условиях возможна рекристаллизация, при которой происходит перераспределение химических элементов в нанозёрнах. Условия термической обработки оказывают непосредственное влияние как на структуру получаемого материала, так и на его физические свойства. Структура АМНКРМС может характеризоваться термической стабильностью при наличии аморфных прослоек между границами нанозёрен [51, 52].

Одним из наиболее часто применяемых способов термической обработки многокомпонентных аморфных металлических сплавов является печной отжиг при постоянной температуре в течение определённого времени выдержки. При протекании процесса кристаллизации области, изначально занимаемые аморфной матрицей, насыщаются и металлами, и неметаллическими включениями (углерод, фосфор, кремний, бор). Трансформация структуры, обусловленная изменением состава образуемых кристаллов и уменьшением доли аморфной фазы, способствует изменению свойств материала [50, 52]. Таким образом, образование аморфно-нанокристаллической структуры связано с зарождением и появлением отдельных кристаллов в твёрдой фазе [50]. Типичная структура аморфно-нанокристаллических материалов такого рода показана на рисунке 1.1, а. Образующиеся кристаллиты отделены друг от друга аморфными прослойками (рисунок 1.1, б).

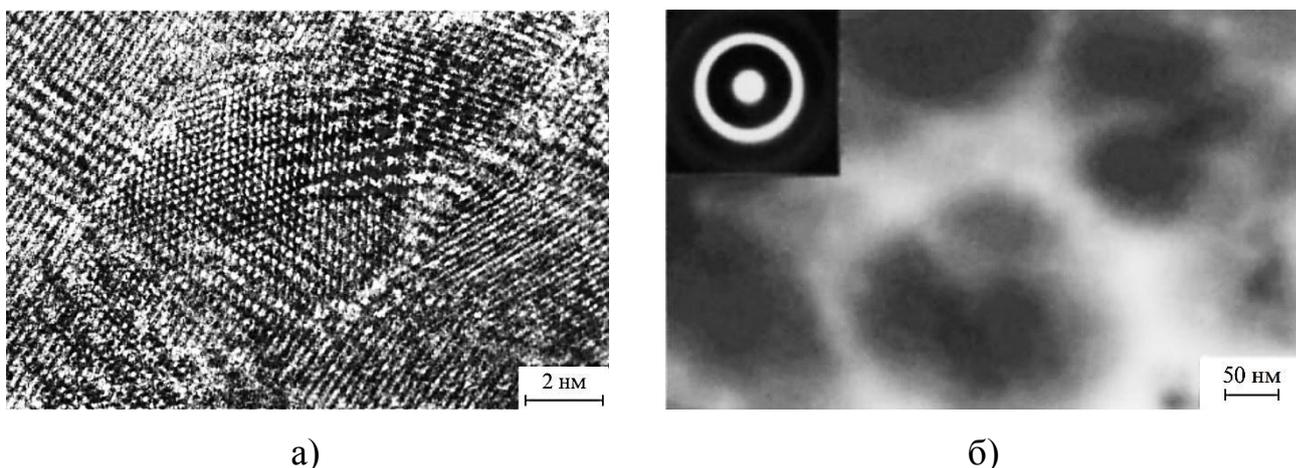


Рисунок 1.1 – Структура образца АМНКРМС $\text{Ni}_{70}\text{Mo}_{10}\text{P}_{20}$: а) кристаллы твёрдого раствора молибдена в никеле размером 20-30 нм; б) границы раздела между нанокристаллами при отжиге выше температуры стеклования 703 К

Выдержка в печи аморфного металлического сплава 82КЗХСР при температурах от 538 К до 1183 К приводит к его кристаллизации (рисунок 1.2). Рентгенограммы образцов, отожжённых в данном температурном интервале, претерпевают заметные изменения. Для данного металлического сплава их можно разделить на четыре группы. В первую группу (538–718 К) входят рентгенограммы без явных пиков, соответствующие температурам отжига сплава до 700 К. Следовательно, структура материала представлена аморфной матрицей [53].

Во второй группе рентгенограмм (748–823 К) сплав имеет преобладающую долю аморфной фазы, но начинается образование кристаллической структуры. Первый пик, наблюдаемый при температурах порядка 700–720 К, свидетельствует о зарождении нанокристаллитов в аморфной фазе. При этом наблюдаются также менее выраженные максимумы (70° , 80° , 84° , 124° , 138° , 143°), отсутствующие в первой группе.

Для рентгенограмм третьей группы (853–943 К) характерно возникновение новых максимумов (65° , 85° , 112° , 130° , 136° [2 θ]), но большая часть сплава остаётся аморфной.

Четвёртая группа рентгенограмм (973–1183 К) по расположению пиков схожа с третьей группой. Основные отличия между этими группами состоят в интенсивностях максимумов. В целом, для рентгенограмм в четвёртой группе свойственна стабильная дифракционная картина. При наибольших

температурах отжига 1163–1183 К на рентгенограммах зафиксированы изменения, в частности, появление пика 100°, практически незаметного при температурах 973–1163 К. Интенсивности, соответствующие максимумам 48° и 140°, наоборот, снижаются в области высоких температур. Это свидетельствует о незначительных изменениях структурного строения, происходящих в сплаве при выдержке до температур 1163–1183 К.

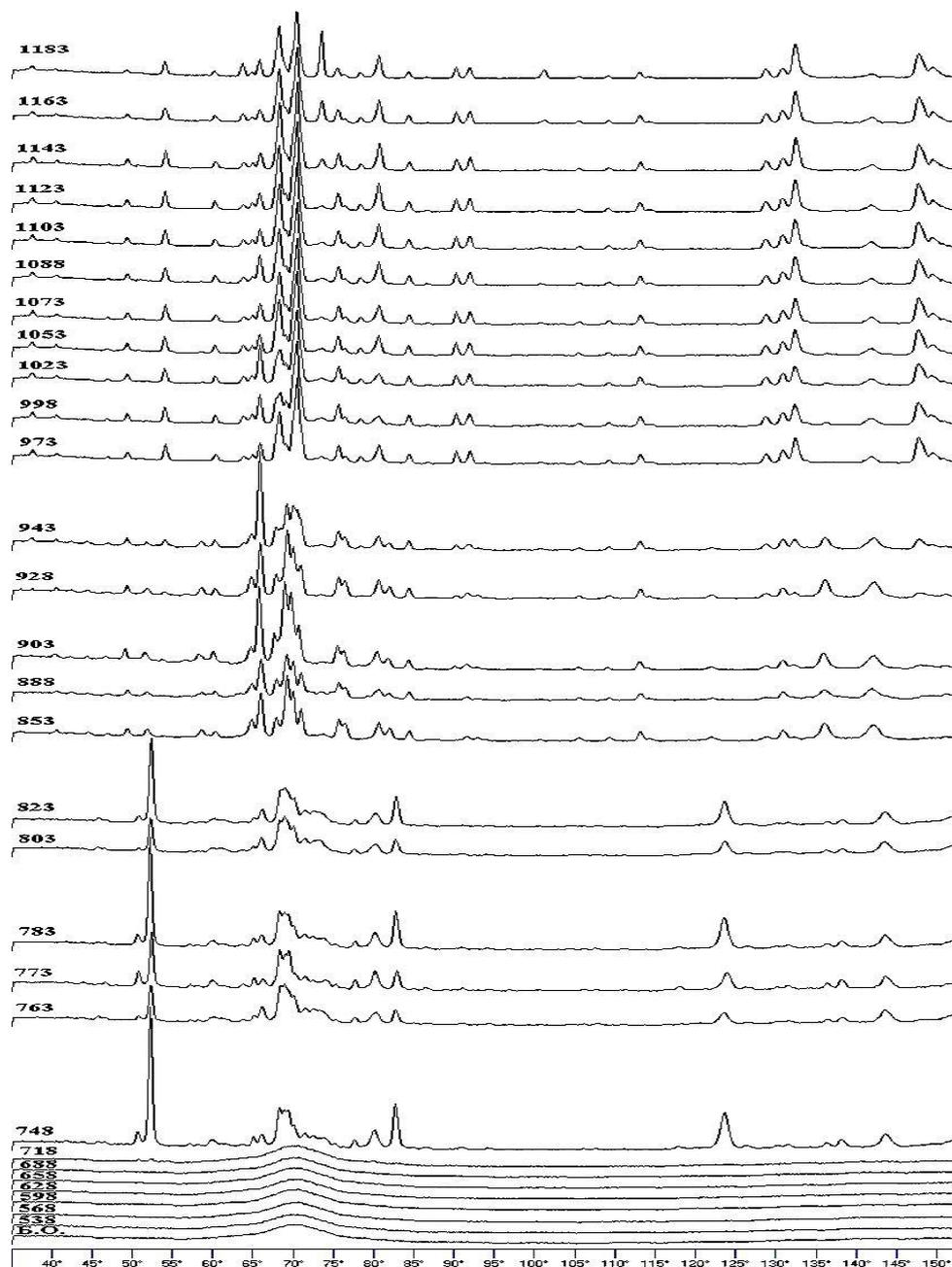


Рисунок 1.2 – Рентгенограммы аморфного металлического сплава $\text{Co}_{71,66}\text{V}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}\text{Si}_{17,09}$, характеризующие формирование кристаллической структуры в условиях отжига при температурах: 1-я группа – 538–718 К, 2-я группа – 748–823 К, 3-я группа – 853–943 К, 4-я группа – 973–1183 К

Ширина дифракционных максимумов позволяет определить размеры зёрен, появляющихся при кристаллизации, для двух различных метастабильных состояний. Для исследуемого сплава 82К3ХСР средние размеры кристаллитов находятся в диапазоне 30–50 нм [50, 53-55].

В связи с тем, что очаги кристаллизации формируются при отжиге аморфного металлического сплава внутри аморфной фазы (в различных её областях), аморфная матрица мешает им объединяться в единое целое [50, 51, 56]. Отсутствие контакта между появившимися зёрнами обеспечивает возможность появления новых метастабильных состояний, устойчивых к изменениям в течение длительного промежутка времени. Изотермическая выдержка образцов при бóльших температурах отжига, равно как и более продолжительный изотермический отжиг, способствуют уменьшению относительной доли аморфной фазы в структуре материала за счёт роста нанокристаллов. В этих условиях может наблюдаться увеличение микротвёрдости материала, что характерно для АМНКРМС [53].

Одной из возможных причин роста микротвёрдости АМНКРМС является изменение свойств аморфной фазы, в частности, её упрочнение. Это подтверждается рядом экспериментальных исследований [50, 53, 57]. Показано, например, что аморфная матрица может упрочняться как за счёт постепенного изменения своего элементного состава при воздействии высоких температур, так и вследствие непосредственного роста кристаллитов. При этом наблюдается прямая зависимость между значениями твёрдости и размерами нанозёрен, что противоречит соотношению Холла-Петча, которое установлено для «традиционных» крупнозернистых материалов [47]:

$$H_V(\sigma_T) = H_0(\sigma_0) + kL^{-1/2}, \quad (1.2)$$

где H_V – твёрдость; σ_T – предел текучести; H_0 – твёрдость тела зерна; σ_0 – напряжение трения решётки (Пайерлса-Набарро); k – коэффициент Холла-Петча, показывающий сопротивление границ зёрен движению дислокаций; L – средний размер зёрен.

Контролируемый отжиг аморфных металлических сплавов позволяет существенно увеличить их микротвёрдость за счёт формирования аморфно-нанокристаллической структуры. Получаемые таким образом АМНКРМС характеризуются значительной хрупкостью [57, 58]. Низкая пластичность данных материалов в значительной степени связана с особенностями их структурного строения. При росте центров кристаллизации в процессе термообработки нанокристаллы начинают контактировать между собой, несмотря на то, что они окружены аморфными прослойками. Как правило, зонами контакта зёрен служат поверхности раздела, такие как межзёренные границы, двойные, тройные стыки и пр. [47, 58, 59]. Кроме того, аморфно-нанокристаллическая структура может иметь различные дефекты (поры, концентраторы механических напряжений и пр.), которые могут служить зародышами разрушения [60-62]. Добиться отсутствия подобных дефектов аморфно-нанокристаллической структуры достаточно сложно. Поэтому один из способов улучшения пластических свойств АМНКРМС связан с избирательным воздействием на дефектные области. Необходимым условием такого избирательного воздействия является сохранение исходного состояния аморфно-нанокристаллической структуры, так как его разрушение может привести к нежелательной потере ряда эксплуатационных свойств материала (например, магнитных). Действительно, в работах [63, 64] показано, что рост пластических свойств АМНКРМС возможен при залечивании структурных дефектов и их переводе в неопасное состояние.

В качестве одного из эффективных методов обработки, позволяющих управлять свойствами АМНКРМС, может выступать лазерное излучение. Его применение позволяет оказывать селективное влияние на элементы структуры: границы зёрен, дефекты и т. п. [65-67].

Стандартные методы лазерной обработки, применимые для традиционных металлических сплавов, не в полной мере подходят для обработки АМНКРМС. Это связано с тем, что в результате воздействия лазерных импульсов, имеющих высокую энергию и длительность, происходит нагрев АМНКРМС до высоких температур на

время, достаточное для разрушения аморфно-нанокристаллической структуры (например, 0,1–10 с) [23, 31]. В результате такой обработки возможно улучшение некоторых свойств сплава [65, 68]. Однако чрезмерный и длительный нагрев до больших температур вызывает кристаллизацию/рекристаллизацию и необратимое разрушение аморфно-нанокристаллической структуры [69-72]. При этом зачастую происходит потеря уникальных магнитных свойств исходного материала. Таким образом, одно из главных требований к лазерной обработке АМНКРМС связано с необходимостью сохранения структурного состояния материала.

В работе [65] показано, что воздействие миллисекундных лазерных импульсов не только инициирует кристаллизацию, но также вызывает растрескивание в зонах обработки. Затвердевание расплава в центральных областях оплавленных зон сопровождается формированием трещин. Появление трещин и, как результат, разрушение материала вызвано значительными остаточными механическими напряжениями, возникающими в кристаллизующемся материале при его остывании.

Лазерная обработка не должна приводить к длительному прогреву материала. Кроме того, улучшение эксплуатационных характеристик АМНКРМС может осуществляться не только за счёт термического воздействия лазерного излучения, но и за счёт других факторов [73]. Этому может способствовать, например, высокое давление в области воздействия пламенного факела, инициированного коротким лазерным импульсом с высокой плотностью мощности.

С учётом отмеченных выше требований, для обработки АМНКРМС непригодно лазерное излучение с большой длительностью импульса и большой энергией. Использование ультракоротких лазерных импульсов с длительностью менее 10^{-10} – 10^{-9} с также представляется неэффективным. Фемто- и пикосекундные лазерные импульсы с высокой плотностью мощности приводят к абляции [74]. Они могут успешно применяться для создания специального рельефа поверхности, формирования отверстий и пр. Такие режимы лазерной обработки не позволяют избирательно воздействовать на дефектные области в объёме непрозрачного материала.

Формирование механических свойств тонких плёнок АМНКРМС без разрушения аморфно-нанокристаллической структуры может быть реализовано при воздействии серии лазерных импульсов длительностью от 15 нс до 20 нс. В результате обработки АМНКРМС серией высокоэнергетических импульсов с указанной длительностью удаётся улучшить механические свойства поверхностного слоя тонкого образца [75, 76]. В случае работы со стандартными лентами толщиной 30–40 мкм и двухсторонней обработкой можно говорить об улучшении свойств образца в целом. Важно, что данная обработка не вызывает трансформацию исходной структуры материала.

Авторы работ [65, 76, 77] исследовали специфику лазерного прогрева АМНКРМС, а также особенности изменения их механических свойств. Варьирование параметров лазерного излучения позволяет создавать различные физические условия в материале. Рассмотренные режимы лазерной обработки обеспечивают прогрев некоторого объёма материала и формирование расплава.

На рисунке 1.3 показано распределение температур в тонком образце металлического сплава, подложке и на границе между образцом и подложкой при обработке поверхности образца наносекундным лазерным импульсом. Длительность импульса составляет 20 нс, и за этот период времени глубинные слои сплава не успевают прогреться. При воздействии лазерного импульса инициируется лазерная плазма, которая вносит основной вклад в нагрев материала обрабатываемой области. Время существования газоплазменного факела примерно в десять раз больше длительности импульса. Как видно из рисунка 1.3, а, к моменту рассеяния лазерной плазмы успевает прогреться поверхностный слой сплава. Теплообмен может осуществляться посредством передачи энергии как основному материалу и подложке (рисунок 1.3, б), так и внешней окружающей воздушной среде. Перед началом действия второго импульса температура на границе между образцом и подложкой достигает значения 314 К. Теплообмен с окружающей средой не оказывает существенного влияния на температуру контактной границы «образец-подложка». Это обусловлено тем, что металлический сплав обладает более высокой теплопроводностью по сравнению с теплопроводностью воздушной среды [77].

Существуют условия, при которых ударная волна и кратковременный прогрев в основном воздействуют на дефектные области материала. При этом можно говорить об определённой селективности лазерного воздействия. Однако селективность воздействия лазерного излучения на металлический сплав лимитирована рядом требований: отсутствие перегрева, высокие скорости охлаждения и нагрева, сохранение исходной структуры образца в целом и пр.

Существенное снижение значений микротвёрдости металлического сплава в обработанных лазером участках может быть связано с потерей или трансформацией исходного нанокристаллического состояния. Например, при импульсном лазерном воздействии с частотой 50 Гц происходят изменения структуры. Характерно, что при таком воздействии на материал наблюдается рост пластичности. Разупрочнение материала (снижение микротвёрдости) в данном случае не позволяет считать оптимальным изменения его механических свойств. Подобная лазерная обработка не является селективной, так как воздействие лазерного излучения не ограничивается только лишь дефектными участками, а затрагивает все элементы структуры материала.

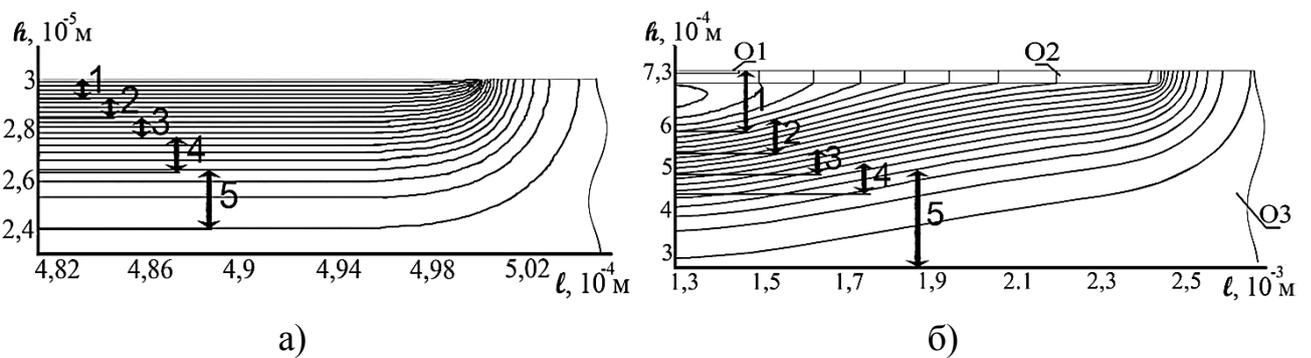


Рисунок 1.3 – Изотермы прогрева образца АМНКРМС 82К3ХСР, расположенного на полимерной подложке, l – расстояние от центра области нагрева, h – глубина, прогрев: а) через 200 нс после начала воздействия лазерного импульса на поверхность образца. Цифры на изотермах показывают диапазон температур прогрева: 1 – 2850–2300 К, 2 – 2300–1700 К, 3 – 1700–1200 К, 4 – 1200–700 К, 5 – 700–300 К; б) через 40 мс после воздействия лазерного импульса на поверхность образца, 1 – 316–312 К, 2 – 311–309 К, 3 – 309–307 К, 4 – 306–303 К, 5 – 303–300 К. О1 – область нагрева, О2 – образец, О3 – подложка

На механические свойства АМНКРМС оказывает непосредственное влияние не только распространение тепла внутри материала при импульсной лазерной обработке, но также и условия предварительной термической обработки, определяющие специфику его структурного состояния. Экспериментальные результаты определения микротвёрдости образцов АМНКРМС ($\text{Co}_{71,66}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}\text{Si}_{17,09}$), отожжённых при различных температурах, в обработанных лазером зонах приведены на рисунке 1.4.

Минимальные значения микротвёрдости наблюдаются в центрах зон лазерной обработки, что справедливо для большинства зависимостей $Hv(S)$. Для приведённых закономерностей также характерны локальные максимумы микротвёрдости, зафиксированные на расстояниях 360 мкм от центров обработанных зон [65]. Пограничные участки между обработанным и необработанным материалом имеют бóльшую микротвёрдость по сравнению с центрами областей лазерных оплавлений. Микротвёрдость вблизи границ при $S = 720\text{--}870$ мкм соотносится со значениями микротвёрдости на расстоянии $S = 360$ мкм (кривые 1, 3, 4 на рисунке 1.4) или превышает их (кривые 2, 5 на рисунке 1.4).

Воздействие импульсного лазерного излучения наносекундной длительности на металлический сплав характеризуется не только нагревом поверхностного слоя материала, но и одновременным возникновением ударной волны. Значение этого давления достаточно велико и может составлять ≈ 10 ГПа в зависимости от условий и параметров лазерной обработки. Распространение ударной волны в АМНКРМС, нагретом до высоких температур, способствует залечиванию наиболее опасных дефектов и выравниванию поля внутренних механических напряжений. Рассматриваемые АМНКРМС обрабатывались лазерными импульсами с длительностью 15–20 нс и плотностью мощности 9×10^{13} Вт/м². В данных условиях обеспечиваются достаточно высокие скорости нагрева и охлаждения обрабатываемых материалов. На возможные при этом процессы аморфизации и кристаллизации поверхностного слоя образцов влияют как интенсивность отвода тепла, так и длительность обработки.

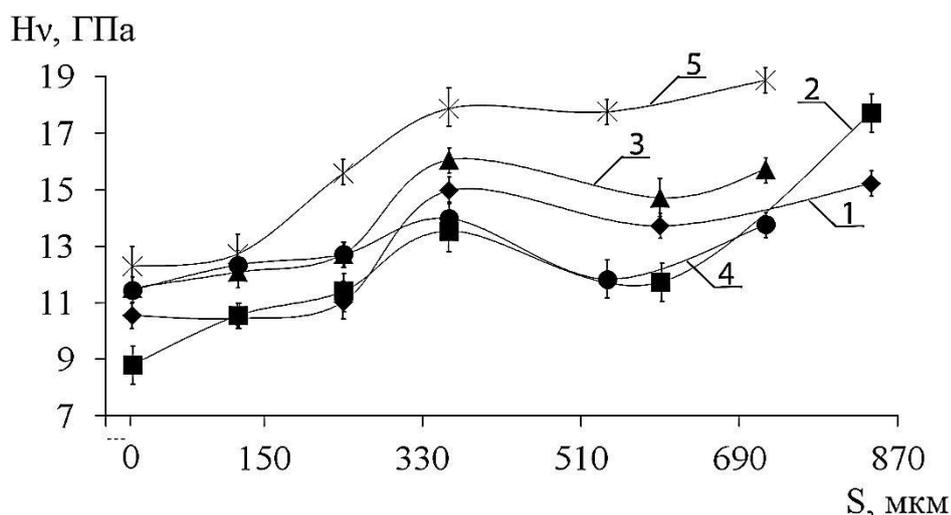


Рисунок 1.4 – Зависимости микротвёрдости по Виккерсу Hv от расстояния S между центром зоны лазерной обработки (соответствует 0 мкм) и местами индентирования при различных температурах отжига образцов сплава 82K3XCP: 1 – 873 К, 2 – 883 К, 3 – 893 К, 4 – 913 К, 5 – 923 К

Методика механических испытаний, основанная на индентировании тонких образцов на подложке, позволяет, помимо определения микротвёрдости исследуемых АМНКРМС, оценить характер их деформирования и разрушения в различных участках.

Локальные нагрузки аморфного сплава пирамидкой Виккерса инициируют формирование линий сдвиговой деформации, окружающих отпечаток индентора. При нагружении отожжённого аморфного сплава наблюдается образование трещин различного типа, в том числе параллельных граням индентора, пластическая деформация блокируется по мере роста температуры отжига.

В результате индентирования участков, обработанных лазерным излучением, также появляются деформационные линии, но в меньшем количестве. Характерно, что в облучённых лазером областях отсутствуют макроскопические трещины, а развитие возникающих микротрещин блокируется на начальных стадиях их зарождения. Особый интерес представляют свойства материала на границах лазерных оплавлений. На рисунке 1.5 показан отпечаток от пирамидки Виккерса при индентировании граничного участка между исходным и обработанным материалом. Видно, что данная переходная область служит хорошим препятствием для развития и роста возникающих трещин.

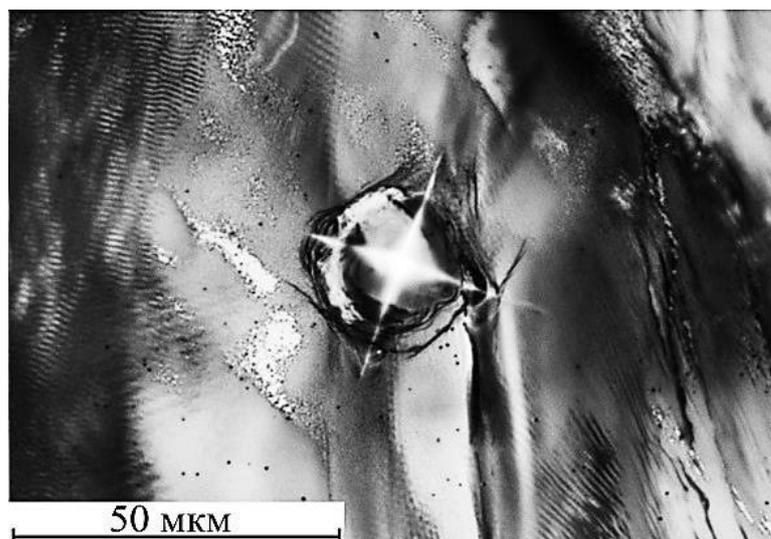


Рисунок 1.5 – Торможение трещин и разрушения при индентировании АМНКРМС 82К3ХСР (температура отжига 943 К) на границе зоны лазерной обработки и необработанной поверхности

Особенностью разрушения тонких твёрдых образцов АМНКРМС, располагаемых на композитных подложках, является появление в результате индентирования нескольких трещин, параллельных друг другу и ориентированных параллельно одной или нескольким граням индентора [78, 79]. В зависимости от типа и формы применяемого индентора возникающие при разрушении образца трещины образуют различные фигуры: треугольники или квадраты (пирамидки Берковича и Виккерса соответственно).

Управление механическими характеристиками АМНКРМС может быть основано на изменении параметров лазерной обработки: плотности мощности, диаметра зоны лазерного оплавления, частоты следования лазерных импульсов и пр. Данные факторы во многом определяют протекание процессов разогрева приповерхностных участков АМНКРМС, его плавления, воздействия излучения плазмы, а также скорость и интенсивность охлаждения.

На рисунке 1.6 представлены графические зависимости, показывающие значения коэффициента ε вязкости микроразрушения тонкого образца АМНКРМС в различных участках зоны лазерного оплавления ($S = 0-170$ мкм), на её границах ($S = 170$ мкм), а также за пределами обработанной зоны

($S = 170\text{--}870$ мкм). Видно, что коэффициент ε вязкости микроразрушения принимает наибольшие значения в пределах зон лазерной обработки. В центрах зон коэффициент ε вязкости микроразрушения выше по сравнению с их границами. Следует отметить противоположный характер изменения значений микротвёрдости Hv и коэффициента ε вязкости микроразрушения при увеличении расстояния S : рост ε сопровождается снижением Hv . Наибольший интерес вызывают методы лазерной обработки, при которых отмечено одновременное возрастание как микротвёрдости по Виккерсу Hv , так и коэффициента ε вязкости микроразрушения АМНКРМС [65]. Установлено, что существуют режимы лазерной обработки АМНКРМС, позволяющие не только оптимизировать его основные механические характеристики, но и добиться возникновения барьеров на пути возникающих микротрещин.

Стоит отметить, что в настоящее время доля используемых традиционных металлических сплавов существенно превышает долю АМНКРМС и аморфных сплавов. В этой связи представляет научный и практический интерес возможность использования методики селективной лазерной обработки для традиционных металлических сплавов.

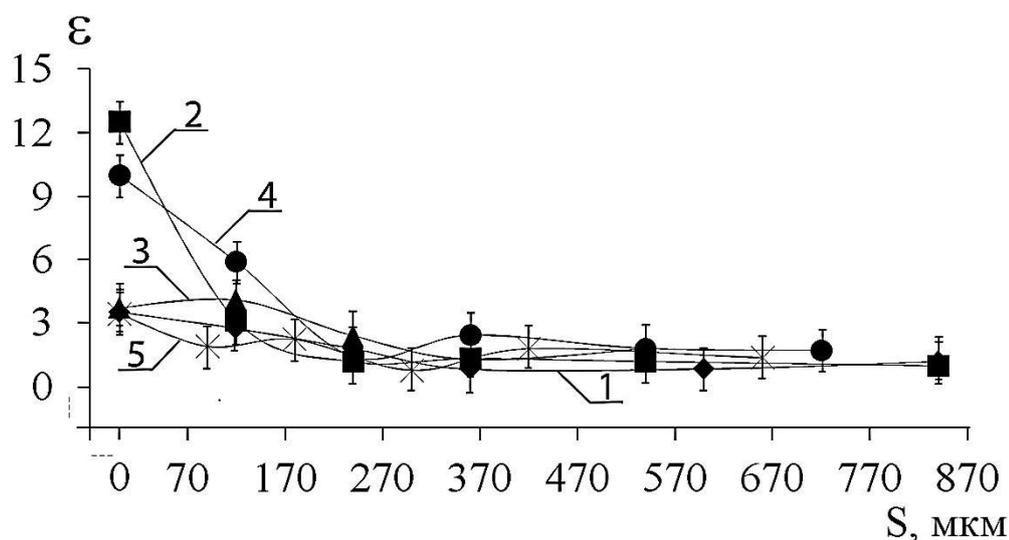


Рисунок 1.6 – Зависимости коэффициента ε вязкости микроразрушения тонкого образца АМНКРМС от расстояния S между точками индентирования и центром области лазерной обработки при температурах отжига образцов: 1 – 803 К, 2 – 863 К, 3 – 913 К, 4 – 963 К, 5 – 1003 К

Хорошими характеристиками, с точки зрения прочности, коррозионной стойкости, удельной плотности обладают титановые сплавы (ТИСП) [17-19]. Они широко используются в авиационной и космической технике, востребованы в медицине, кораблестроении и других сферах. Необходимо исследовать физические процессы в приповерхностных слоях ТИСП при селективной лазерной обработке, а также механические характеристики приповерхностных слоёв ТИСП после такой обработки.

1.3. Особенности структурного строения титановых сплавов. Разновидности лазерной обработки конструкционных титановых сплавов

ТИСП обладают комплексом хороших эксплуатационных характеристик и поэтому достаточно широко применяются в разных отраслях промышленного производства. По сравнению с другими конструкционными материалами ТИСП отличаются следующими преимуществами: высокими значениями удельной прочности, жаропрочности, коррозионной стойкости в агрессивных средах, хорошей свариваемостью. Такие свойства ТИСП обеспечивают перспективы их использования в авиакосмической, судостроительной, транспортной областях машиностроения [17, 80-82].

Чистый титан является химически активным металлом, поэтому сплавы на его основе при термообработке хорошо взаимодействуют с атмосферными газами. На поверхности ТИСП образуются стойкие нитридные и оксидные плёнки. Подобные покрытия могут образовываться не только в результате термической обработки, но и при длительном нахождении на воздухе. Газовые примеси внедрения благодаря диффузии внутрь сплава образуют на его поверхности прочный газонасыщенный слой толщиной до 6 нм, который имеет низкую пластичность. Большая толщина насыщенных газами плёнок, характерных при введении критических концентраций азота, кислорода, водорода, может ухудшать качество поверхностного слоя за счёт потери способности материала к пластическому деформированию и его хрупкого разрушения [18, 80, 83].

В этой связи важное значение при формировании свойств ТИСП приобретает контроль размеров поверхностных слоёв, обогащённых газовыми примесями, а также степени их газонасыщения. Для этого существует несколько способов. Наиболее простым из них является физическое удаление газонасыщенного слоя при механической обработке поверхности титановых заготовок [84-86]. Достаточно часто при обработке ТИСП применяется защитная атмосфера (среда инертных газов), препятствующая контакту заготовок с азотом и кислородом. Это позволяет достаточно эффективно снижать газонасыщение образцов ТИСП, но требует существенных дополнительных затрат на оборудование и обеспечение защитной среды.

В качестве одного из методов механической обработки ТИСП применяется обработка деталей металлическими шариками (дробью). При этом кинетическая энергия движущихся шариков трансформируется в пластическое деформирование граничных участков материала и приводит к перераспределению механических напряжений вблизи поверхности материала. Наведение остаточных напряжений в приповерхностном слое ТИСП и сглаживание микродефектов поверхности позволяет увеличить усталостные характеристики. В последнее время дробеструйная обработка активно вытесняется аналогичной, но более эффективной и дешёвой обработкой лазерным пинингом [87-89].

Следует учитывать, что высокоскоростное диффундирование атмосферных газов в ТИСП в ряде случаев может быть выгодно и оказывает благоприятное влияние на свойства образцов. Поверхностные пассивирующие оксидные плёнки на ТИСП во многом обеспечивают их коррозионную стойкость в различных внешних условиях: атмосфере, воде, органических кислотах, напряжённо-деформированном состоянии и т. п. Растворение в сплаве нитридных и оксидных плёнок позволяет получать чистые поверхности. Их можно использовать при получении сложных конструкций и деталей методами порошковой металлургии и диффузионного сваривания [43, 89, 90].

Введение в титан углеродных примесей способствует образованию тугоплавких карбидов титана. Получаемые смешиванием порошков титана и

порошков графита композиционные материалы характеризуются многопористой микроструктурой и большой твёрдостью [92]. Несмотря на снижение относительной плотности, рост концентрации карбидов титана в структуре композита повышает его износостойкость. В работе [93] исследованы композиционные покрытия из карбида титана, оксида титана и окисленного карбида титана. Увеличение микротвёрдости таких покрытий в 2 раза по сравнению с чистым титаном достигается карбидными частицами, хорошо скрепляющими оксидные фазы титана: анатаз и рутил. При этом смешанные оксидно-карбидные титановые покрытия имеют очень шероховатую поверхность и пористость более 1 %, что не свойственно покрытиям из чистого карбида титана.

Известны две аллотропические модификации титана, имеющие одинаковый химический состав, но различное строение и свойства. Низкотемпературная α -модификация с гексагональной плотноупакованной решёткой существует при температуре до 1155 К; высокотемпературная β -модификация с кубической объёмно-центрированной решёткой, устойчива в диапазоне температур от 1155 К до температуры плавления [94-95].

Практически все ТИСП представлены α -, ($\alpha+\beta$)-, β -твёрдыми растворами. С целью улучшения эксплуатационных характеристик ТИСП используют их легирование различными химическими элементами. При этом легирующие элементы существенно влияют не только на свойства ТИСП, но и на полиморфные превращения в ТИСП. В подавляющем большинстве ТИСП, при нагреве происходит полиморфное превращение $\alpha \rightarrow \beta$, и наблюдается обратное превращение $\beta \rightarrow \alpha$ при охлаждении. Пограничная температура для таких переходов между α - и β -фазами обычно составляет 1155 К. Элементы, повышающие температуру переходов $\alpha \rightarrow \beta$ и $\beta \rightarrow \alpha$, расширяют α -фазу и служат α -стабилизаторами. Основным легирующим элементом из числа стабилизаторов α -фазы является алюминий, повышающий прочность титановых сплавов. Степень растворимости алюминия в α -титане растёт с повышением температуры (7 % мас. при 873 К и 10 % мас. при 1173 К). На рисунке 1.7 видно, что в обогащённой титаном части системы Ti-Al образуются интерметаллидные соединения: Ti_3Al (α_2 -фаза) и Ti-Al (γ -фаза).

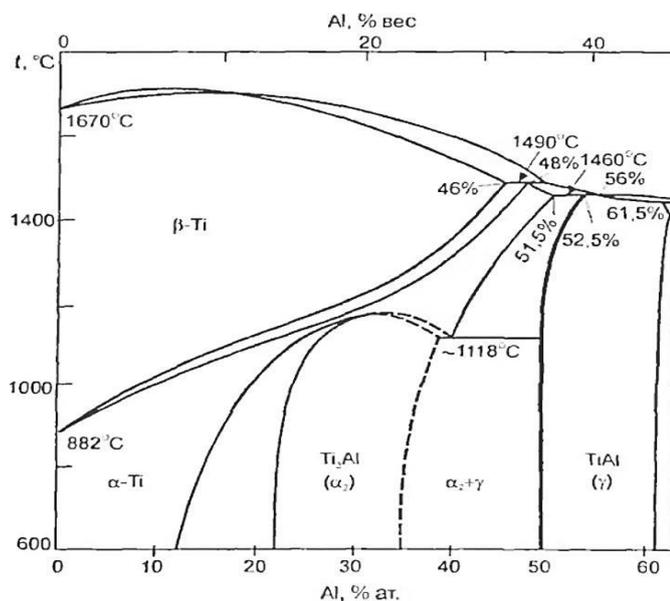


Рисунок 1.7 – Диаграмма состояния системы титан-алюминий Ti-Al в интервале температур от 873 К до 2073 К

Атмосферные газы понижают пластичность ТИСП, поэтому в качестве легирующих элементов стабилизации α -фазы (рисунок 1.8, а) они практически не используются. Благодаря легированию ТИСП молибденом, ниобием, танталом, ванадием и другими стабилизаторами β -фазы температура полиморфных превращений $\alpha \rightarrow \beta$ и $\beta \rightarrow \alpha$ понижается (рисунок 1.8, б). Такие β -стабилизаторы, как хром, марганец, железо, никель, медь, вольфрам способны объединяться с титаном в интерметаллиды TiX (рисунок 1.8, в). При этом в охлаждающейся β -фазе возможны превращения эвтектики ($\beta \rightarrow \alpha$) + TiX. Существуют также и нейтральные элементы замещения в растворах титана, мало влияющие на температуры полиморфных превращений: олово, цирконий (рисунок 1.8, г), а также гафний и торий [96].

Основными механизмами превращения $\beta \rightarrow \alpha$ в ТИСП являются диффузионный и бездиффузионный. Для реализации диффузионного механизма необходимы хорошая подвижность молекул и небольшая скорость охлаждения. При этом в твёрдой фазе α -раствора формируется полиэдрическая структура. Быстрое охлаждение и переохлаждение создаёт предпосылки для образования мартенситных структур α' и α'' из β -фазы. Такие структуры игольчатого типа представляют собой пересыщенные твёрдые растворы α -фазы и являются следствием мартенситного (бездиффузионного) превращения.

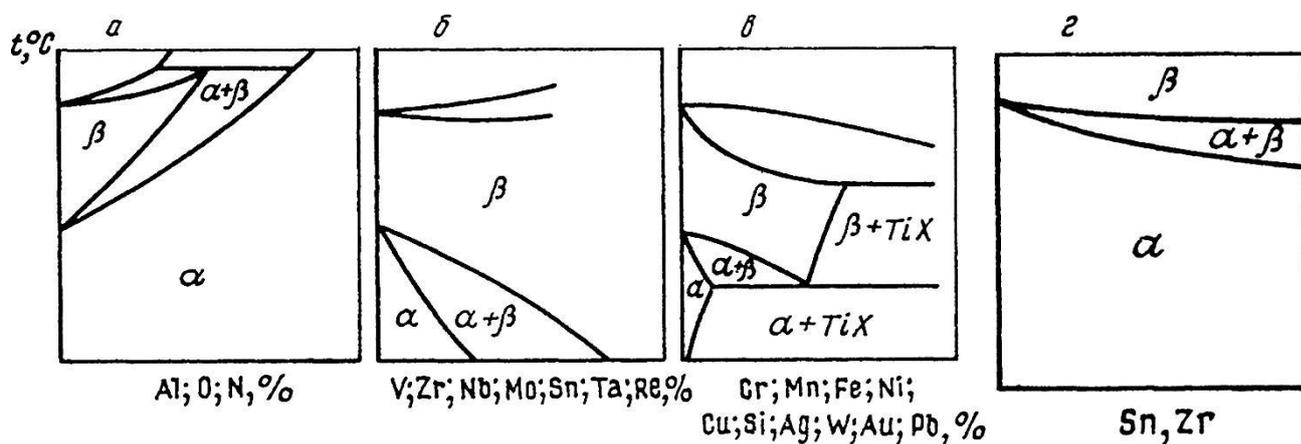


Рисунок 1.8 – Схемы с диаграммами состояния титан – легирующий элемент:
 а) Ti – α -стабилизаторы; б) Ti – изоморфные β -стабилизаторы;
 в) Ti – эвтектоидообразующие β -стабилизаторы; г) Ti – нейтральные упрочнители

Титановые α -сплавы хорошо свариваются и обладают высокими механическими свойствами в условиях очень низких температур. Несмотря на это, при комнатных температурах они обладают низкой прочностью и пластичностью. К тому же их достаточно трудно упрочнить при различных видах термообработки. Поэтому при эксплуатации в умеренных температурах наилучшим комплексом свойств характеризуются двухфазные ($\alpha+\beta$)-сплавы мартенситного и переходного типов.

Основная цель легирования ТИСП стабилизаторами β -фазы состоит в улучшении технологической пластичности готовых изделий. Тем не менее необходимо контролировать долю β -фазы, так как прочность двухфазных ТИСП сильно снижается с ростом температуры эксплуатации. В связи с разупрочнением титановых ($\alpha+\beta$)-сплавов выше 770 К, при высоких температурах целесообразно использовать псевдо α -сплавы. Такие сплавы благодаря содержанию незначительного количества β -фазы (до 5 %) имеют повышенную пластичность при различных видах деформации и термически более стабильны. Например, псевдо α -сплав UNS R54620 может использоваться при температурах до 870 К.

С учётом обобщённых равновесной и метастабильной диаграмм состояний для твёрдорастворных ТИСП введён условный коэффициент

стабилизации β -фазы в титане K_β , показывающий отношение содержания β -стабилизирующего элемента в двойном сплаве к его содержанию в сплаве критического состава: $K_\beta = C/C_{кр}$. Таким образом, для ТИСП докритического состава $K_\beta < 1$, критического – $K_\beta = 1$, закритического – $K_\beta > 1$.

Условный коэффициент стабильности β -фазы у ТИСП, содержащих несколько легирующих элементов, стабилизирующих β -фазу в титане, подсчитывается как сумма K_β каждого отдельного элемента [96]:

$$K_\beta = \frac{C_1}{C_{кр1}} + \frac{C_2}{C_{кр2}} + \dots + \frac{C_n}{C_{крn}}, \quad (1.3)$$

где C_1, C_2, \dots, C_n – процентное содержание n -го β -стабилизатора; $C_{кр1}, C_{кр2}, \dots, C_{крn}$ – критическая концентрация n -го элемента β -фазы (в процентах).

Важное значение для промышленного применения имеют жаропрочные ТИСП, способные выдерживать длительные нагрузки при высоких температурах. В основном они представлены α -, псевдо α - и $(\alpha+\beta)$ -твёрдыми растворами и небольшой долей химических соединений титана с алюминием, кремнием, бором. Включения из твёрдых растворов циркония и олова могут повышать жаропрочность ТИСП [97].

Внедрение ТИСП и их широкое использование ограничивается сравнительно высокой стоимостью технологических процессов производства готовых деталей. Литьё и обработка ТИСП усложняется необходимостью минимизации химической активности титана и его склонности к насыщению газами: созданием вакуума, защитной атмосферы, среды нейтральных газов. Этим обусловлена необходимость совершенствования технологий производства и разработки новых методов изготовления деталей из ТИСП.

Одним из таких методов являются аддитивные технологии [15, 98], позволяющие формировать изделия требуемой формы из различных материалов. Для ТИСП аддитивные технологии находят всё большее применение по сравнению с традиционными способами производства [99, 100]. Применение аддитивных технологий базируется на получении требуемых деталей путём послойного наращивания [101-104]. В этом отношении эффективны различные лазерные технологии: селективное плавление, стереолитография, селективное

спекание [105, 106]. Аддитивные подходы к использованию лазерного излучения дают возможность не только создавать уникальные объекты с полыми структурами, но и управлять геометрией поверхности [105], а также формировать высокие механические свойства у ТИСП [106].

Преимущество аддитивных способов производства продукции заключается в снижении экономических затрат и других ресурсов. В целом, применение аддитивных технологий оправдано не только при создании новых композитных и металлических материалов, но и при формировании целого ряда их свойств [107, 108]. Особенное значение при этом приобретают подходы к получению уникальной микроструктуры, недостижимые в случае стандартных методов механической обработки ТИСП.

Первоначальные разработки аддитивных технологий с использованием лазерного излучения применительно к ТИСП проводились на рубеже XX–XXI веков. Научные работы в этой области посвящены процессам получения из порошкообразного титана деталей повышенной плотности на основе селективного лазерного плавления и спекания [109-112].

К настоящему времени получили развитие технологии селективного лазерного спекания металлических порошков, составляющих различные ТИСП. Большая часть работ зарубежных авторов посвящена исследованиям сплава Ti-6Al-4V [113-116]. Как правило, при селективном лазерном плавлении этого сплава реализуются условия для быстрого охлаждения, что приводит к образованию мартенситной α' -фазы в областях, изначально занимаемых β -фазой. Полученные структуры преимущественно представлены столбчатыми зёрнами, так как основная передача тепла идёт через подложку. Скорость теплоотвода при селективном лазерном плавлении можно регулировать за счёт варьирования мощности лазерного излучения и скорости сканирования [117]. При увеличении длительности охлаждения наблюдается формирование смешанной ($\alpha+\beta$)-структуры в ТИСП Ti-6Al-4V. Как следствие, удаётся достичь роста относительной деформации при растяжении материала на 9 %.

Как отмечалось выше, появление мартенситных фаз α' и α'' в ТИСП из β -фазы возможно при быстром охлаждении. В результате подобных бездиффузионных полиморфных превращений сплав упрочняется и становится

более хрупким. Лазерная обработка по различным технологиям, в частности, аддитивным, позволяет создавать условия для эффективного и быстрого отвода тепла. Вакуумное электронно-лучевое плавление наоборот, снижает скорость охлаждения, α' - и α'' -фазы не успевают сформироваться, и это создаёт предпосылки для получения $(\alpha+\beta)$ -структуры в ТИСП.

Одним из важных аспектов, определяющих структурное строение материалов при селективном лазерном плавлении, а также их свойства, является наличие объёмных дефектов в микроструктуре, например, пор. Их появление может быть обусловлено различными факторами: неравномерным проплавлением порошкового слоя, некачественными порошками, испарением части компонентов при плавлении, проникновением атмосферных газов в материал при селективном лазерном плавлении [118, 119] и т. п. Наличие в структуре ТИСП подобных дефектов, представленных порами, крайне нежелательно с точки зрения оптимизации свойств материала.

Участки структуры вблизи систем пор и иных дефектов характеризуются излишними внутренними механическими напряжениями, не компенсирующими друг друга. В условиях внешних нагрузок это приводит к разрушению материала [120-122]. Поэтому важное значение приобретает развитие дополнительных методов и технологий обработки, обеспечивающих более однородную структуру ТИСП, за счёт воздействия на имеющиеся дефектные области. Например, один из таких методов связан с горячим изостатическим прессованием образцов сплава на основе алюминиды титана γ -TiAl в атмосфере аргона [123]. На рисунке 1.9, а показана исходная структура ТИСП в виде эвтектоидных колоний из γ - и α'' -фаз с элементами β -фазы по границам, характеризующаяся значительной пористостью. Горячее изостатическое прессование улучшает микроструктуру ТИСП, способствует её однородности и дисперсности (рисунок 1.9, б). Сканирующая электронная микроскопия показывает следующие структурные составляющие ТИСП: эвтектику α -фазы, включения β -фазы и вторичные включения γ -фазы.

Способ горячего изостатического прессования позволяет существенно снизить относительную концентрацию пор в ТИСП и, как следствие, свести к минимуму внутренние механические напряжения в материале [124, 125].

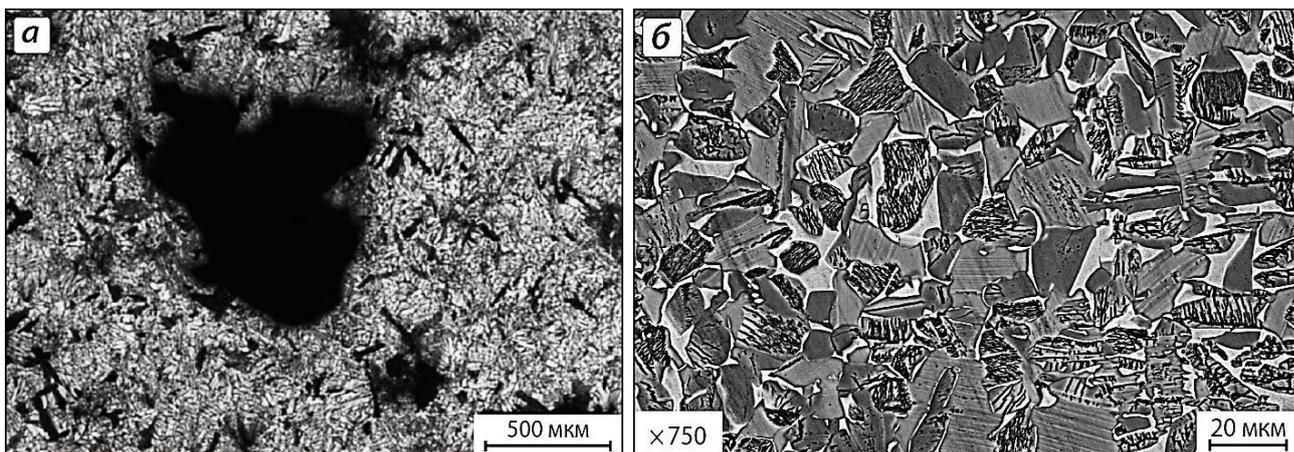


Рисунок 1.9 – Микроструктуры ТИСП γ -TiAl: а) в литом состоянии присутствуют поры размерами ~ 600 – 700 мкм, регистрируемые с помощью световой микроскопии; б) после обработки горячим изостатическим прессованием при температуре 1523 К поры отсутствуют

Автор работы [126] отмечает, что для ТИСП ВТ6, аналогичного ТИСП Ti-6Al-4V, характерно различие в механических свойствах, обусловленное направлением выращивания образцов при селективном лазерном плавлении. Типичная причина подобной анизотропии относительного удлинения и ударной вязкости на изгиб для ТИСП ВТ6 связана с пространственным распределением, конфигурацией и взаимной ориентацией пор в образцах.

Наряду с селективными лазерными методами для получения ТИСП активно используют способы электронно-лучевого плавления и лазерно-лучевого плавления. В работе [127] исследуется плавление порошкообразных гамма-алюминидов титана γ -TiAl при получении ТИСП Ti-48Al-2Cr-2Nb, Ti-47Al-8Nb-2Cr, Ti-44Al-4Nb-1Mo-0,1V, Ti-48Al-2Nb-0,7Cr-0,3Si. Показано, что качество изготавливаемых послойным электронно-лучевым плавлением деталей определяется самими исходными порошками γ -TiAl и их свойствами. Присутствие внутренних нано-, микропор и прочих дефектных включений в некоторых частицах порошков способствует появлению газонасыщенных пор в итоговом компактном ТИСП. Поэтому для снижения их количества в материале требуется горячее изостатическое прессование.

Авторы работы [128] сравнивают структуры и механические свойства образцов ТИСП Ti-6Al-4V интерстициального применения, полученных литьём

и деформацией, с характеристиками образцов того же ТИСП, изготовленных по технологиям лазерно-лучевого плавления и электронно-лучевого плавления. Твёрдость образцов ТИСП, образованных с помощью методов послойного изготовления, на 25–30 % выше, чем у литых и деформируемых ТИСП. При этом лазерно-лучевое плавление способствует повышению пределов текучести и прочности образцов на 10–15 % и их относительного удлинения в 2,5 раза по сравнению с электронно-лучевым плавлением. Исследования шлифуемости образцов ТИСП и их стойкости к коррозии для данных технологий показали схожие результаты. Лазерное плавление позволяет управлять более тонкой структурой поверхности ТИСП, чем электронно-лучевое плавление.

Таким образом, метод электронно-лучевого плавления не позволяет получить ТИСП с бездефектной структурой, что также подтверждается результатами работы [129]. С помощью плазменной атомизации вращающегося электрода авторы получали порошки ТИСП Ti-45Al-7Nb-0,3W и Ti-47Al-2Nb-2Cr. Максимальная плотность компактного интерметаллидного ТИСП γ -TiAl составляла 98 %. Мелкозернистые, равноосные структуры итогового ТИСП со средним размером кристаллитов ~ 2 мкм включают в себя пластинчатые колонии алюминида титана Ti_3Al , представляющие собой соединения γ - и α -фазы со средним расстоянием 0,6 мкм. При этом твёрдость по Виккерсу ТИСП, полученного спеканием порошков путём электронно-лучевого плавления, достигала величины 4,1 ГПа, что примерно в 1,4 раза больше значений твёрдости ТИСП Ti-6Al-4V, изготовленного по той же технологии.

Другой перспективный метод формирования свойств поверхности ТИСП связан с воздействием на поверхность ТИСП сильноточных импульсных электронных пучков [130-132]. После обработки мишенями структура ТИСП в тонком поверхностном слое толщиной 25–30 мкм становится мартенситной с разориентированными α -пластинами толщиной до 0,2 мкм, имеющими игольчатую форму. При этом вблизи α -пластин, формируемых при высокоскоростной перекристаллизации ТИСП ВТ9, встречаются глобулярные конгломераты алюминия и молибдена размером 0,01–0,1 мкм. В ТИСП ВТ6 при аналогичной обработке подобные включения не наблюдаются. Просвечивающая электронная микроскопия демонстрирует двухфазную, глобулярно-

пластинчатую микроструктуру исходных ТИСП ВТ9 и ВТ6. В ней присутствуют удлиненные субзёрна α -фазы размером 1–5 мкм и прослойки β -фазы по границам субзёрен α -фазы [133].

Модифицирование поверхности деталей, изготовленных из жаропрочных ТИСП, показывает зависимость состояния поверхностного слоя от предварительной механической обработки материалов. Вследствие термализации электронов в поверхностном слое ТИСП за счёт импульсного режима обработки высокоэнергетическими электронными пучками, необходим анализ кинетики протекания подобных процессов. Результаты металлографического анализа образцов ТИСП ВТ9 и ВТ8 показывают, что остаточные механические напряжения, возникшие при механической деформации перед облучением, будут частично релаксировать благодаря энергии, вводимой в поверхностный слой ТИСП. Это объясняется тем, что менее интенсивное механическое деформирование, наблюдаемое при ручной полировке, способствует формированию перекристаллизованного поверхностного слоя ТИСП большей толщины, в отличие от, например, виброабразивной предварительной обработки. Следовательно, процессы релаксации механических напряжений протекают с достаточно большой скоростью, превосходящей, в свою очередь, значение скорости накачки энергии в поверхностный слой ТИСП при его обработке высокоэнергетическими импульсными пучками [134-137]. Такая обработка позволяет получать более однородные по свойствам и составу поверхностные структуры ТИСП благодаря устранению зависимости толщины перекристаллизованного слоя от вида предварительного механического воздействия.

Используя обработку ТИСП высокоэнергетическим импульсным электронным пучком на ускорителе «Геза-1» при энергии электронов 0,115–0,12 МэВ и плотности энергии 18–20 Дж/см², удаётся повысить эксплуатационные свойства образцов и лопаток из ТИСП: жаростойкость – более чем в 3 раза; эрозионную стойкость – более чем в 2 раза; сопротивление горячей солевой коррозии – более чем в 3 раза; предел выносливости – на 10–40 %. Однако для достижения подобных результатов следует проводить дополнительно термическую/термомеханическую финишную обработку при температуре, близкой к температуре эксплуатации с целью стабилизации физико-

химического состояния и создания в поверхностном слое сжимающих остаточных напряжений.

В работе [138] было также установлено, что наиболее перспективными материалами с точки зрения эрозионной и коррозионной стойкости покрытия на лопатках из ТИСП служат МАХ-покрытия на базе Ti_3SiB_2 , Ti_3SiC_2 , Ti_2AlC . Такие покрытия наносятся методом осаждения в тлеющем разряде или вакуумно-дуговым осаждением, ассистированным ионной имплантацией при сепарации плазмы от капельной фракции с последующим облучением сильноточным импульсным электронным пучком в режиме термообработки.

1.4. Цель и задачи исследования

Существуют различные методы лазерной обработки металлических сплавов. Традиционные методы лазерной обработки связаны с лазерной закалкой, сваркой, резкой, аморфизацией, лазерным сверлением, лазерной наплавкой/напылением и пр.

В последнее время разработаны новые методы лазерной обработки/изготовления деталей. К таким методам относятся лазерный пининг, лазерные аддитивные технологии, селективная лазерная обработка и пр.

Для АМНКРМС, изготавливаемых в форме тонких лент, весьма эффективной оказалась селективная лазерная обработка. АМНКРМС являются перспективными материалами, но вместе с тем, подавляющую часть используемых в современной промышленности материалов составляют традиционные металлические сплавы.

В результате селективной лазерной обработки АМНКРМС удаётся одновременно повысить их микротвёрдость и коэффициент вязкости микроразрушения. Корректное выявление механических свойств тонких лент АМНКРМС является сложной технической задачей, она была решена после усовершенствования методики выявления коэффициента вязкости микроразрушения.

С этой точки зрения представляет научный и практический интерес исследование возможностей селективной лазерной обработки ТИСП. Выбор ТИСП в качестве объектов исследования обоснован их эксплуатационными

свойствами, жаропрочностью, антикоррозионностью, малым удельным весом, что подробно рассмотрено в параграфе 1.3. Из всех ТИСП для проведения экспериментов выбраны жаропрочные ТИСП марок VT18y и VT9, которые также кратко рассмотрены в параграфе 1.3.

Целью диссертационной работы является: определение механизма формирования механических свойств поверхности металлических сплавов при взаимодействии прогрева, инициируемого серией наносекундных лазерных импульсов, с дефектами структуры, и выявление параметров селективной лазерной обработки, обеспечивающих повышение механических свойств поверхности и тонкого приповерхностного слоя титановых сплавов.

Для достижения поставленной цели в работе необходимо было решить **следующие задачи**:

1. Усовершенствовать существующий способ механических испытаний тонких твёрдых образцов и упрочнённых поверхностных слоёв для обеспечения получения достоверных данных о механических свойствах объектов измерений.

2. Определить механизм формирования механических свойств за счёт теплового воздействия прогрева, инициируемого серией наносекундных лазерных импульсов, на поры, расположенные в приповерхностных слоях титановых сплавов.

3. Исследовать возможность реализации селективной лазерной обработки, ранее апробированной на аморфно-нанокристаллических металлических сплавах, для поликристаллических титановых сплавов VT18y и VT9, с учётом коррекции параметров лазерной обработки.

4. Определить модуль Юнга, микро- и нанотвёрдость, а также стойкость к растрескиванию при локальном нагружении пирамидкой Виккерса поверхностей образцов титановых сплавов, подвергнутых импульсной лазерной обработке серией наносекундных лазерных импульсов.

5. Выявить параметры селективной лазерной обработки поверхности титановых сплавов VT18y и VT9, позволяющие упрочнить поверхность за счёт создания слоя с повышенной твёрдостью и стойкостью к растрескиванию при локальном нагружении.

ГЛАВА 2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ВЯЗКОСТИ МИКРОРАЗРУШЕНИЯ ТОНКИХ ОБРАЗЦОВ И ПОКРЫТИЙ

2.1. Актуальные проблемы корректного определения механических свойств твёрдых материалов

Создание новых материалов и появление различных направлений их использования обуславливает необходимость разработки разнообразных методик механических испытаний [139-141]. До сих пор корректное определение механических свойств многих твёрдых материалов остаётся неординарной задачей. Механические свойства некоторых материалов/образцов определить достаточно сложно, равно как и верно интерпретировать полученные результаты [142-144]. В первую очередь это относится к новым материалам и образцам со специфическими геометрическими параметрами.

Для формирования требуемых эксплуатационных характеристик материала необходимо осуществлять комплексный контроль его механических свойств. Контроль механических характеристик позволяет оценить эффективность используемого способа обработки и, при необходимости, скорректировать его.

В настоящее время имеется много разнообразных методик обработки материалов. Нестабильность некоторых свойств материала может быть причиной нежелательного изменения его структурного состояния при обработке. Это связано с тем, что многие существующие методики не в полной мере позволяют сформировать требуемые эксплуатационные свойства материала [145, 146].

Перспективным методом формирования свойств представляется лазерная импульсная обработка. Данный способ известен уже на протяжении значительного времени. Физические явления, сопровождающие данный процесс, достаточно хорошо исследованы. Сюда можно отнести как механизм образования лазерной плазмы, сопровождаемый в ряде случаев оптическим

воздушным пробоем, так и взаимодействие излучения с веществом, в частности, его частичное плавление и испарение в окружающую атмосферу.

Важным преимуществом такого метода обработки является количество параметров воздействия, которые можно регулировать и, по необходимости, сочетать между собой. С одной стороны, большое количество влияющих факторов усложняет поиск их удачной комбинации и повышает трудоёмкость процесса. С другой стороны, это увеличивает вероятность нахождения оптимального режима лазерной обработки путём подбора параметров на основе теоретического расчёта и эксперимента. При этом необходимо учитывать специфические особенности обрабатываемых материалов.

Развитие современной техники во многом определяется физико-механическими свойствами материалов, которые используются при её производстве. Значительная часть деталей подвергается дополнительной обработке для создания поверхностного слоя с улучшенными эксплуатационными характеристиками. При этом широко используется лазерная и плазменная обработка, напыление, химическая обработка и пр. [147-149]. Создание новых материалов и покрытий вызывает необходимость разработки новых методов механических испытаний, обеспечивающих возможность корректного выявления свойств новых материалов и их композиций [150]. Как правило, новые методы механических испытаний направлены на выявление стойкости материалов к различным воздействиям [151] или на выявление механических свойств новых материалов, для которых не могут быть использованы стандартные методы механических испытаний [146, 152]. Ранее в работе [145] исследовали специфику применения нового метода механических испытаний при исследованиях наноструктурных материалов. В работе [146] исследовали методику определения микротвёрдости при испытаниях твёрдых, хрупких и тонких плёнок. Специфика таких испытаний обусловлена тем, что подложка неизбежно оказывает существенное влияние на результаты измерений. Авторы работы [146] предлагают использование специальных подложек и

соответствующих формул, что позволяет корректно интерпретировать получаемые результаты.

Кажущаяся простота многих методов механических испытаний обманчива, так как при их детальном рассмотрении появляется множество факторов, требующих учёта. Кроме того, экспериментально получаемые результаты измерений не всегда могут быть однозначно интерпретированы. Именно этим и объясняется многообразие существующих на сегодняшний момент методик механических испытаний разных материалов [141-143].

Предложенная в работах [153, 154] методика механических испытаний обладает рядом важных достоинств, среди которых: высокая точность измерения коэффициента вязкости микроразрушения, возможность исследования наиболее хрупких и тонких металлических плёнок и покрытий, в том числе в локальных миллиметровых областях и пр. Данный метод не лишён недочётов. В частности, недостаточно тщательно прописана технология предварительного испытания материала, необходимая для выбора оптимального диапазона нагрузок на индентор. Не определены минимально допустимые расстояния от точек нагружения до границы образца и т. д.

Таким образом, для достижения общей цели работы в данной главе необходимо решить следующие задачи:

1. Определить допустимый диапазон нагрузок на индентор, при которых можно корректно использовать методику выявления коэффициента вязкости микроразрушения тонких АМНКРМС за счёт локального нагружения пирамидкой Виккерса.

2. Разработать алгоритм определения оптимального значения нагрузки на индентор, позволяющий определять коэффициент вязкости микроразрушения в «центральных» областях АМНКРМС.

3. Установить минимально допустимые и оптимальные значения расстояний между соседними точками локального нагружения пирамидкой Виккерса при испытаниях в «центральных» участках образцов АМНКРМС, нанесённых на подложку.

4. Разработать алгоритм нахождения минимально допустимых расстояний от точек локальных нагрузений до физических границ тонких образцов АМНКРМС, размещённых на подложке, при их нагружении оптимальной нагрузкой согласно используемой методике.

2.2. Используемые материалы и методика их подготовки

Экспериментальные исследования реализованы на АМНКРМС производства ПАО «Ашинский металлургический завод»: 82К3ХСР ($\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$), 84КХСР ($\text{Co}_{81,92}\text{Si}_{7,2}\text{Fe}_{4,3}\text{Cr}_4\text{B}_{2,5}\text{Ni}_{1,8}\text{C}_{0,05}\text{S}_{0,015}\text{P}_{0,015}$), 86КГСР ($\text{Co}_{71,02}\text{Ni}_{12,4}\text{Si}_{6,7}\text{Fe}_{5,9}\text{B}_{3,8}\text{Mn}_{0,1}\text{C}_{0,05}\text{S}_{0,015}\text{P}_{0,015}$). Данная часть работы посвящена совершенствованию методики механических испытаний, ранее разработанной для подобных материалов [77, 153, 154].

Необходимо разделять методику подготовки образцов к испытаниям и непосредственно методику самих механических испытаний. Подготовка включает этапы нарезки, отжига образцов, а также формирования полимерных подложек и фиксации образцов на приготовленных композитах. В качестве материала для подложки использовали полиэфирный композит, который был выбран после проведения серии экспериментальных испытаний [155] (см. ниже).

Из закупленных на Ашинском металлургическом заводе аморфных лент вырезали образцы с линейными размерами 15x25 мм. В геометрии вырезаемых образцов допускались некоторые отклонения от указанных значений (до 0,5 мм включительно в большую сторону). Нарезанные образцы в количестве 25–30 штук располагали вместе один над другим и помещали между пластинами из нержавеющей стали. Для минимизации возможного коробления образцов при последующей термической обработке данную конструкцию наполняли грузом с массой 0,1 кг (рисунок 2.1, а).

Наборы образцов, сформированные по приведённому принципу, отжигали в течение 10 минут при фиксированной температуре, после чего доставали из печи и охлаждали в условиях естественной атмосферы до комнатной температуры. Образцы отжигали при следующих температурах: 733–833 К – для сплава

82K3XCP, 763–863 К – для сплава 84KXCP, 703–803 К – для сплава 86KГCP. Механические испытания осуществляли на образцах, не имевших контакта со стальными пластинами на этапе высокотемпературного отжига.

В качестве основы материала подложки использовали полимерный композит BodiFiber: 67/548/ЕЕС следующего состава: CAS 100-42-5, EINECS 202-851-5 (Index number: 601-026-00-0, styrene Xn R20; Xi R36/38, R10 Flam. Liq. 3, H 226; Acute Tox. 4, H 332; Skin Irrit. 2, H 315; Eye Irrit. 2, H 319 20-25%). Для придания жидкому композиту желательной вязкости и адгезии к образцу добавляли в раствор затвердитель. На стадии предварительных испытаний было апробировано более двух десятков различных полимерных композитов.

Термообработанные образцы располагали на полимерных подложках толщиной 2 мм с основанием в виде металлических пластин толщиной 2 мм (рисунок 2.1, б). Металлическое основание обеспечивает достаточную жёсткость конструкции «образец-подложка-пластина». Сверху образец прижимали к подложке грузом массой 0,5 кг и выдерживали некоторое время, а после затвердевания полимерного композита удаляли стекло с поверхности образца и подложки.

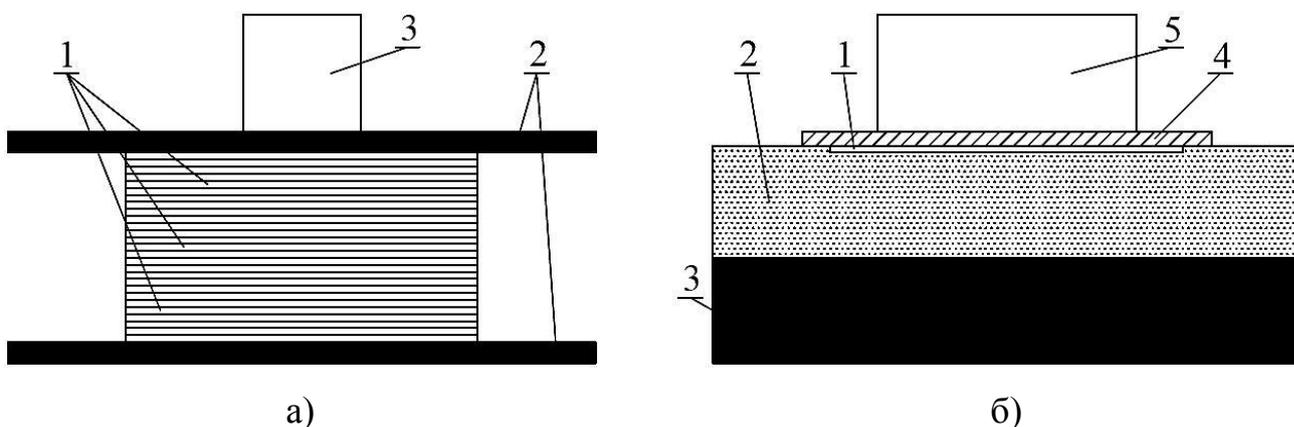


Рисунок 2.1 – Процедура подготовки материалов к испытаниям: а) конструкция размещения образцов при высокотемпературном отжиге: 1 – образцы аморфного сплава в количестве 25–30 штук; 2 – пластины из нержавеющей стали; 3 – груз массой 0,1 кг; б) схема расположения образца на подложке: 1 – образец АМНКРМС; 2 – полиэфирный композит; 3 – металлическое основание; 4 – стеклянная пластина; 5 – прижимающий груз массой 0,5 кг

В данной работе развивается методика выявления механических характеристик при локальном нагружении тонкоплёночных образцов из кобальтовых аморфных и аморфно-нанокристаллических сплавов. Влияние условий высокотемпературного отжига на микротвёрдость аморфно-нанокристаллических образцов, а также влияние структуры материала на характер разрушения рассмотрено в работах [10, 53, 57, 63]. Поэтому в данной работе эти вопросы затрагиваются лишь косвенно.

2.3. Методика механических испытаний тонких лент на подложках

Ранее разработан метод выявления коэффициента вязкости микроразрушения тонких лент АМНКРМС, основанный на локальном нагружении образцов, располагаемых на подложках, инденторами различной геометрической формы. Данный метод механических испытаний отличается высокой чувствительностью и позволяет выявлять механические свойства в локальных областях материала. Впервые необходимость учёта специфики таких материалов при проведении механических испытаний обоснована ещё в 2000 году в работе [78]. Развитие метода выявления коэффициента вязкости микроразрушения продолжено в работах [145, 153, 154, 156]. Данный метод основан на анализе специфических микрокартин разрушения, формирующихся (в определённых условиях) при локальном нагружении тонких образцов инденторами различной геометрической формы: пирамидками Виккерса, Берковича и стальными шариками [153, 154].

Применение данного метода обосновано при появлении симметричных систем микротрещин в результате индентирования. По этому признаку, в принципе, можно судить о применимости метода не только к рассматриваемым тонким лентам, но и к другим материалам. Испытания АМНКРМС по этому методу, проведённые ранее, показывают актуальность и востребованность подобной методики механических испытаний. Показано, что аморфно-нанокристаллическая структура формируется в исходно аморфных сплавах в процессе высокотемпературного печного отжига (изначально до термической

обработки структура имеет только аморфную фазу). Соответственно, температура отжига, время выдержки, условия охлаждения и другие факторы оказывают влияние как на формирующуюся структуру материала, так и на ряд его свойств.

Особый интерес применительно к рассматриваемым сплавам представляют такие характеристики, как микротвёрдость и коэффициент вязкости микроразрушения. Точность экспериментального нахождения значений этих характеристик, особенно коэффициента вязкости микроразрушения, зависит от корректности режимов механических испытаний. Кроме того, необходимо уметь определять: 1) интервалы допустимых нагрузок на индентор; 2) минимально допустимые расстояния от участков локального нагружения до физических границ образца или соседних участков локального нагружения.

Геометрия системы трещин на микрокартинах разрушения определяется формой применяемого индентора: пирамидка Виккерса – вложенные квадраты; пирамидка Берковича – вложенные треугольники. При используемой в нашем случае пирамидке Виккерса микрокартины разрушения должны напоминать приведённую на рисунке 2.2 схему.

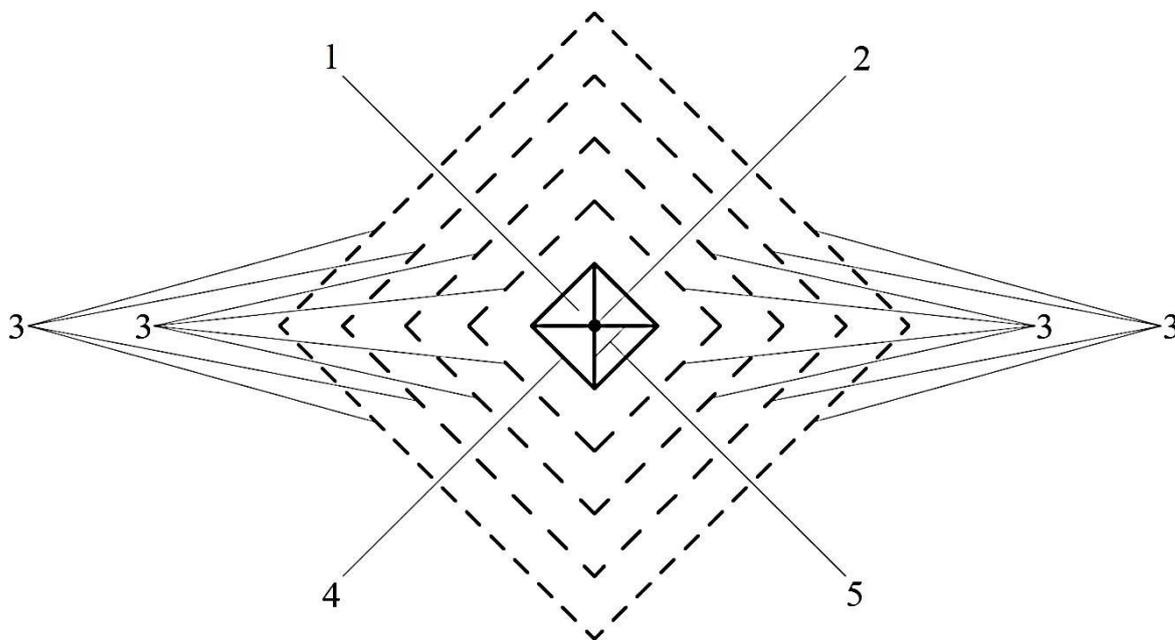


Рисунок 2.2 – Идеализированная схема микрокартины разрушения: 1 – зона отпечатка от индентора; 2 – точка нагружения; 3 – трещины, ориентированные параллельно граням индентора; 4 – границы отпечатка от индентора; 5 – линии (следы) воздействия рёбер индентора

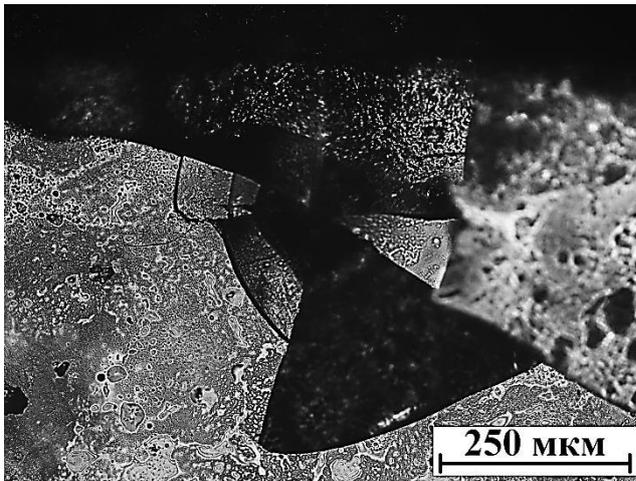
К микрокартинам разрушения, формирующимся по итогам испытаний, предъявляется ряд требований, основными из которых являются: 1) отсутствие провалов материала (рисунок 2.3, а, б); 2) отсутствие плотной сетки трещин (рисунок 2.3, в, г); 3) отсутствие крошева из отколотых участков материала (рисунок 2.3, б, в). Только при отсутствии таких дефектов, с одной стороны, и наличии системы трещин, параллельных граням индентора, с другой, микрокартины удовлетворяют указанным выше требованиям, считаются симметричными, подлежат анализу после набора статистического материала.

Основная часть исследований проведена на ленте аморфного металлического сплава 82К3ХСР толщиной 30 мкм. Для проверки и обобщения полученных результатов часть экспериментов проводили также на сплавах 84КХСР и 86КГСР. Локальные нагружения образцов производили на микротвердомере ПМТ–3М (производство АО «ЛОМО») с помощью четырёхгранной пирамидки Виккерса. Результаты индентирования показывают, что нагрузки, меньшие 0,98 Н, не разрушают данные материалы. Отдельно анализировали «центральные» области образцов, значительно удалённые от их физических границ, и околограничные участки образцов.

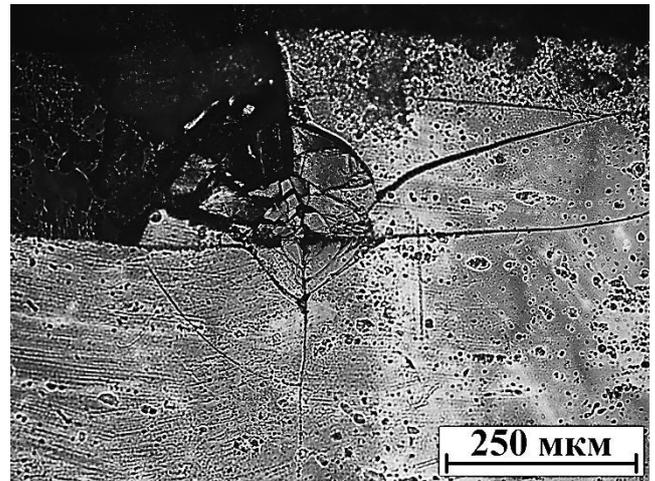
Процедура исследования тонких образцов, размещённых на подложках, состоит из двух основных этапов: 1) выявление оптимальной нагрузки на индентор (сюда также можно отнести установление приемлемого диапазона нагрузок на индентор и нахождение допустимого расстояния между областями, в которых проводятся локальные нагружения); 2) нахождение минимально допустимого расстояния от границ образцов до областей локального нагружения.

Испытания приграничных участков образца можно проводить при различных нагрузках на индентор (в большинстве случаев отличных от оптимальной), но в этом случае сильно снижается математическое ожидание вероятности получения требуемой симметричной системы микротрещин. Поэтому целесообразнее сначала определить оптимальные величины нагрузок

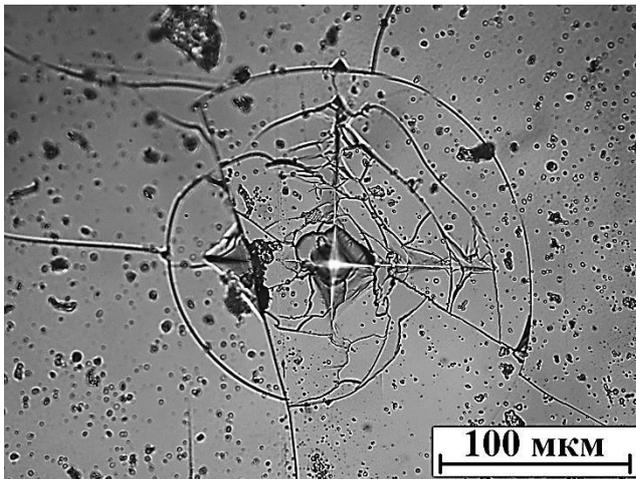
на индентор. Далее следует рассматривать влияние расстояния до границ образца на характер микрокартин разрушения.



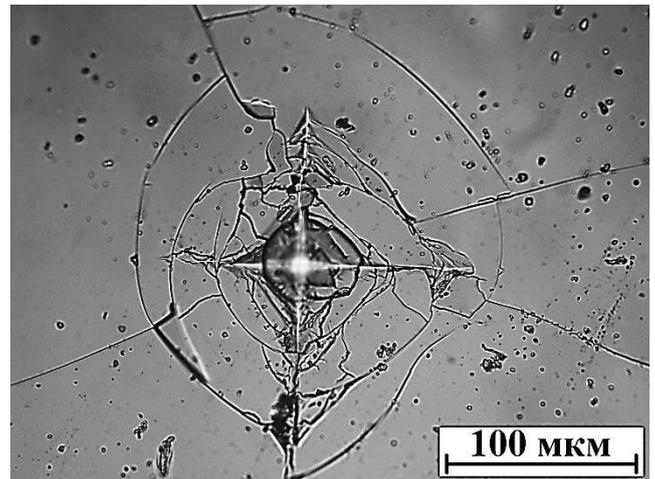
а)



б)



в)



г)

Рисунок 2.3 – Микрофотографии неудачных испытаний материала: а) провал части материала при испытании приграничной области (170 мкм от верхней границы образца), возникший вследствие наличия поры непосредственно под местом локального нагружения; б) образование небольших отколов материала в месте частичного провала левой части граничного участка (дефектная пора находилась левее и выше точки надавливания); в) густая сетка трещин при проседании отколотой части образца, рёбра индентора формируют «засечки» на материале; г) «смешанное» разрушение, характеризующееся большим количеством трещин различного вида, где наряду с симметричными элементами также заметны отколотые участки материала

Правильный выбор оптимального диапазона нагрузок позволяет минимизировать количество и размеры несимметричных трещин и отколов материала, которые всегда формируются при использовании неподходящих значений нагрузки на индентор. Зная допустимые диапазоны нагрузок, можно определить минимально допустимые расстояния от точки испытания до границ образца.

2.4. Определение допустимых нагрузок на индентор и расстояний между соседними областями нагружения при использовании одинаковых нагрузок

Первая серия экспериментов направлена на выявление диапазона допустимых нагрузок. Разработан универсальный алгоритм, позволяющий с учётом геометрии применяемого индентора, типа материала и выбранной подложки находить оптимальную нагрузку на индентор. Её значение так же, как и границы приемлемого диапазона нагрузок, может варьироваться и отличаться для разных сплавов.

Для лучшего понимания сущности операций, составляющих данный алгоритм, следует обозначить некоторые часто встречающиеся в дальнейшем понятия и величины. Математическое ожидание вероятности формирования симметричного разрушения (МОВФСР) P – относительная доля/процент пригодных для анализа микрокартин разрушения, из всего набора микрокартин, сформированных в данной области образца при заданных одинаковых условиях нагружения. В случае симметрии всех микрокартин величина МОВФСР $P = 1$ (100 % – идеальный вариант). Оптимальная нагрузка F_{opt} – это сила вдавливания индентора в образец, при которой МОВФСР P принимает наибольшее значение. Степень симметрии образуемых микрокартин разрушения определяется экспериментатором с учётом их соответствия требованиям, указанным в параграфе 2.3. Минимально допустимая нагрузка F_{min} – величина силы, действующей на индентор, которая меньше F_{opt} и соответствует МОВФСР $P \approx 0,4$. Максимальная нагрузка F_{max} – величина силы, действующей на индентор, которая больше F_{opt} и соответствует МОВФСР $P \approx 0,4$. Допустимый диапазон нагрузок $[F_{min} \dots F_{max}]$ – интервал нагрузок в пределах от F_{min} до F_{max}

включительно, содержащий F_{opt} . МОВФСР P , соответствующее значениям F_{min} и F_{max} , не может быть меньше 0,4. Очевидно, что будет лучше, если МОВФСР $P > 0,4$. Корректное расстояние между соседними областями испытаний $l_{корр}$ – это расстояние, при котором не наблюдается какого-либо взаимодействия трещин, образуемых между ближайшими точками нагружения при одинаковой нагрузке на индентор [156].

Изначально в «центральных» областях образца проводится несколько предварительных циклов испытаний. Каждый такой цикл состоит из 5 нагружений при одинаковой нагрузке. Шаг нагрузки между предварительными циклами выбирается небольшим (например, 0,49 Н), с учётом конструктивных особенностей микротвердомера и исследуемого материала. Предварительные циклы предназначены для определения силы вдавливания индентора, при которой материал только начинает растрескиваться, и исключения из подробного рассмотрения меньших нагрузок, формирующих только отпечатки от индентора на микрокартинах разрушения. Установлено, что АМНКРМС 82К3ХСР начинает разрушаться при силе вдавливания 2,45 Н. Найденное значение силы используют в первой серии испытаний. В последующих циклах силу вдавливания постепенно повышают и при необходимости корректируют её шаг.

При проведении всех циклов испытаний учитывается расстояние между ближайшими областями нагружения $l_{корр}$. Рекомендуемое значение этого расстояния составляет 100 мкм, хотя при отсутствии радиальных трещин допускается и меньшее его значение. Образование трещин, соединяющих соседние области нагружения, является недопустимым. При необходимости расстояние между близлежащими областями нагружения $l_{корр}$ следует увеличивать. Анализируются и могут использоваться для статистической обработки исключительно независимые микрокартины разрушения, не имеющие фрагментов общих трещин. При каждой нагрузке (в каждом цикле) осуществляется минимум 20 испытаний. Некорректные испытания, представляющие микрокартины с дефектами или микрокартины с объединёнными трещинами – рисунок 2.3 и рисунок 2.4, не рассматриваются и не подлежат статистическому учёту.

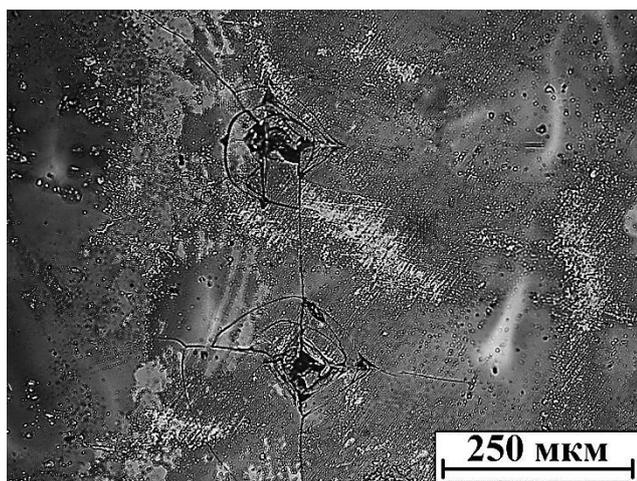
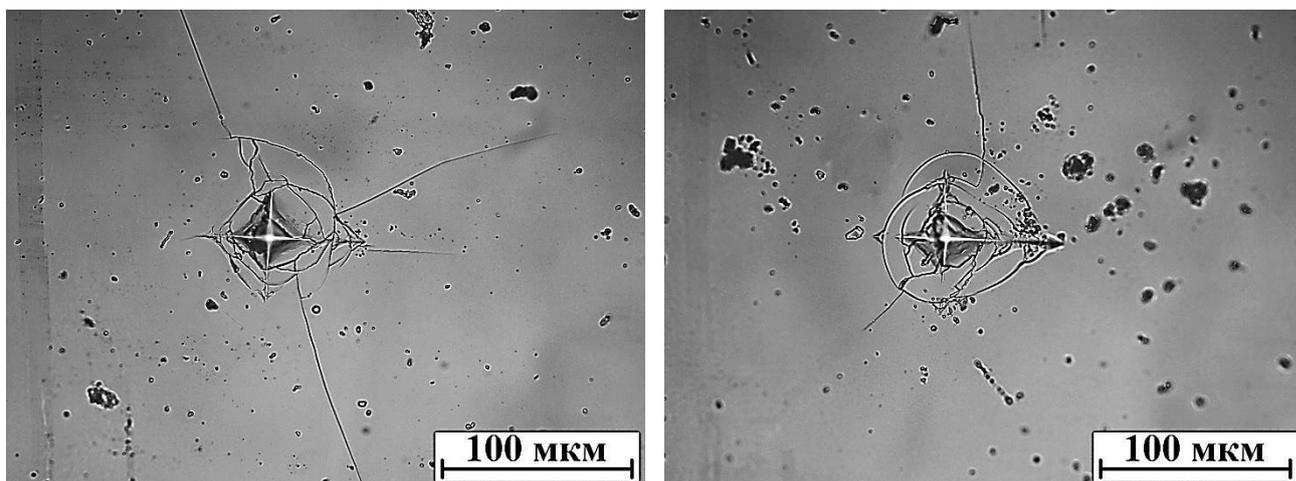


Рисунок 2.4 – Объединение радиальных трещин, распространяющихся навстречу друг другу от соседних участков индентирования АМНКРМС 82К3ХСР нагрузкой 3,92 Н. Результаты, полученные при таких испытаниях, не учитываются. В случае формирования показанных на рисунке микрокартин разрушения следует увеличить расстояние между участками локального нагружения

После проведения каждого цикла испытаний оценивается качество полученных микрокартин разрушения, симметрия имеющихся в них трещин, а также фиксируется количество микрокартин, пригодных для статистической обработки. Это позволяет определить величину МОВФСР P . При значениях нагрузки, не превышающих 1,96 Н, формируются только симметричные отпечатки от пирамидки Виккерса. Искажение симметрии отпечатков вблизи областей нагружения может происходить при наличии пор в подложке. При минимальной силе 2,45 Н, вызывающей растрескивание у АМНКРМС 82К3ХСР, значение МОВФСР $P \approx 0,1$. На микрокартинах присутствуют радиальные трещины (рисунок 2.5, а, б). В связи с этим расстояние $l_{корр.}$, определяющее корректность проводимых испытаний при таких условиях режима нагружения, составляет 150 мкм.

Здесь и далее под расстоянием $l_{корр.}$ понимаем минимальное расстояние между трещинами, возникшими в двух соседних областях нагружения.

При нагрузке 2,94 Н возможно образование кольцевых (рисунок 2.6, а) или незамкнутых кольцевых (рисунок 2.6, б) трещин.



а)

б)

Рисунок 2.5 – Результаты локальных нагружений образца АМНКРМС силой 2,45 Н: а) система вложенных квадратов не образуется ввиду малой нагрузки. Возникают трещины, перпендикулярные граням индентора, которые распространяются на десятки микрометров и блокируют формирование развитой системы трещин, ориентированных параллельно граням индентора; б) формирование радиальных и кольцевых трещин

Математическое ожидание вероятности формирования трещин, показанных на рисунке 2.6, а, б, составляет 0,2. В случае соединения радиальных трещин, распространяющихся навстречу друг другу из соседних участков, нарушается последовательность формирования симметричных трещин и снижается количество симметричных трещин, параллельных граням индентора. Соответственно, минимальное расстояние между областями нагружения $l_{корр.}$, исключающее такое объединение трещин при заданной нагрузке, составляет 200 мкм. Благодаря постепенному увеличению нагрузки на индентор с фиксированным шагом ($\approx 0,49$ Н) находится минимальная нагрузка на индентор F_{min} , когда P достигает 0,4. Для АМНКРМС 82К3ХСР этой величине P соответствует $F_{min} \approx 2,94$ Н. Типичные симметричные микрокартины разрушения, полученные в этом испытательном цикле, показаны на рисунке 2.6, в, г. Однако, симметрия показанных на рисунке 2.6, в, г систем микротрещин была нарушена растущими радиальными трещинами.

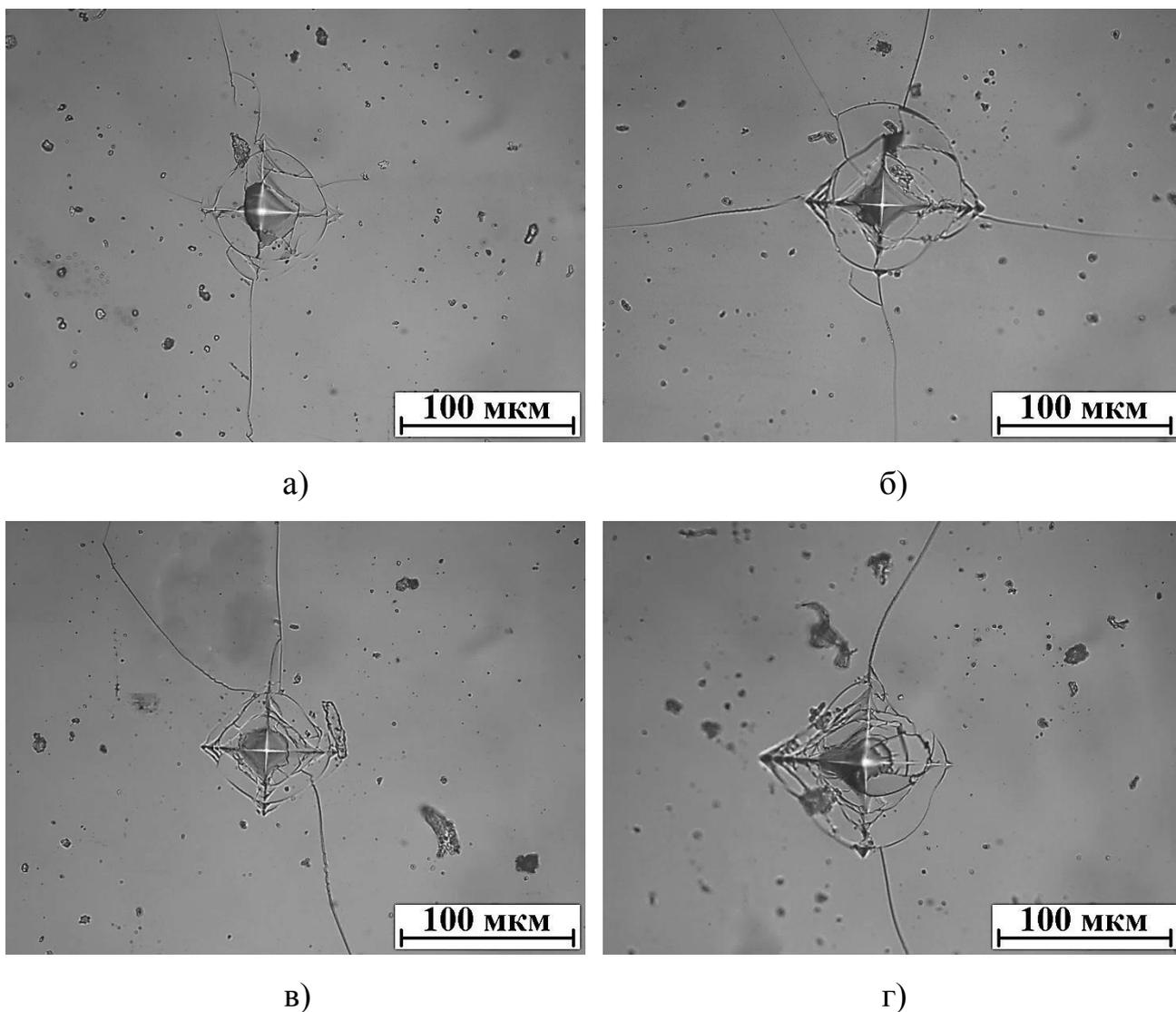


Рисунок 2.6 – Микрокартины разрушения образца АМНКРМС 82К3ХСР при нагрузке 2,94 Н: а) отчётливо видна опоясывающая отпечаток от индентора кольцевая трещина; б) формируемые радиальные трещины провоцируют отколы материала и изменяют морфологию кольцевых трещин; в), г) зарождающиеся фрагменты симметричной системы трещин присутствуют наряду с радиальными трещинами

С увеличением прилагаемой к индентору нагрузки до 3,43 Н микрокартины разрушения претерпевают изменения. На поверхности материала с $P \approx 0,6$ формируются пригодные для анализа микрокартины разрушения. На микрокартинах встречаются 3 трещины, параллельные как одной грани индентора (рисунок 2.7, а, б), так двум и более граням индентора (рисунок 2.7, в).

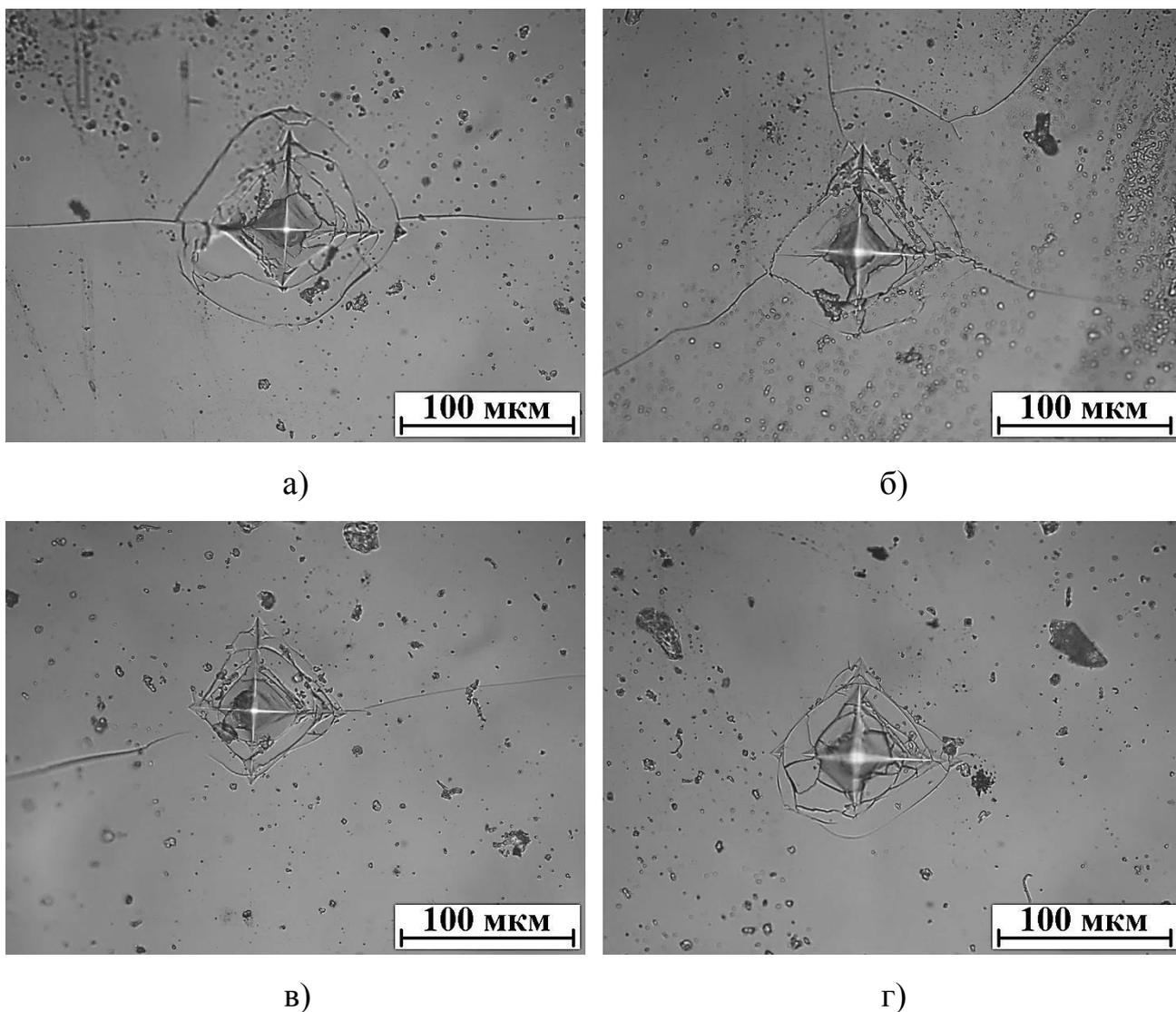


Рисунок 2.7 – Особенности образования трещин на АМНКРМС 82К3ХСР при силе вдавливания индентора в образец 3,43 Н: а) вокруг симметричных трещин формируется замкнутая кольцевая трещина; б) появление радиальных трещин исключает формирование симметричных трещин, параллельных граням индентора; в) параллельно каждой грани индентора образуется как минимум одна параллельная трещина; г) отсутствуют как радиальные трещины, так и система трещин, параллельных граням индентора

Радиальные трещины в ряде случаев (рисунок 2.7, г) отсутствуют. Допустимые расстояния между соседними областями нагружения $l_{корр}$ в данном цикле испытаний составляют 300 мкм.

Предполагается, что по мере роста нагрузки выше F_{min} симметрия систем трещин продолжает увеличиваться вплоть до нагрузки F_{opt} . В последующих циклах продолжаем повышать нагрузку на индентор с тем же шагом и находим её значение, при котором P максимально.

В испытательном цикле с использованием нагрузки 3,92 Н все локальные нагружения сопровождаются разрушением материала и образованием трещин. С МОВФСР $P \approx 0,85$ формируются симметричные микрокартины разрушения с несколькими трещинами, ориентированными параллельно граням индентора (рисунок 2.8, а, б). Часть микрокартин разрушения пригодна для анализа, но менее симметрична (рисунок 2.8, в, г).

При этом радиальные трещины могут присутствовать в симметричных микрокартинах разрушения (рис. 2,8, а, б). Наличие радиальных трещин на микрокартинах разрушения в «центральных» областях образца не отменяет учёта таких микрокартин при определении коэффициента вязкости микроразрушения материала. Учитывая, что разрушения от соседствующих друг с другом областей нагружения не должны взаимодействовать, расстояния $l_{корр.}$ между ними при такой нагрузке должны быть равными 400 мкм. Установлено, что максимальное значение P составляет 0,85 и достигается при нагрузке, равной 3,92 Н. Следовательно, для АМНКРМС 82К3ХСР оптимальная нагрузка на индентор $F_{opt} = 3,92$ Н [156].

Применение нагрузок на индентор, превышающих $F_{opt} = 3,92$ Н, снижает симметрию микрокартин разрушения АМНКРМС 82К3ХСР. Продолжая увеличивать нагрузку на индентор с выбранным шагом, отыскиваем такое её значение, при котором МОВФСР P снова составляет 0,4. Несмотря на то, что материал разрушается в 100 % испытаний при нагрузке 4,9 Н, МОВФСР P уменьшается по сравнению с испытаниями при нагрузке $F_{opt} = 3,92$ Н и не превосходит значения 0,4.

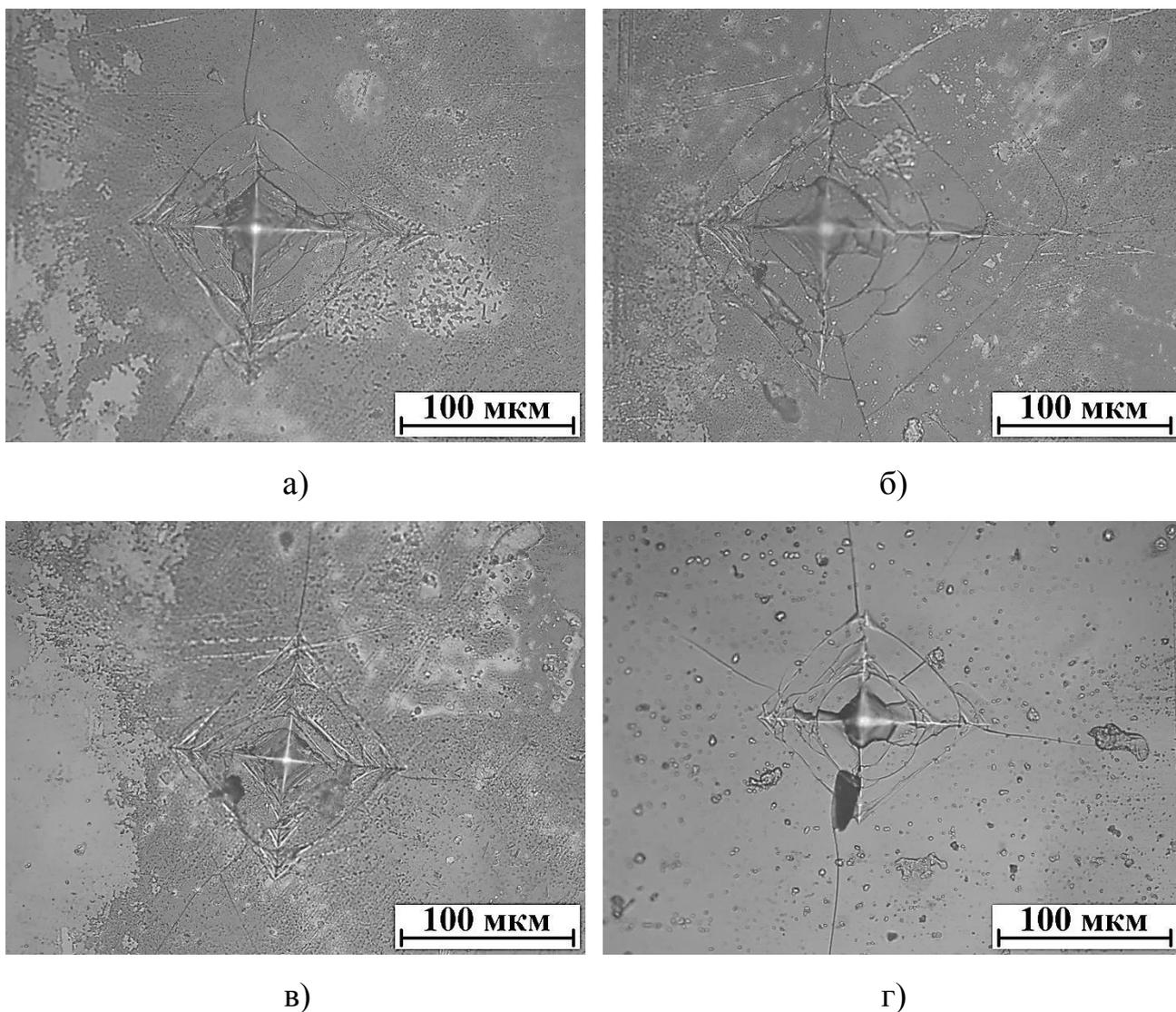


Рисунок 2.8 – Характерные микрокартины разрушения, возникшие при испытаниях «центральных» участков образца АМНКРМС 82К3ХСР нагрузкой 3,92 Н: а), б) три и более параллельные граням индентора трещины образуют требуемые симметричные микрокартины разрушения; в), г) микрокартины разрушения с незначительным искажением симметрии

Микрокартины с элементами симметрии продемонстрированы на рисунке 2.9, а, б. Остальные микрокартины разрушения имеют существенно худшее качество и не пригодны для определения коэффициента вязкости микроразрушения из-за множества трещин и отколов (рисунок 2.9, в, г). Минимально допустимые расстояния $l_{корр.}$ между центрами нагружения составляют 450 мкм.

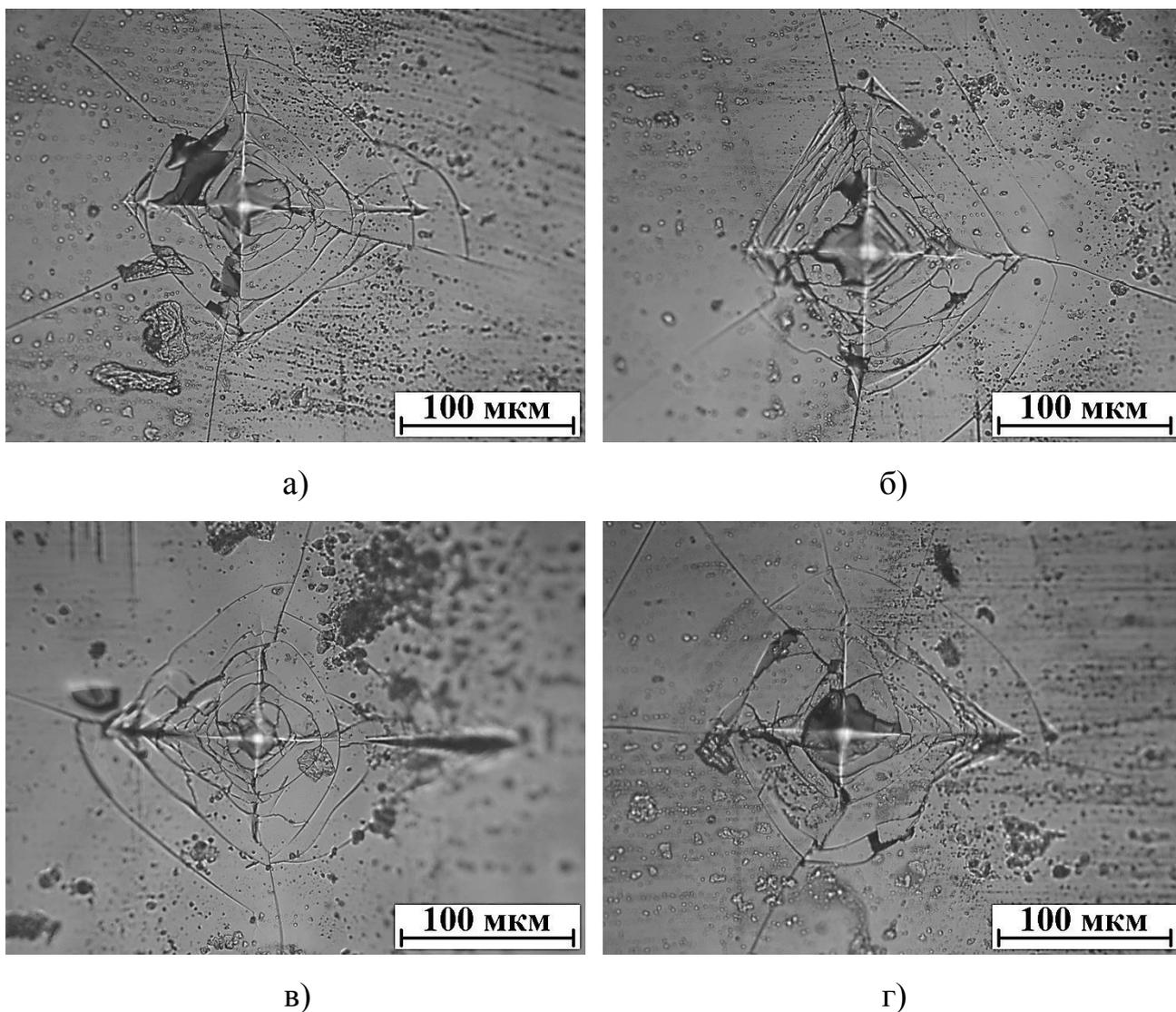


Рисунок 2.9 – Разрушения «центральных» участков образца АМНКРМС при нагружении пирамидкой Виккера с силой 4,9 Н: а) радиальные трещины, перпендикулярные двум граням индентора, блокируют развитие симметричных трещин вдоль этих граней; б) симметрия разрушения искажается вследствие чрезмерной нагрузки на индентор; в) густая сетка трещин провоцирует отколы материала; г) асимметричная микрокартина разрушения с отколами и хаотичным расположением трещин

Слишком высокие нагрузки, превышающие F_{opt} , инициируют появление на микрокартинах разрушения асимметричных отколов, что влечёт за собой снижение МОВФСР P . При этом площади формируемых отпечатков от индентора, равно как и площади, занимаемые трещинами около отпечатков,

увеличиваются в размерах. Это обуславливает удаление точек нагружений на бóльшие расстояния $l_{корр.}$ друг от друга.

Согласно экспериментальным данным, максимальная нагрузка на индентор F_{max} для исследуемого АМНКРМС 82К3ХСР составляет 4,9 Н. С целью получения симметричных микрокартин разрушения следует применять нагрузки на индентор от 2,94 Н до 4,9 Н. Нагрузки ниже 2,94 Н недостаточны, так как симметричные системы трещин (вложенные квадраты) формируются менее чем в 40 % случаев. При нагрузке свыше 4,9 Н образуются сильные искажения в микрокартинах разрушения [157].

Полученные результаты удобно представить в виде графической зависимости МОВФСР P от значения нагрузки на индентор F , Н. Такая зависимость для АМНКРМС 82К3ХСР приведена на рисунке 2.10.

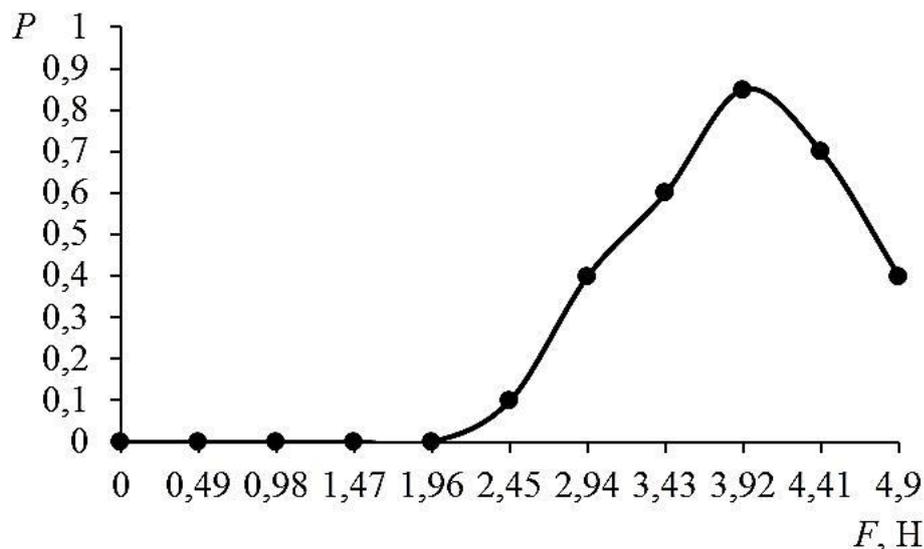


Рисунок 2.10 – Зависимость МОВФСР P на поверхности образцов АМНКРМС 82К3ХСР при различных нагрузках на индентор F , Н. $F_{min} \approx 2,94$ Н ($P \approx 0,4$), $F_{opt} \approx 3,92$ Н ($P \approx 0,85$), $F_{max} \approx 4,9$ Н ($P \approx 0,4$). При значениях нагрузок, не превышающих 1,96 Н, разрушения материала не происходит (трещины отсутствуют), следовательно, при этом $P = 0$

Для АМНКРМС 84КХСР и 86КГСР получали аналогичные зависимости $P(F)$. Исследования, проведенные по предложенному алгоритму на трёх разных сплавах, демонстрируют похожие качественные результаты. Нагрузки F_{opt} , F_{min} ,

F_{max} несколько различаются для этих материалов. В отличие от АМНКРМС 82К3ХСР оптимальное значение нагрузки для сплава 84КХСР $F_{opt} \approx 2,94$ Н, а для сплава 86КГСР $F_{opt} \approx 3,43$ Н. Это обусловлено разными механическими свойствами металлических сплавов. При этом алгоритм, позволяющий определять оптимальные условия режима нагружения для формирования симметричных микрокартин разрушения и последующего вычисления коэффициента вязкости микроразрушения, остаётся одинаковым для всех испытанных материалов.

Авторы работ [158, 159] сопоставляли значения коэффициента вязкости микроразрушения для АМНКРМС 82К3ХСР, определённые данным методом, с результатами, полученными при испытаниях на изгиб. Была установлена качественная корреляция результатов методов.

Коэффициент вязкости микроразрушения образца может определяться в соответствии с формулой патента на изобретение, взятого за прототип [153]:

$$\varepsilon = (d - h)/h, \quad (2.1)$$

где d – диаметр приведённой полуокружности, достроенной по результатам измерения фигуры, образованной группой трещин после воздействия на образец четырёхгранной пирамидкой, мкм, а h – толщина исследуемого образца, мкм. Также возможно использование эмпирических коэффициентов, умножаемых на величину «ступени» отпечатка от индентора, то есть на расстояние между соседними трещинами, образующими фигуру из вложенных квадратов.

Для расчёта величины диаметра приведённой полуокружности d в выражении (2.1) используется следующее выражение [153]:

$$d = 2(l_{сред.} + l_{мин.сред.}), \quad (2.2)$$

где $l_{сред.}$ и $l_{мин.сред.}$ – среднее и минимальное среднее расстояния между соседними трещинами соответствующих сторон фигуры, образованной трещинами в форме вложенных квадратов после воздействия на образец индентора, мкм. При этом учитываются только те трещины, которые относительно параллельны соответствующим сторонам квадрата и образуют характерную фигуру в виде вложенных квадратов. Расчёты $l_{сред.}$ производят

путём измерения всех расстояний между соседними трещинами во всех сторонах образованной ими фигуры, при необходимости достраивая незамкнутые квадраты до замкнутых, по формуле:

$$l_{\text{сред.}} = ((l_{a1} + l_{a2} + \dots + l_{an})/n + (l_{b1} + l_{b2} + \dots + l_{bn})/n + (l_{c1} + l_{c2} + \dots + l_{cn})/n + (l_{d1} + l_{d2} + \dots + l_{dn})/n) / 4, \quad (2.3)$$

где $l_{a1}, l_{a2}, \dots, l_{an}, l_{b1}, l_{b2}, \dots, l_{bn}, l_{c1}, l_{c2}, \dots, l_{cn}, l_{d1}, l_{d2}, \dots, l_{dn}$ – расстояния между соседними трещинами в каждой из сторон фигуры, ими образованной. Аналогично рассчитывается $l_{\text{мин.сред.}}$, но вместо всех расстояний между соседними трещинами учитываются только минимальные расстояния между соседними трещинами в каждой из сторон фигуры, ими образованной.

Полученные в данной работе результаты были защищены патентом № 2699945 [157]. Формула изобретения в соответствии с патентом следующая.

1. Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических плёнок, включающий изготовление образцов из тонкой аморфной металлической ленты; образование в них аморфно-нанокристаллической структуры путём контролируемой термической обработки; размещение на подложках из металла и полимерного композитного материала; исследование вязкости микроразрушения путём вдавливания в образец индентора в виде пирамидки Виккерса с нагрузкой, скоростью и временем воздействия на образец, позволяющими спровоцировать появление группы трещин в виде системы вложенных квадратов; расчёт вязкости микроразрушения на основании данных о средних расстояниях между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, отличающийся тем, что перед проведением основной серии испытаний проводят первую серию дополнительных испытаний одного образца с различной нагрузкой, на основании которой определяют оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец, при которой вероятность появления характерной картины микроразрушения максимальна, после чего проводят вторую дополнительную серию испытаний с оптимальной величиной нагрузки на другом образце для определения минимально допустимого расстояния проведения испытаний между точками индентирования и краем

исследуемого образца, при котором проявляется характерная картина микроразрушения.

2. Способ по п. 1., отличающийся тем, что количество испытаний в первой и второй дополнительных сериях составляет не менее 20 испытаний на каждый вариант прилагаемой нагрузки и на каждый вариант расстояния между точками индентирования и краем образца, при этом дополнительные серии испытаний прекращают после того, как выявлен диапазон величин усилия вдавливания индентора в образец, в котором вероятность образования характерной картины микроразрушения превышает 0,65, содержащий оптимальную величину усилия вдавливания, и определено минимально допустимое расстояние между точками индентирования и краем исследуемого образца.

3. Способ по п. 1., отличающийся тем, что если при проведении испытаний в центральной части образца образующиеся трещины соприкасаются с трещинами, образованными в ходе предыдущего испытания, либо не образуют характерной картины микроразрушения, то расстояние между смежными точками индентирования увеличивают в полтора раза и испытание повторяют, а результаты предыдущего испытания не учитываются, причём увеличение расстояния между точками индентирования производят до тех пор, пока не проявится характерная картина микроразрушения.

Применение приведённого выше алгоритма действий по выявлению оптимальной нагрузки, а также допустимого диапазона нагрузок на индентор, оправдано при получении симметричных систем трещин на микрокартинах разрушения испытываемого материала [160, 161]. В противном случае, требуется замена используемого типа индентора (пирамидка Виккерса) на другой (пирамидка Берковича, стальной шарик). Если и в этом случае невозможно спровоцировать появление разрушений требуемой геометрии, то предложенный метод механических испытаний не пригоден для исследуемого материала.

Выше приведены точные формулировки формулы изобретения из патента № 2699945 [157] (копия патента приведена в приложении № 1). Практика использования предложенного алгоритма показала свою эффективность.

Методика, аналогичная описанной в патенте, была использована на ПАО «Пигмент». Копия акта об использовании приведена в приложении № 2.

Таким образом, разработан и экспериментально апробирован алгоритм определения оптимальной нагрузки на индентор, а также алгоритм нахождения допустимого диапазона нагрузок для индентор. Пользуясь данными алгоритмами, можно корректно выявлять коэффициент вязкости микроразрушения [155, 157]. Однако методика выявления коэффициента вязкости микроразрушения не может считаться завершённой до тех пор, пока не будут чётко сформулированы требования по определению допустимого и «рекомендуемого» расстояния от точки испытания до границы образца и/или макроскопической трещины. Решению данной проблемы посвящён следующий параграф.

2.5. Выявление минимально допустимого расстояния от физической границы образца до точек индентирования

Разработка и экспериментальная апробация методики выявления оптимальной нагрузки F_{opt} и диапазона допустимых нагрузок [$F_{min} \dots F_{max}$] (параграф 2.4) сделали возможным переход к определению минимально допустимых расстояний от точки нагружения до физической границы образца или макроскопической трещины.

Минимально допустимое расстояние $L_{мин. доп.}$ – это наименьшее расстояние от экспериментальных точек до физических границ образца, при котором в местах испытаний формируются симметричные микрокартины разрушения, состоящие из вложенных друг в друга фигур (см. параграфы 2.3 – 2.4).

Как правило, локальные нагружения «граничных» областей образца АМНКРМС сопровождаются формированием асимметричных микрокартин разрушения. Поэтому следует предложить и обосновать методику определения допустимых расстояний от участков локального нагружения до границ образца, на которых при тех же условиях нагружения образуются симметричные микрокартины разрушения. Сравнение между собой микрокартин разрушения

вблизи границы образца и микрокартин разрушения, сформированных в «центральных» участках образца, позволяет решить поставленную задачу.

Испытания образца вблизи пограничных зон также состоят из нескольких последовательных циклов. В данной экспериментальной серии в каждом цикле меняется не нагрузка на индентор, а расстояние до границы. При каждом расстоянии от границы $L_{зр.}$ в одном цикле осуществляется минимум 20 испытаний. Определяли симметрию Z микрокартин разрушения. Величина Z показывает соотношение между симметричными и асимметричными фрагментами микрокартин и указывает на то, какую часть от всего разрушения на микрокартине составляют симметричные системы трещин. Если при независимых испытаниях в одном цикле (при фиксированном $L_{зр.}$) формируются микрокартины с различными значениями Z , то итоговое значение Z в цикле определяется как среднее арифметическое Z всех 20-ти нагружений этого цикла. Величина Z повышается по мере удаления от границ образца и достигает своего наибольшего значения при расстоянии $L_{мин. доп.}$. Так как влияние применяемой к индентору нагрузки на симметрию разрушения минимизировано при нагрузках, приближённых к F_{opt} , то во всех циклах использовали нагрузку F_{opt} .

Начальное граничное расстояние $L_{зр.}$ для первого цикла выбирается в 4–5 раз меньшим, чем допустимое расстояние $l_{корр.}$ между участками нагружения при определении F_{opt} (см. параграф 2.4). Как отмечалось ранее, корректность испытаний АМНКРМС 82К3ХСР при $F_{opt} = 3,92$ Н обеспечивается расстоянием $l_{корр.} = 400$ мкм между соседствующими точками нагружения. С учётом описанной в параграфах 2.3 и 2.4 специфики разрушения [162-164], при переходе от «центральных» зон образца к «граничным», принимаем для первого цикла испытаний граничное расстояние $L_{зр.} = 85$ мкм. В связи с тем, что в условиях локального нагружения приграничных областей формируются длинные радиальные трещины, распространяющиеся преимущественно вдоль ближайшей границы образца, расстояния между соседними приграничными точками вдавливания индентора $l_{корр.}$ повышали в 2 раза во всех циклах по

сравнению с аналогичными расстояниями в «центральных» областях и принимали равными 800 мкм.

Получаемые в ходе каждого цикла испытаний микрокартины разрушения анализируются на предмет симметрии/асимметрии и сравниваются с симметричными микрокартинами, полученными при локальных нагрузениях в «центральных» участках образца. На основе этого сравнения делается вывод о значении Z в цикле. Так, при $L_{гр.} = 85$ мкм в разрушениях АМНКРМС 82К3ХСР присутствует много асимметричных элементов разрушения, поэтому значение Z в целом не превышает 0,1. Также в ряде случаев наблюдаются чётко выраженные провалы и отколы материала. Наиболее характерные асимметричные элементы, встречающиеся на микрокартинах разрушения, приведены на рисунке 2.11.

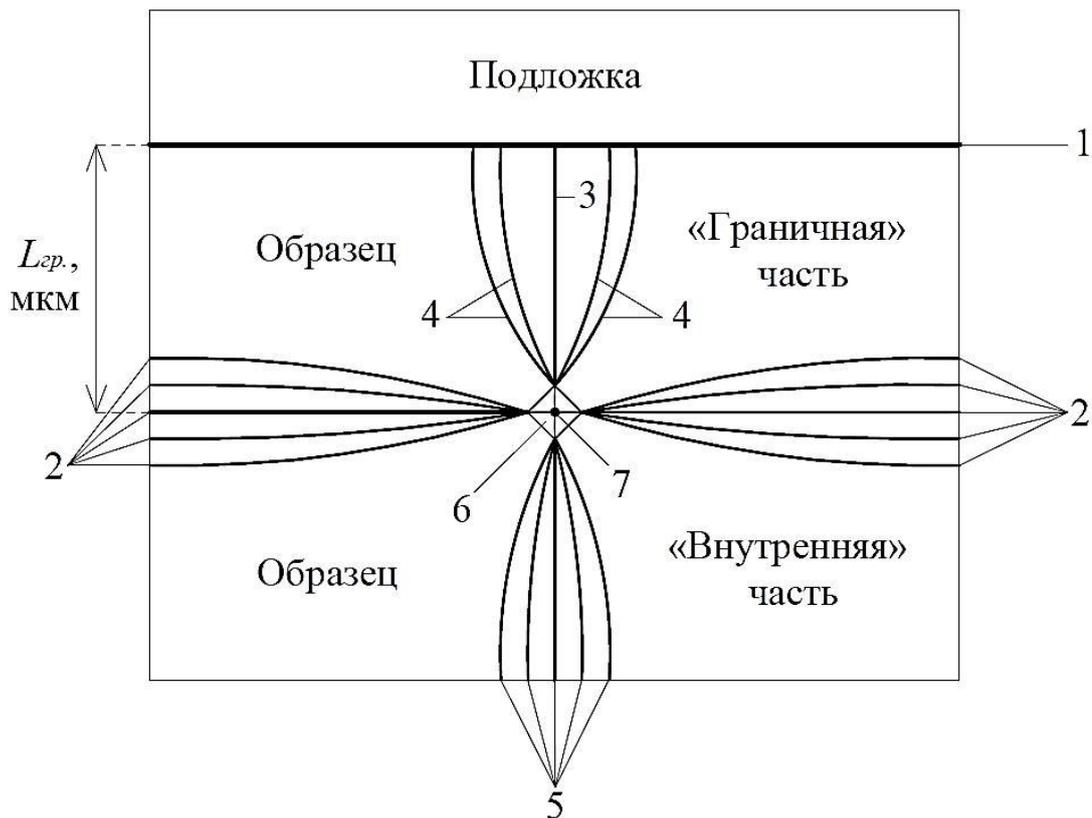


Рисунок 2.11 – Схема разрушения при нагружении вблизи границы образца: 1 – граница образца; 2 – трещины, распространяющиеся вдоль границы образца; 3 и 4 – трещины, перпендикулярные границе образца; 5 – трещины, распространяющиеся по направлению к центру образца; 6 – зона отпечатка от индентора; 7 – точка нагружения

В связи с тем, что на приведённых микрокартинах разрушения малó значение Z , увеличиваем $L_{cp.}$ до 170 мкм и переходим ко второму испытательному циклу. На микрокартинах разрушения по-прежнему образуются длинные трещины (рисунок 2.12, а, б, в, г). Длина такого рода трещин может достигать 250 мкм. Увеличение ширины трещин (рисунок 2.12, а, б, в) происходит вследствие пластической деформации материала подложки.

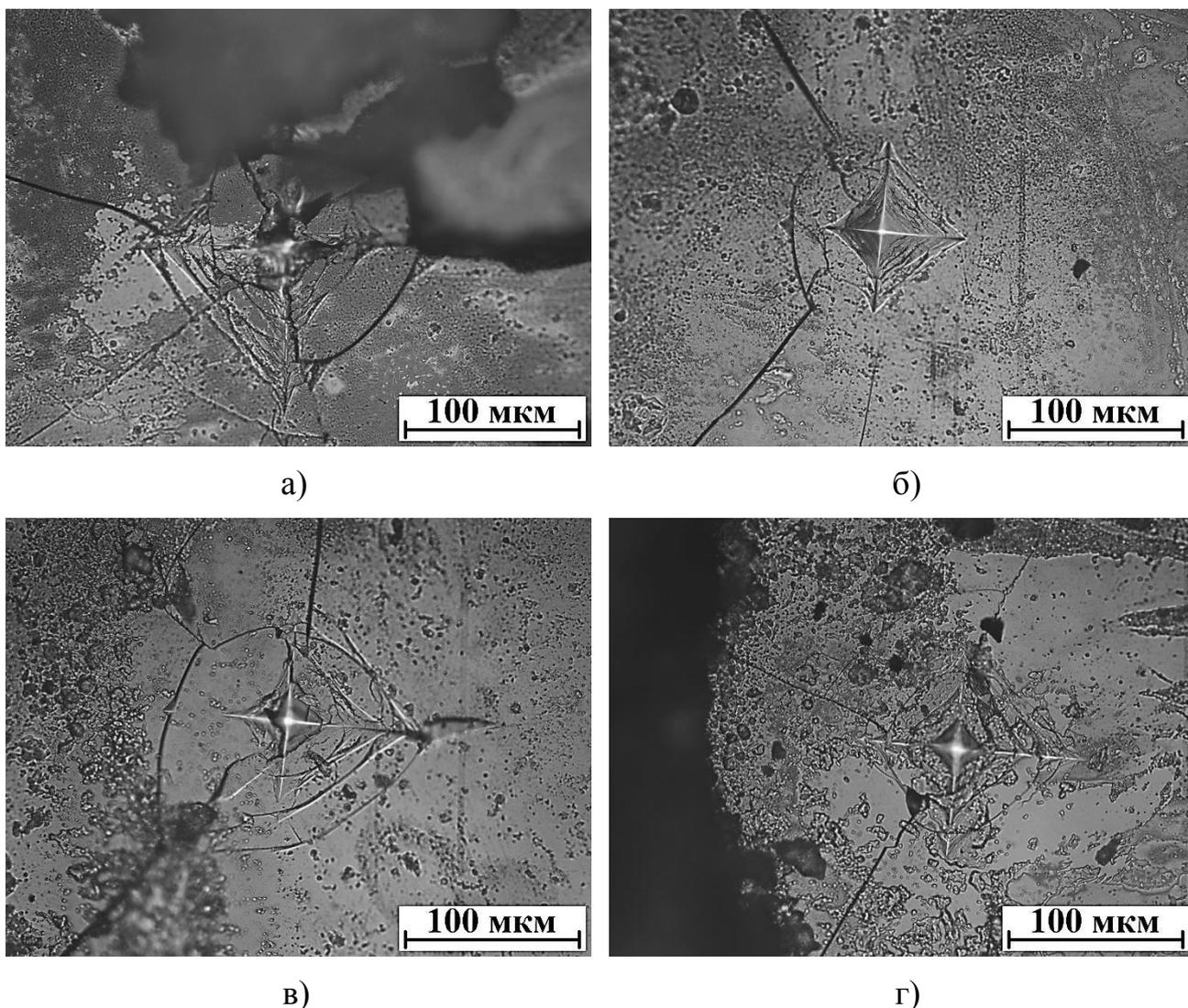


Рисунок 2.12 – Асимметричные картины разрушения, сформированные при нагружении на расстоянии $L_{cp.} = 170$ мкм нагрузкой $F_{опт.}$: а) смещение материала подложки на поверхность граничащей с ним части образца (граница образца находится сверху); б), в) засечки на материале от рёбер индентора в «граничной» части образца возникают при упругом вдавливании подложки (граница образца расположена слева); г) магистральные трещины блокируют формирование симметричных элементов разрушения (граница слева)

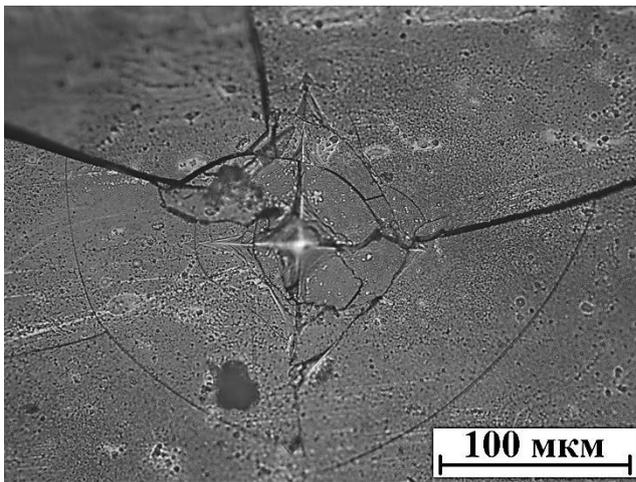
Стоит отметить, что для микрокартин разрушения, формируемых на граничном расстоянии $L_{гр.} = 170$ мкм, величина Z достигает значения 0,25. Зарождение симметричных трещин, параллельных граням индентора, происходит в той части микрокартин разрушения, которые обращены в центр образца (рисунки 2.11, 2.12). Со стороны граничной части наблюдаются навалы подложки на образец (рисунок 2.12, а). Расстояние $L_{гр.} = 170$ мкм от границы слишком малó и непригодно для получения качественных микрокартин разрушения.

Продолжая увеличивать $L_{гр.}$ с тем же шагом, переходим к следующему циклу испытаний на $L_{гр.} = 255$ мкм. При данном расстоянии $L_{гр.}$ не наблюдается навалов подложки на образец, характерных для предыдущих циклов. Тем не менее, микрокартины разрушения всё же искажаются рядом асимметричных фрагментов. Прежде всего, это макротрещины, которые могут быть ориентированы как в сторону границы образца (рисунок 2.13, а), так и внутрь образца (рисунок 2.13, б).

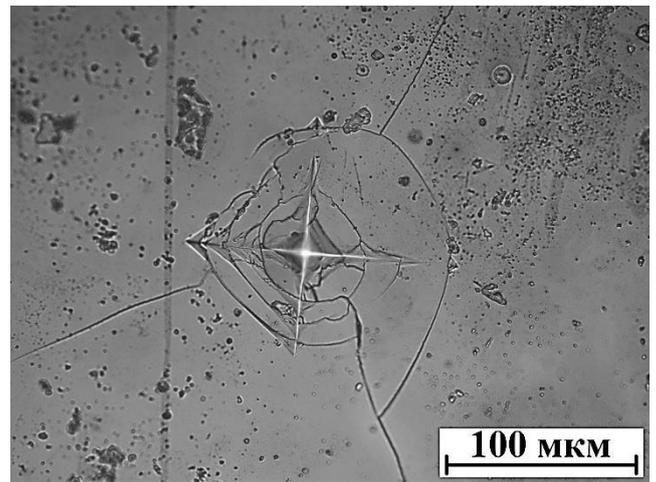
Наблюдается улучшение качества микрокартин разрушения по мере отдаления от границы [165]. Возрастает число симметричных трещин, параллельных граням индентора. Симметричные фрагменты, встречающиеся на микрокартинах разрушения в данном цикле, могут располагаться как во «внутренней» части образца, так и в «граничной» его части. Это хорошо видно на рисунке 2.13, б, где показано разрушение образца при расположении его границы с левой стороны от микрофотографии.

Полученные экспериментальные результаты указывают на постепенное снижение воздействия границ образца на процесс формирования симметричных микроразрушений. Подсчёт среднего арифметического Z по всему циклу даёт долю симметрии разрушения, равную 0,4.

Следующий цикл механических испытаний проводили при значении $L_{гр.} = 340$ мкм. Характерные микрокартины разрушения показаны на рисунке 2.14. Ширина магистральных трещин достигает 1 – 1,5 мкм. Наряду с асимметричными микрокартинами разрушения встречаются микрокартины с трещинами, параллельными граням индентора (рисунок 2.14, б).



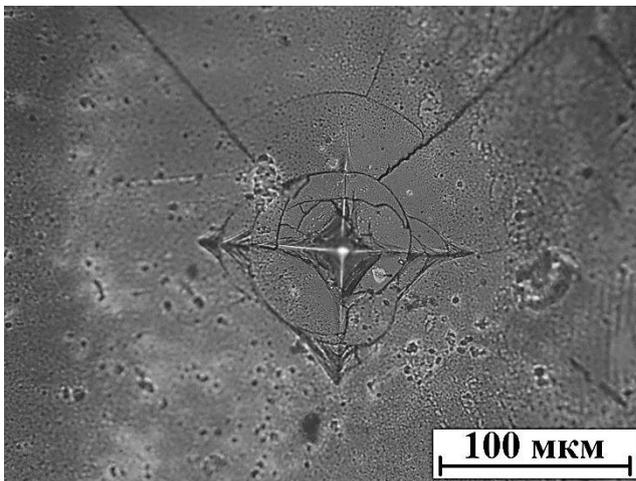
а)



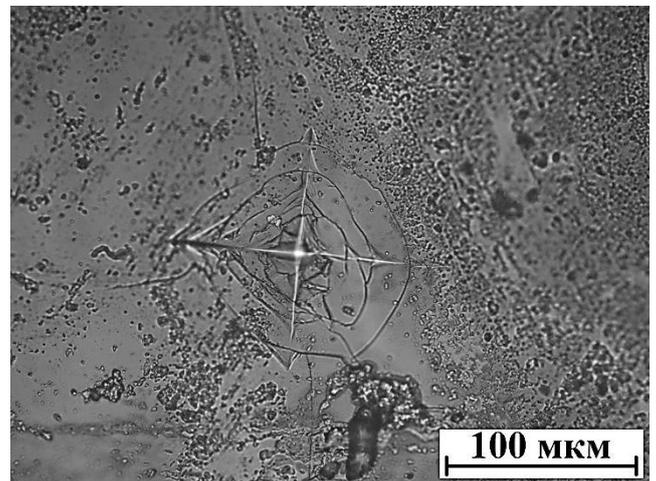
б)

Рисунок 2.13 – Результаты испытаний образца оптимальной нагрузкой на расстоянии $L_{сп.} = 255$ мкм от его границ: а) граница образца находится сверху; б) граница образца находится слева

Число симметричных микрокартин, пригодных для определения коэффициента вязкости микроразрушения, составляет 20–25 % от общего числа микрокартин, а величина Z равна 0,6.



а)

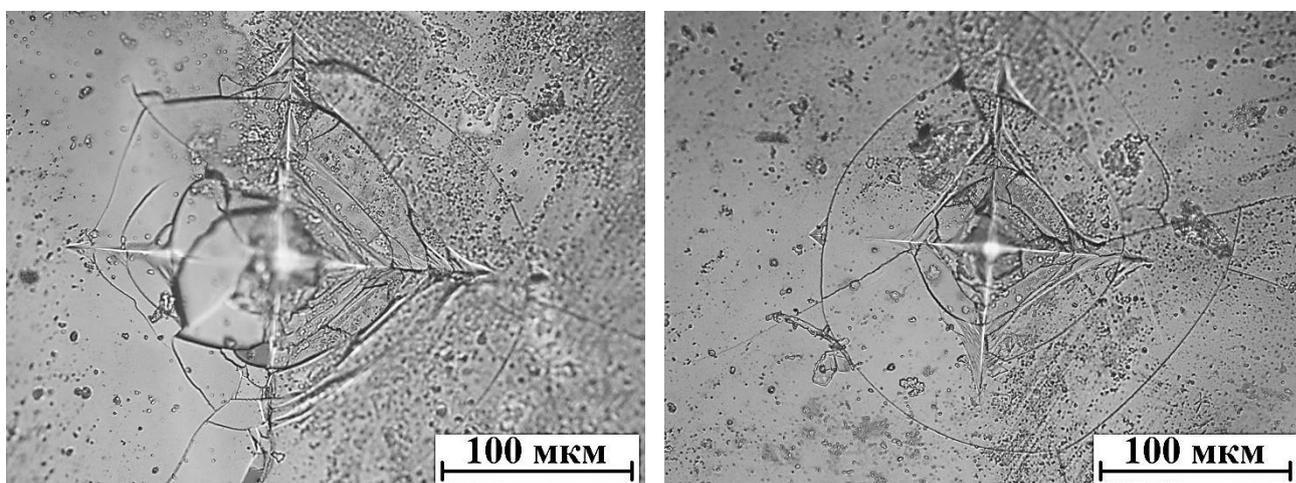


б)

Рисунок 2.14 – Характерные микрокартины разрушения, сформированные на граничном расстоянии $L_{сп.} = 340$ мкм: а) граница сверху, магистральные трещины направлены к границе образца; б) граница образца слева, видны засечки от рёбер пирамиды

В следующем цикле $L_{зр.} = 425$ мкм. Асимметричные фрагменты микрокартин разрушения, как правило, ориентированы в сторону физической границы образца АМНКРМС (рис. 2.15). К числу таких фрагментов относятся: неупорядоченное положение трещин, присутствие элементов кольцевых и спиралевидных трещин (рисунок 2.15, б). Трещины, снижающие величину Z (показаны на рисунке 2.11 цифрами 2, 3 и 4), отсутствуют на рисунке 2.15. Значение Z достигает 0,75.

Повышать $L_{зр.}$ и проводить соответствующие циклы механических испытаний необходимо до тех пор, пока значение Z не достигнет 0,8–1. МОВФСР P должна соответствовать максимальному значению МОВФСР P в «центральной» части образца. Равенство значений МОВФСР P при испытаниях в «центральной» и «граничной» зонах образца подтверждает нахождение значения $L_{мин. доп.}$ [155]. Таким образом, расстояние $L_{зр.} = 425$ мкм от границы образца недостаточно для корректного определения значения коэффициента вязкости микроразрушения образца АМНКРМС.



а)

б)

Рисунок 2.15 – Картины разрушения тонкого образца АМНКРМС при $L_{зр.} = 425$ мкм, граница образца располагается слева: а) симметричные элементы присутствуют со стороны микрокартины разрушения, ориентированной к центру образца; б) кольцевая трещина расположена между отпечатком от индентора и границей образца

Результаты механических испытаний на расстоянии $L_{zp} = 510$ мкм демонстрируют возрастание количества трещин, ориентированных параллельно граням индентора (рисунок 2.16, а). В большинстве микрокартин разрушения, сформированных в этом цикле, присутствуют радиальные трещины (рисунок 2.16, б). Величина Z равна 0,85.

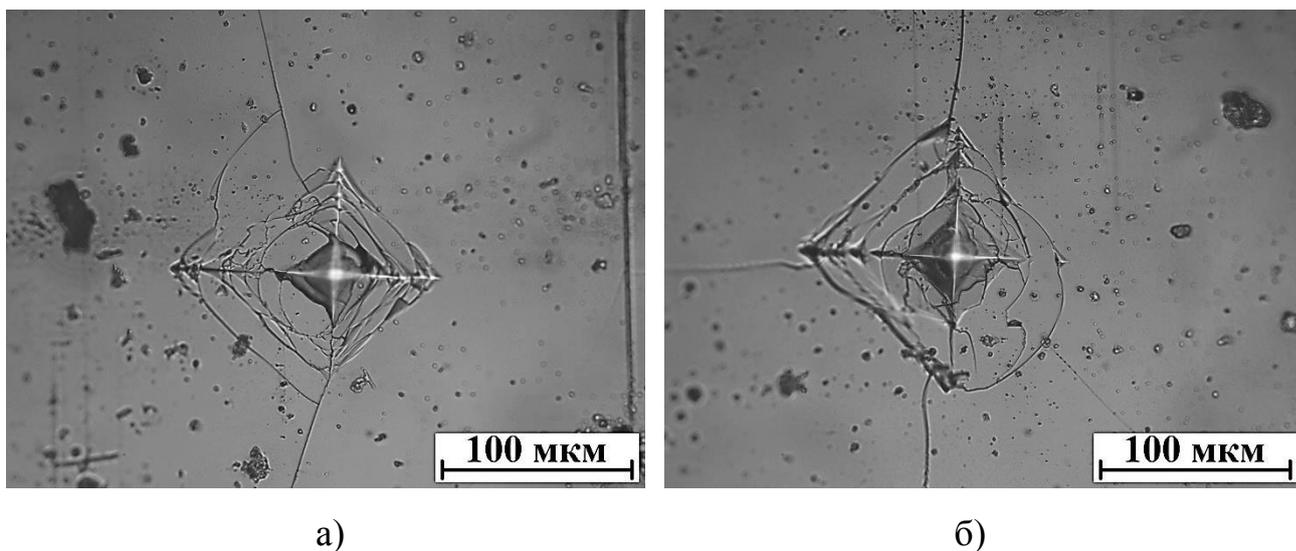


Рисунок 2.16 – Характерные микрокартины разрушения тонкого образца АМНКРМС при $L_{zp} = 510$ мкм: а) граница образца слева; б) граница образца слева, магистральные трещины распространяются параллельно границе образца

Увеличение L_{zp} до 595 мкм позволяет увеличить Z до 0,9. В этом цикле МОВФСР P составляет 0,8. При $L_{zp} = 680$ мкм МОВФСР $P = 0,85$. Это хорошо соотносится с результатами механических испытаний «центральных» участков образца, где в условиях использования нагрузки F_{opt} МОВФСР P образования «стандартных» разрушений составляет 0,85. $Z = 0,9$, что совпадает с результатом по Z для предыдущего цикла [155]. Величина Z сначала растёт с увеличением L_{zp} . Затем Z принимает некоторое установившееся значение. В нашем случае $Z = 0,9$ (для $L_{zp} = 595$ мкм и $L_{zp} = 680$ мкм). На рисунке 2.17 показано изменение величины Z по мере удаления экспериментальных точек от границ образца. Видно, что $Z = 0,9$ является максимальным значением.

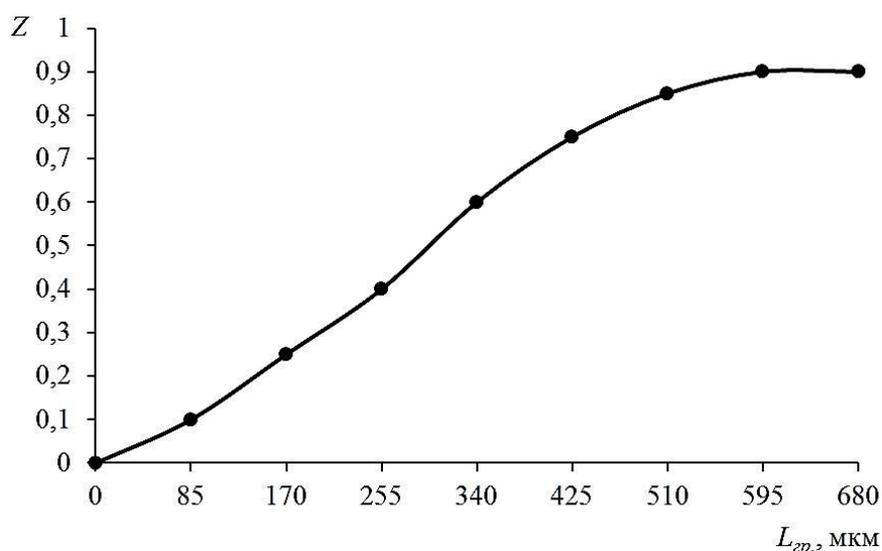


Рисунок 2.17 – Зависимость величины Z микрокартин разрушения от граничного расстояния $L_{гр.}$ при индентировании образцов АМНКРМС 82К3ХСР оптимальной нагрузкой $F_{opt} = 3,92$ Н. Значение Z неизменно на расстояниях от границы $L_{гр.} = 595$ мкм ($Z = 0,9$) и $L_{гр.} = 680$ мкм ($Z = 0,9$)

Таким образом, минимально допустимым расстоянием $L_{мин. доп.}$ от границ образца АМНКРМС 82К3ХСР при оптимальной нагрузке следует считать 680 мкм. На указанном и бóльшем расстоянии можно выявлять коэффициент вязкости микроразрушения в соответствии с методикой, описанной в патентах [153, 154]. Дальнейшее удаление точек нагружения от граничных зон образца не изменяет величину Z и может быть приравнено к испытаниям в «центральных» областях образца.

Для образцов АМНКРМС 84КХСР и 86КГСР были получены аналогичные зависимости $Z(L_{гр.})$. Исследования, проведённые по предложенному алгоритму на трёх разных сплавах, демонстрируют похожие качественные результаты. Минимально допустимые расстояния $L_{мин. доп.}$ несколько различаются для этих материалов. В отличие от АМНКРМС 82К3ХСР минимально допустимое расстояние для АМНКРМС 84КХСР $L_{мин. доп.} \approx 510$ мкм и для АМНКРМС 86КГСР $L_{мин. доп.} \approx 595$ мкм. Это обусловлено разными механическими свойствами данных материалов [157]. При этом алгоритм, позволяющий определять оптимальные условия испытаний в приграничных участках тонких

образцов для формирования симметричных микрокартин разрушения, остаётся одинаковым для всех испытанных материалов.

2.6. Выводы по второй главе

1. Основной причиной снижения точности при экспериментальном определении коэффициента вязкости микроразрушения является нарушение симметрии микрокартин разрушения. Выявлены факторы, оказывающие наибольшее влияние на формирование симметричных микрокартин разрушения тонкого образца АМНКРМС в условиях локального нагружения пирамидкой Виккерса.

2. Экспериментально показано, что математическое ожидание вероятности формирования симметричных микрокартин разрушения, необходимых для определения коэффициента вязкости микроразрушения, достигается при использовании некоторой оптимальной нагрузки на индентор.

Разработан алгоритм определения оптимального значения нагрузки на индентор, в качестве которого выступала пирамидка Виккерса, позволяющий корректно определять коэффициент вязкости микроразрушения в «центральных» областях тонких образцов АМНКРМС.

Установлен допустимый диапазон нагрузок на индентор, при которых можно корректно использовать методику выявления коэффициента вязкости микроразрушения за счёт локального нагружения пирамидкой Виккерса. Оптимальная нагрузка принадлежит данному диапазону, но может находиться не в центре диапазона допустимых нагрузок.

3. Разработан алгоритм нахождения минимально допустимого расстояния от мест локальных нагружений до физических границ тонких образцов АМНКРМС при испытании с использованием оптимальной нагрузки.

Определены минимально допустимые и оптимальные значения расстояний между соседними точками локального нагружения при испытаниях «центральных» участков тонких образцов АМНКРМС.

ГЛАВА 3. МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЛАЗЕРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

3.1. Перспективные методы формирования механических свойств поверхности металлических сплавов

Существует много разнообразных методик формирования механических свойств твёрдых материалов. Однако не все существующие методики позволяют сформировать материалы с требуемыми эксплуатационными характеристиками. Для формирования заданных характеристик (например, механических) необходимо уметь осуществлять комплексный контроль механических свойств материала [139-141] и оценивать эффективность методов его обработки [142-144]. Корректный контроль механических характеристик позволяет оценить эффективность используемого способа обработки и, при необходимости, скорректировать его.

Достаточно перспективным методом обработки больших групп материалов является лазерная импульсная обработка. Лазерная обработка известна научному сообществу на протяжении значительного времени. Физические явления, сопровождающие данный процесс, достаточно хорошо исследованы. Сюда можно отнести взаимодействие излучения с веществом, в частности, его частичное плавление и испарение в окружающую атмосферу, формирование ударной волны и пр. [1-3, 6].

Важным преимуществом такого метода обработки является большое количество параметров воздействия, которые можно регулировать и сочетать между собой. Большое количество влияющих факторов увеличивает вероятность нахождения оптимального режима лазерной обработки путём последовательного их подбора на основе теоретического расчёта и эксперимента [166-168].

Перспективным методом обработки больших групп материалов представляется лазерная импульсная обработка, позволяющая осуществлять

селективное воздействие [10-12]. Объектами селективного воздействия могут быть дефектные области материала, отдельные зёрна, межзёренные границы и т. д. Данный способ ранее был апробирован на многокомпонентных сплавах, находящихся в аморфном и/или аморфно-нанокристаллическом состоянии.

Данная глава посвящена исследованию механических свойств лазернообработанных металлических сплавов на базе титана VT18y ($\text{Ti}_{85,85}\text{Al}_{6,5}\text{Zr}_4\text{Sn}_2\text{Nb}_1\text{Mo}_{0,5}\text{Si}_{0,15}$) и VT9 ($\text{Ti}_{88,3}\text{Al}_{6,4}\text{Mo}_{3,3}\text{Zr}_{1,5}\text{Si}_{0,3}\text{Fe}_{0,2}$). В основе экспериментальной части лежит лазерная обработка указанных материалов и их механические испытания.

Для достижения общей цели работы в данной главе поставлены следующие задачи:

1. Исследовать механические свойства поверхности титановых сплавов VT18y и VT9, подвергнутых обработке лазерными импульсами с длительностью от нано- до миллисекунд и плотностью мощности от режима абляции до режима лазерного нагрева и оплавления.

2. Исследовать прохождение теплового фронта через системы пор, расположенных в поверхностном слое титановых сплавов. Определить закономерности, связанные с искажением теплового фронта и неравномерностью прогрева материала в локальных дефектных областях. Предложить механизм теплового воздействия лазерного излучения на поры в поверхностном слое титановых сплавов.

3. На основании экспериментальных и теоретических результатов определить допустимые диапазоны плотности мощности и длительности импульсов для реализации режима селективной лазерной обработки титановых сплавов. Предложить алгоритмы селективной лазерной обработки титановых сплавов с учётом контроля теплового режима в поверхностном слое.

3.2. Методика лазерной обработки титановых сплавов VT18y и VT9

Для лазерной обработки образцов ТИСП использовали четыре лазерные установки: 1) ELS-03 (LS-2134-E4): частота следования импульсов

$\nu_{имп.} = 1-100$ Гц, длина волны излучения $\lambda = 532$ нм, энергия импульса $E_{имп.} \approx 15-20$ мДж, длительность импульса $\tau \approx 15-20$ нс; 2) Bulat (LRS-150 AU): частота следования импульсов $\nu_{имп.} = 1-200$ Гц, длина волны излучения $\lambda = 1,064$ мкм, энергия импульса $E_{имп.} \approx 60$ Дж, длительность импульса $\tau \approx 0,2-20$ мс; 3) ELS-01: частота следования импульсов $\nu_{имп.} = 1-50$ Гц, длина волны излучения $\lambda = 1064$ нм, энергия импульса $E_{имп.} \approx 50-100$ мДж, длительность импульса $\tau \approx 15-20$ нс; 4) длиннофокусный импульсный лазер с диодной накачкой Nd³⁺ YAG: частота лазера $\nu = 100-300$ Гц, длина волны $\lambda = 1064$ нм, энергия одиночного импульса $E_{имп.} = 10-20$ мДж.

Поверхность ТИСП обрабатывали как одиночными лазерными импульсами, так и сериями следующих друг за другом импульсов. При фокусировке лазерного излучения под поверхностью образца ТИСП достигали образования расплава на поверхности. Отдельно рассматривалось воздействие на материал ударных волн, инициированных оптическим пробоем атмосферного воздуха. Для этого излучение фокусировали над поверхностью, благодаря чему происходило формирование лазерной плазмы.

Для систематизации результатов всё многообразие применяемых методов воздействия лазерных импульсов на ТИСП было сведено к двум основным алгоритмам. В результате их реализации получали прямоугольные/ квадратные области лазерной обработки. В пределах каждого из используемых алгоритмов параметры лазерной обработки могли отличаться на несколько порядков. Это, например, касается длительности лазерного импульса. Но последовательность облучения локальных областей материала для каждого алгоритма остаётся неизменной. Ниже приведено описание обоих используемых алгоритмов.

В соответствии с первым алгоритмом (далее алгоритм № 1) образец ТИСП сначала передвигали с фиксированной скоростью v по направлению оси «х» (рисунок 3.1, а). После этого образец перемещали в направлении оси «у» на величину шага смещения дорожек $\Delta D = 0,9 \cdot D$, где D – диаметр пятна лазерного излучения, формируемого на поверхности материала, и сдвигали образец в противоположном оси «х» направлении со скоростью v (рисунок 3.1, б). Затем

повторяли описанные выше этапы, увеличивая площадь обработанной зоны до требуемых размеров, что показано на рисунке 3.1, в, г. При этом обработка по алгоритму № 1 не ограничивается только 4-мя этапами из рисунка 3.1, а состоит из бóльшего числа последовательных проходов.

Во втором алгоритме (далее алгоритм № 2) поверхность образца ТИСП обрабатывали несколькими последовательными проходами. Каждый проход состоит из четырёх этапов обработки, которые описаны ниже. На первом этапе создавали матрицу обработанных неперекрывающихся круглых областей с одинаковыми расстояниями между их центрами (рисунок 3.2, а). На втором этапе создавали такую же матрицу неперекрывающихся областей, смещённую относительно первой. Созданные таким образом матрицы также не имеют общих перекрытий между собой (рисунок 3.2, б). На третьем и четвёртом этапах формировали аналогичные матрицы, смещённые относительно предыдущих. Завершающие этапы первого прохода приведены на рисунке 3.2, в, г.

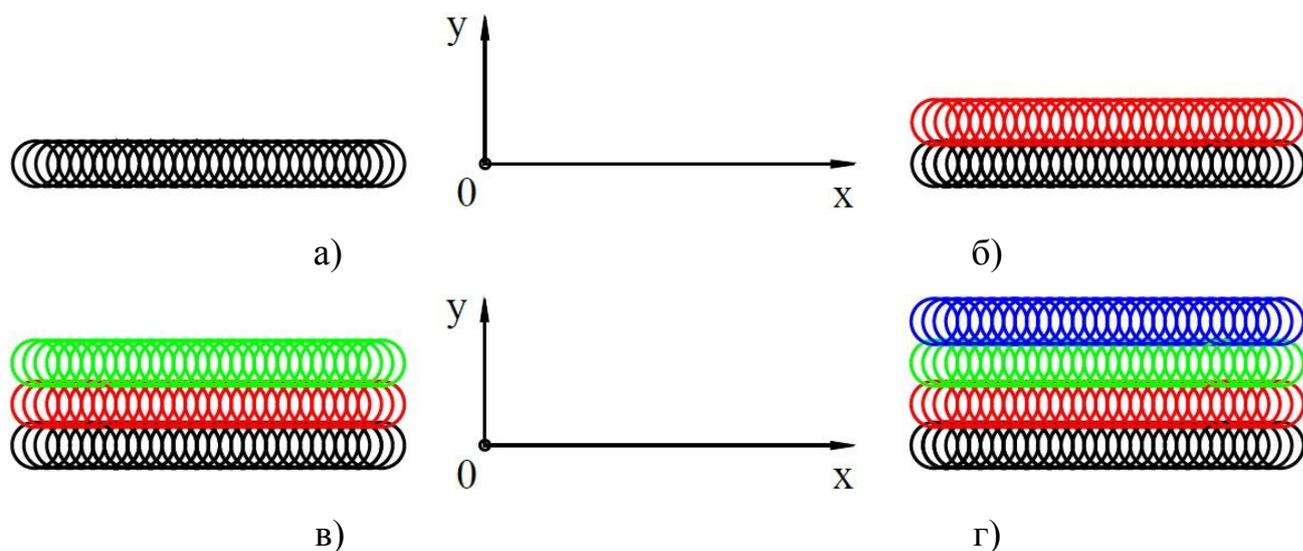


Рисунок 3.1 – Этапы обработки материала по алгоритму № 1: а) получение лазернообработанной полосы при равномерном передвижении образца в направлении, совпадающем с положительным направлением оси «х» (1-й этап); б) смещение образца по оси «у» и формирование второй полосы при движении образца в противоположном оси «х» направлении со скоростью v (2-й этап); в) 3-й этап, аналогичный 1-му, при смещении образца по оси «у», равном смещению на 2-м этапе; г) 4-й этап, аналогичный 2-му, формирует очередную полосу

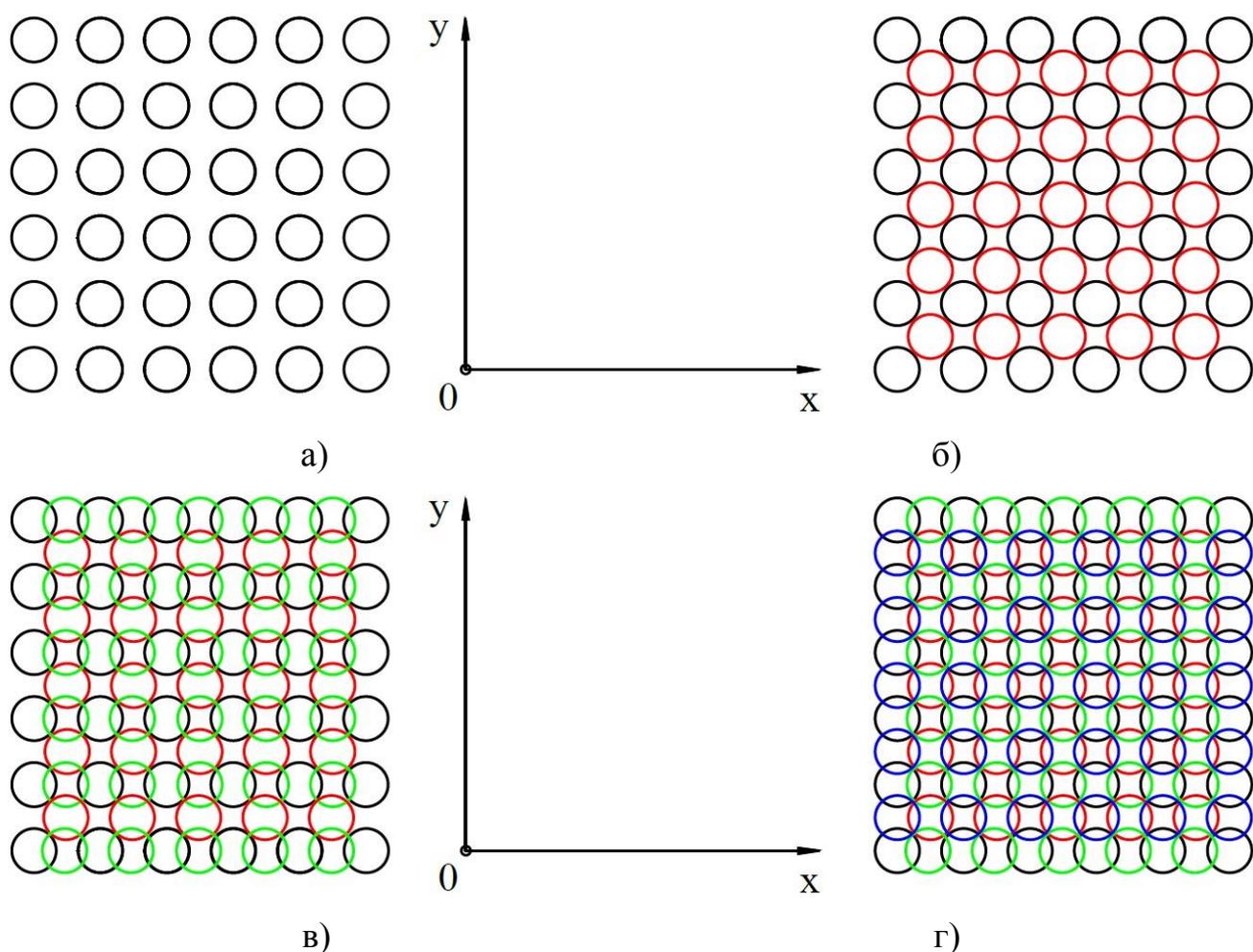


Рисунок 3.2 – Последовательность обработки образца ТИСП в соответствии с алгоритмом № 2: а) первая матрица, образованная неперекрывающимися округлыми оплавлениями; б) наложение 2-й матрицы зон обработки на начальную (матрицы не перекрываются между собой); в) создание 3-й матрицы, аналогичной двум первым и смещённой относительно них; г) формирование 4-й матрицы, перекрывающей оставшиеся необработанные участки материала

Диаметры округлых участков во всех матрицах были одинаковыми. В результате все матрицы перекрываются между собой и обеспечивают совокупную обработку всей поверхности ТИСП. Подобную обработку повторяли в соответствии с выбранным ранее количеством проходов [169]. После проведения процессов лазерной обработки ТИСП, согласно рассмотренным выше алгоритмам, производили механические испытания поверхностей образцов на микротвердомере ПМТ-3М (АО «ЛОМО») с

помощью пирамидки Виккерса и на автоматизированном нанотвердомере марки ННТ–2 (CSM Instruments, Швейцария) с использованием стандартной пирамидки Берковича. Коэффициент вязкости микроразрушения материала определяли по описанной во второй главе методике механических испытаний.

3.3. Обработка титановых сплавов лазерной плазмой при фокусировке импульсного излучения наносекундной длительности над поверхностью образца

Образцы ТИСП обрабатывали в соответствии с алгоритмом № 2. Использовали лазерную установку ELS–03. Обработка поверхности осуществляется при фокусировании лазерного излучения с высокой плотностью мощности ($W = 45 \times 10^{15}$ Вт/м²) над поверхностью образца. Практически любые реальные оптические системы отличаются от идеальных систем тем, что имеют несовершенства, обусловленные аберрациями разного рода. Поэтому при прохождении монохроматического пучка лучей света через оптические элементы лазерной установки необходимо принять следующее допущение: область схождения световых лучей представляет собой круг с диаметром D , в котором укладывается 10 значений длины световой волны λ . В связи с этим плотность мощности, приходящая на элемент поверхностной площади материала, целесообразно определять по следующей формуле [Вт/м²]:

$$W = \frac{0,04}{\pi} \cdot \frac{E_{\text{имп.}}}{\tau_{\text{имп.}} \cdot \lambda^2}, \quad (3.1)$$

где $E_{\text{имп.}}$ – энергия одного лазерного импульса, Дж; $\tau_{\text{имп.}}$ – длительность воздействия одного лазерного импульса, с; λ – длина волны лазерного излучения, м.

Область фокусировки излучения располагается над обрабатываемым материалом. Между установкой и сплавом происходит оптический воздушный пробой. В результате поверхность материала выжигается плазмой оптического пробоя. При этом дислокационная структура подповерхностных слоёв материала претерпевает изменения в связи с тем, что на поверхность ТИСП действуют существенные ударные/шоковые волны, формирующиеся в процессе

обработки по описываемому режиму. Поверхность имеет шероховатый рельеф, который формируется при сильном, но кратковременном нагреве. Это подтверждается испарением части материала, а также характером поверхностного слоя после лазерной абляции (рисунок 3.3). Часть испарённого материала оседает снаружи по периметру обработанных зон. В зависимости от количества последовательных проходов выжигался поверхностный слой глубиной от 50 мкм до 500 мкм. При этом характер микроструктуры, наблюдаемый в оптический микроскоп, не менялся при количестве циклов обработки 15 и более [169].

Толщина выжженного слоя определяется плотностью мощности и количеством проходов. Поверхность обработанного материала представляет собой систему из непрерывно чередующихся углублений и выступов (рисунок 3.4). Такие поверхности можно использовать при последующем нанесении покрытий. Высокая степень адгезии покрытия к материалу обусловлена большой площадью контакта покрытия и рельефного поверхностного слоя. Таким образом, можно создавать готовую поверхность или заготовку с остро-рельефной поверхностью для последующего нанесения различных покрытий.

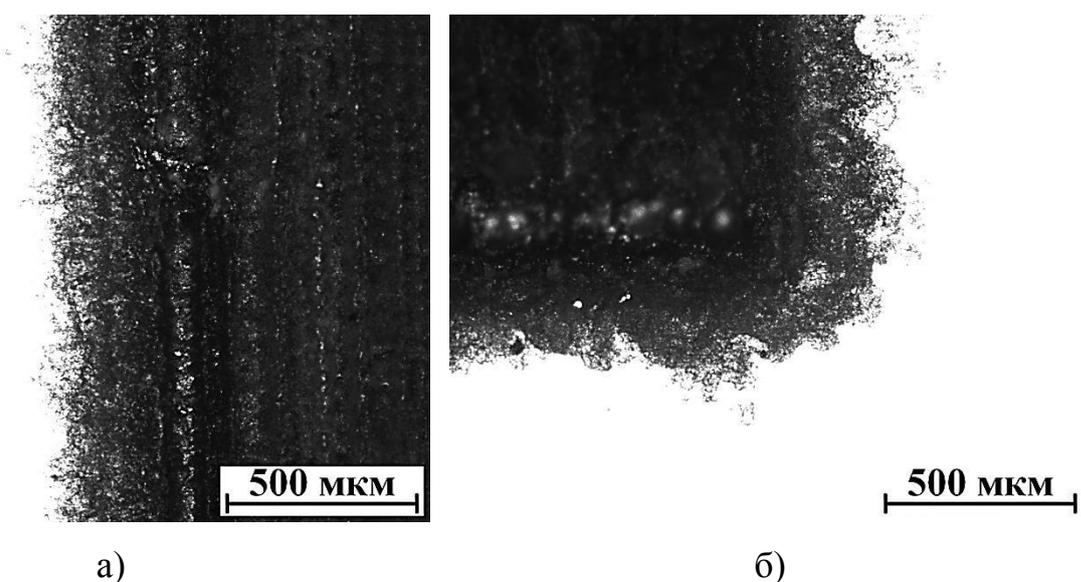
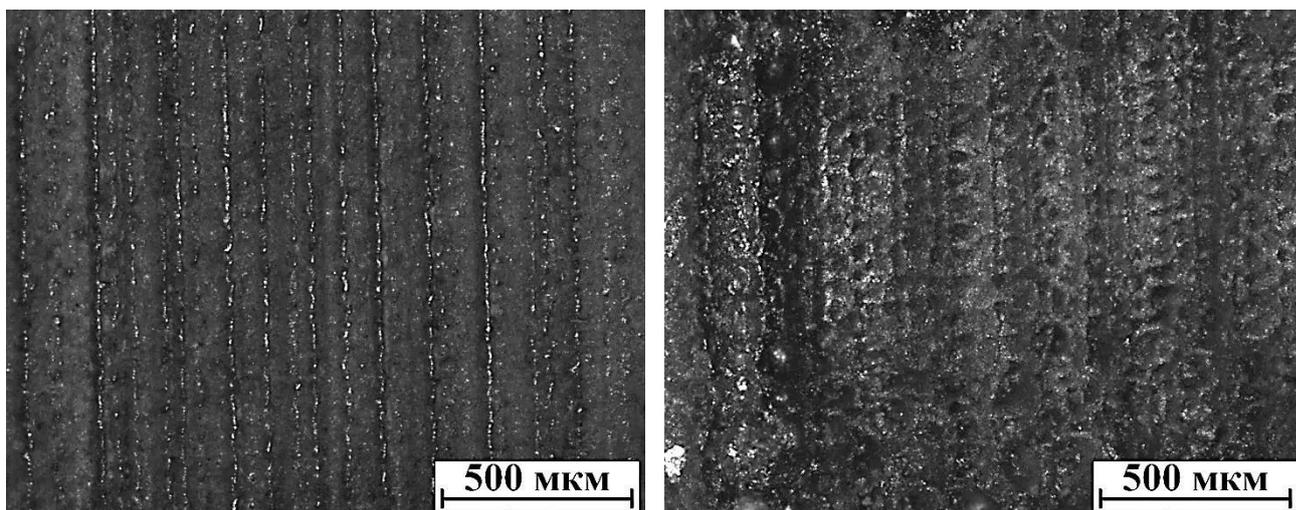


Рисунок 3.3 – Границы зон, обработанных по алгоритму № 2. Разница между уровнями поверхности необработанного и выжженного материала составляет: а) 50 мкм; б) 500 мкм



а)

б)

Рисунок 3.4 – Микрофотографии поверхностей ТИСП ВТ18у и ВТ9, подвергнутых обработке наносекундными импульсами с высокой плотностью мощности: а) шероховатая структура представлена вытянутыми в линии бороздами, получена при использовании плотности мощности $W = 45 \times 10^{15}$ Вт/м²; б) микроструктура с резко неоднородным рельефом формируется благодаря высокой плотности мощности излучения, а также за счёт трёх последовательных циклов обработки

3.4. Использование импульсов миллисекундной длительности при лазерной обработке титановых сплавов

Воздействие импульсов миллисекундной длительности на поверхность ТИСП достаточно хорошо изучено. Однако в данной работе необходимо было осуществить воздействие на один материал и по одной методике лазерного излучения с возможно бóльшим диапазоном длительностей импульсов.

Поверхность исследуемых образцов ТИСП была обработана миллисекундными лазерными импульсами. Лазерная обработка осуществлялась с использованием лазерной установки Vulat (модель LRS–150 AU). Основные параметры данной системы приведены в параграфе 3.2.

В данном случае необходимо выделить два варианта импульсного воздействия: 1) одиночный импульс, формирующий единичный оплавленный

участок на неподвижном образце; 2) обработка по алгоритму № 1 при движении образца со скоростью $v = 8 \times 10^{-3}$ м/с и частотой следования лазерных импульсов 20 Гц. Вследствие обработки по первому варианту было сформировано несколько округлых оплавленных областей с диаметром пятна порядка 1320 мкм (рисунок 3.5, а, б). Равномерность движения образца в выбранном направлении способствует образованию на его поверхности оплавленной дорожки шириной около 1,3 мм (рисунок 3.5, в, г). Последующий импульс воздействует на поверхность, уже сформированную предыдущим импульсом. В этом случае формируемая поверхность ТИСП имеет более сложный и неоднородный рельеф, чем при воздействии единичного импульса.

Заметна неоднородность рельефа в обоих вариантах. На рисунке 3.5, а, б видно наличие углубления в центре зоны оплавления. Обработанная поверхность имеет наклон к центру. Экспериментально установлено, что поверхности, формируемые лазерными импульсами миллисекундной длительности, оказываются подверженными трещинообразованию и разрушению. На всех микрокартинах подобных зон обработки присутствуют трещины. Указанные трещины образуются при изменении градиента температурного поля в оплавленной области при остывании.

Воздействие таких лазерных импульсов приводит к сильному разогреву материала заготовки, что в свою очередь, может вызывать изменение структуры материала.

Испытания на микротвёрдость проводили как в обработанных областях, так и в точках, удалённых от границ оплавлений на расстоянии 100 мкм. В пределах зон оплавления микротвёрдость по Виккерсу HV оказалась бóльшей относительно необработанных участков поверхности примерно в 1,6 раза. При нагрузке на пирамидку Виккерса $F = 0,49$ Н микротвёрдость у обработанных поверхностей в среднем $HV = 348$ МПа против $HV = 217$ МПа в исходных зонах. Полученные результаты могут искажаться тем, что сформированные в результате обработки миллисекундными лазерными импульсами поверхности не перпендикулярны относительно точки внедрения индентора ввиду конической формы рельефа.

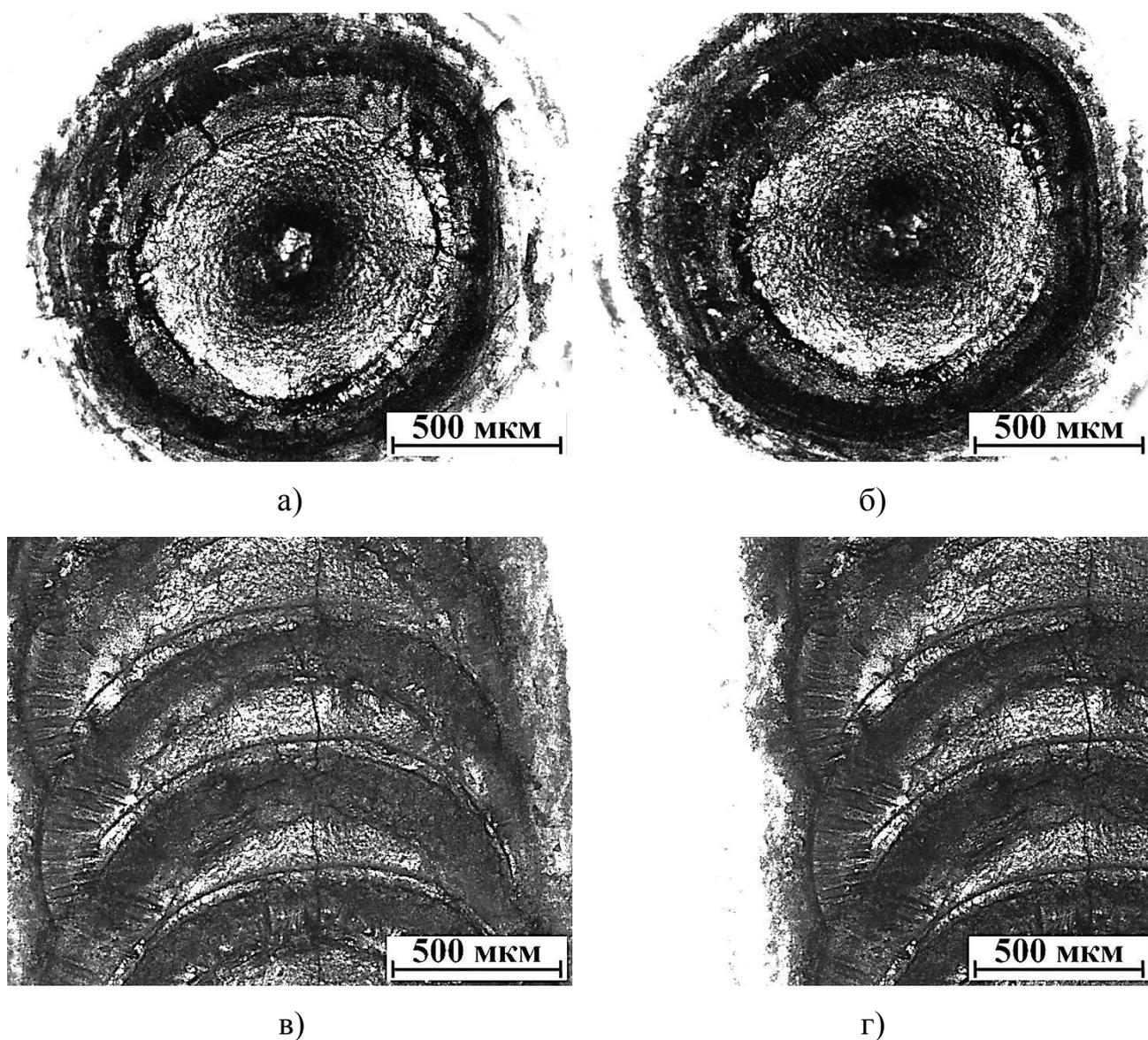


Рисунок 3.5 – Обработанные импульсами миллисекундной длительности участки поверхности ТИСП ВТ18у: а) присутствует радиальная трещина, распространяющаяся от центрального углубления к границе зоны оплавления, а также трещины в переходной области; б) центральное углубление разделяется радиальной трещиной на две части, трещины в переходной зоне отсутствуют; в) оплавленная дорожка содержит одну длинную продольную трещину на всём своём протяжении; г) граница области обработки

При переходе от внутренних участков зон обработки к их границам и далее за пределы оплавленных участков микротвёрдость постепенно снижается. За пределами облучённых зон, на расстояниях около 100 мкм, микротвёрдость ниже, чем на исходной поверхности образцов примерно в 2 раза [170, 171].

Следовательно, происходит нежелательное разупрочнение поверхности сплава в окрестностях обработанных участков. Снижение микротвёрдости и наличие трещин свидетельствует об ограниченности сфер применения данного режима лазерного облучения.

3.5. Микротвёрдость поверхности титановых сплавов, обработанных наносекундными лазерными импульсами

В соответствии с алгоритмом № 1 (см. параграф 3.2), на поверхности образцов ТИСП формировали несколько различных зон обработки прямоугольной формы. Во всех случаях использовалось максимально возможное значение частоты следования импульсов для установки ELS-01 - 50 Гц. Образование оплавленных дорожек достигалось за счёт равномерного движения образца вдоль оси «х». Скорость движения образца относительно оси «х» для разных областей обработки варьировали в диапазоне от $v_1 = 0,55 \times 10^{-3}$ м/с до $v_2 = 5,55 \times 10^{-3}$ м/с. Смещая точку фокуса, изменяли диаметр D облучённых участков поверхности от $D_1 \approx 50$ мкм до $D_2 \approx 150$ мкм. Смещение по оси «у», согласно алгоритму, составляло 90 % от D . Энергия импульсов имела постоянное значение $E_{имп.} = 50$ мДж, так же как и длительность импульса $\tau = 20$ нс, т. е. плотность мощности варьировалась исключительно за счёт изменения площади облучаемых участков.

Все обработанные таким образом поверхности анализировали с точки зрения следующих основных критериев: коэффициент вязкости микроразрушения, формирование трещин при индентировании пирамидкой Виккерса, микротвёрдость HV по Виккерсу, изменение микротвёрдости HV по Виккерсу при разных нагрузках на индентор. Параллельно с этим аналогичным образом исследовали исходные необработанные поверхности ТИСП и сравнивали полученные результаты между собой [169, 170, 172].

Установлены общие закономерности для всех обработанных поверхностей ТИСП. Формируемые в результате обработки поверхности характеризуются сложным рельефом. Присутствуют неровности в виде «канавок» (рисунок 3.6, а, в), вытянутых вдоль оси «х». Они формируются при движении образца в процессе обработки. Такие поверхности более гладкие (рисунок 3.7, а, в), нежели

микроструктуры, формируемые в результате абляции материала или воздействия миллисекундных лазерных импульсов (рисунки 3.3-3.5).

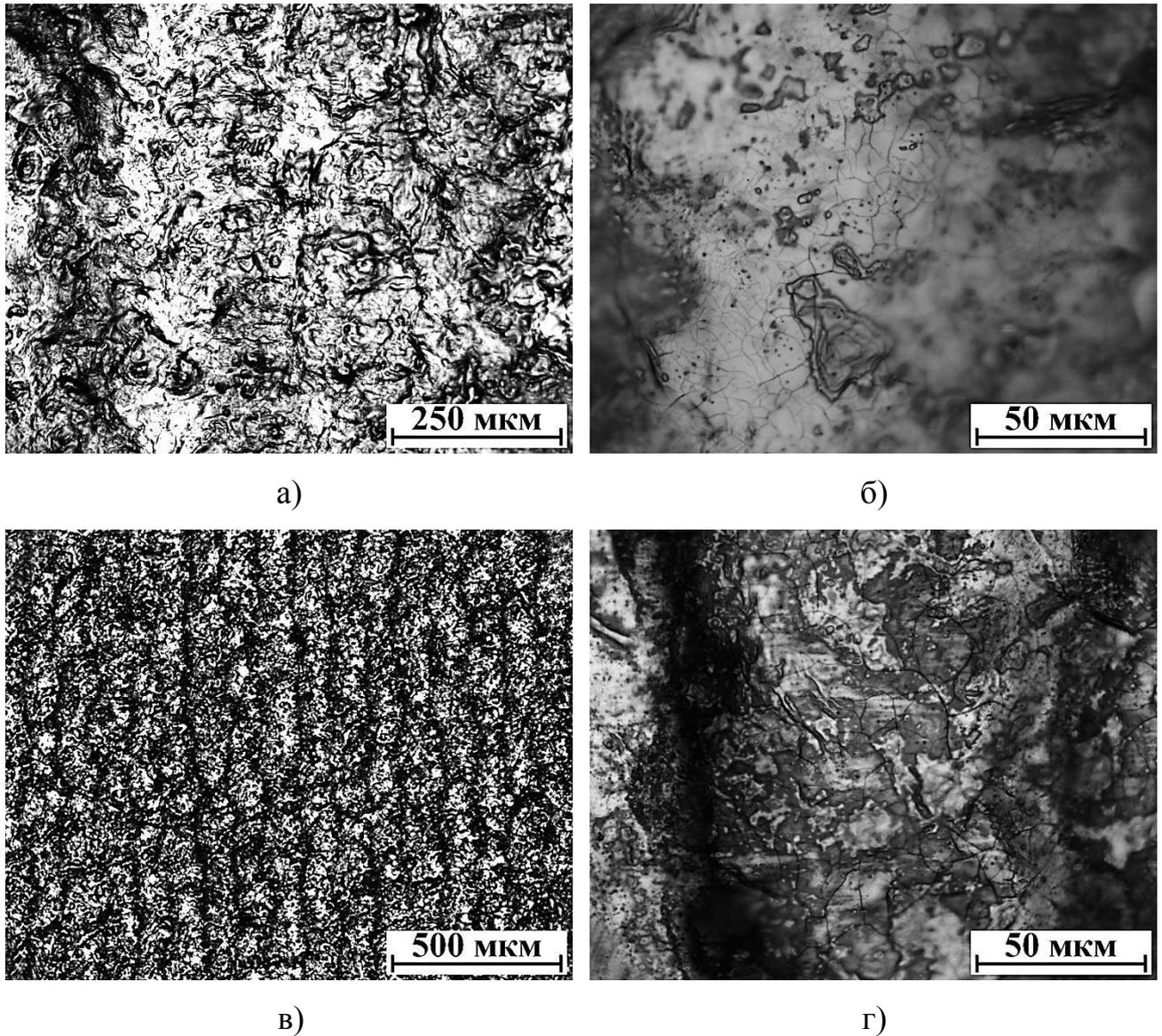


Рисунок 3.6 – Микрофотографии поверхностей ТИСП ВТ18у, сформированных лазерными импульсами с плотностью мощности $W = 141 \times 10^{12}$ Вт/м² (а, б) и $W = 318 \times 10^{12}$ Вт/м² (в, г) при различном увеличении: а) соответствует скорости передвижения образца $v = 0,55 \times 10^{-3}$ м/с вдоль оси «х» и смещению $0,9 \cdot D = 135$ мкм по оси «у» согласно методике № 1; б) большее увеличение поверхности позволяет идентифицировать множество микротрещин в зоне лазерной обработки; в) диаметр пятна единичного оплавления составляет $D = 100$ мкм при равномерном движении образца со скоростью $v = 0,55 \times 10^{-3}$ м/с вдоль оси «х»; г) при большем увеличении видна сетка поверхностных микротрещин

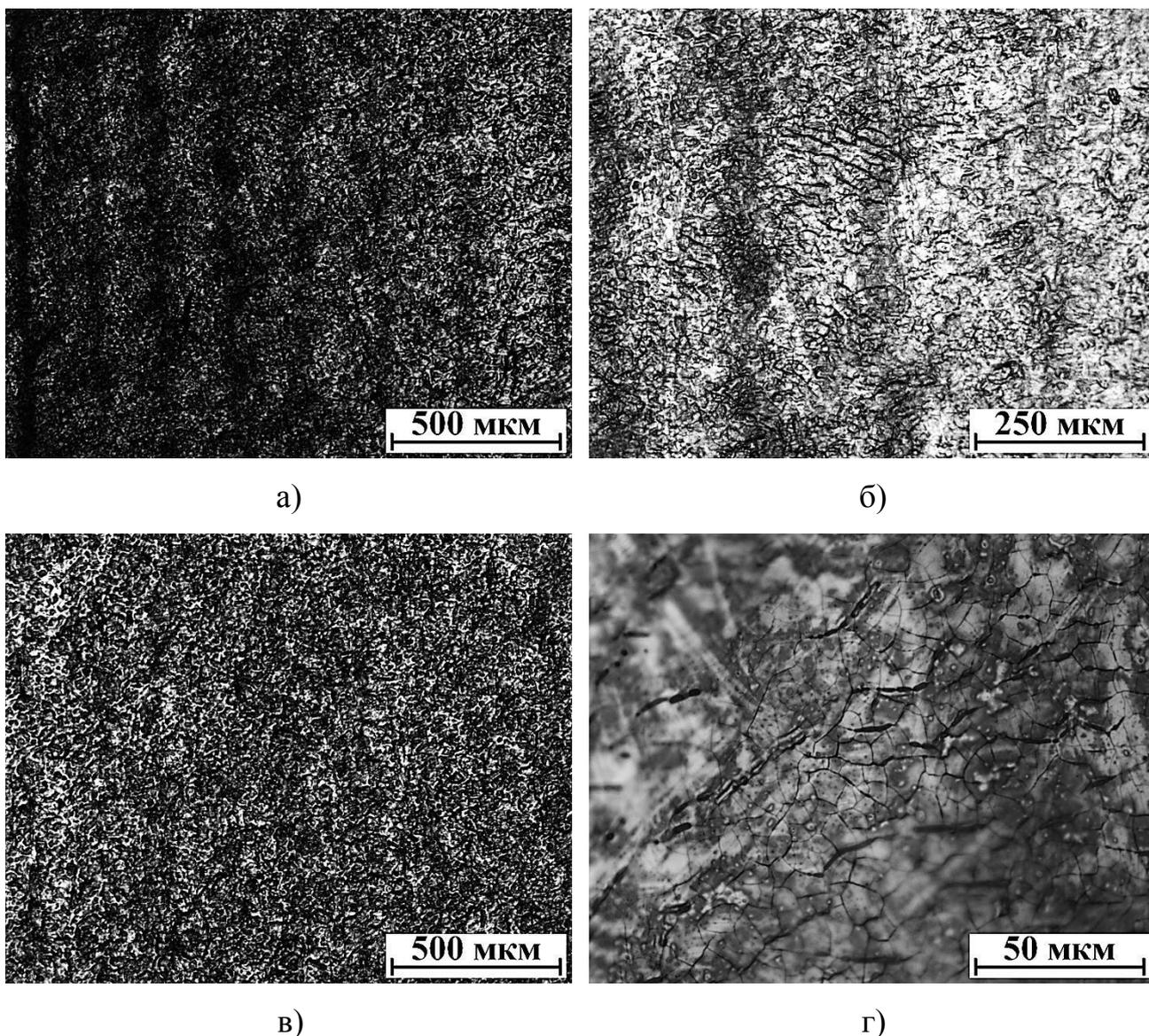


Рисунок 3.7 – Лазернообработанные поверхности ТИСП ВТ9, полученные при плотности мощности импульсов $W = 1273 \times 10^{12}$ Вт/м²: а) шероховатость рельефа снижается с увеличением скорости передвижения образца до значения $v = 3 \times 10^{-3}$ м/с; б) микротрещины при большем увеличении; в) лазернообработанная поверхность при скорости движения образца $v = 5,55 \times 10^{-3}$ м/с; г) микротрещины объединяются в плотную сетку

Кроме того, области обработки содержат плотную сетку микротрещин. Микротрещины чётко идентифицируются в результате оптической микроскопии (рисунки 3.6, 3.7). Трещины зарождаются при быстром охлаждении материала, обусловленном хорошим теплоотводом и передвижением образца в процессе обработки. В условиях последующего

нагрева, вызванного частичным наложением одной оплавленной дорожки на другую, происходит формирование сетки микротрещин (рисунок 3.7). Данные процессы активно протекают при воздействии лазерного излучения с большой плотностью мощности. Присутствие на микроструктурах обработанного материала микро- и макротрещин как после процесса обработки, так и после механических испытаний пирамидкой Виккерса, свидетельствует о существенных недостатках поверхностей, сформированных в условиях используемых режимов обработки [170, 172].

Определено существование режимов лазерной обработки, приводящих к охрупчиванию поверхности ТИСП. При испытаниях, проведённых в соответствии с рассмотренной во второй главе методикой, была установлена возможность формирования характерных симметричных систем микротрещин. Это наблюдалось только на образцах с хрупкой поверхностью, коэффициент вязкости микроразрушения от 3 до 5. Это может быть обусловлено тем, что испытываемые области изначально покрыты трещинами, а также тем, что в обработанном материале имеются значительные внутренние напряжения. Поверхность данных образцов хрупкая, склонная к растрескиванию, наблюдается возникновение трещин от слоя. Соответствующие режимы лазерной обработки признаны неэффективными, исследования микротвёрдости на таких образцах не проводились.

Микротвёрдость *HV* по Виккерсу исследуемых поверхностей ТИСП определяли по методу восстановленного отпечатка [173, 174]. По аналогии с рассмотренной во второй главе методикой испытаний было осуществлено несколько циклов механических испытаний материала при различных значениях нагрузки на индентор. Каждый цикл состоял из 20-ти независимых нагружений при фиксированной нагрузке. Так как изменение величины нагрузки при микроиндентировании позволяет косвенно оценить глубину формируемых при обработке поверхностных слоёв, то испытания проводили в диапазоне нагрузки на индентор от 0,49 Н до 4,9 Н.

Индентирование необработанной лазерным излучением поверхности ТИСП демонстрирует хорошую визуализацию получаемых отпечатков. Микротвёрдость в данной зоне заметно отличается при разных нагрузках.

Характерно, что в пределах нагрузки от 0,49 Н до 1,96 Н микротвёрдость растёт с 217 МПа до 296 МПа, т. е. в этом нагрузочном диапазоне наблюдается обратный размерный эффект. Максимальные значения микротвёрдости достигаются при нагрузках на индентор $F_1 = 1,96$ Н и $F_2 = 3,43$ Н и составляют соответственно $HV_1 = 296$ МПа и $HV_2 = 304$ МПа. Зависимость микротвёрдости необработанного материала от нагрузки на индентор $HV(F)$ имеет переменный характер. На интервалах нагрузки 1,96 Н ... 2,94 Н и 3,43 Н ... 3,92 Н величина микротвёрдости уменьшается, но не ниже значения $HV_3 = 276$ МПа, достигаемого при $F_3 = 2,94$ Н.

Некоторые локальные нагружения необработанной поверхности приводят к появлению на ней трещин и следов деформации вблизи отпечатков от индентора. На рисунке 3.8 приведена микрофотография отпечатка от пирамидки Виккерса и возникшие микротрещины при нагрузке 0,49 Н. Возникновение деформационных полос обеспечивается, во-первых, вытеснением части материала на поверхность и, во-вторых, сдвигами приповерхностного слоя материала. Процесс внедрения индентора в образец обуславливает сдвиговый характер деформации. Математическое ожидание вероятности формирования микротрещин в результате индентирования составляет 0,2 при нагрузке 0,49 Н и постепенно возрастает с повышением нагрузки на индентор. Наибольшее значение математического ожидания вероятности формирования трещин в 0,55 достигается при нагрузке на индентор 4,9 Н. Как правило, растрескивание материала происходит в местах его контакта с рёбрами индентора. При этом образуются 2–4 трещины. Число трещин увеличивается с повышением нагрузки.

Микротвёрдость всех лазернообработанных поверхностей изменяется при изменении нагрузки на индентор. При нагрузках $F_1 = 0,98$ Н, $F_2 = 1,96$ Н и $F_3 = 2,94$ Н микротвёрдость равна соответственно $HV_1 = 282$ МПа, $HV_2 = 307$ МПа и $HV_3 = 301$ МПа, что несколько выше (на 4–11 %) величины микротвёрдости исходной поверхности сплава при тех же нагрузках. При больших нагрузках микротвёрдость обработанного материала соответствует значениям микротвёрдости, полученным при испытаниях необработанной поверхности [169, 170].

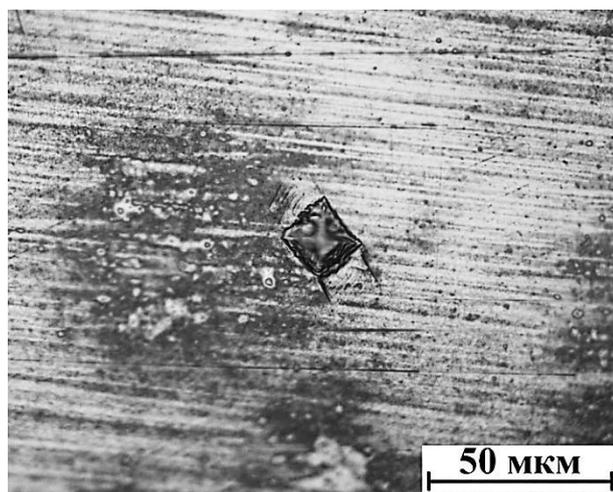


Рисунок 3.8 – Исходная поверхность ТИСП ВТ18у. Видны микротрещины, идущие от вершин отпечатка, и деформационные полосы, возникающие вдоль двух граней отпечатка

После индентирования обработанных поверхностей ТИСП также фиксируются трещины около отпечатков от индентора. Математическое ожидание вероятности образования таких микротрещин (при $F_2 = 1,96$ Н) повышается на 3 – 6 % относительно необработанной поверхности. В этих условиях трещины, сформированные в результате лазерной обработки и индентирования, объединяются друг с другом.

Результаты определения микротвёрдости HV по Виккерсу обработанной и необработанной поверхностей ТИСП при разных нагрузках на индентор представлены на рисунке 3.9. Зависимость № 1 показывает изменение микротвёрдости только для одной обработанной поверхности, сформированной при плотности мощности излучения $W = 318 \times 10^{12}$ Вт/м² и показанной ранее на рисунке 3.6, в, г. Это связано с тем, что значения микротвёрдости других обработанных поверхностей, описанных в данном параграфе, близки к показанным на рисунке 3.9. Зависимости $HV(F)$ для обработанных поверхностей совпадают друг с другом в большинстве экспериментальных точек. Каждой точке на графиках соответствует среднее арифметическое значение микротвёрдости, полученное по результатам расчётов микротвёрдости во всех 20-ти испытаниях при фиксированной нагрузке на индентор.

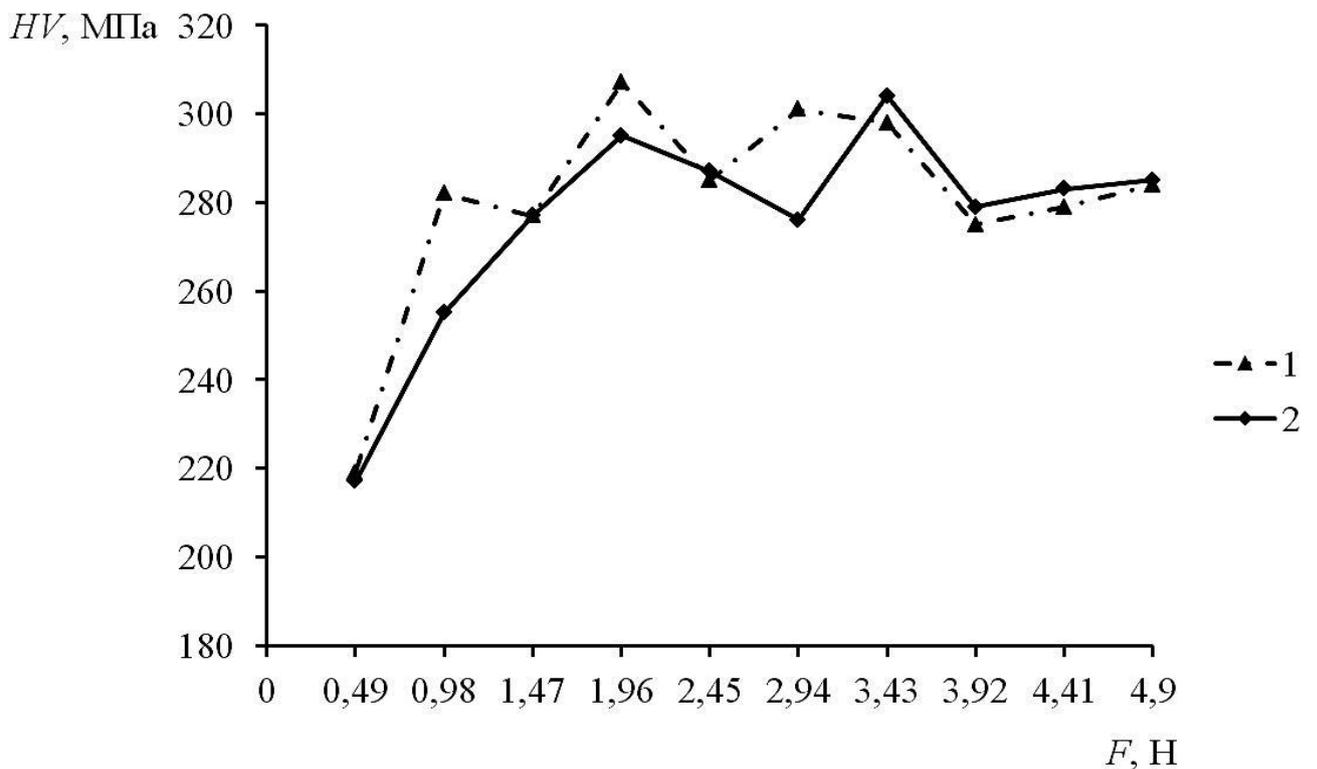


Рисунок 3.9 – Микротвёрдость по Виккерсу HV , МПа поверхностей ТИСП ВТ18у в зависимости от нагрузки на индентор F , Н: 1 – обработанная поверхность; 2 – исходная необработанная поверхность

Следовательно, рассмотренные в текущем параграфе режимы лазерной обработки не позволяют добиться значительного роста микротвёрдости ТИСП относительно аналогичных свойств его исходной поверхности. Одновременно с этим в ряде обработанных участков снижаются пластические характеристики. Следующий этап работы связан с компьютерным моделированием, позволяющим уточнить параметры режимов обработки, при которых возможно комплексное упрочнение поверхности ТИСП.

3.6. Моделирование прогрева металлического сплава при воздействии импульсного лазерного излучения

Результаты, полученные авторами работ [10, 11, 75], свидетельствуют о возможности улучшения механических свойств поверхностного слоя АМНКРМС селективной лазерной обработкой. В случае тонких лент толщиной ≈ 30 мкм можно говорить об улучшении механических свойств образца

АМНКРМС в целом. Существенным преимуществом селективной лазерной обработки является возможность оптимизации комплекса механических свойств АМНКРМС без разрушения наноструктурного состояния. В предложенной в работе [10] методике селективной лазерной обработки наноструктурных плёнок удаётся подбирать такие параметры воздействия, при которых существенно повышается их микротвёрдость и стойкость к растрескиванию.

Многие методы обработки ТИСП предполагают достаточно сложные и дорогостоящие технические мероприятия [30, 87, 88, 132-134]. Как следствие, не все из этих методов обработки находят масштабное применение на практике.

Большой практический интерес представляет создание эффективных, воспроизводимых и дешёвых методов формирования свойств поверхности ТИСП. В данной работе свойства поверхности формируются исключительно за счёт обработки лазерным излучением. Современные лазерные установки имеют высокий коэффициент полезного действия, обеспечивают контроль параметров лазерного излучения, оснащены высокоточными системами пространственного позиционирования обрабатываемых образцов. Результаты лазерной обработки ТИСП описаны во многих работах. Экспериментальные данные, представленные в параграфах 3.3 – 3.5 данной главы, получены при лазерной обработке «традиционным» методом. Одна из задач работы связана с выявлением физических механизмов формирования свойств ТИСП при селективной лазерной обработке.

Для понимания физических процессов, протекающих в ТИСП при различных режимах лазерного воздействия, и выбора параметров, обеспечивающих избирательность воздействия импульсного лазерного излучения на дефектные области, необходимо разработать теоретическую модель процесса селективного воздействия.

Ранее авторами работ [10-12] был предложен механизм селективного лазерного воздействия. Он основан на инициировании лазерным импульсом длительностью 15–20 нс микроразрушений в дефектных областях АМНКРМС.

Таковыми дефектными областями могут быть трещины, системы пор, участки с высокими механическими напряжениями и т. п.

В случае воздействия лазерного импульса с длительностью $\tau = 20$ нс, общей энергией $E_{имп.} = 20\text{--}50$ мДж и плотностью мощности $W = (141\text{--}1273) \times 10^{12}$ Вт/м² поэтапно реализуются следующие процессы. На первом этапе происходит нагрев поверхности ТИСП лазерным излучением. На второй стадии поверхностный слой плавится, закипает и испаряется. Следующий этап связан с нагревом газового (плазменного) облака вблизи обрабатываемой зоны образца. В результате, основное воздействие на материал оказывает лазерная плазма. Она экранирует поверхностный слой ТИСП от, собственно, самого лазерного импульса. Воздействие лазерной плазмы связано с формированием в поверхностном слое материала шокового давления порядка 10^{10} Па. Ударная волна инициирует нано/микроразрушения вблизи дефектных областей. Затем распространяется тепловой фронт, который инициирует процессы релаксации напряжений и, возможно, частичного заживления элементов дефектной структуры материала [10, 76, 175]. Это предположение обосновывается как экспериментальными результатами, так и результатами математического и компьютерного моделирования. В первой главе, посвящённой литературному обзору, приведены результаты, полученные при селективной лазерной обработке АМНКРМС: удаётся одновременно повысить микротвёрдость и коэффициент вязкости микроразрушения. Лазерный прогрев оказывается достаточным для реализации пластической деформации в локальных участках с высокими механическими напряжениями [10]. Наряду с этим, относительно малое время, в течение которого материал находится при высоких температурах, обеспечивает сохранение наноструктурного состояния материала в целом.

Тем не менее, в работах [10, 65, 76, 77, 175] не рассматриваются процессы взаимодействия тепловых полей с конкретными дефектами или системами дефектов. Этот вопрос является важным, особенно с учётом присутствия в структуре АМНКРМС пор и других дефектов. В ходе формирования аморфно-нанокристаллической структуры происходит образование и других дефектов:

тройных стыков между кристаллитами, локальных участков с высокими механическими напряжениями и пр. Основные структурные элементы наноматериалов (кристаллиты, слои, поры) не превышают 100 нм [47, 49, 50, 58]. В исследуемом материале средний размер областей когерентного рассеяния, которые определяли по уширению дифракционных максимумов, составлял 30-50 нм (для разных метастабильных фаз) [53].

Исходя из принятой научным сообществом системы классификации, характерный размер пор, присутствующих в сплаве, часто принимают равным 100 нм, что соответствует размерам большинства структурных элементов наноструктурного сплава (нанокристаллитам). В ходе моделирования в данной работе были выбраны поры с характерным размером 50 нм. В качестве допущения считали, что поры имеют форму шара. Варьировали конфигурацию расположения пор относительно друг друга. При этом во всех случаях считали, что пространство внутри пор заполнено воздухом.

С целью анализа основных конфигураций пор была разработана программа для моделирования, на которую получено свидетельство о государственной регистрации программ для ЭВМ [176]. Данная программа позволяет получать информацию о возможных вариантах распределения пор в материале. Подробное описание программы приведено в приложении № 3. В любых программах компьютерного моделирования критически важен вопрос коррекции модели. В разработанной программе предусмотрена возможность определения основных параметров модели, в том числе с учётом экспериментальной проверки результатов компьютерного моделирования.

Вакансии и поры распределены в материале неравномерно. Поэтому, согласно алгоритму, насыщение виртуального образца дефектами проходит случайно только в первом цикле. Определяется количество циклов, в ходе которых материал насыщается порами. Программа позволяет моделировать распределение вакансий и формирование пор в объёме материала. Пользователь определяет допустимый размер пор – минимальный и максимальный размер. Можно определить минимальное расстояние между порами. В зависимости от

расстояния можно либо сформулировать условия объединения дефектов, либо сформировать взаимосвязанную конфигурацию пор. В последующих циклах вероятность распределения точечных дефектов зависит от первоначального распределения дефектов, которое определяется генератором случайных/квазислучайных чисел и установками пользователя.

Тепловая задача заключается в исследовании теплопроводности поверхностного слоя ТИСП толщиной до 15 мкм при условии присутствия пор в материале. Возможные конфигурации пор определяли компьютерным моделированием, а тепловую задачу решали численными методами, используя уравнение теплопроводности [24, 177, 178]:

$$c \cdot \rho \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad}(T)) + q_V, \quad (3.2)$$

где c – удельная теплоёмкость, Дж/(кг·К); ρ – плотность, кг/м³; T – температура, К; t – время, с; λ – коэффициент теплопроводности, Вт/(м·К); q_V – мощность объёмных/приповерхностных источников теплоты, Вт/м³.

Наличие пор и применение численного метода не позволяют работать с непрерывными величинами, и задачу следует решать послойно с шагом, меньшим среднего диаметра пор (рисунок 3.10). Рассмотрим решение задачи поиска температуры по слою i для фиксированной координаты y как серию подзадач. В этом случае координата x может принимать значения в интервале от 0 до H , например, с шагом $\Delta x = \Delta y$. Введём для координаты x индекс серии j (рисунок 3.11). Уточнённые значения температуры T обозначим как T^* , а с учётом серии подзадач как T_j^* .

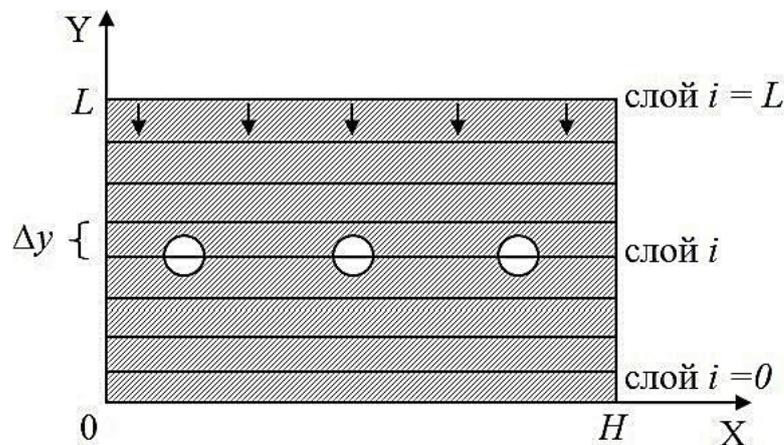


Рисунок 3.10 – Геометрия послойного решения задачи численными методами

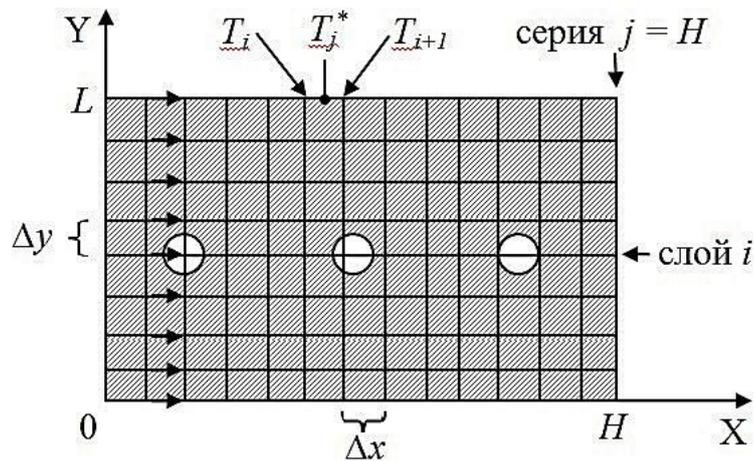


Рисунок 3.11. Геометрия послойного решения задачи по координате X численными методами

При выборе шага решения задачи следует учитывать, что соотношение между шагами по времени и координате для уравнения теплопроводности с коэффициентом температуропроводности a [$\text{м}^2/\text{с}$] должно соответствовать условию $a \cdot \Delta t \leq 0,5 \cdot (\Delta y)^2$ [10, 11, 77].

Теплопроводность считали постоянной для ТИСП и воздушных пор. Значения коэффициентов теплопроводности: ТИСП ВТ18у и ВТ9 $\lambda \approx 21,9 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$, воздуха $\lambda \approx 0,022 \text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$. Плотности: ТИСП $\rho_{\text{спл.}} \approx 4540 \text{ кг}/\text{м}^3$, воздуха $\rho_{\text{возд.}} \approx 1,225 \text{ кг}/\text{м}^3$. Температуры: плавления ТИСП $T_{\text{пл.}} \approx 1943 \text{ К}$, кипения ТИСП $T_{\text{кип.}} \approx 3560 \text{ К}$. Удельные теплоёмкости: ТИСП $c_{\text{спл.}} \approx 540 \text{ Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$, воздуха $c_{\text{возд.}} \approx 1007 \text{ Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$.

Моделирование прогрева было проведено для трёх конфигураций пор. В первой конфигурации три поры расположены в ряд параллельно поверхности ТИСП. Соответствующее положение пор в образце видно на рисунках 3.12–3.14. Размер пор 50 нм, расстояние между соседними порами 100 нм, расстояние от пор до поверхности 150 нм.

В ходе прогрева поверхностного слоя ТИСП толщиной 100 нм до температуры 370 К в течение 0,1 нс поры не оказывают заметного влияния на распределение температур (рисунок 3.12, а).

Через 0,15 нс материал нагревается интенсивнее в направлении пор, что можно наблюдать на рисунке 3.12, б. Это приводит к воздействию фронта

тепловой волны на поверхность поры, обращённую к поверхности образца. На рисунках 3.12, в, г показана локализация максимальной температуры возле пор, в то время как между ними материал находится при меньшей температуре.

На рисунке 3.13 показан прогрев образца ТИСП в момент прохождения нижней изотермой, температура которой 370 К, системы трёх пор (соответствует $t = 0,35-0,7$ нс).

В верхней части системы пор картина расположения изотерм не меняется относительно начала нагрева, с учётом поправки на прогрев до бóльших температур. Обращает на себя внимание меньшая скорость распространения изотермы 370 К под системой трёх пор.

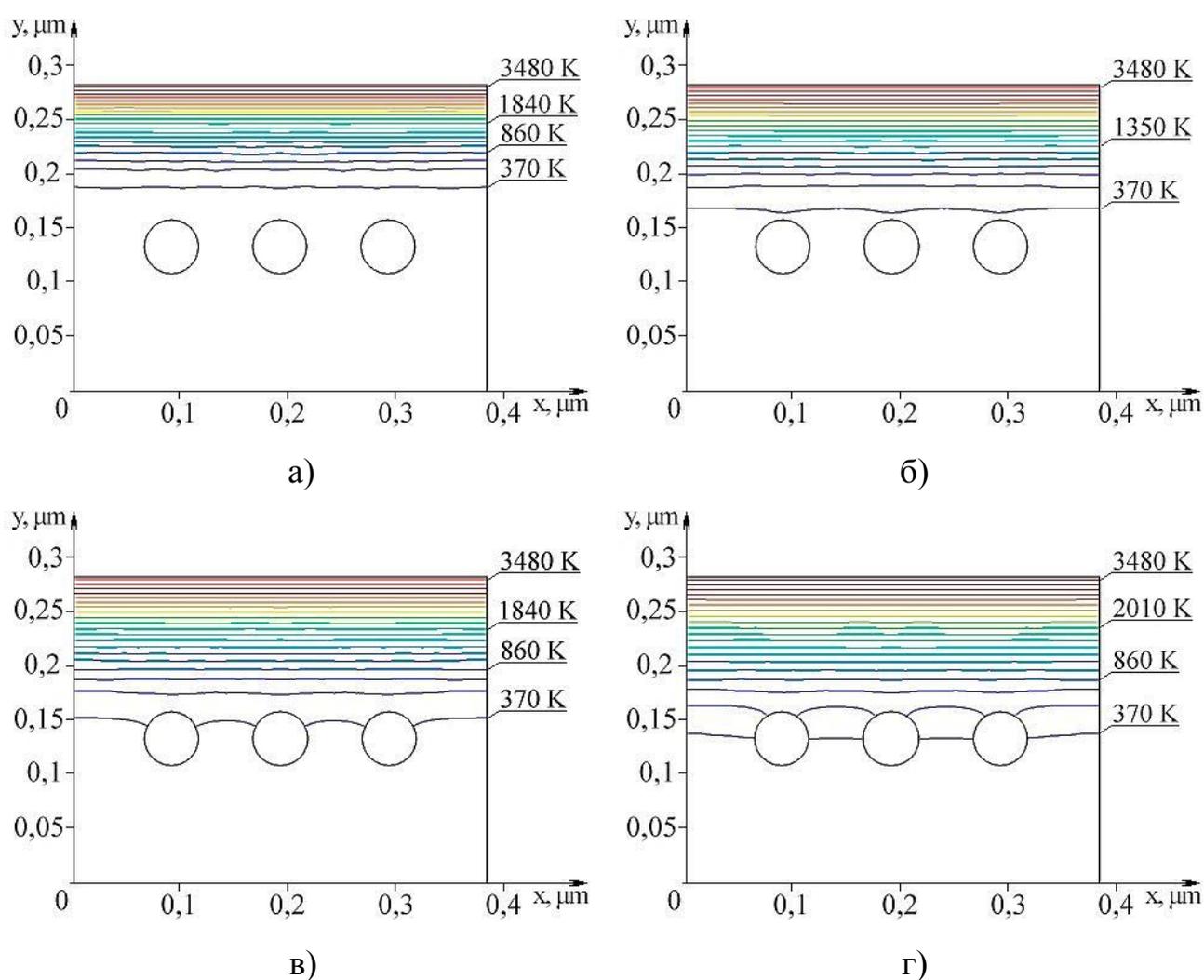


Рисунок 3.12 – Распространение изотерм нагрева внутри ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,1$ нс; б) $t = 0,15$ нс; в) $t = 0,2$ нс; г) $t = 0,25$ нс

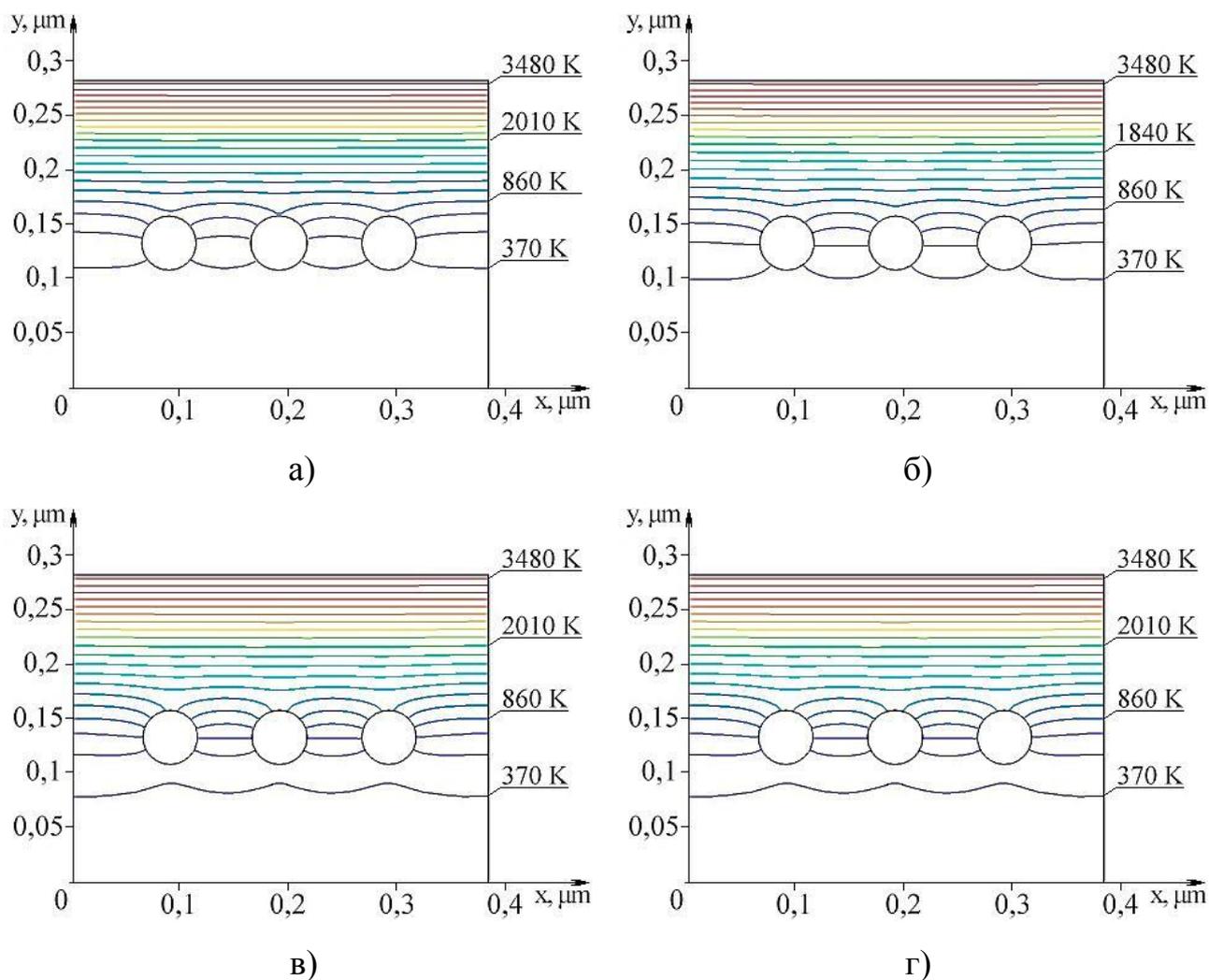


Рисунок 3.13 – Прогрев ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,35$ нс; б) $t = 0,4$ нс; в) $t = 0,5$ нс; г) $t = 0,7$ нс

Дальнейший прогрев показан для моментов времени 0,7 нс и 1,5 нс. Материал вблизи пор прогревается быстрее и до более высоких температур по сравнению с бездефектными участками образца. При этом система пор в целом снижает скорость распространения прогрева вглубь образца.

К моменту времени $t = 1,25–1,5$ нс (рисунок 3.14), когда изотерма 370 К удаляется от нижнего края пор по оси ординат на расстояние, сравнимое с длиной системы пор в направлении оси абсцисс (0,15–0,2 мкм), она ориентируется практически параллельно поверхности образца ТИСП. Восстанавливается равномерность прогрева материала. То есть рядная система трёх пор вносит некоторые искажения в симметрию изотерм, но не более, чем на расстояние, сравнимое с длиной системы пор.

Вторая конфигурация системы пор имеет вид прямоугольного равнобедренного треугольника (рисунки 3.15–3.17). Его гипотенуза ориентирована параллельно поверхности образца и образована двумя порами размером 50 нм с расстоянием между ними 100 нм. Катеты треугольника перпендикулярны друг другу, равны между собой и пересекаются в центре третьей поры размером 50 нм, располагаемой на расстояниях 70,71 нм от двух других пор.

Изотерма с меньшей температурой распространяется быстрее в материале, находящемся перед системой пор (рисунок 3.15, а, б). Поверхность первых двух пор, составляющих гипотенузу треугольника, нагревается быстрее (рисунок 3.15, в, г). Распространение изотермы 700 К ускоряется после того, как она достигает системы пор. Ускоряется прогрев верхней поверхности нижней поры.

В момент времени 0,5 нс скорость распространения изотермы 700 К выравнивается. Видно замедление в распространении изотермы 370 К в момент времени 0,5–0,9 нс. Однако в дальнейшем влияние треугольника пор на распространение изотерм снижается, что связано с меньшими размерами «треугольника пор» в горизонтальном направлении (рисунок 3.17), чем параллельной системы трёх пор (рисунки 3.12–3.14).

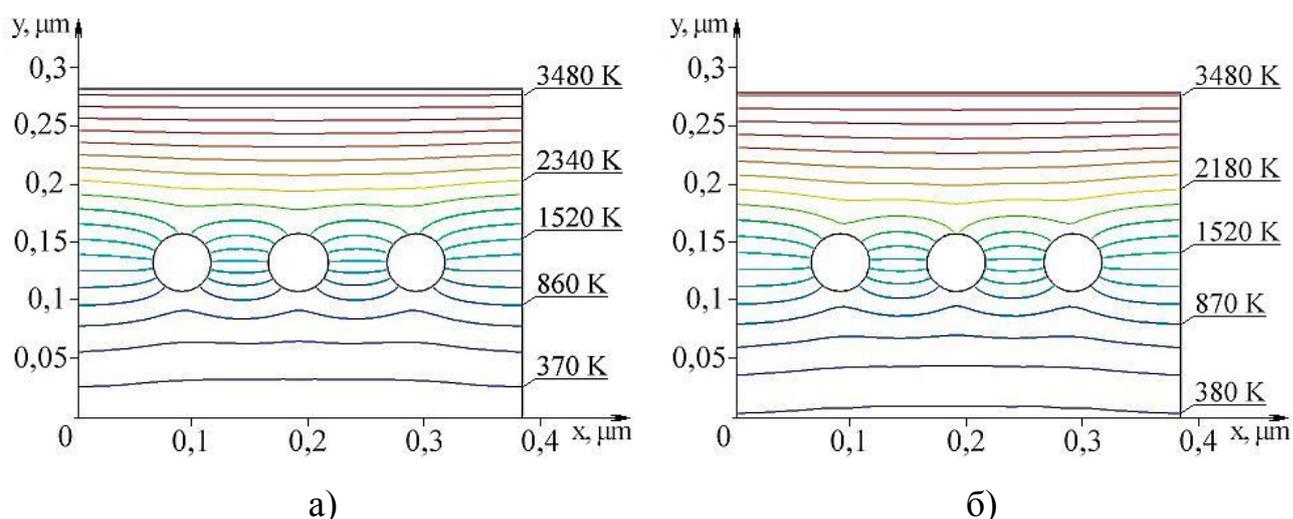


Рисунок 3.14 – Распределение температур внутри ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 1,25$ нс; б) $t = 1,5$ нс

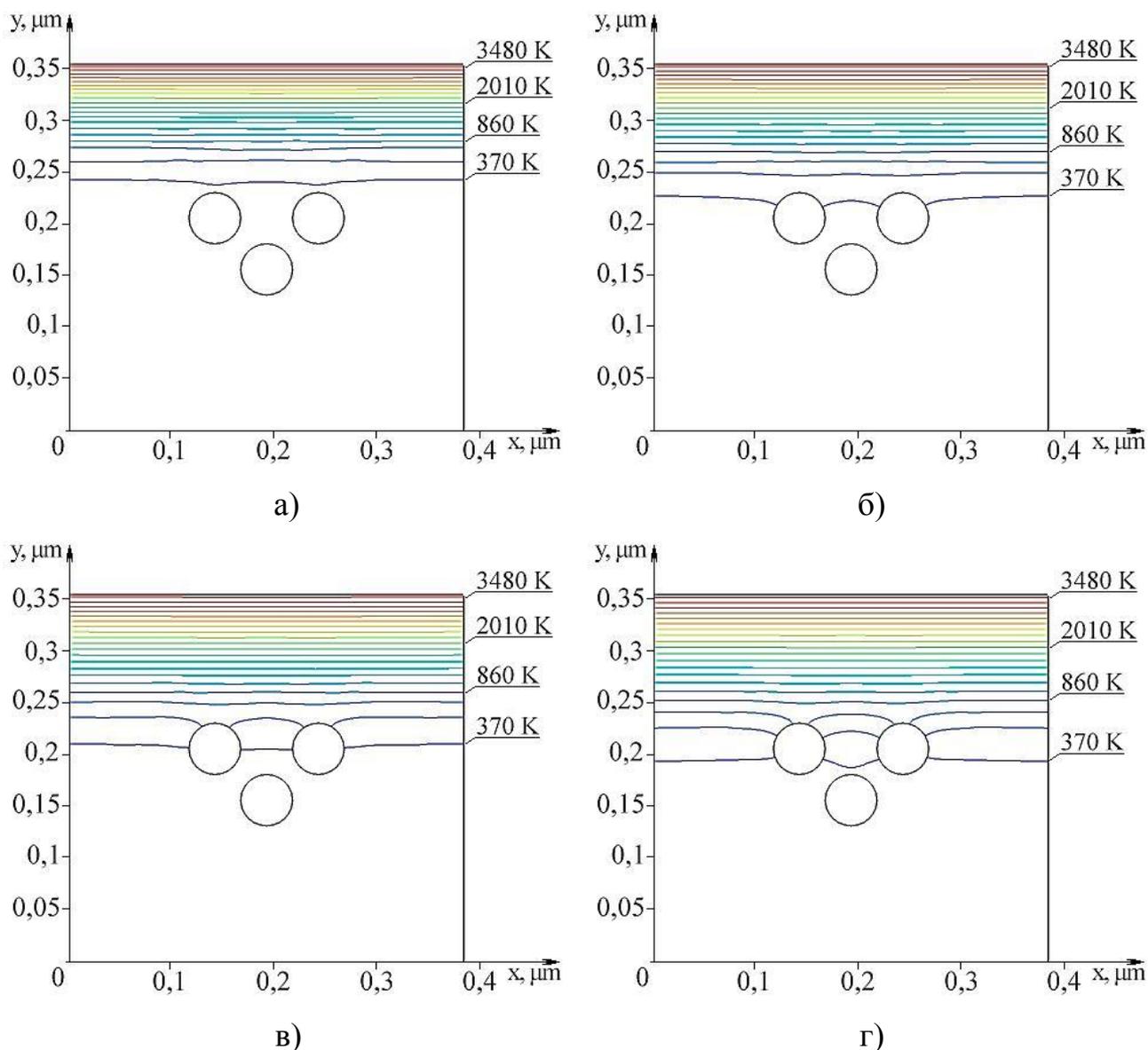


Рисунок 3.15 – Распространение изотерм нагрева внутри ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,15$ нс; б) $t = 0,2$ нс; в) $t = 0,25$ нс; г) $t = 0,3$ нс

Третья конфигурация включает в себя 5 пор в поверхностном слое ТИСП толщиной 0,3 мкм (рисунки 3.18–3.20). Поры распределены в пространстве генератором случайных чисел [176]. Данная область характеризуется повышенной плотностью пор. Материал перед ближайшей к поверхности порой (пора № 1) нагревается быстрее, чем в бездефектной области, в момент времени 0,05 нс. Аналогично происходит нагрев второй поры, причём материал за порой № 1 прогревается медленнее, к моменту времени 0,1 нс (рисунок 3.18).

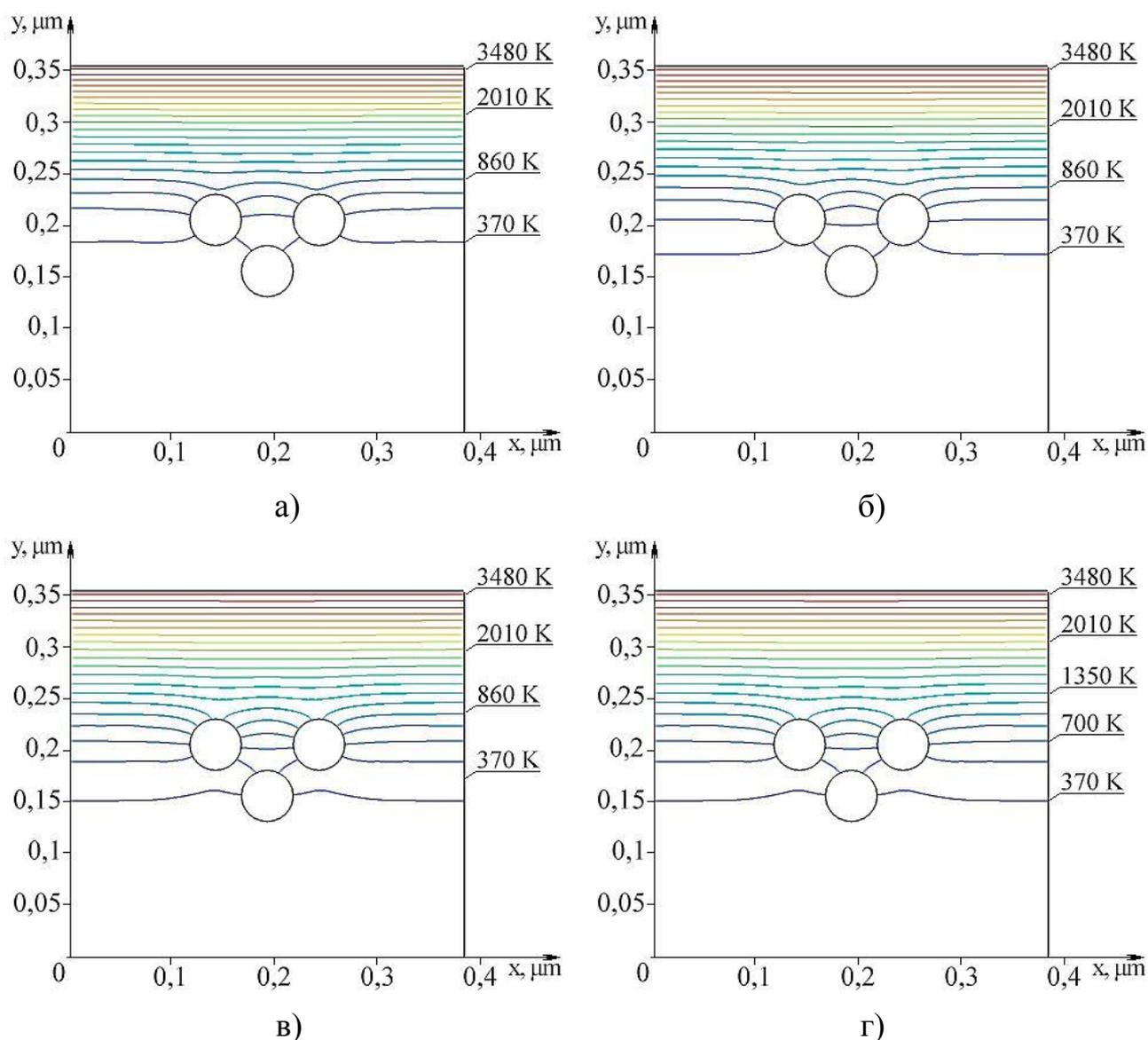


Рисунок 3.16 – Прогрев ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,35$ нс; б) $t = 0,4$ нс; в) $t = 0,5$ нс; г) $t = 0,6$ нс

Пора № 3 расположена под порой № 1 на расстоянии 100 нм. Распространение изотермы 370 К в направлении поры № 3 до расстояния 0,1 мкм (момент времени 0,15 нс) происходит медленнее, чем в бездефектном материале. Это связано с замедлением прогрева, вызванным порой № 1. Вторую часть разделяющего их расстояния изотерма проходит ускоренно, догоняя уровень изотермы в бездефектном материале. Анализ всех остальных рисунков (3.19, 3.20) показывает, что прогрев материала возле поры № 3 происходит с той же скоростью, что и прогрев бездефектного материала. Таким образом, вышележащие поры блокируют ускоренный разогрев материала возле нижележащей поры.

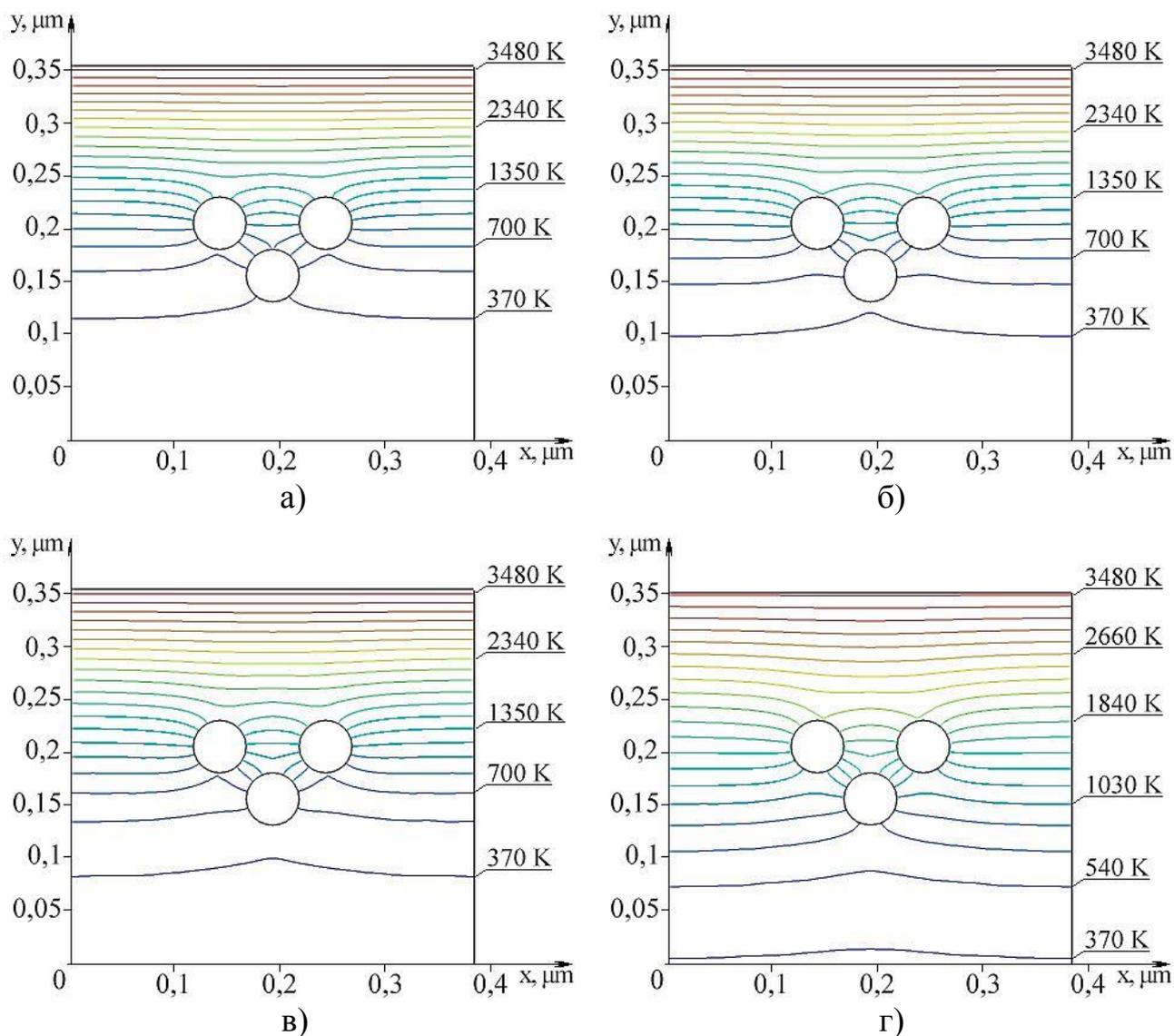


Рисунок 3.17 – Распределение изотерм внутри ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,7$ нс; б) $t = 0,8$ нс; в) $t = 0,9$ нс; г) $t = 1,5$ нс

Ранее проведённые результаты компьютерного моделирования показывают, что под воздействием импульсов длительностью 15–20 нс и плотностью мощности 9×10^{13} Вт/м² скорость нагрева и последующего охлаждения образца на подложке оказывается достаточно большой, чтобы блокировать процессы рекристаллизации. Однако применение режимов обработки, ранее использованных в работах [10, 77], не позволило существенно улучшить механические характеристики поверхности ТИСП.

На основании результатов моделирования, полученных в данном параграфе, а также в ранее выполненных работах [10, 179, 180], можно определить основные требования к селективной лазерной обработке.

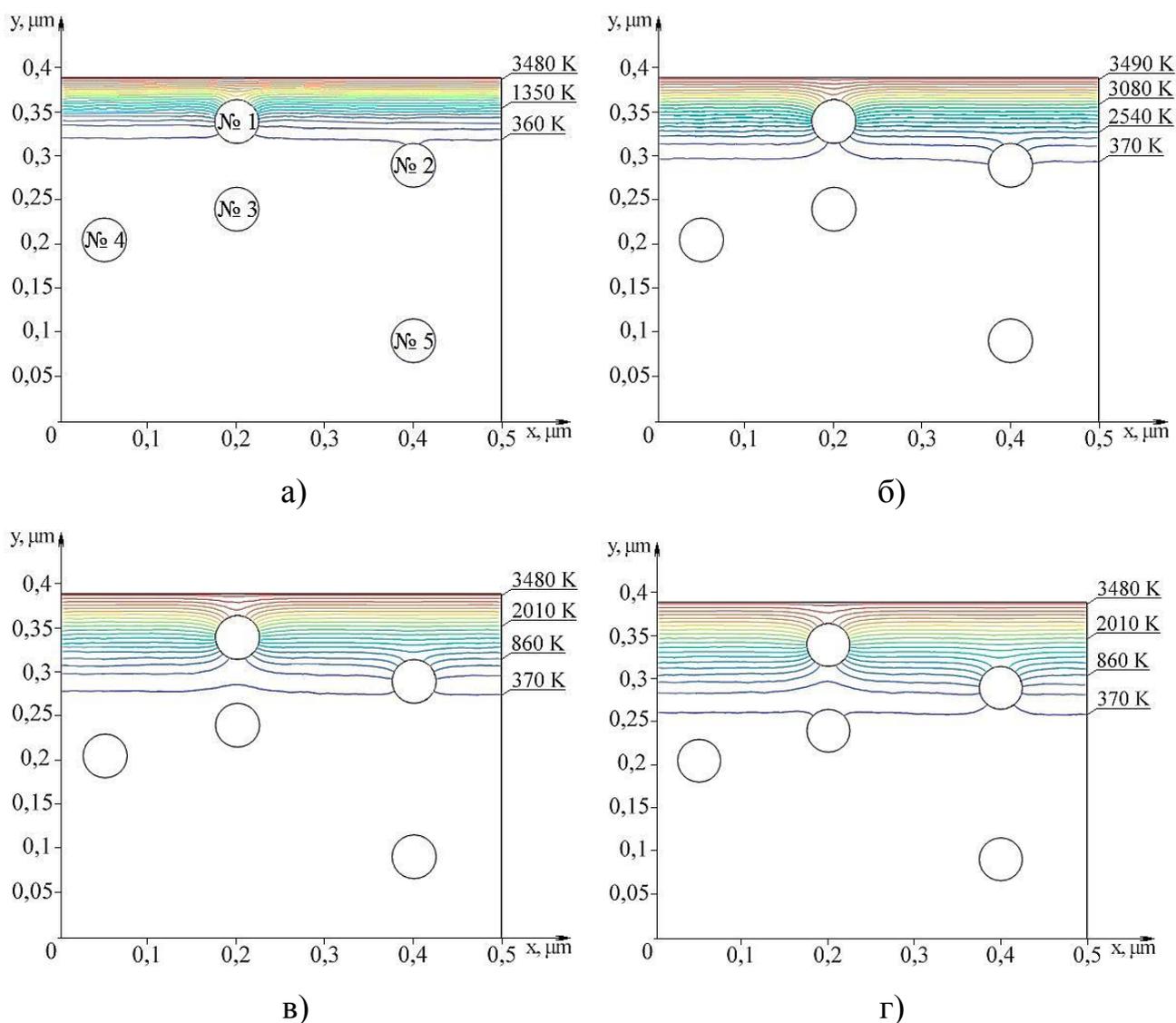


Рисунок 3.18 – Распространение изотерм нагрева внутри ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,05$ нс; б) $t = 0,1$ нс; в) $t = 0,15$ нс; г) $t = 0,2$ нс

Импульсы лазерного излучения не должны быть слишком длительными. Длительный нагрев материала инициирует структурные превращения/рекристаллизацию, стимулирует химические реакции с окружающей газовой средой. Например, в случае миллисекундных лазерных импульсов, рассмотренных в параграфе 3.4, происходит разогрев всего образца ТИСП до сотен градусов, причём особенно сильно нагреваются участки, прилегающие к зоне лазерного облучения. В этом случае будет реализовываться классическая лазерная тепловая обработка.

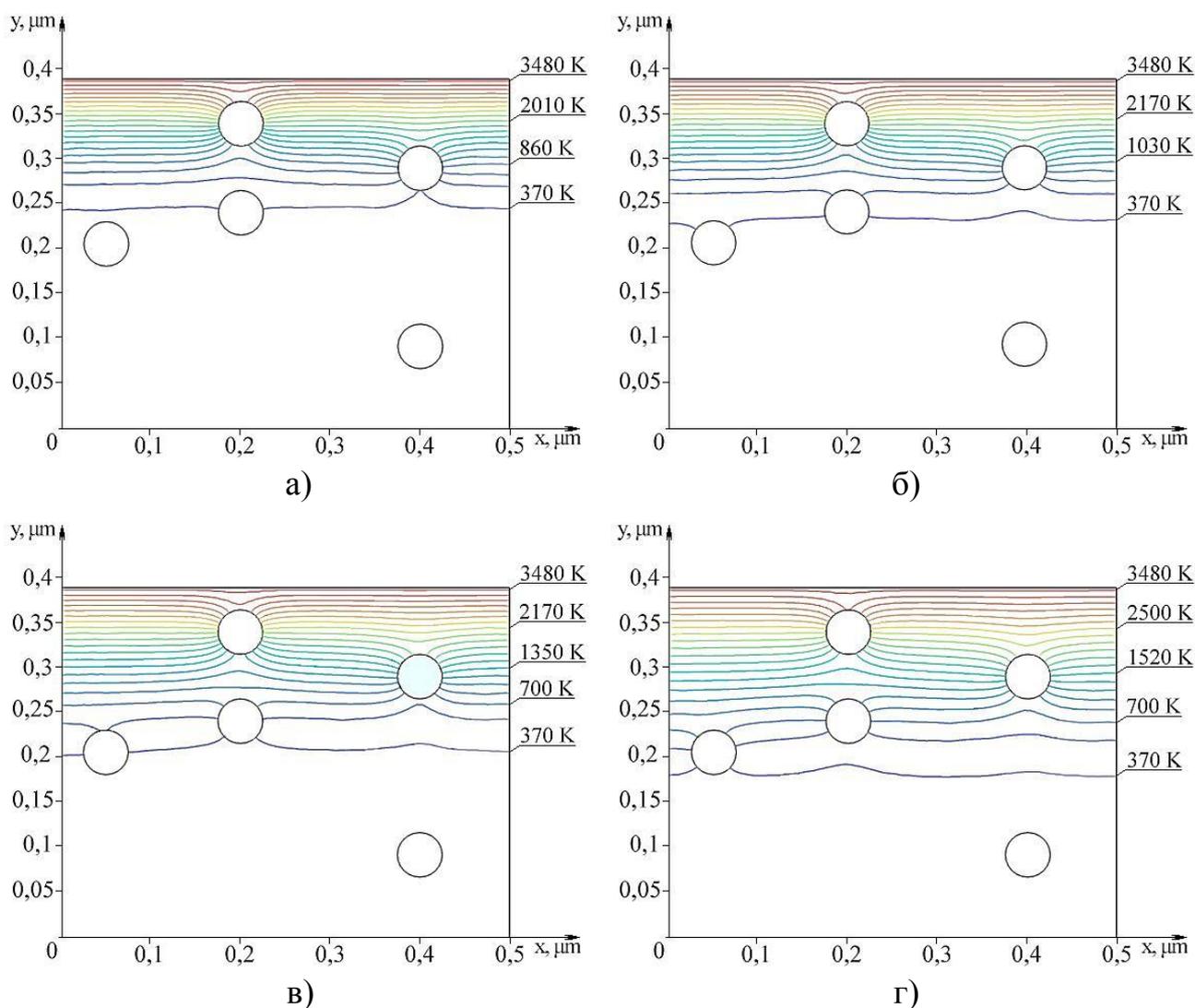


Рисунок 3.19 – Прогрев ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,25$ нс; б) $t = 0,3$ нс; в) $t = 0,4$ нс; г) $t = 0,55$ нс

В данной работе используются два типа лазерных установок, позволяющих получать импульсы наносекундной длительности: ELS–03 и ELS–01. Экспериментальные результаты, полученные при их использовании, приведены в параграфах 3.3 и 3.5. В случае плотности мощности излучения 45×10^{15} Вт/м² и более реализуется режим лазерной абляции (рисунки 3.3 и 3.4). Подобный режим может использоваться для сверления, резки с минимальным прогревом окружающей среды. Его можно использовать для подготовки поверхности к напылению. Но данный режим не пригоден для селективной лазерной обработки.

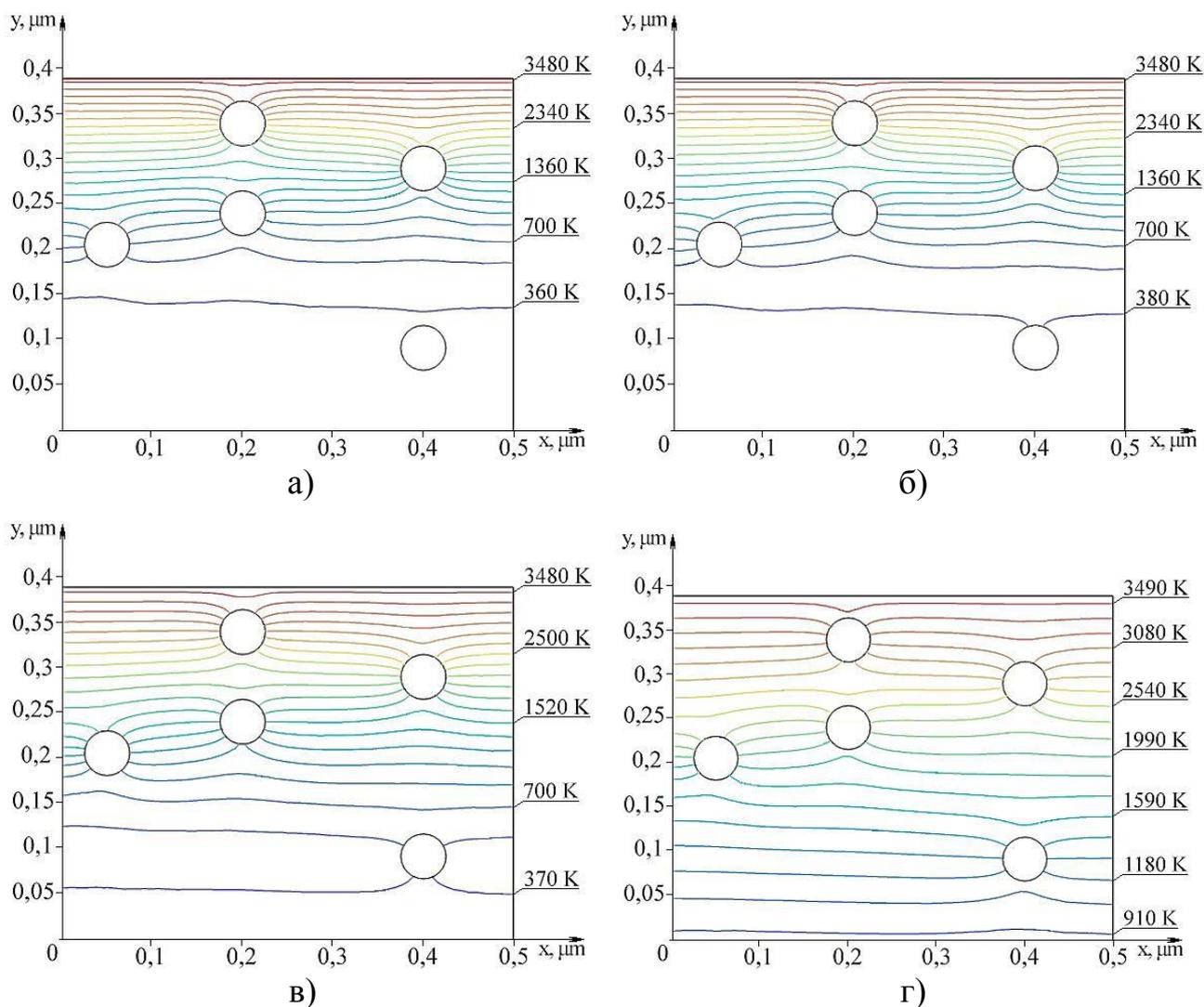


Рисунок 3.20 – Распределение температур в ТИСП при обработке единичным лазерным импульсом через: а) $t = 0,8$ нс; б) $t = 0,85$ нс; в) $t = 1,5$ нс; г) $t = 5,25$ нс

В параграфе 3.5 рассмотрены экспериментальные результаты, полученные при использовании наносекундных лазерных импульсов с меньшей плотностью мощности. Их использование приводит к формированию расплава на поверхности образца. В этом случае также не удаётся достичь избирательности при воздействии лазерного излучения.

Результаты моделирования, приведённые в данном параграфе, показывают, что поверхность пор со стороны обрабатываемой поверхности прогревается быстрее и до больших температур. Итогом такого неравномерного теплового распределения может быть релаксация механических напряжений и пластическая

деформация материала в дефектных областях. Это будет приводить к снижению механических напряжений. Если структурный дефект окружён нагретым до высоких/предплавильных температур материалом, то может наблюдаться не только релаксация напряжений, но также частичное заживление этого дефекта.

Интервал между лазерными импульсами должен быть достаточно велик. В этом случае материал будет успевать остыть, и воздействие следующего лазерного импульса будет приводить к воздействию на слой дефектов, расположенный на большей глубине.

С учётом полученных результатов и приведённых в первой главе литературных данных сформулированы основные требования к режимам лазерной обработки поверхности АМНКРМС и ТИСП, которые должны обеспечить улучшение механических свойств поверхности без разрушения структурного состояния материала. По итогам конкурса МЕТАЛ-ЭКСПО'2020 (Москва – 2020 г.) коллектив молодых учёных из трёх человек, в состав которого входил Симонов Ю.В., за работу, посвящённую селективной лазерной обработке металлических сплавов, занял призовое место, награждён дипломом и денежной премией (копия диплома приведена в приложении № 4).

Таким образом, возможны два принципиально отличающихся друг от друга алгоритма облучения поверхности, позволяющие реализовать селективную лазерную обработку. Первый алгоритм основан на последовательной обработке поверхности ТИСП с контролем теплового режима. Недостатком данного метода является то, что необходим экспериментальный подбор и строгий контроль теплового режима. При этом ограничена общая энергия импульса, частота следования импульсов и плотность мощности. Отклонение от оптимальных значений приводит к формированию дефектной поверхности (см. параграф 3.5).

Второй подход базируется на создании нескольких перекрывающихся матриц облучённых участков за несколько проходов. При этом нет жёстких требований по тепловому режиму, диаметру пятна облучения и общей энергии импульса. В случае высокой плотности мощности достигается абляция и

испарение приповерхностного материала (см. параграф 3.3), поэтому плотность мощности должна быть много меньше $4,5 \times 10^{16}$ Вт/м². Материал в облучённой области успевает остыть за время формирования матрицы облучённых участков. В целом данный режим аналогичен АЛГ № 2, с учётом снижения плотности мощности для исключения абляции.

3.7. Выводы по третьей главе

1. Фокусировка наносекундных импульсов с длиной волны 532 нм, энергией 15–20 мДж и плотностью мощности 45×10^{15} Вт/м² над поверхностью образца приводит к формированию плазмы оптического пробоя воздуха. Сканирующая обработка поверхности с многократным наложением матрицы областей воздействия приводит к выжиганию локальных участков поверхности сплава на глубину 50–500 мкм. Данный режим характеризуется высокой плотностью мощности, которая приводит к абляционному механизму удаления материала и воздействию ударной волны на поверхность образца.

2. Обработка образцов титанового сплава миллисекундными лазерными импульсами приводит к формированию неоднородных поверхностей. Микротвёрдость на границах оплавленных зон увеличивается в полтора раза относительно поверхности необработанного сплава. Одновременно с этим снижается в 2 раза микротвёрдость участков, располагаемых на расстояниях 100 мкм от границ зон оплавления. В зонах оплавления присутствуют трещины. Трещины также возникают при локальном индентировании нагрузками 0,98 Н и более. Фиксируется нагрев материала, прилегающего к облучаемому участку, на сотни градусов. Реализуется традиционный, преимущественно тепловой режим обработки.

3. Режимы облучения поверхности титанового сплава наносекундными лазерными импульсами в диапазоне плотностей мощности от 141×10^{12} Вт/м² до 1273×10^{12} Вт/м² при фокусировании излучения под поверхность образца с одновременным перемещением пятна облучения диаметром от 50 мкм до 150 мкм со скоростями от $v_1 = 0,55 \times 10^{-3}$ м/с до $v_2 = 5,55 \times 10^{-3}$ м/с приводят к

формированию оплавленных поверхностей. Области обработки содержат плотную сетку микро- и макротрещин, зарождающихся при быстром охлаждении расплавленного материала. Микротвёрдость обработанной области меняется не более чем на 10 %. В ходе индентирования обработанного материала фиксируется возникновение микротрещин.

4. В результате воздействия волны прогрева на системы пор, расположенных в поверхностном слое материала, наблюдается ускоренный прогрев материала в окрестностях систем пор. Одновременно системы пор задерживают прогрев материала, расположенного под ними, что особенно существенно для случая, если система пор расположена параллельно обрабатываемой поверхности.

Избирательное воздействие лазерного излучения на дефектные области возможно в случае использования наносекундных импульсов с интервалом, достаточным для охлаждения материала. В этом случае реализуется избирательное воздействие излучения на дефекты. При каждом следующем лазерном импульсе избирательному воздействию будут подвергаться всё более глубоко расположенные дефекты.

5. Селективная лазерная обработка поверхности титанового сплава возможна в том случае, если плотность мощности лазерных импульсов длительностью 15–20 нс находится в пределах от $1,273 \times 10^{12}$ Вт/м² до $75,34 \times 10^{12}$ Вт/м², а размеры пятна облучения в пределах 130–1000 мкм.

Селективная лазерная обработка может осуществляться по двум принципиально отличающимся друг от друга алгоритмам. Первый алгоритм основан на последовательной обработке поверхности материала с контролем теплового режима, при этом ограничена общая энергия импульса, частота следования импульсов и плотность мощности. Второй подход базируется на создании нескольких перекрывающихся матриц облучённых участков за несколько проходов. В этом случае нет столь жёстких требований по тепловому режиму, диаметру пятна облучения и общей энергии импульса.

ГЛАВА 4. МЕТОДЫ СЕЛЕКТИВНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Экспериментальные исследования механических свойств ТИСП, подвергнутых различным режимам лазерной обработки, описаны в третьей главе. Для оценки эффективности режимов лазерной обработки ТИСП были использованы как традиционные методы механических испытаний, основанные на индентировании материала алмазными пирамидками, так и специально разработанные методики, описанные во второй главе. Для реализации селективных режимов лазерной обработки предложено использовать лазерные импульсы длительностью от 15 нс до 20 нс, при длинах волн 532 нм или 1064 нм и плотностях мощности от $1,273 \times 10^{12}$ Вт/м² до $75,34 \times 10^{12}$ Вт/м². Были исключены те режимы лазерной обработки, при которых улучшение одних свойств материала, например, микротвёрдости, сочетается со значительным снижением других свойств материала. Например, исключены режимы обработки, в результате которых наблюдается охрупчивание или растрескивание поверхности ТИСП [169-171].

Полученные результаты позволяют проводить дальнейшие экспериментальные исследования прицельно. Кроме того, дальнейшие исследования, помимо практической значимости, дают возможность верификации предложенных в третьей главе механизмов формирования механических свойств поверхности ТИСП.

Таким образом, для достижения общей цели работы в данной главе необходимо решить следующие задачи:

1. Верифицировать полученные в третьей главе теоретические результаты путём практической апробации предложенных режимов лазерной обработки поверхностей ТИСП ВТ18у и ВТ9.

2. Определить комплекс механических характеристик необработанных и лазернообработанных поверхностей ТИСП: микротвёрдость, математическое ожидание вероятности формирования трещин при нагружении пирамидкой

Виккерса, нанотвёрдость, модуль Юнга с применением для анализа в нанодиапазоне методики Оливера-Фарра.

3. Определить параметры режимов лазерной импульсной обработки, оптимальных с точки зрения улучшения механических свойств поверхностных слоёв ТИСП. Описать основные требования к режимам селективной лазерной обработки поверхности ТИСП.

4.1. Параметры селективной лазерной обработки поверхностей титановых сплавов

В предыдущей главе был апробирован ряд режимов лазерной обработки ТИСП. Часть режимов лазерной обработки позволяла повысить микротвёрдость, что сопровождалось охрупчиванием поверхности ТИСП. Рассмотренные в третьей главе методики лазерного воздействия на поверхностный слой ТИСП не обеспечивали одновременного роста микротвёрдости и стойкости к растрескиванию при локальном нагружении пирамидкой Виккерса. Для совершенствования режимов лазерной обработки и уточнения их параметров с использованием компьютерного моделирования была исследована динамика распределения температур в приповерхностном слое материала. Ниже приведены описания уточнённых методик лазерной обработки, которые могут обеспечить селективность лазерного воздействия на поверхностный слой ТИСП, что позволяет одновременно повысить микротвёрдость и стойкость к формированию трещин при локальном нагружении поверхностей ТИСП.

Исследованиям подвергали лазернообработанные поверхности, сформированные на нескольких образцах ТИСП: ВТ18у ($\text{Ti}_{85,85}\text{Al}_{6,5}\text{Zr}_4\text{Sn}_2\text{Nb}_1\text{Mo}_{0,5}\text{Si}_{0,15}$) и ВТ9 ($\text{Ti}_{88,3}\text{Al}_{6,4}\text{Mo}_{3,3}\text{Zr}_{1,5}\text{Si}_{0,3}\text{Fe}_{0,2}$). Обработку осуществляли сериями лазерных импульсов наносекундной длительности с помощью двух установок: LS-2134-E4 (ELS-03) и Nd^{3+} : YAG. Основные параметры данных лазерных установок приведены ранее в главе № 3.

Материалы обрабатывались в соответствии с двумя основными режимами. Методика обработки по этим режимам базируется на двух независимых алгоритмах обработки, подробно рассмотренных в третьей главе. Основные параметры применяемых режимов соответствуют теоретическим представлениям, полученным в результате компьютерного моделирования и описанным в параграфе 3.6. Для приводимых ниже режимов обработки фокусировка лазерного излучения осуществляется под поверхность ТИСП.

Первый режим базируется на использовании алгоритма обработки № 1 (АЛГ № 1), состоящего в передвижении образца относительно системы фокусировки лазерной установки LS-2134-E4 (ELS-03). Последовательность обработки по АЛГ № 1 представлена в параграфе 3.2. Диаметр D облучённого пятна на поверхности сплава варьировали в пределах от 50 мкм до 2000 мкм, благодаря смещению области фокусировки излучения на разные расстояния под поверхность образца. Скорость v перемещения образца вдоль оси «х» составляла 0,185 м/с при максимальной частоте следования импульсов на установке ELS-03 $\nu_{имп.} = 100$ Гц. Шаг смещения ΔD между центрами оплавленных дорожек вдоль оси «у» изменяли от 45 мкм до 1800 мкм в зависимости от выбранного диаметра D , согласно применяемому алгоритму. В результате обработки получали квадратные облучённые области с размерами 15×15 мм.

Ниже подробно рассматриваются и исследуются поверхности, обработанные в соответствии со следующими параметрами первого режима: диаметр единичного оплавления $D = 1000$ мкм, шаг смещения дорожек $\Delta D = 900$ мкм, скорость движения образца при формировании дорожек $v = 0,185$ м/с, плотность мощности лазерных импульсов $W = 1,273 \times 10^{12}$ Вт/м². Одна из таких обработанных поверхностей приведена на рисунке 4.1.

В основе второго режима обработки лежит алгоритм № 2 (АЛГ № 2), связанный с формированием на поверхностях образцов перекрывающихся матриц облучённых участков с фиксированными диаметрами единичных оплавлений и расстояниями между соседними зонами облучения в каждой матрице. Последовательность реализации АЛГ № 2 приведена в параграфе 3.2.

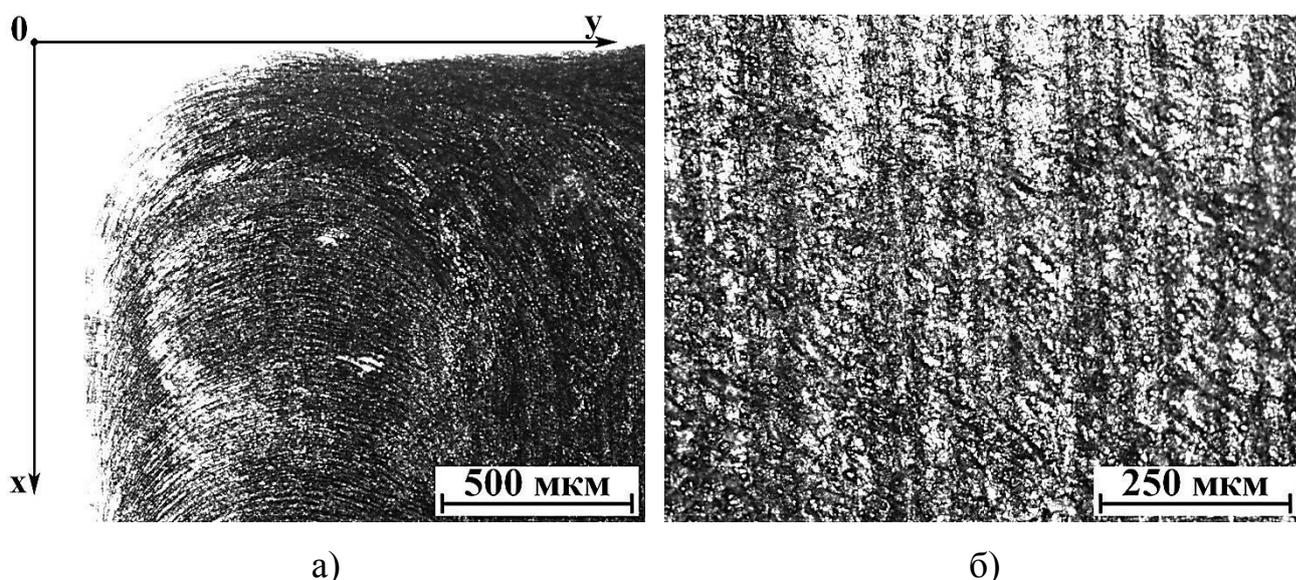


Рисунок 4.1 – Поверхность ТИСП ВТ18у, обработанная по АЛГ № 1: а) чётко видна оплавленная дорожка, образованная округлыми областями лазерной обработки при движении образца вдоль оси «х»; б) микрофотография поверхности с бóльшим увеличением

За счёт последовательного передвижения образца во взаимно перпендикулярных направлениях «х» и «у» относительно системы фокусировки (на одинаковые расстояния) формировали квадратные зоны обработки. Обработку по этому режиму осуществляли с использованием обеих установок ELS-03, Nd³⁺:YAG. Плотность мощности W варьировали в диапазоне от $0,5 \times 10^{12}$ Вт/м² до 90×10^{12} Вт/м². Расстояние L между центрами соседствующих оплавленных участков в матрицах составляет $1,414 \cdot D$, где D – диаметр пятна от одиночного импульса на поверхности ТИСП. Такое соотношение между значениями D и L обеспечивает отсутствие перекрытий между облучёнными участками первых двух матриц. Округлые зоны обработки, входящие в эти матрицы, контактируют по своим границам в четырёх точках за исключением пограничных зон. На третьем и четвёртом этапах формируются две дополнительные матрицы, конфигурация которых аналогична первым двум матрицам. Дополнительные матрицы смещаются относительно положения начальных матриц таким образом, чтобы наблюдались симметричные перекрытия между элементами всех четырёх матриц. Повторяя описанные выше

действия от двух до пяти раз, достигали полной обработки некоторой области поверхности ТИСП [170, 181].

Далее приведены и исследованы поверхности, обработанные по второму режиму со следующими параметрами: диаметр области единичного оплавления $D = 130$ мкм, шаг между центрами соседних оплавлений в матрицах $L = 184$ мкм, плотность мощности лазерных импульсов $W = 75,34 \times 10^{12}$ Вт/м², число последовательных проходов – 2. Поверхности образцов, обработанных таким образом, показаны на рисунке 4.2.

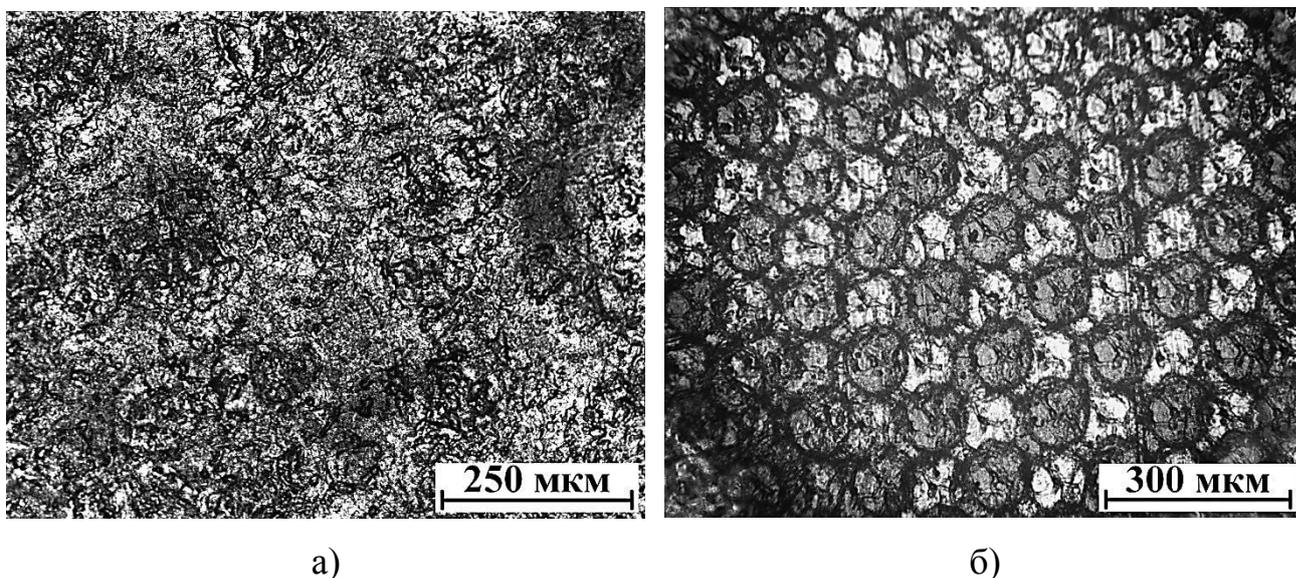


Рисунок 4.2 – Микрофотографии поверхностей ТИСП ВТ18у, обработанных в соответствии с АЛГ № 2: а) при использовании лазерной установки ELS–03 на поверхности сплава идентифицируются только отдельные элементы матриц облучённых участков; б) отчётливо видны единичные оплавления последних двух матриц, полученных с помощью диодного лазера Nd³⁺: YAG

4.2. Механические свойства поверхностных слоёв титанового сплава ВТ18у, сформированного с помощью лазерной обработки по АЛГ № 1 и АЛГ № 2

Методы лазерной обработки являются эффективными и технологичными при формировании свойств поверхности ТИСП [5, 134, 182]. В данном параграфе рассматриваются режимы лазерной обработки ТИСП, позволяющие

сформировать упрочнённый поверхностный слой без защитной среды. Это упрощает процесс лазерной обработки и снижает его себестоимость.

Для достижения поставленной задачи были внесены корректировки в АЛГ № 1: увеличен диаметр D до значения 1000 мкм, а также величина смещений ΔD между оплавленными дорожками до 900 мкм. Благодаря этому достигается формирование более обширного газоплазменного факела, что, в свою очередь, способствует образованию относительно стабильной защитной атмосферы в пределах обрабатываемой зоны ТИСП. В результате обработки формируется поверхностный слой с достаточно гладкой поверхностью (рисунок 4.3).

Микротвёрдость по Виккерсу обработанного материала превышает значения микротвёрдости необработанной поверхности: при $F_1 = 0,49$ Н – $HV = 229$ МПа, при $F_2 = 0,98$ Н – $HV = 293$ МПа.

Трещин на обработанной поверхности не фиксировали, в том числе после локального нагружения алмазной пирамидкой Виккерса, с нагрузкой от $F_1 = 0,49$ Н и до 4,9 Н включительно [181, 183, 184]. Для исходной поверхности математическое ожидание вероятности формирования трещин равно 0,2 при $F = 0,49$ Н и 0,55 при $F = 4,9$ Н.

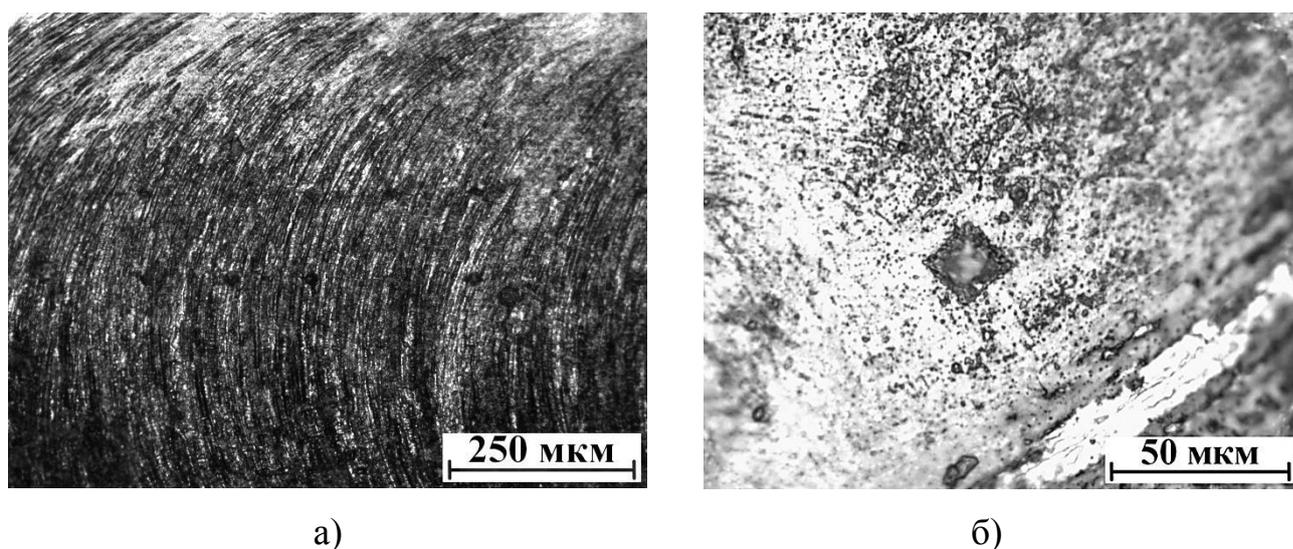


Рисунок 4.3 – Поверхность ТИСП, обработанная по АЛГ № 1: а) видны дуги окружностей, возникающих при наложении друг на друга округлых областей лазерной обработки; б) отпечаток от пирамидки Виккерса при нагрузке 0,98 Н

При использовании режима обработки АЛГ № 1 не формируется микротрещин. Микрорельеф поверхности соотносится с неровностями, имеющимися в необработанной зоне.

Для обработки ТИСП с использованием лазерной установки ELS–03 реализовали АЛГ № 2. В данном случае диаметр пятна облучения составлял $D \approx 130$ мкм (рисунок 4.4).

Среднее значение микротвёрдости составляет $HV = 357$ МПа при $F_2 = 0,98$ Н и $HV = 358$ МПа при $F_3 = 1,96$ Н. По сравнению с исходной поверхностью микротвёрдость увеличилась приблизительно в 1,4–1,6 раза. Характерно также и то, что увеличение нагрузки на индентор примерно в 2 раза не оказывает существенного влияния на значение микротвёрдости. На основании зависимости изменения величины микротвёрдости от нагрузки на индентор косвенно определена толщина обработанного слоя, которая составляет не менее 15–25 мкм [185]. Поверхности, обработанные таким образом, как правило, характеризуются плавным изменением свойств с увеличением глубины. В этом случае снижается вероятность формирования трещин между исходным материалом и поверхностью. Рост глубины обработанного слоя с улучшенными характеристиками и плавное изменение его свойств с увеличением глубины повышает время его эксплуатации. Микроструктура данной поверхности, исследованная с помощью оптической и электронной микроскопии, не содержит микротрещин.

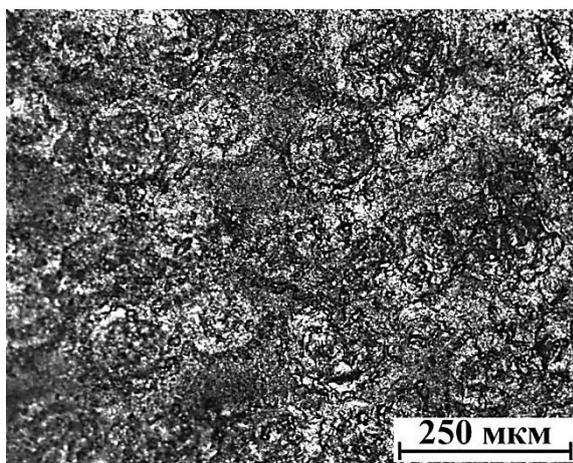


Рисунок 4.4 – Поверхность образца, обработанная излучением лазера ELS–03, АЛГ № 2. Хорошо видны округлые облучённые зоны, образованные в результате формирования последней матрицы лазернообработанных областей

Обработка ТИСП, как правило, требует создания защитной (или сильно разряженной) атмосферы. В нашем случае была предпринята попытка обойтись без защитной атмосферы. Этому добивались за счёт создания квазистабильного газоплазменного факела, который формируется при достаточной частоте следования импульсов. Время существования газоплазменного факела на порядок превышает время воздействия лазерного импульса. В результате разлетающиеся и окисляющиеся пары ТИСП формируют более или менее эффективную защитную атмосферу. Такая методика частично себя оправдала для АЛГ № 1 и АЛГ № 2.

Следует отметить, что особенности прогрева ТИСП [24, 187] для всех использованных режимов обработки заключаются в том, что не происходит перегрева материала на расстояниях более 5–15 мкм от области обработки. Поэтому не требуется использования дополнительных мероприятий для предотвращения перегрева образца в целом.

4.3. Закономерности изменения микротвёрдости *HV* лазернообработанных поверхностей сплава ВТ18у при увеличении нагрузки на индентор

Значения микротвёрдости обработанных по АЛГ № 1 и АЛГ № 2 поверхностей ТИСП определяли в диапазоне нагрузок на индентор от 0,49 Н до 4,9 Н. На рисунке 4.5 показаны изменения микротвёрдости по Виккерсу поверхностей ТИСП в рассматриваемом диапазоне нагрузок. Для наглядности наряду с зависимостями № 1 и № 2, соответствующими обработанным поверхностям, приведена также зависимость № 3, характеризующая исходную поверхность ТИСП ВТ18у. Согласно зависимостям № 1 и № 2 обе лазернообработанные поверхности демонстрируют существенный рост микротвёрдости. Микротвёрдости обработанных поверхностей, как правило, превышают микротвёрдость необработанного ТИСП на 25–40 % (рисунок 4.5). В случае зависимости № 1 микротвёрдость практически линейно возрастает с 229 МПа до 375 МПа с увеличением нагрузки на индентор от 0,49 Н до 1,96 Н.

В области малых нагрузок значения микротвёрдости почти в 1,5 раза выше для зависимости № 2. Для зависимости № 2 обнаружено незначительное (на 5–15 %) снижение микротвёрдости при нагрузках 3,43 Н – 4,9 Н и более.

Очевидно, что повышение нагрузки при локальном нагружении сопровождается ростом глубины внедрения индентора в материал. Следовательно, механические испытания ТИСП в широком диапазоне нагрузок позволяют проанализировать изменение механических свойств обработанных поверхностных слоёв на различных глубинах. Не менее важным представляется исследование чувствительности материала к возникновению трещин при различных значениях нагрузок.

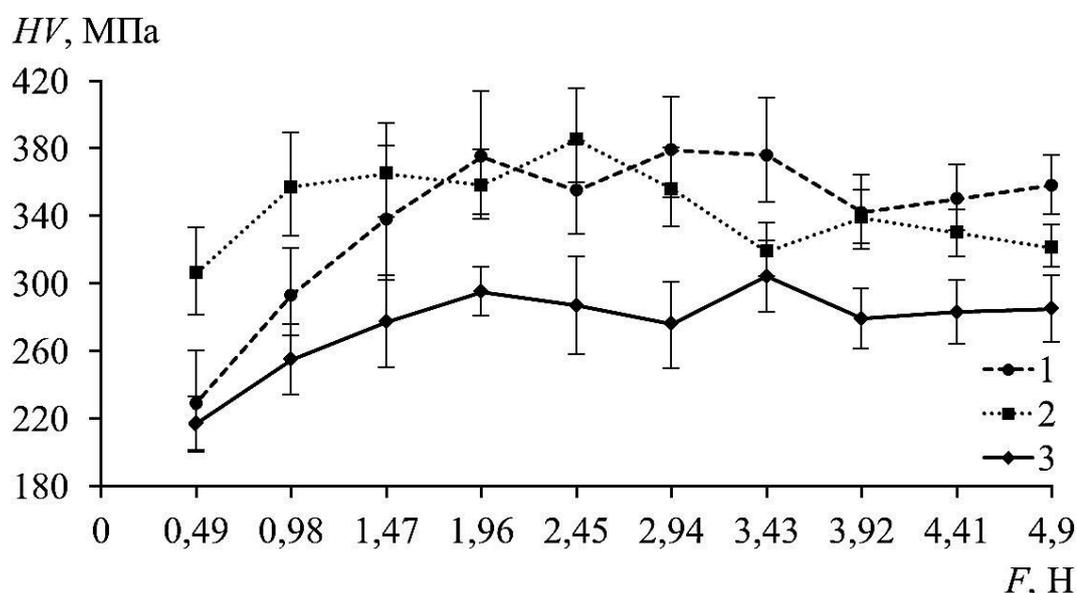


Рисунок 4.5 – Зависимости микротвёрдости HV поверхностей ТИСП ВТ18у от нагрузки на индентор F : 1 – обработанной по АЛГ № 1; 2 – обработанной по АЛГ № 2; 3 – необработанной

Глубина проникновения острия индентора в материал при нагрузке $F = 4,9$ Н составляла 11–12 мкм. Отметим, что механические испытания поверхности ТИСП проводились по методу восстановленного отпечатка, поэтому реальное проникновение индентора вглубь поверхностного слоя материала превышает 12 мкм [174].

Анализ образования трещин в результате индентирования показывает, что необработанная поверхность характеризуется повышенной склонностью к

растрескиванию при локальном нагружении алмазной пирамидкой Виккерса. Математическое ожидание вероятности формирования трещин повышается с 20 % при нагрузке 0,49 Н до 35 % при нагрузке 1,96 Н и до 55 % при нагрузке 4,9 Н для необработанного ТИСП ВТ18у. Локальные нагружения поверхностей ТИСП, подвергнутых лазерной обработке по АЛГ № 1 и АЛГ № 2 свидетельствуют об отсутствии трещин при испытаниях нагрузками от $F_1 = 0,49$ Н до $F_2 = 4,9$ Н [181].

Следует выделить несколько основных механизмов, способствующих упрочнению поверхностного слоя лазернообработанного ТИСП. Начиная с температуры 673 К, процессы диффузии азота и кислорода в титан резко активизируются. Оксиды и нитриды титана являются достаточно твёрдыми соединениями и оказывают существенный вклад в общий процесс роста микротвёрдости поверхностного слоя ТИСП [186]. В результате реализации процессов сверхбыстрого плавления и охлаждения ТИСП возможна аморфизация поверхности и увеличение её твёрдости. Но значения микротвёрдости на зависимостях № 1 и № 2 существенно различаются. Более высокие значения микротвёрдости при нагрузках 0,49–1,47 Н для кривой № 2 (рисунок 4.5) свидетельствуют о влиянии режимов нагрева и охлаждения материала на микротвёрдость поверхностного слоя ТИСП при обработке по АЛГ № 1.

В нашем случае одновременно с ростом микротвёрдости увеличивается стойкость материала к растрескиванию при локальном нагружении. Это свидетельствует о том, что помимо насыщения поверхности оксидами и нитридами титана, происходит избирательное воздействие на дефектные области. Лазерная обработка сопровождается формированием ударной волны с давлением до 10^{10} Па и кратковременного прогрева [10]. Реализуется процесс релаксации механических напряжений за счёт механизма селективного воздействия лазерного излучения на дефектные области, расположенные в поверхностном слое ТИСП. Этим обеспечивается перевод дефектных областей в неопасное состояние [73].

Предложенные алгоритмы АЛГ № 1 и АЛГ № 2 следует оценивать по нескольким критериям. Технология обработки должна быть относительно

простой, дешёвой и воспроизводимой. АЛГ № 1 и АЛГ № 2 соответствуют этим критериям. Не требуется защитой атмосферы, нанесения специальной краски и жидкости, в отличие, например, от метода лазерного пининга [170, 181].

Существенным преимуществом рассмотренных режимов лазерной обработки является увеличение стойкости к формированию трещин при локальном нагружении пирамидкой Виккерса. Этим данные режимы обработки выгодно отличаются от традиционных методов поверхностного лазерного упрочнения, при которых рост микротвёрдости часто сопровождается увеличением хрупкости.

4.4. Динамическое наноиндентирование поверхностного слоя титанового сплава ВТ9, подвергнутого селективной лазерной обработке

Эксплуатационные характеристики изделий во многом зависят от значения твёрдости и пластичности поверхностного слоя [188, 189]. В пределах тонкого слоя толщиной до 1 мкм механические свойства металлических сплавов могут претерпевать значительные изменения. Поэтому важное значение при разработке технологий обработки ТИСП имеют используемые методы контроля механических свойств в микро- и нанодиапазоне [190–192].

На базе режимов селективной лазерной обработки, основанных на АЛГ № 1 и АЛГ № 2, дополнительно были разработаны режимы лазерной обработки АЛГ № 3-1 и АЛГ № 3-2 (рисунок 4.6). АЛГ № 3-1 состоит из шести этапов обработки. На первом этапе точка фокусировки лазерного излучения располагалась на расстоянии 5 мм над поверхностью ТИСП. Последовательность обработки поверхности аналогична АЛГ № 1, но отличается тем, что на каждом следующем этапе точка фокусировки приближается к поверхности ТИСП на 1 мм. Для последнего шестого этапа осуществляется фокусировка излучения на поверхность ТИСП. Максимальная выходная энергия лазерного импульса 5 мДж. Длина волны излучения 532 нм, частота следования импульсов от 1 до 100 Гц. Размеры обрабатываемой поверхности: 5×5 мм. Шаг между центрами зон облучения 10 мкм. Таким образом, область обработки образуется наложением друг на друга нескольких

зон лазерного облучения (с частичным перекрытием). Лазерная обработка ТИСП, в соответствии с АЛГ № 3-1, приводит к образованию тонкой окрашенной плёнки на поверхности материала. Наличие такой плёнки характерно для поверхностного слоя ТИСП, насыщенного нитридами и оксидами титана.

Вариацией АЛГ № 3-1 является АЛГ № 3-2. Последовательность обработки идентична предыдущему режиму АЛГ № 3-1, но в данном случае применяли 4 прохода. На первом этапе точка фокусировки лазерного излучения располагалась на расстоянии 4 мм над поверхностью ТИСП. Максимальная выходная энергия установки 10 мДж. Длина волны 532 нм. Частота следования импульсов 200 Гц. Шаг между центрами соседних облучённых участков составлял 20 мкм. Размеры обрабатываемой площадки: 7×7 мм.

Распространённым методом измерения твёрдости в нанометровом масштабе является метод динамического наноиндентирования. Однако в данном методе часто не учитывается появление пластических навалов, что может являться причиной неточного измерения нанотвёрдости. В данной работе использовали динамический нанотвердомер ННТ–2 производства CSM Instruments (Швейцария) с индентором в виде стандартной пирамидки Берковича. По сравнению с четырёхгранной пирамидкой Виккерса, пирамидка Берковича является более острой и имеет три грани. Как следствие, точность её изготовления выше по сравнению с индентором Виккерса, как правило, она имеет более правильную огранку/геометрию. Расчёт нанотвёрдости проводится по глубине вдавливания, поэтому очень важно знать точные геометрические параметры применяемого индентора.

Для анализа нанотвёрдости и модуля Юнга лазернообработанных поверхностей образцов ВТ9 осуществляли их непрерывное индентирование. Процедура испытаний осуществлялась в течение 65 секунд и состояла из трёх основных фаз: нагружения, выдержки и разгрузки. Продолжительность фазы роста нагрузки и фазы её снижения составляла 30 секунд. Пятисекундная выдержка осуществлялась при максимальной нагрузке на индентор, равной 0,05–0,055 Н.

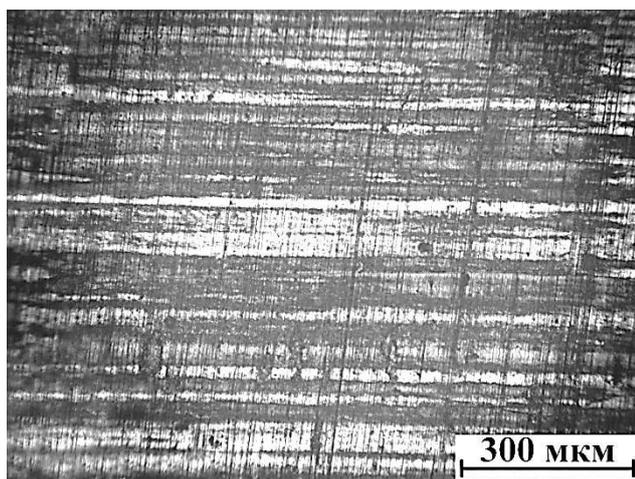


Рисунок 4.6 – Поверхность ТИСП ВТ9 с элементами оксидно-нитридного плёночного покрытия, образованная в результате лазерной обработки по АЛГ № 3-1 на установке ELS–03 при взаимодействии атмосферы с веществом

По описанной выше процедуре было проведено не менее 20 корректных испытаний/циклов индентирования на исходной необработанной поверхности и на поверхностях, подвергнутых лазерной обработке по АЛГ № 3-1 и АЛГ № 3-2. Во всех случаях получены схожие экспериментальные результаты. Некорректные результаты, получаемые в процессе индентирования при соскальзывании индентора с исследуемого участка поверхности, исключали из рассмотрения.

Нанотвёрдость можно рассчитывать несколькими способами [174]. Существующие методы расчёта нано- и микротвёрдости имеют определённые преимущества и недостатки. В данном случае при построении экспериментальной зависимости рассчитывали нанотвёрдость как функцию от нагрузки. Такая зависимость показывает «динамическую нанотвёрдость». Отметим, что рассчитанное значение динамической нанотвёрдости будет меньше (рисунок 4.7), чем нанотвёрдость, оцениваемая по ГОСТ [173], с учётом эффектов, описанных в [174].

Необработанный поверхностный слой ТИСП имеет нанотвёрдость $H_I \approx 534$ МПа при максимальной нагрузке 0,05 Н на индентор (рисунок 4.7). При очень низких нагрузках в пределах около 0,001 Н фиксируются колебания значений нанотвёрдости в диапазоне значений 4500–5000 МПа.

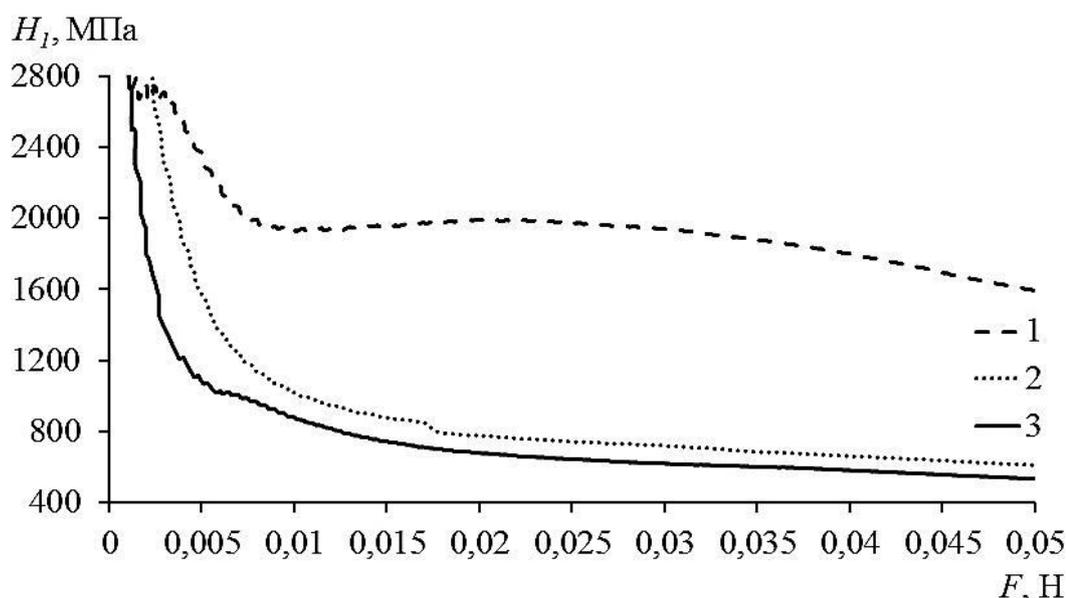


Рисунок 4.7 – Зависимости нанотвёрдости H_1 ТИСП ВТ9 от нагрузки на индентор F : 1 – поверхность, обработанная по АЛГ № 3-1 на ЛУ № 1; 2 – поверхность, обработанная по АЛГ № 3-2 на ЛУ № 4; 3 – необработанная поверхность

Поверхность, обработанная по АЛГ № 3-2 на ЛУ № 4, характеризуется незначительным ростом нанотвёрдости на $\approx 6\%$ (для нагрузок больших 0,01 Н).

Изображённая на рисунке 4.6 поверхность была сформирована лазерной обработкой по АЛГ № 3-1. Лазерная обработка в соответствии с АЛГ № 3-1 приводит к увеличению нанотвёрдости в 3 раза, до значений 1516–1589 МПа при нагрузке, равной 0,05 Н (рисунок 4.7). При этом в обработанном поверхностном слое отсутствуют флуктуации нанотвёрдости в области небольших нагрузок.

4.5. Определение нанотвёрдости и модуля Юнга необработанной и лазернообработанных поверхностей титанового сплава ВТ9 по методике Оливера-Фарра

В качестве материала для исследований были выбраны образцы ТИСП марки ВТ9 ($\text{Ti}_{88,3}\text{Al}_{6,4}\text{Mo}_{3,3}\text{Zr}_{1,5}\text{Si}_{0,3}\text{Fe}_{0,2}$). Различные участки поверхности образцов ТИСП обрабатывали излучением наносекундного импульсного лазера LS-2134-E4 (ELS-03) и длиннофокусного наносекундного лазера с диодной накачкой Nd^{3+} : YAG.

На рисунке 4.8 приведено графическое отображение результатов применения стандартного типового режима нагружения и разгружения применительно к исследуемым образцам. Отметим, что зависимости № 1 и № 2 совпадают (в пределах точности измерений).

Данный параграф основан на результатах апробации более двух десятков разнообразных режимов лазерной обработки. Данные режимы являются различными модификациями ранее описанных режимов облучения поверхности АЛГ № 1, АЛГ № 2, АЛГ № 3. Наиболее удачный режим АЛГ № 3-1 подробно описан в параграфе 4.4. Он основан на использовании лазерной установки ELS–03. На рисунке 4.9 представлены микрофотографии поверхностного слоя ТИСП, обработанного на лазерной установке ELS–03.

Обработка по АЛГ № 3-1 формирует структуру с определённой ориентацией. Она состоит из полос, ориентированных по ходу продвижения лазерного луча. Каждая полоса состоит из матрицы мозаичных участков. Менее выраженная структура наблюдается на поверхности образцов, обработанных по методу АЛГ № 3-2.

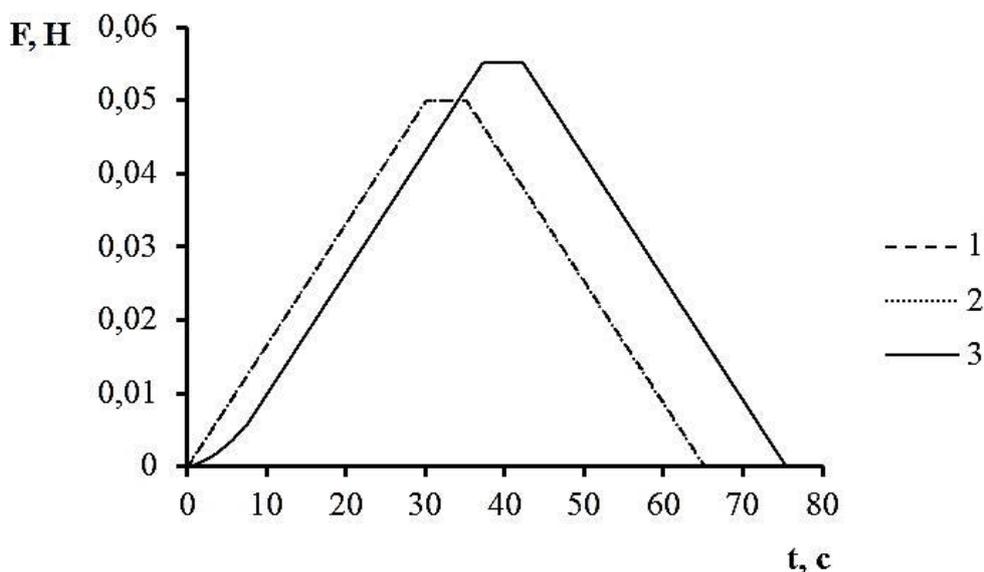
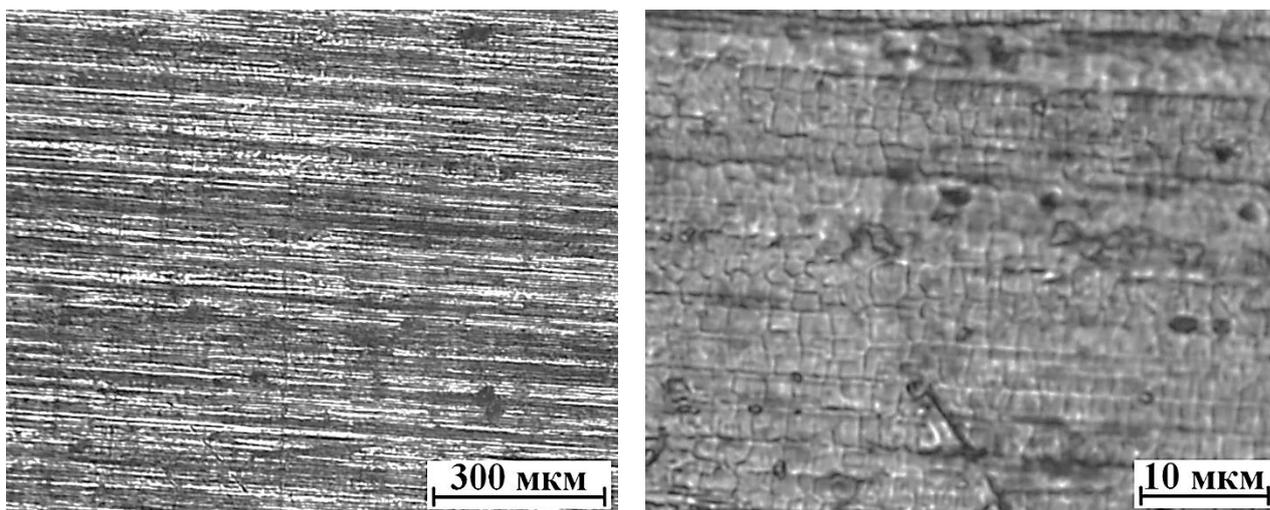


Рисунок 4.8 – Трапециевидные профили нормальной нагрузки на образцы ТИСП, характеризующие режим нагружения при индентировании во времени: 1 – поверхность, облучённая с помощью лазера ELS–03 (АЛГ № 3-1); 2 – поверхность, обработанная диодным лазером $Nd^{3+}: YAG$ (АЛГ № 3-2); 3 – исходная поверхность ТИСП



а)

б)

Рисунок 4.9 – а) микрофотографии поверхности ТИСП ВТ9 после обработки по АЛГ № 3-1 с использованием установки ELS–03; б) На микрофотографии с бóльшим увеличением отчётливо заметны локальные мозаичные участки, которые преимущественно ориентированы вдоль направления движения области лазерного облучения

На рисунке 4.10, а приведена микроструктура поверхности ТИСП, обработанного по методике АЛГ № 3-2. В результате лазерной обработки на поверхности ТИСП формируются чётко выраженные следы оплавления, которые отсутствовали на исходных образцах материала (рисунок 4.10, б).

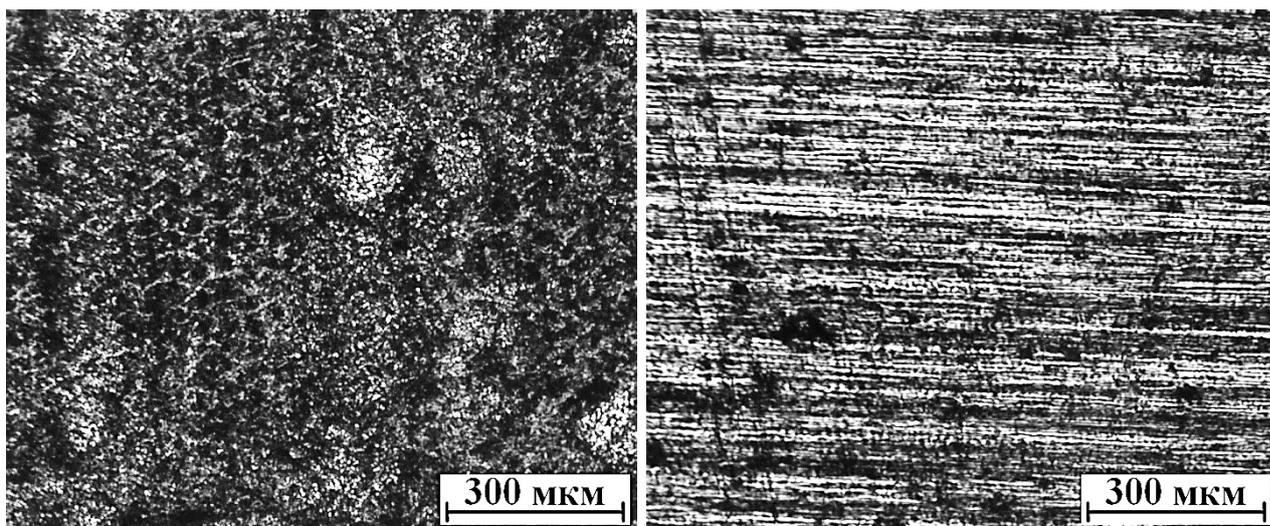


Рисунок 4.10 – Микрофотографии поверхностных слоёв ТИСП ВТ9: а) ячеистая структура образована в результате обработки длиннофокусным лазером Nd³⁺: YAG по режиму АЛГ № 3-2; б) необработанная поверхность

Экспериментальные данные, полученные при проведении индентирования в нано- и микродиапазоне, представлены в виде зависимостей глубины вдавливания от времени (рисунок 4.11), глубины вдавливания от силы, действующей на индентор, для нагружения и разгрузки (рисунок 4.12) [193, 194].

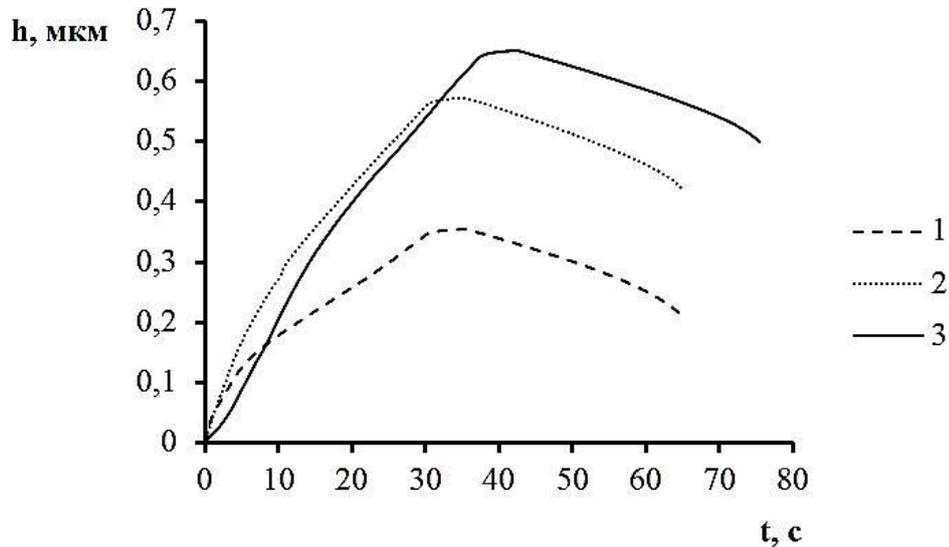


Рисунок 4.11 – Зависимости глубины внедрения индентора при индентировании ТИСП с течением времени: 1 – поверхность, облучённая с помощью лазера ELS–03 по режиму АЛГ № 3-1; 2 – поверхность, обработанная по режиму АЛГ № 3-2 с помощью диодного лазера Nd^{3+} : YAG; 3 – исходная поверхность

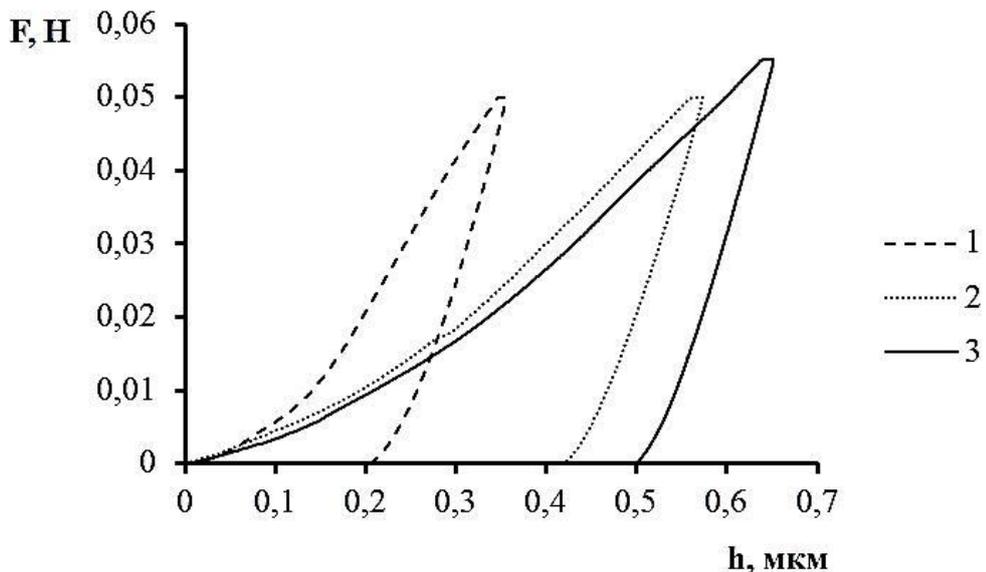


Рисунок 4.12 – Диаграммы «нагрузка» - «вдавливание» для трёх различных поверхностей: 1 – поверхность, облучённая с помощью лазера ELS–03 по режиму АЛГ № 3-1; 2 – поверхность, обработанная по режиму АЛГ № 3-2 с помощью диодного лазера Nd^{3+} : YAG; 3 – исходная поверхность ТИСП ВТ9

Наиболее информативной с точки зрения исследования количественных характеристик материала является кривая индентирования, представленная в виде $F-h$ -диаграммы. Данная кривая включает в себя две части: нагрузочную, отражающую комплекс упругопластических свойств материала, и разгрузочную, объясняемую только частичным упругим восстановлением инденторного отпечатка. По наклону разгрузочного участка кривой можно судить о механическом поведении исследуемых поверхностных участков. В наших случаях 1, 2, 3 ход кривых разгрузки говорит об упругопластичном характере деформации исследуемого ТИСП. Для упругих материалов кривая нагрузки практически совпадает с ветвью разгрузки. Для пластичных материалов кривая разгрузки стремится быть перпендикулярной оси h . Промежуточное положение экспериментальных разгрузочных фрагментов на $F-h$ -диаграммах 1, 2, 3 между описанными выше крайними положениями говорит о наличии в общей деформации сплава как упругой, так и пластической составляющих [189].

Поскольку обработка поверхности ТИСП проводилась в открытой атмосфере без создания инертной среды, химические элементы сплава неизбежно взаимодействовали с азотом и кислородом. Исходя из объёмного соотношения составляющих воздушной среды и исследуемого сплава, следует ожидать наибольшего реагирования титана с атмосферным азотом и кислородом. Известно, что металлы, в частности титан, могут образовывать с азотом либо моxonитрид TiN , либо динитрид типа Ti_2N . Нитрид титана как химическое соединение обладает достаточно большим значением микротвёрдости (порядка 19–21 ГПа). В условиях высоких температур (порядка 3000 К), имеющих место при подобной лазерной обработке, металлический расплав активно насыщается нитридами, диффундирующими в ТИСП [195].

Отличительной особенностью полученных образцов является достаточно хорошая адгезия обработанного поверхностного слоя с основным материалом. Этим рассматриваемый метод выгодно отличается от ряда других, например, от напыления нитридного покрытия на поверхность ТИСП. Атомы азота вносят значительно бóльший вклад в упрочнение ТИСП по сравнению с атомами

кислорода, это объясняется разной энергией взаимодействия линейных дефектов кристаллической решётки в ТИСП с атомами этих газов. Энергия связи дислокаций ТИСП с примесными атомами азота выше, чем с атомами кислорода, легированными в сплав [196].

Поверхностные структуры, формируемые при обработке материала лазерными импульсами, в общем случае представляют собой тонкие модифицированные слои, в некоторых случаях напоминающие тонкие плёнки. В связи с этим для определения механических характеристик исследуемых слоёв использовали методику Оливера-Фарра, как хорошо зарекомендовавшую себя при нахождении твёрдости и модуля продольной упругости. Данный метод наиболее корректно применять в отношении достаточно массивных образцов. Применительно к тонким материалам (где два размера много больше третьего) использование такого подхода к оценке свойств сопряжено с необходимостью учёта целого ряда сопутствующих факторов, так или иначе влияющих на точность получаемых результатов [189, 191]. Однако эти недостатки в методике Оливера-Фарра, применительно к рассматриваемому случаю, частично нивелируются по большей части «искусственным» разделением объёмного образца ТИСП на некоторый лазернообработанный тонкий слой, переходную зону и основную часть материала [197, 198].

Перемещение пирамидки Берковича при индентировании (рисунок 4.12), определяется несколькими величинами. Максимальное значение глубины вдавливания h_{max} соответствует переходу со стадии временной выдержки (5 секунд) при максимальной нагрузке F_{max} на стадию постепенной разгрузки образца. Завершение разгрузочной стадии характеризуется глубиной остаточного отпечатка h_r . При этом наблюдается прекращение контактного взаимодействия материала с индентором, так как нагрузка достигает нулевого значения. Значение h_{max} превышает значение h_r на величину упругого восстановления h_e , которое обуславливает снижение глубины h на рисунке 4.11 с момента достижения h_{max} и до окончания соответствующего эксперимента при h_r . Начальные данные F - h -диаграмм, позволяющие производить дальнейшие расчёты, приведены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Экспериментальные данные, полученные при проведении наноиндентирования ТИСП на нанотвердомере ННТ–2

Параметры $F-h$ -диаграммы	Режимы обработки поверхностного слоя		
	АЛГ № 3-1	АЛГ № 3-2	Необработанный слой
Максимальная нагрузка F_{max} , Н	0,05	0,05	0,055
Наибольшая глубина вдавливания индентора h_{max} , $\times 10^{-6}$, м	0,3547	0,5727	0,6512
Глубина остаточного отпечатка после снятия нагрузки h_r , $\times 10^{-6}$, м	0,204	0,4177	0,5
Упругое восстановление h_e , $\times 10^{-6}$, м	0,1507	0,155	0,1512
Пересечение оси h с касательной к кривой разгрузки (от $h = 0$ м), $\times 10^{-6}$, м	0,25	0,46	0,54

Рисунок 4.12 позволяет найти также две важные компоненты глубины h , на которые можно разложить общее перемещение индентора h_{max} вглубь материала: 1) упругий прогиб поверхности по контуру отпечатка h_s ; 2) истинную глубину проникновения индентора в материал h_p , в том числе глубину остаточного отпечатка при F_{max} . Точка, разделяющая h_{max} на h_p и h_s , находится на пересечении горизонтальной оси h с касательной к кривой разгрузки в её «линейной» области (при $F \approx F_{max}$). Стоит отметить, что более точно граница h_p и h_s на оси h определяется с учётом типа применяемого индентора [17].

Использование методики Оливера-Фарра на практике для определения механических характеристик исследуемого материала предполагает, что на начальной стадии определяется жёсткость K контактной пары «алмазный индентор - материал». Расчётное значение этой промежуточной величины оказывает существенное влияние на результаты последующих расчётов. В самом общем случае, жёсткость контакта K [Н/м] находится следующим образом:

$$K = \tan \alpha = \frac{dF}{dh}, \quad (4.1)$$

где α – угол наклона касательной к верхней области разгрузочной кривой на диаграмме $F-h$ по отношению к оси h ; dF – малое приращение нагрузочной силы, Н; dh – малое приращение глубины отпечатка, м.

Значение упругого прогиба поверхности по контуру отпечатка h_s [м] рассчитывается через контактную жёсткость K [Н/м], найденную ранее:

$$h_s = \varepsilon_i \cdot \frac{F_{max}}{K}, \quad (4.2)$$

где ε_i – безразмерный коэффициент, связанный с геометрической формой применяемого индентора; F_{max} – максимальная сила вдавливания индентора, Н. В работе используется трёхгранная пирамида Берковича, для которой $\varepsilon_i = 0,75$. Соответственно «истинная» глубина погружения индентора в поверхностный слой материала h_p [м] составляет [186, 191]:

$$h_p = h_{max} - h_s, \quad (4.3)$$

где h_{max} – наибольшая глубина вдавливания индентора, м (см. табл. 1); h_s – внеконтактная глубина внедрения индентора, м (см. формулу 4.2).

Площадь S [м²] проекции контакта на плоскость, перпендикулярную воздействию силе F , вытекает из геометрических соотношений подобия для индентора Берковича:

$$S = 3\sqrt{3} \cdot (\tan \theta)^2 \cdot h_p^2 = 24,562 \cdot h_p^2, \quad (4.4)$$

где $\theta = 65,3^\circ$ – половинный угол при вершине пирамиды Берковича; h_p – глубина остаточного отпечатка при F_{max} , м (см. формулу 4.3).

Приведённый модуль упругости контактного соединения E_r определяется с учётом решения Лурье-Снеддона для задачи восстанавливающегося контактирования конической поверхности с полупространством. Согласно данному решению, показатель степени в уравнении Мейера n можно принять равным 2. Это означает, что прилагаемая к пирамидальному (или коническому) индентору нагрузка пропорциональна квадрату глубины внедрения $F \sim h^2$, а потому среднее давление в контакте индентора с материалом не зависит от значения нагрузки. Следовательно, эффективный модуль Юнга E_r [Па] равен:

$$E_r = K \cdot \sqrt{\frac{\pi}{4S}} = \sqrt{\frac{\pi}{98,248}} \cdot \frac{K}{h_p}, \quad (4.5)$$

где K – жёсткость контакта, Н/м; S – оптически измеренная площадь отпечатка, м²; h_p – контактная глубина отпечатка индентора, м.

Пять величин, расчёт которых был приведён выше, являются промежуточными расчётными величинами. Их определение во многом основано на экспериментальных данных, представленных в таблице 4.1. По сути, они представляют собой результаты более подробного анализа диаграмм «глубина проникновения» – «сила вдавливания». Расчётные значения этих величин сведены в таблицу 4.2.

Искомая твёрдость поверхностей ТИСП (определяемая при индентировании) H_{IT} [Па] рассчитывается отношением наибольшей силы вдавливания F_{max} , Н к площади поперечного сечения невосстановленного отпечатка S , м² [191]:

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{S}, \quad (4.6)$$

Величина модуля Юнга материала E_{IT} [Па] для каждого из трёх вариантов поверхностного слоя находится из теории упругости [191]:

$$E_{IT} = \frac{E_i \cdot E_r \cdot (1 - \nu^2)}{E_i - E_r \cdot (1 - \nu_i^2)}, \quad (4.7)$$

где E_i – модуль Юнга материала индентора, Па (использовали алмазный наконечник Берковича, для которого $E_i = 1141 \times 10^9$ Па); E_r – контактный модуль Юнга, Па, рассчитанный выше; ν – безразмерный коэффициент Пуассона тестируемого сплава (покрытия), который для ТИСП лежит в диапазоне 0,31–0,34 (принято значение $\nu = 0,32$, что соответствует чистому титану); ν_i – безразмерный коэффициент Пуассона материала индентора (в нашем случае, для алмаза $\nu_i = 0,07$).

В таблице 4.3 приведены результаты расчётов нанотвёрдости и модуля Юнга по методу Оливера-Фарра для трёх поверхностных слоёв ТИСП ВТ9: до лазерной обработки и после обработки по режимам АЛГ № 3-1 и АЛГ № 3-2. Полученные расчётные результаты характеризуют механические свойства поверхностных слоёв ТИСП ВТ9 только при нагрузках на индентор в пределах 0...0,05 Н.

Таблица 4.2 – Расчётные величины, используемые для определения механических свойств поверхностных слоёв ТИСП

Искомые величины	Режимы обработки поверхностного слоя		
	АЛГ № 3-1	АЛГ № 3-2	Необработанный слой
Контактная жёсткость K , $\times 10^6$, Н/м	0,4545	0,4545	0,5
Упругий прогиб поверхности по контуру отпечатка h_s , $\times 10^{-6}$, м	0,0825	0,0825	0,0825
Истинная глубина проникновения индентора в материал h_p при F_{max} , $\times 10^{-6}$, м	0,2722	0,4902	0,5687
Площадь проекции невосстановленного отпечатка S , $\times 10^{-12}$, м ²	1,82	5,9	7,94
Приведённый (эффективный) модуль Юнга контактной пары E_r , $\times 10^9$, Па	298,609	165,812	157,217

Таблица 4.3 – Механические свойства поверхностных слоёв ТИСП

Характеристики поверхностного слоя	Режимы обработки поверхностного слоя		
	АЛГ № 3-1	АЛГ № 3-2	Необработанный слой
Нанотвёрдость H_{IT} , $\times 10^9$, Па	27,473	8,475	6,297
Модуль Юнга E_{IT} , $\times 10^9$, Па	362,364	173,974	163,542

Образцы ТИСП дополнительно индентировали пирамидкой Виккерса нагрузками до 0,98 Н. На обработанных поверхностях не фиксировали формирования трещин, в то время как на необработанных поверхностях математическое ожидание вероятности формирования трещин при нагружении пирамидкой Виккерса с нагрузкой 3,92 Н достигало значения 0,25 (25 %) [169].

Полученные результаты демонстрируют удачное сочетание механических свойств упрочнённого слоя. Значительное повышение микротвёрдости и модуля Юнга наблюдается при одновременном росте пластических характеристик.

4.6. Выводы по четвёртой главе

1. Разработаны алгоритмы селективной лазерной обработки поверхности титановых сплавов АЛГ № 1 и АЛГ № 2. Энергетические характеристики: АЛГ № 1 - энергия импульса 15 мДж, плотность мощности $1,273 \times 10^{12}$ Вт/м²; АЛГ № 2 - энергия импульса 15 мДж, плотность мощности $75,34 \times 10^{12}$ Вт/м². Обработка поверхности титанового сплава $Ti_{85,85}Al_{6,5}Zr_4Sn_2Nb_1Mo_{0,5}Si_{0,15}$ по АЛГ № 1 и АЛГ № 2 сериями наносекундных лазерных импульсов с частотой 50 Гц и 100 Гц позволяет повысить микротвёрдость поверхностного слоя сплава на 25–40 %. Рост микротвёрдости лазернообработанных поверхностей сопровождается увеличением стойкости к растрескиванию при локальном нагружении. На необработанной поверхности математическое ожидание вероятности формирования трещин при локальном нагружении составляет 0,55 при нагрузке 0,49 Н. В обработанных лазером областях образования трещин во время индентирования не наблюдалось.

2. Разработаны алгоритмы селективной лазерной обработки АЛГ № 3-1 и АЛГ № 3-2 со сложной схемой облучения и переменными энергетическими характеристиками. Экспериментально установлено увеличение нанотвёрдости и модуля Юнга лазернообработанной поверхности титанового сплава $Ti_{88,3}Al_{6,4}Mo_{3,3}Zr_{1,5}Si_{0,3}Fe_{0,2}$ для режимов лазерной обработки АЛГ № 3-1 и АЛГ № 3-2. Для режима АЛГ № 3-1 нанотвёрдость возрастает в 4,3 раза, а модуль Юнга увеличивается в 2,2 раза. Для режима АЛГ № 3-2 нанотвёрдость выше в 1,35 раза, а модуль Юнга повышается на 6 %.

3. Режимы лазерной обработки АЛГ № 1, АЛГ № 2, АЛГ № 3-1 и АЛГ № 3-2 были разработаны на основе представления о возможности селективного воздействия наносекундных лазерных импульсов на дефектные области в поверхностном слое материала. Модель селективного лазерного

воздействия предполагает многократное воздействие ударной волны и сверхбыстрого прогрева на дефектную структуру. Экспериментальные результаты, связанные с одновременным увеличением твёрдости, модуля Юнга и стойкости к растрескиванию при локальном нагружении, подтверждают корректность предлагаемой модели.

4. Способ селективной лазерной обработки, ранее апробированный на аморфно-нанокристаллических сплавах, может использоваться для обработки поверхности титановых сплавов, с учётом коррекции режимов обработки. Предлагаемый способ основан только на использовании лазерного излучения и электронно-механической системы точного позиционирования. Это обеспечивает относительно невысокую стоимость и технологичность данного способа обработки поверхностного слоя по сравнению с традиционными методами лазерной обработки.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Выявлены факторы, влияющие на точность определения коэффициента вязкости микроразрушения при локальном нагружении тонкого и твёрдого образца пирамидкой Виккерса. Разработан способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких плёнок и покрытий, а также соответствующие алгоритмы испытаний, которые позволяют определять оптимальные и допустимые диапазоны нагрузок и расстояний от точки испытания до границ образца.

2. Механизм формирования механических свойств поверхностных слоёв материала за счёт теплового воздействия, инициируемого серией наносекундных лазерных импульсов, заключается в искажении теплового фронта и неоднородности нагрева локальных областей с повышенной пористостью.

Возможность избирательного воздействия лазерного излучения на дефектные области и системы дефектов возрастает в случае обработки поверхности короткими импульсами с интервалом, достаточным для охлаждения материала.

3. Определены параметры селективной обработки поверхности титановых сплавов $Ti_{85,85}Al_{6,5}Zr_4Sn_2Nb_1Mo_{0,5}Si_{0,15}$ и $Ti_{88,3}Al_{6,4}Mo_{3,3}Zr_{1,5}Si_{0,3}Fe_{0,2}$ серией наносекундных лазерных импульсов с частотой следования импульсов 50 Гц и 100 Гц, которые позволяют одновременно повысить её нано- и микротвёрдость, а также стойкость к формированию трещин при локальном нагружении. Селективная лазерная обработка поверхности титанового сплава возможна в том случае, если плотность мощности лазерных импульсов длительностью 15 – 20 нс находится в пределах от $1,273 \times 10^{12}$ Вт/м² до $75,34 \times 10^{12}$ Вт/м², а размеры пятна облучения – в пределах 130 – 1000 мкм.

Избирательность воздействия лазерного излучения может реализовываться при обработке поверхности согласно двум алгоритмам. Первый алгоритм основан на последовательной обработке поверхности материала с контролем теплового режима, при этом ограничена общая энергия

импульса, частота следования импульсов и плотность мощности. Вторым алгоритм заключается в создании нескольких перекрывающихся матриц облучённых участков за несколько циклов обработки.

4. Лазерная обработка теряет свою избирательность при отклонении от установленных параметров. Превышение плотности мощности лазерного импульса до 4×10^{15} Вт/м² при сканирующей обработке поверхности с многократным наложением матрицы областей воздействия приводит к абляционному механизму удаления материала. Снижение плотности мощности до 141×10^{12} Вт/м² – 1273×10^{12} Вт/м² с длительным облучением одного участка приводит к реализации классического, преимущественно теплового режима обработки.

5. В результате селективной лазерной обработки для слоя нанометровой толщины нанотвёрдость возрастает в четыре раза с 6,3 ГПа до 27,5 ГПа, модуль Юнга – в два раза, с 163,5 ГПа до 362,4 ГПа. Микротвёрдость поверхности увеличивается на 25 – 40 %, до 360 МПа.

На необработанной поверхности математическое ожидание вероятности формирования трещин при локальном нагружении пирамидкой Виккерса составляет 52 % при нагрузке 0,49 Н. В обработанных лазером областях образования трещин во время вдавливания не наблюдалось, что является экспериментальным свидетельством одновременного увеличения твёрдости и стойкости к формированию трещин при локальном нагружении пирамидкой Виккерса.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Панченко, В. Я.** Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок / Под ред. В. Я. Панченко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. – 664 с.
2. **Dowden, J.** The Theory of Laser Materials Processing. Heat and Mass Transfer in Modern Technology. Second Edition / J. Dowden, W. Schulz // Springer Series in Materials Science. – 2017. 432 p. DOI 10.1007/978-3-319-56711-2
3. **Григорьянц, А. Г.** Технологические процессы лазерной обработки / А. Г. Григорьянц, И. Н. Шиганов, А. И. Мисюров. – М.: Изд. МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2006. – 664 с.
4. **Ионин, А. А.** Абляция поверхности материалов под действием ультракоротких лазерных импульсов / А. А. Ионин, С. И. Кудряшов, А. А. Самохин // Успехи физических наук. – 2017. – Т. 187, № 2. – С. 159 – 172.
5. **Wang, Z.** Selective Laser Melting of Aluminum and Its Alloys / Z. Wang, R. Ummethala, N. Singh, S. Tang, C. Suryanarayana, J. Eckert and K. G. Prashanth // Materials. – 2020. – V. 13(20):4564.
6. **Sundar, R.** Laser Shock Peening and its Applications: A Review / R. Sundar, P. Ganesh, Ram Kishor Gupta, G. Ragvendra, B. K. Pant, Kain Vivekanand, K. Ranganathan, Kaul Rakesh, K. S. Bindra // Lasers in Manufacturing and Materials Processing. – 2019. – V. 6. – P. 424 – 463.
7. **Olakamni, E. O.** A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties / E. O. Olakamni, R. F. Cochrane, K. W. Dalgarno // Progress in Materials Science. – 2015. – V. 74. – P. 401 – 477.
8. **Spierings, A. B.** Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting / A. B. Spierings, K. Dawson, T. Heeling, P. J. Uggowitzer, R. Schaublin, F. Palm, K. Wegener // Materials and Design. – 2017. – V. 115. – P. 52 – 63.

9. **DebRoy, T.** Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties / T. DebRoy, H. L. Wei, J. S. Zuback, T. Mukherjee, J. W. Elmer, J. O. Milewski, A. M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang // *Progress in Materials Science.* – 2018. – V. 92. – P. 112 – 224.

10. **Сафронов, И. С.** Закономерности формирования механических свойств аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, обработанных лазерными импульсами наносекундной длительности: монография / И. С. Сафронов. Саратов: Ай Пи Ар Медиа, 2019. – 144 с.

11. **Ушаков, И. В.** Моделирование процессов, инициированных лазерной плазмой в поверхностных слоях многокомпонентного аморфно-нанокристаллического металлического сплава / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // *Физика и химия обработки материалов.* – 2016. – № 5. – С. 17 – 22.

12. **Ушаков, И. В.** Механические характеристики тонкой ленты многокомпонентного аморфно-нанокристаллического металлического сплава обработанного серией наносекундных лазерных импульсов / И. В. Ушаков, И. С. Сафронов // *Тяжёлое машиностроение.* – 2012. – № 10. – С. 6 – 9.

13. **Schwab, H.** Microstructure and mechanical properties of the near-beta titanium alloy Ti-5553 processed by selective laser melting / H. Schwab, F. Palm, U. Kühn, J. Eckert // *Materials and Design.* – 2016. – V. 105. – P. 75 – 80.

14. **Wang, W.** The Influence of Heat Treatment Temperature on Microstructures and Mechanical Properties of Titanium Alloy Fabricated by Laser Melting Deposition / W. Wang, X. Xu, R. Ma, G. Xu, W. Liu and F. Xing // *Materials.* – 2020. – V. 13(18):4087.

15. **Panin, A.** Microstructure and mechanical behaviour of additive manufactured Ti-6Al-4V parts under tension / A. Panin, M. Kazachenok, A. Kolmakov, S. Chizhik, M. Heifetz and Yu. Chugui // *EPJ Web of Conferences.* – 2019. – V. 221, 01037.

16. **Tangwarodomnukun, V.** Overflow-assisted laser machining of titanium alloy: surface characteristics and temperature field modeling / V. Tangwarodomnukun

// The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2017. – V. 88(1-4). – P. 147–158.

17. **Ильин, А. А.** Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. Справочник / А. А. Ильин, Б. А. Колачѐв, И. С. Полькин. – М.: ВИЛС – МАТИ, 2009. – 520 с.

18. **Moiseyev, V. N.** Titanium Alloys. Russian Aircraft and Aerospace Applications (1st ed.) / V. N. Moiseyev // CRC Press. – 2005. 216 p. <https://doi.org/10.1201/9781420037678>

19. **Leyens, C.** Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications / C. Leyens, M. Peters. – 2003. 513 p.

20. **Мирзоев, Ф. Х.** Лазерное управление процессами в твердом теле / Ф. Х. Мирзоев, В. Я. Панченко, Л. А. Шелепин // Успехи физических наук. – 1996. – Т. 166, № 1. – С. 3 – 32.

21. **Маранц, А. В.** Получение покрытий методом холодного напыления с последующей лазерной обработкой / А. В. Маранц, А. А. Сова, В. К. Нарва, И. Ю. Смуров // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. – № 8. – С. 21 – 28.

22. **Яковлев, Е. Б.** Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика) / Е. Б. Яковлев, Г. Д. Шандыбина // СПб.: ГУ ИТМО. – 2011. – Ч. 2. – 184 с.

23. **Смирнов, М. А.** Лазерный нагрев / М. А. Смирнов, В. М. Счастливец, Л. Г. Журавлев // Основы термической обработки стали. – Екатеринбург. – 1999. – С. 376 – 385.

24. **Ивочкин, А. Ю.** Околокритические состояния и фазовые переходы, индуцированные лазерным излучением наносекундной длительности на поверхности металлов, механически нагруженной слоем прозрачного диэлектрика: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.21 / Ивочкин Александр Юрьевич. – М., 2010. – 117 с.

25. **Purin, M.** Mathematical modeling of melting during laser heating of metal plate / M. Purin, A. Zakharevich, and N. Gutareva // MATEC Web of Conferences. – 2017. – V. 110, 01070.

26. **Sotov, A. V.** Experimental implementation of direct laser alloying / A. V. Sotov, A. V. Agarovich and V. G. Smelov // MATEC Web of Conferences. – 2017. – V. 129, 01060.

27. **Лукин, В. И.** Сварка плавлением титанового сплава ВТ18у / В. И. Лукин, Е. Н. Иода, М. Д. Пантелеев, А. А. Скупов // Труды ВИАМ. – 2015. – № 5. – С. 11 – 19.

28. **Ullmann, F.** Highspeed laser ablation cutting of metal / F. Ullmann, U. Loeschner, L. Hartwig, D. Szczepanski, J. Schille, S. Gronau, T. Knebel, J. Drechsel, R. Ebert, H. Exner // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. – 2013. – V. 8603:11.

29. **Bartkowska, A.** The influence of laser heat treatment on the geometric structure of the surface and condition of the surface layer and selected properties of Waspaloy / A. Bartkowska, M. Kukliński, and P. Kieruj // MATEC Web of Conferences. – 2017. – V. 121, 03006.

30. **LU, B.** Microstructure Analysis of Laser Remelting for Thermal Barrier Coatings on the Surface of Titanium Alloy / B. LU, D. WANG, L. XIAO, F. LI, J. REN, L. LI and W. WU // MATEC Web of Conferences. – 2016. – V. 67, 04019.

31. **Садовский, В. Д.** Лазерный нагрев и структура стали / В. Д. Садовский, В. М. Счастливец, Т. И. Табачникова, И. Л. Яковлева. – УрО АН СССР. – Свердловск. – 1989. – 100 с.

32. **Froend, M.** Microstructure by design: An approach of grain refinement and isotropy improvement in multi-layer wire-based laser metal deposition / M. Froend, V. Ventzke, F. Dorn, N. Kashaev, B. Klusemann, J. Enz // Materials Science and Engineering A. – 2020. – V. 772, 138635.

33. **Singh, S.** Progress in selective laser sintering using metallic powders: A review / S. Singh, V. S. Sharma, A. Sachdeva // Materials Science and Technology. – 2016. – V. 32(8). – P. 760 – 772.

34. **Крылова, С. Е.** Влияние технологических параметров газопорошковой лазерной наплавки на структурные характеристики восстановленного поверхностного слоя коррозионностойких сталей / С. Е. Крылова, С. П. Оплеснин,

Н. А. Манаков, А. С. Ясаков, А. О. Стрижов // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2017. № 10 (748). С. 35 – 40.

35. **Панченко, В. Я.** Глубокое каналирование и филаментация мощного лазерного излучения в веществе / Под ред. В. Я. Панченко. – М.: Интерконтакт Наука, 2009. – 266 с.

36. **Dong, W.** Effect of Al Content in Magnesium Alloy on Microstructure and Mechanical Properties of Laser-Welded Mg/Ti Dissimilar Joints / W. Dong, R. Huang, H. Zhao, X. Gong, B. Chen and C. Tan // *Materials.* – 2020. – V. 13(12):2743.

37. **Тан, С.** Microstructure and mechanical properties of laser welded-brazed Mg/Ti joints with AZ91 Mg based filler / C. Tan, B. Chen, S. Meng, K. Zhang, X. Song, L. Zhou, J. Feng // *Materials and Design.* – 2016. – V. 99. – P. 127 – 134.

38. **Пантелеенко, Ф. И.** Особенности процесса лазерной сварки разнородных материалов на железной и медно-никелевой основе / Ф. И. Пантелеенко, О. Г. Девойно, А. С. Лапковский, Н. И. Луцко // *Наука и техника.* – 2014. – № 1. – С. 7 – 11.

39. **Смелов, В. Г.** Особенности лазерной сварки тонких деталей авиационно-космической техники / В. Г. Смелов, А. В. Сотов, М. В. Львов // *Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета.* – 2014. – № 5-2(47). – С. 201 – 206.

40. **Mat Salleh, N.** Effect of fiber laser parameters on laser welded AZ31B Magnesium alloys / N. Mat Salleh, M. Ishak, and F. Rahman Romlay // *MATEC Web of Conferences.* – 2017. – V. 90, 01032.

41. **Loginova, I.** Effect of Pulse Laser Welding Parameters and Filler Metal on Microstructure and Mechanical Properties of Al-4.7Mg-0.32Mn-0.21Sc-0.1Zr Alloy / I. Loginova, A. Khalil, A. Pozdniakov, A. Solonin and V. Zolotarevskiy // *Metals.* – 2017. – V. 7(564).

42. **Prashanth, K. G.** Quasicrystalline composites by additive manufacturing / K. G. Prashanth, S. Scudino // *Key Engineering Materials.* – 2019. – V. 818. – P. 72 – 76.

43. **Brandl, E.** Additive manufactured AlSi10Mg samples using selective laser melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior / E. Brandl,

U. Heckenberger, V. Holzinger, D. Buchbinder // *Materials and Design*. – 2012. – V. 34. – P. 159 – 169.

44. **Prashanth, K. G.** Design of next-generation alloys for additive manufacturing / K. G. Prashanth // *Material Design & Processing Communications*. – 2019. – V. 1(4). – e50.

45. **Deng, J.** Densification, Microstructure, and Mechanical Properties of Additively Manufactured 2124 Al–Cu Alloy by Selective Laser Melting / J. Deng, C. Chen, W. Zhang, Y. Li, R. Li and K. Zhou // *Materials*. – 2020. – V. 13(19):4423.

46. **Li, R.** Effect of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of Al-3.02Mg-0.2Sc-0.1Zr alloy printed by selective laser melting / R. Li, H. Chen, H. Zhu, M. Wang, C. Chen, T. Yuan // *Materials and Design*. – 2019. – V. 168, 107668.

47. **Андриевский, Р. А.** Наноструктурные материалы / Р. А. Андриевский, А. В. Рагуля. – М.: Академия, 2005. – 192 с.

48. **Глезер, А. М.** Аморфно-нанокристаллические сплавы / А. М. Глезер, Н. А. Шурыгина. – М.: Физматлит, 2013. – 452 с.

49. **Гочжун, Ц.** Наноструктуры и наноматериалы. Синтез, свойства и применение / Ц. Гочжун, И. Ван. – М.: Научный мир, 2012. – 515 с.

50. **Абросимова, Г. Е.** Эволюция структуры аморфных сплавов / Г. Е. Абросимова // *Успехи физических наук*. – 2011. – Т. 181, № 12. – С. 1265 – 1281.

51. **Абросимова, Г. Е.** Образование и структура нанокристаллов в массивном металлическом стекле $Zr_{50}Ti_{16}Cu_{15}Ni_{19}$ / Г. Е. Абросимова, А. С. Аронин, Д. В. Матвеев, В. В. Молоканов // *Физика твердого тела*. – 2004. – Т. 46, Вып. 12. – С. 2119 – 2123.

52. **Абросимова, Г. Е.** Начальные стадии распада аморфной фазы в массивном металлическом стекле Zr–Cu–Ti / Г. Е. Абросимова, А. С. Аронин, А. Ф. Гуров, Ю. В. Кирьянов, В. В. Молоканов // *Физика твердого тела*. – 1999. – Т. 41, № 7. – С. 1129 – 1133.

53. **Kalabushkin, A. E.** Revealing of qualitative correlation between mechanical properties and structure of amorphous-nanocrystalline metallic alloy 82K3XCP by

microindentation on substrates and x-ray powder diffraction / A. E. Kalabushkin, I. V. Ushakov, V. M. Polikarpov, Y. F. Titovets // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. – 2007. – V. 6597. – P. 65970P1 – 65970P6.

54. **Русаков, А. А.** Рентгенография металлов / А. А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. – 479 с.

55. **Abrosimova, G. E.** The Fine Structure of FCC Nanocrystals in Al- and Ni-Based Alloys / G. E. Abrosimova, A. S. Aronin // Physics of the Solid State. – 2002. – V. 44(6). – P. 1003 – 1007.

56. **Абросимова, Г. Е.** Эволюция структуры металлических стекол при внешних воздействиях: дис. ... докт. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Абросимова Галина Евгеньевна. – Черноголовка, 2013. – 294 с.

57. **Feodorov, V. A.** Evolution of mechanical characteristics of metallic glass Co-Fe-Cr-Si at annealing / V. A. Feodorov, I. E. Permyakova, I. V. Ushakov // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. – 2005. – V. 5831.

58. **Андриевский, Р. А.** Прочность наноструктур / Р. А. Андриевский, А. М. Глезер // Успехи физических наук. – 2009. – Т. 179, № 4. – С. 337 – 358.

59. **Малыгин, Г. А.** Прочность и пластичность нанокристаллических материалов и наноразмерных кристаллов / Г. А. Малыгин // Успехи физических наук. – 2011. – Т. 181, № 11. – С. 1129 – 1156.

60. **Матвиенко, Ю. Г.** Модели и критерии механики разрушения / Ю. Г. Матвиенко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2006. – 328 с.

61. **Финкель, В. М.** Физика разрушения. Рост трещин в твердых телах / В. М. Финкель. – М.: Металлургия, 1970. – 376 с.

62. **Плужникова, Т. Н.** Самозалечивание микротрещин в ионных кристаллах и его стимулирование воздействием электромагнитного излучения видимого и рентгеновского диапазонов длин волн: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Плужникова Татьяна Николаевна. – Белгород, 2000. – 141 с.

63. **Сафронов, И. С.** Изменение механических характеристик аморфно-нанокристаллических металлических сплавов в результате воздействия лазерных импульсов / И. С. Сафронов, И. В. Ушаков // Всероссийская

молодёжная конференция «Физика и химия наноразмерных систем»: тезисы докладов. – Екатеринбург, 2012. – С. 34 – 35.

64. **Сафронов, И. С.** Механические характеристики аморфно-нанокристаллических металлических сплавов после обработки лазерным излучением / И. С. Сафронов // III Всероссийская молодёжная конференция «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества»: сборник материалов. – Москва, 2012. – С. 517 – 518.

65. **Сафронов, И. С.** Выявление механизмов формирования механических свойств тонкой ленты металлического сплава при импульсной лазерной обработке: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Сафронов Иван Сергеевич. – Великий Новгород, 2013. – 190 с.

66. **Фёдоров, В. А.** Влияние внешних воздействий на структуру и свойства аморфных металлических сплавов / В. А. Фёдоров, А. В. Яковлев, П. М. Кузнецов // Вопросы современной науки и практики. – 2011. – Специальный выпуск 36. – С. 74 – 79.

67. **Яковлев, А. В.** Закономерности изменения свойств аморфных металлических сплавов на основе Co, Pd, Zr в условиях изохронного отжига и локального лазерного воздействия: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Яковлев Алексей Владимирович. – Тамбов, 2010. – 169 с.

68. **Федотов, Д. Ю.** Закономерности и механизмы деформации и разрушения ленточных аморфных сплавов при многоцикловом механическом и электроимпульсном воздействиях: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Федотов Дмитрий Юрьевич. – Курск, 2020. – 136 с.

69. **Кекало, И. Б.** Процессы структурной релаксации и физические свойства аморфных сплавов / И. Б. Кекало. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2014. – Т. 1. – 436 с.

70. **Кобелев, Н. П.** Исследование необратимой структурной релаксации в объемном металлическом стекле Pd–Cu–Ni–P / Н. П. Кобелев, Е. Л. Колыванов, В. А. Хоник // Физика твердого тела. – 2006. – Т. 48, Вып. 3. – С. 389 – 395.

71. **Khonik, V. A.** Structural relaxation and shear softening of Pd- and Zr-

based bulk metallic glasses near the glass transition / V. A. Khonik, Yu. P. Mitrofanov, A. S. Makarov, R. A. Konchakov, G. V. Afonin, A. N. Tsyplakov // Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – V. 628. – P. 27 – 31.

72. **Алехин, В. П.** Структура и физические закономерности деформации аморфных сплавов / В. П. Алехин, В. А. Хоник. – М.: Metallurgy, 1992. – 248 с.

73. **Ушаков, И. В.** Влияние лазерной обработки на микротвёрдость и особенности разрушения тонких лент аморфно-нанокристаллического металлического сплава / И. В. Ушаков, И. С. Сафронов // Физика и химия обработки материалов. – 2013. – № 2. – С. 11 – 15.

74. **Анисимов, С. И.** Избранные задачи теории лазерной абляции / С. И. Анисимов, Б. С. Лукьянчук // Успехи физических наук. – 2002. – Т. 172, № 3. – С. 301 – 333.

75. **Ушаков, И. В.** Модифицирование механических свойств тонкой плёнки аморфно-нанокристаллического металлического сплава серийю наносекундных лазерных импульсов / И. В. Ушаков, И. С. Сафронов // ГИАБ. – 2012. – № 6. – С. 148 – 153.

76. **Ушаков, И. В.** Компьютерное моделирование специфики заживления трещин в нанокристаллическом металлическом сплаве под действием наносекундных лазерных импульсов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГТУ. – 2014. – Т. 20, № 2. – С. 356 – 364.

77. **Батомункуев, А. Ю.** Избирательное воздействие нагрева, инициированного импульсным лазерным излучением, на поверхностный слой аморфно-нанокристаллического материала: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / Батомункуев Амагалан Юрьевич. – Москва, 2017. – 178 с.

78. **Ушаков, И. В.** Деформирование и разрушение металлического стекла при индентировании на подложках / И. В. Ушаков, В. А. Федоров, Л. И. Судакова // Труды II Междунар. конф. «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений». Вестник ТГУ. – 2000. – Т. 5, вып. 2–3. С. 384 – 386.

79. **Федоров, В. А.** Закономерности деформирования и разрушения металлического стекла при локальном нагружении на подложках с различными

механическими характеристиками / В. А. Федоров, И. В. Ушаков, Е. И. Климачева // Труды II Междунар. конф. «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений». Вестник ТГУ. – 2000. – Т. 5, вып. 2–3. С. 370 – 374.

80. **Иноземцев, А. А.** Современные титановые сплавы и проблемы их развития / А. А. Иноземцев, Н. Г. Башкатов, А. С. Коряковцев. – М.: ВИАМ, 2010. – С. 43 – 45.

81. **Квасов, Ф. И.** Титан. Производство. Применение. Люди / Ф. И. Квасов, И. Н. Каганович, Л. И. Кожевникова. – М.: ВИЛС, 1992. – 357 с.

82. **Коллингз, Е. В.** Физическое металловедение титановых сплавов / Е. В. Коллингз. – М.: Металлургия, 1988. – 222 с.

83. **Жидков, М. В.** Структурно-фазовые превращения в сталях и титановых сплавах при интенсивных внешних воздействиях: дис. ... канд. техн. наук: 01.04.07 / Жидков Михаил Владимирович. – Белгород, 2017. – 164 с.

84. **Каблов, Е. Н.** Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002 / Под общ. ред. Е. Н. Каблова. – М.: МИСИС – ВИАМ, 2002. – 424 с.

85. **Логачев, И. А.** Исследование режима легирования и процесса плавки жаропрочного титанового сплава СТ6У с целью совершенствования технологии и повышения служебных характеристик готового изделия: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.02 / Логачев Иван Александрович. – Москва, 2014. – 150 с.

86. **Каблов, Е. Н.** Современные титановые сплавы и проблемы их развития / Под общ. ред. Е. Н. Каблова. – М.: ВИАМ, 2010. – 106 с.

87. **Zhang, R.** Effects of laser shock peening on the corrosion behavior and biocompatibility of a nickel-titanium alloy / R. Zhang, S. Mankoci, N. Walters, H. Gao, H. Zhang, X. Hou, H. Qin, Z. Ren, X. Zhou, G. L. Doll, A. Martini, N. Sahai, Y. Dong, C. Ye // Journal Of Biomedical Materials Research. Part B, Applied Biomaterials. – 2019. – V. 107. I. 6. – P. 1854 – 1863.

88. **Guo, Y.** The Effect of Laser Shock Peening on the Corrosion Behavior of Biocompatible Magnesium Alloy ZK60 / Y. Guo, S. Wang, W. Liu, T. Xiao, G. Zhu and Z. Sun // Metals. – 2019. – V. 9. I. 11. – P. 1237.

89. **Горунов, А. И.** Упрочнение и наплавка волоконным лазером как способы целенаправленного формирования структуры и свойств титанового сплава ВТ6 / А. И. Горунов, А. Х. Гильмутдинов // Известия ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2015. – № 4. – С. 40 – 44.

90. **Thijs, L.** A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V / L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. V. Humbeeck and J.-P. Kruth // Acta Materialia. – 2010. – V. 58(9). – P. 3303 – 3312.

91. **Leuders, S.** On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance / S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H. A. Richard, H. J. Maier // International Journal of Fatigue. – 2013. – V. 48. – P. 300 – 307.

92. **Burak, K.** Production of titanium carbide reinforced titanium matrix composites via powder metallurgy method / K. Burak, M. Onur, C. Huseyin, S. K. Eyup // TMS Annual Meeting. – 2010. – V. 3 – P. 617 – 624.

93. **Förg, A.** Suspension and coating characterization of high velocity suspension flame sprayed (HVSFS) mixed titanium oxide–titanium carbide coatings / A. Förg, A. Myrell, A. Killinger, R. Gadow // Surface and Coatings Technology. – 2019. – V. 371. – P. 90 – 96.

94. **Kolobov, Yu. R.** Structural transformation and residual stresses in surface layers of $\alpha + \beta$ titanium alloys nanotextured by femtosecond laser pulses / Yu. R. Kolobov, E. V. Golosov, T. N. Vershinina, M. V. Zhidkov, A. A. Ionin, S. I. Kudryashov, S. V. Makarov, L. V. Seleznev, D. V. Sinitsyn, A. E. Ligachev // Applied Physics A. – 2015. – V. 119(1). – P. 241 – 247.

95. **Semiatin, S. L.** The Thermomechanical Processing of Alpha/Beta Titanium Alloys / S. L. Semiatin, V. Seetharaman and I. Weiss // JOM. – 1997. – V. 49(6). – P. 33 – 39.

96. **Солнцев, Ю. П.** Специальные материалы в машиностроении: Учебник для вузов / Ю. П. Солнцев, Е. И. Пряхин, В. Ю. Пирайнен. – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2004. – 640 с.

97. **Gogia, A. K.** High-temperature Titanium Alloys / A. K. Gogia // Defence Science Journal. – 2005. – V. 55(2). – P. 149 – 173.

98. **Wang, M.** Laser additive manufacture of titanium alloys / M. Wang, X. Lin, W. Huang // *Materials Technology*. – 2016. – V. 31(2). – P. 90 – 97.

99. **Kruth, J. P.** Selective laser melting of iron-based powder / J. P. Kruth, L. Froyen, J. V. Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2004. – V. 149(1-3). – P. 616 – 622.

100. **Гельчинский, Б. Р.** Нанесение защитных покрытий методом плазменного напыления на изделия из сплава ВТ6, полученные селективным лазерным сплавлением / Б. Р. Гельчинский, А. Г. Меркушев, А. В. Долматов, С. А. Ильиных, В. А. Крашанинин, О. В. Романова, М. Н. Захаров, Э. В. Дюльдина, С. В. Жидовинова // *Материалы IV Междунар. конф. «Аддитивные технологии: настоящее и будущее»*. – М.: ВИАМ, 2018. – С. 19 – 29.

101. **Frazier, W. E.** Metal Additive Manufacturing: A Review / W. E. Frazier // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2014. – V. 23(6). – P. 1917 – 1928.

102. **Gao, W.** The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering / W. Gao, Y. Zhang, D. Ramanujan, K. Ramani, Y. Chen, C. B. Williams, C. L. Wang, Y. C. Shin, S. Zhang, P. D. Zavattieri // *Computer-Aided Design*. – 2015. – V. 69. – P. 65 – 89.

103. **LI, W.** Research on Ultrasonic Array Testing Methods of Laser Additive-manufacturing Titanium Alloy / W. LI, Z. ZHOU // *Journal of Mechanical Engineering*. – 2020. – V. 56(8). – P. 141 – 147.

104. **Murr, L. E.** Microstructure and mechanical behavior of Ti–6Al–4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications / L. E. Murr, S. A. Quinones, S. M. Gaytan, M. I. Lopez, A. Rodela, E. Y. Martinez, D. H. Hernandez, E. Martinez, F. Medina, R. B. Wicker // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2009. – V. 2(1). – P. 20 – 32.

105. **Попович, А. А.** Селективное лазерное плавление интерметаллидного титанового сплава / А. А. Попович, В. Ш. Суфияров, И. А. Полозов, А. В. Григорьев // *Известия ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. – 2018. – № 1. – С. 26 – 35.

106. **Pyka, G.** Surface Modification of Ti6Al4V Open Porous Structures Produced by Additive Manufacturing / G. Pyka, A. Burakowski, G. Kerckhofs, M. Moesen, S. V. Bael, J. Schrooten, M. Wevers // *Advanced Engineering Materials*. – 2012. – V. 14(6). – P. 363 – 370.

107. **Holmes, L. R.** Research Summary of an Additive Manufacturing Technology for the Fabrication of 3D Composites with Tailored Internal Structure / L. R. Holmes, J. C. Riddick // *JOM*. – 2014. – V. 66(2). – P. 270 – 274.

108. **POPOVICH, A.** Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6AL-4V Manufactured by SLM / A. POPOVICH, V. SUFIAROV, E. BORISOV, I. POLOZOV // *Key Engineering Materials*. – 2015. – V. 651–653. – P. 677 – 682.

109. **Mercelis, P.** Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting / P. Mercelis, J.-P. Kruth // *Rapid Prototyping Journal*. – 2006. – V. 12(5). – P. 254 – 265.

110. **Zhu, Y.** Microstructure and mechanical properties of hybrid fabricated Ti–6.5Al–3.5Mo–1.5Zr–0.3Si titanium alloy by laser additive manufacturing / Y. Zhu, J. Li, X. Tian, H. Wang, D. Liu // *Materials Science and Engineering: A*. – 2014. – V. 607. – P. 427 – 434.

111. **Das, S.** Processing of titanium net shapes by SLS/HIP / S. Das, M. Wohlert, J. J. Beaman, D. L. Bourell // *Materials and Design*. – 1999. – V. 20(2). – P. 115 – 121.

112. **Santos, E.** Mechanical properties of pure titanium models processed by selective laser melting / E. Santos, F. Abe, Y. Kitamura, K. Osakada, M. Shiomi // *Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium*. – Austin, 2002. – P. 180 – 186.

113. **Vilaro, T.** As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting / T. Vilaro, C. Colin, J. D. Bartout // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2011. – V. 42(10). – P. 3190 – 3199.

114. **Facchini, L.** Ductility of a Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting of prealloyed powders / L. Facchini, E. Magalini, P. Robotti, A. Molinari, S. Höges, K. Wissenbach // *Rapid Prototyping Journal*. – 2010. – V. 16(6). – P. 450 – 459.

115. **Gong, H.** Influence of defects on mechanical properties of Ti–6Al–4V components produced by selective laser melting and electron beam melting / H. Gong,

H. K. Rafi, H. Gu, G. D. Janaki Ram, T. Starr, B. Stucker // *Materials and Design*. – 2015. – V. 86. – P. 545 – 554.

116. **Qiu, C.** Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti–6Al–4V / C. Qiu, N. J. E. Adkins, M. M. Attallah // *Materials Science and Engineering: A*. – 2013. – V. 578. – P. 230 – 239.

117. **Simonelli, M.** The formation of $\alpha + \beta$ microstructure in as-fabricated selective laser melting of Ti–6Al–4V / M. Simonelli, Y. Y. Tse, C. Tuck // *Journal of Materials Research*. – 2014. – V. 29(17). – P. 2028 – 2035.

118. **Antony, K.** Study of porosity and build rate of the selective laser melting (SLM) of titanium and its statistical modelling for optimization / K. Antony, T. C. Clint, T. R. Rakeshnath // *Lasers in Engineering*. – 2020. – V. 47(1-3). – P. 95 – 111.

119. **Sun, D.** Selective laser melting of titanium parts: Influence of laser process parameters on macro- and microstructures and tensile property / D. Sun, D. Gu, K. Lin, J. Ma, W. Chen, J. Huang, X. Sun, M. Chu // *Powder Technology*. – 2019. – V. 342. – P. 371 – 379.

120. **Edwards, P.** Fatigue performance evaluation of selective laser melted Ti–6Al–4V / P. Edwards, M. Ramulu // *Materials Science and Engineering: A*. – 2014. – V. 598. – P. 327 – 337.

121. **Khairallah, S. A.** Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones / S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik, W. E. King // *Acta Materialia*. – 2016. – V. 108(16). – P. 36 – 45.

122. **Wauthle, R.** Effects of build orientation and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V lattice structures / R. Wauthle, B. Vrancken, B. Beynaerts, K. Jorissen, J. Schrooten, J.-P. Kruth, J. V. Humbeeck // *Additive Manufacturing*. – 2015. – V. 5. – P. 77 – 84.

123. **Белов, Н. А.** Влияние температуры горячего изостатического прессования отливок сплавов на основе γ -TiAl на фазовый состав и структуру / Н. А. Белов, В. Д. Белов // *Известия ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. – 2013. – № 3. – С. 49 – 54.

124. **Agapovichev, A. V.** Selective laser melting of titanium alloy: Investigation of mechanical properties and microstructure / A. V. Agapovichev, V. V. Kokareva, V. G. Smelov, A. V. Sotov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – V. 156(1). – P. 012 – 031.

125. **Ёлкин, В. Н.** Диффузионная сварка разнородных металлов в условиях горячего изостатического прессования / В. Н. Ёлкин, В. П. Гордо, В. В. Мелюков // Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение. – 2013. – Т. 15, № 4. – С. 68 – 73.

126. **Григорьев, А. В.** Технологические особенности синтеза титановых сплавов методом селективного лазерного плавления: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06 / Григорьев Алексей Владимирович. – Санкт-Петербург, 2017. – 148 с.

127. **Baudana, G.** Titanium aluminides for aerospace and automotive applications processed by Electron Beam Melting: Contribution of Politecnico di Torino / G. Baudana, S. Biamino, D. Ugues, M. Lombardi, P. Fino, M. Pavese, C. Badini // Metal Powder Report. – 2016. – V. 71(3). – P. 193 – 199.

128. **Koike, M.** Evaluation of Titanium Alloys Fabricated Using Rapid Prototyping Technologies—Electron Beam Melting and Laser Beam Melting / M. Koike, P. Greer, K. Owen, G. Lilly, L. E. Murr, S. M. Gaytan, E. Martinez, T. Okabe // Materials. – 2011. – V. 4(10). – P. 1776 – 1792.

129. **Murr, L. E.** Characterization of titanium aluminide alloy components fabricated by additive manufacturing using electron beam melting / L. E. Murr, S. M. Gaytan, A. Ceylan, E. Martinez, J. L. Martínez, D. H. Hernandez, B. I. Machado, D. A. Ramirez, F. Medina, S. Collins, R. B. Wicker // Acta Materialia. – 2010. – V. 58(5). – P. 1887 – 1894.

130. **Shulov, V. A.** Formation of Residual Stresses in the Surface Layers of Titanium Alloy Targets Irradiated with High-Current Pulsed Electron Beams / V. A. Shulov, I. G. Steshenko, D. A. Teryaev, Yu. A. Perlovich, M. G. Isaenkova, V. A. Fesenko // Inorganic Materials: Applied Research. – 2019. – V. 10(3). – P. 529 – 531.

131. **Shulov, V. A.** Texture Formation in the Surface Layer of VT6 Alloy Targets Irradiated by Intense Pulsed Electron Beams / V. A. Shulov, A. N. Gromov,

D. A. Teryaev, Y. A. Perlovich, M. G. Isaenkova, V. A. Fesenko // *Inorganic Materials: Applied Research*. – 2017. – V. 8(3). – P. 387 – 391.

132. **Шулов, В. А.** Структурные изменения в поверхностных слоях деталей из титановых сплавов ВТ6 и ВТ9 при облучении импульсными электронными пучками / В. А. Шулов, А. Г. Пайкин, А. Д. Теряев, О. А. Быценко, Д. А. Теряев, В. И. Энгелько, К. И. Ткаченко // *Упрочняющие технологии и покрытия*. – 2009. – № 1(49). – С. 29 – 31.

133. **Теряев, Д. А.** Технологическое обеспечение характеристик усталостной прочности, жаростойкости и сопротивления коррозии лопаток ГТД нового поколения с применением ионных и электронных пучков: дис. ... канд. техн. наук: 05.07.05 / Теряев Дмитрий Анатольевич. – Москва, 2011. – 182 с.

134. **Shulov, V. A.** The influence of relaxation processes on effectiveness of surface treatment of titanium compressor blades with intense pulsed electron beams / V. A. Shulov, O. A. Bytzenko, A. N. Gromov, D. A. Teryaev, V. I. Engelko, K. I. Tkachenko // *Известия ВУЗов. Физика*. – 2012. – Т. 55, № 12-3. – С. 242 – 244.

135. **Шулов, В. А.** Текстурирование в поверхностных слоях мишеней из сплава ВТ6 при облучении сильноточными импульсными электронными пучками / В. А. Шулов, А. Н. Громов, Д. А. Теряев, Ю. А. Перлович, М. Г. Исаenkova, В. А. Фесенко // *Физика и химия обработки материалов*. – 2016. – № 6. – С. 19 – 24.

136. **Шулов, В. А.** Текстурирование поверхностных слоев мишеней из сплава Ti-6Al-4V при их облучении сильноточными импульсными электронными пучками / В. А. Шулов, А. Н. Громов, Д. А. Теряев, Г. Г. Ширваньянц, Ю. А. Перлович, М. Г. Исаenkova, В. А. Фесенко // *Известия ВУЗов. Физика*. – 2016. – Т. 59, № 9-2. – С. 283 – 286.

137. **Шулов, В. А.** Влияние режимов облучения сильноточными импульсными электронными пучками на процесс кратерообразования на поверхности мишеней из титановых сплавов / В. А. Шулов, А. Н. Громов, Д. А. Теряев, А. Д. Теряев // *Известия ВУЗов. Физика*. – 2016. – Т. 59, № 9-2. – С. 279 – 282.

138. **Шулов, В. А.** Нанесение эрозионно стойких нанопокровов Ti-Si-B содержащих МАХ-фазу, на поверхность деталей из сплава Ti6Al4V вакуумно-

плазменным методом с сепарацией плазмы от капельной фракции / В. А. Шулов, А. Г. Пайкин, А. Д. Теряев, Д. А. Теряев, О. А. Быценко, В. М. Горохов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2008. – № 12(48). – С. 23 – 25.

139. **Тимощук, Л. Т.** Механические испытания металлов / Л. Т. Тимощук. – М.: Металлургия, 1971. – 224 с.

140. **ГОСТ 14766-69.** Машины и приборы для определения механических свойств материалов. Термины и определения. – М.: Издательство стандартов, 1991. – 10 с.

141. **ГОСТ 3565-80.** Металлы. Метод испытания на кручение. – М.: Издательство стандартов, 1980. – 17 с.

142. **Зайченко, С. Г.** Методика определения механических характеристик аморфных лент при испытании на изгиб / С. Г. Зайченко, В. Т. Борисов, В. В. Минин // Заводская лаборатория. – 1989. – Т. 55, № 5. – С. 76 – 79.

143. **Золоторевский, В. С.** Механические свойства металлов. Учебник для вузов / В. С. Золоторевский. – М.: МИСИС, 1998. – 400 с.

144. **Глезер, А. М.** Разработка методики измерения механических свойств тонких ленточных материалов / А. М. Глезер, О. Л. Утевская // Композиционные прецизионные материалы: тематический отраслевой сборник (МЧМСССР). Под ред. Б. В. Молотилова. – М.: Металлургия, 1983. – С. 78 – 82.

145. **Ушаков, И. В.** Механические испытания тонких лент металлического стекла инденторами различной геометрической формы / И. В. Ушаков, В. М. Поликарпов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2007. – Т. 73, № 2. – С. 68 – 71.

146. **Jönsson, B.** Hardness measurements of thin films / B. Jönsson, S. Hogmark // Metallurgical and protective coatings. Thin Solid Films. – 1984. – V. 114. – P. 257 – 269.

147. **Климов, В. Г.** Применение лазерной импульсной наплавки при разработке технологии восстановления рабочих лопаток турбины газотурбинного двигателя / В. Г. Климов // Вестник Московского авиационного института. – 2017. – Т. 24, № 1. – С. 170 – 179.

148. **Duradji, V. N.** Metal Surface Treatment in Electrolyte Plasma during

Anodic Process. / V. N. Duradji, D. E. Kaputkin // Journal of The Electrochemical Society. – 2016. – V. 163(3). – E1 – E6.

149. **Бабин, С. В.** Исследование влияния плазменно-напыленного промежуточного слоя на адгезионную прочность соединения стеклопластик–металл / С. В. Бабин, А. А. Фурсов, Е. Н. Егоров // Вестник Московского авиационного института. – 2017. – Т. 24, № 3. – С. 195 – 201.

150. **Махутов, Н. А.** Унификация методов испытаний конструкционных материалов на трещиностойкость. История проблемы и формирование нормативной базы / Н. А. Махутов, В. В. Москвичев, Е. М. Морозов, Р. В. Гольдштейн // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2017. – Т. 83, № 10. – С. 41 – 54.

151. **Чухлебов, Р. В.** Экспериментальное исследование вибрации конструкции авиационного изделия при действии полетных нагрузок / Р. В. Чухлебов, А. Н. Лошкарев, А. С. Сидоренко, В. Г. Дмитриев // Вестник Московского авиационного института. – 2017. – Т. 24, № 3. – С. 51 – 59.

152. **Столяров, В. В.** Механические испытания на растяжение наноструктурных материалов / В. В. Столяров // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2008. – Т. 74, № 1. – С. 54 – 57.

153. **Патент** на изобретение 2494039 С1 Российской Федерации. Способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / Ушаков И. В., Сафронов И. С., патентообладатель ФГБОУ ВПО «МГТУ». – 2013.

154. **Патент** на изобретение 2561788 С1 Российской Федерации. Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / Ушаков И. В., Батомункуев А. Ю., патентообладатель ФГАОУ ВПО НИТУ «МИСиС». – 2015.

155. **Ушаков, И. В.** Экспериментальное выявление вязкости микроразрушения в центральных и граничных участках тонких хрупких образцов при нагружении на подложке пирамидкой Виккерса / И. В. Ушаков,

Ю. В. Симонов // Вестник Московского авиационного института. – 2019. – Т. 26. № 4. – С. 230 – 239.

156. **Ushakov, I. V.** Method of mechanical testing of laser treated metallic glass by indenters with different geometry / I. V. Ushakov // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. – 2007. – V. 6597(659714).

157. **Патент** на изобретение 2699945 С1 Российской Федерации. Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических пленок / Ушаков И. В., Симонов Ю. В., патентообладатель ФГАОУ ВО НИТУ «МИСиС». – 2019.

158. **Ушаков, И. В.** Определение пластичности термически обработанного металлического стекла микроиндентированием на подложках / И. В. Ушаков, В. А. Федоров, И. Е. Пермякова // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2003. – Т. 69, № 7. – С. 43 – 47.

159. **Пермякова, И. Е.** Эволюция механических свойств и особенности кристаллизации металлического стекла системы Co-Fe-Cr-Si, подвергнутого термической обработке: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Пермякова Инга Евгеньевна. – Тамбов, 2004. – 140 с.

160. **Simonov, Yu. V.** Methodology of Mechanical Testing for Experimental Detection of Microdestruction Viscosity in Local Regions of Thin Ribbons of Amorpho-Nanocrystalline Material / Yu. V. Simonov, I. V. Ushakov // Advanced Materials & Technologies. – 2018. – No. 2. – P. 52 – 59.

161. **Симонов, Ю. В.** Специфика экспериментального выявления механических свойств наноструктурных материалов / Ю. В. Симонов, И. В. Ушаков // 2-я Всероссийская национальная науч. конф. студентов, аспирантов и молодых учёных «Молодёжь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований». Тез. докл. – Комсомольск-на-Амуре. – 2019. – С. 185 – 187.

162. **Симонов, Ю. В.** Методика механических испытаний тонких лент металлических сплавов на подложке для корректного определения вязкости их микроразрушения / Ю. В. Симонов // Материалы I Междунар. молодёжной

науч. конф. «Новые материалы XXI века: разработка, диагностика, использование». Сборник материалов. – Москва. – 2020. – С. 147 – 151.

163. **Симонов, Ю. В.** Структурные превращения и механические свойства аморфного металлического сплава 82K3XCP подвергнутого термической и импульсной лазерной обработке / Ю. В. Симонов // XV Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». Тез. докл. – Москва. – 2018. – С. 79 – 80.

164. **Симонов, Ю. В.** Формирование механических свойств аморфно-нанокристаллического металлического сплава импульсной лазерной обработкой / Ю. В. Симонов // XVI Российская ежегодная конф. молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». Тез. докл. – Москва. – 2019. – С. 317 – 319.

165. **Ушаков, И. В.** Выбор оптимальных нагрузок и допустимых расстояний до границ образца при определении вязкости микроразрушения аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / И. В. Ушаков, Ю. В. Симонов // XI научно-практический семинар «Актуальные проблемы физики конденсированных сред». Тез. докл. – Екатеринбург. – 2018. – С. 22.

166. **Верещагин, М. Н.** Модифицирование поверхностных слоев металлических деталей импульсной лазерной обработкой / М. Н. Верещагин, С. Н. Целуева, М. Ю. Целуев // Литье и металлургия. – 2020. – № 1. – С. 99 – 109.

167. **Жихарев, А. В.** Влияние сфокусированного импульсного лазерного излучения на изменение состава и микротвердость поверхностных слоев системы $(\text{Cu}_{50}\text{Ni}_{50}) + \text{C}$ / А. В. Жихарев, В. Я. Баянкин, И. Н. Климова, С. Г. Быстров, А. Ю. Дроздов, Е. В. Харанжевский // Физика твердого тела. – 2015. – Т. 57, Вып. 5. – С. 833 – 843.

168. **Денисова, К. Н.** Влияние легирования на свойства аморфного гидрогенизированного кремния, облученного фемтосекундными лазерными импульсами / К. Н. Денисова, А. С. Ильин, М. Н. Мартышов, А. С. Воронцов // Физика твердого тела. – 2018. – Т. 60, Вып. 4. – С. 637 – 640.

169. **Ushakov, I. V.** Formation of surface properties of VT18u titanium alloy by laser pulse treatment / I. V. Ushakov, Yu. V. Simonov // *Materials Today: Proceedings.* – 2019. – V. 19. P. 5. – P. 2051 – 2055.

170. **Ушаков, И. В.** Управление физико-механическими свойствами поверхности титановых сплавов короткоимпульсным лазерным излучением / И. В. Ушаков, Ю. В. Симонов // *Вестник Московского государственного областного университета. Серия: Физика-математика.* – 2019. – № 4. С. 30 – 42.

171. **Симонов, Ю. В.** Влияние специфики лазерной импульсной обработки поверхностного слоя титанового сплава VT18y на его микротвёрдость и стойкость к образованию трещин / Ю. В. Симонов, И. В. Ушаков // 8-я Междунар. конф. «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Тез. докл. – Москва. – 2019. – С. 527 – 528.

172. **Симонов, Ю. В.** Лазерное формирование поверхностного рельефа на титановом сплаве VT18y / Ю. В. Симонов, И. В. Ушаков // *Научный семинар технологов-машиностроителей «Перспективные направления развития финишных и виброволновых технологий».* Тез. докл. – Ростов-на-Дону. – 2021. – С. 332 – 335.

173. **ГОСТ 9450–76 (СТ СЭВ 1195–78).** Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. – М.: Издательство стандартов, 1976. – 27 с.

174. **Боярская, Ю. С.** Физика процессов микроиндентирования / Ю. С. Боярская, Д. З. Грабко, М. С. Кац. – Кишинёв: Штиинца, 1986. – 293 с.

175. **Ушаков, И. В.** Моделирование физических процессов в поверхностных слоях наноструктурного многокомпонентного металлического сплава иницированных лазерной плазмой / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // *Вестник ТГТУ.* – 2016. – Т. 22, № 2. – С. 156 – 159.

176. **Свидетельство** о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2020611660 Российская Федерация. Моделирование распределения вакансий и пор в материале MODEL DISTRIBUTION OF VAC AND PORES / Ушаков И. В., Симонов Ю. В.; заявитель и патентообладатель ФГАОУ ВО НИТУ «МИСиС». – 2020 г.

177. **Шинкин, В. Н.** Механика сплошных сред для металлургов / В. Н. Шинкин. – М.: Изд. Дом МИСиС, 2014. – 628 с.

178. **Тихонов, А. Н.** Уравнения математической физики / А. Н. Тихонов, А. А. Самарский. – М.: Издательство МГУ, 1999. – 799 с.

179. **Владимиров, В. С.** Уравнения математической физики: Учебник для вузов / В. С. Владимиров, В. В. Жаринов. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. – 400 с.

180. **Анкудинов, В. Е.** Компьютерное моделирование процессов переноса и деформаций в сплошных средах / В. Е. Анкудинов, Д. Д. Афлятунова, М. Д. Кривилев, Г. А. Гордеев. – Ижевск: Изд-во «Удмуртский университет», 2014. – 108 с.

181. **Ushakov, I.** Alterations in the microhardness of a titanium alloy affected to a series of nanosecond laser pulses / I. Ushakov and Yu. Simonov // MATEC Web of Conferences. – 2019. 298, 00051.

182. **Шефтель, Е. Н.** Структурные изменения в сплавах типа сендаст при быстрой кристаллизации спиннингованием и лазерной обработке / Е. Н. Шефтель, О. А. Банных, Д. Е. Капуткин, Р. Е. Струг, Л. М. Климова // Известия РАН. Металлы. – 1994. – № 4. – С. 89 – 95.

183. **Ушаков, И. В.** Механические свойства поверхности титанового сплава ВТ18у при различных режимах импульсной лазерной обработки / И. В. Ушаков, Ю. В. Симонов // XV Междунар. семинар МНТ-XV «Структурные основы модифицирования материалов». Тез. докл. – Обнинск. – 2019. – С. 109 – 111.

184. **Симонов, Ю. В.** Лазерное управление микротвёрдостью поверхностного слоя титановых сплавов / Ю. В. Симонов // XXV Уральская школа металлословедов-термистов «Актуальные проблемы физического металлословедения сталей и сплавов». Тез. докл. – Екатеринбург. – 2020. – С. 246 – 248.

185. **Мощенок, В. И.** Размерный эффект в определении твердости материалов / В. И. Мощенок, Ю. В. Батыгин // Вестник ХНАДУ. – 2010. – Т. 48. – С. 194 – 199.

186. **Панин, А. В.** Определение твердости и модуля упругости тонких пленок Ti и TiO₂ / А. В. Панин, А. Р. Шугуров, К. В. Оскомов // Физическая мезомеханика. – 2006. – Т. 9, № S1. – С. 119 – 122.

187. **Ivochkin, A. Yu.** Laser opto-acoustic study of phase transitions in metals confined by transparent dielectric / A. Yu. Ivochkin, A. G. Kaptilniy, A. A. Karabutov, and D. M. Ksenofontov // Laser Physics. – 2012. – V. 22(7). P. 1220 – 1228.

188. **Головин, Ю. И.** Динамика и микромеханизмы деформирования ионных кристаллов при импульсном микроиндентировании / Ю. И. Головин, А. И. Тюрин // Физика твердого тела. – 1996. – Т. 38, № 6. – С. 1812 – 1819.

189. **Головин, Ю. И.** Наноиндентирование и его возможности / Ю. И. Головин. – М.: Машиностроение, 2009. – 312 с.

190. **Гузилова, Л. И.** Исследование эпитаксиальных слоёв и монокристаллов β -Ga₂O₃ методом наноиндентирования / Л. И. Гузилова, А. С. Гращенко, А. И. Печников, В. Н. Маслов, Д. В. Завьялов, В. Л. Абдрахманов, А. Е. Романов, В. И. Николаев // Materials Physics and Mechanics. – 2016. – Т. 29, № 2. – С. 166 – 171.

191. **Шугуров, А. Р.** Особенности определения механических характеристик тонких пленок методом наноиндентирования / А. Р. Шугуров, А. В. Панин, К. В. Оскомов // Физика твердого тела. – 2008. – Т. 50, Вып. 6. – С. 1007 – 1012.

192. **Головин, Ю. И.** Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикроробъектах, тонких приповерхностных слоях и пленках (Обзор) / Ю. И. Головин // Физика твердого тела. – 2008. – Т. 50, Вып. 12. – С. 2113 – 2142.

193. **Симонов, Ю. В.** Применение наноиндентирования и метода Оливера-Фарра для диагностики твёрдости и упругого модуля поверхностей титанового сплава при лазерной обработке / Ю. В. Симонов // Материалы I Междунар. молодёжной науч. конф. «Новые материалы XXI века: разработка, диагностика, использование». Сборник материалов. – Москва. – 2020. – С. 104 – 109.

194. **Симонов, Ю. В.** Механические свойства поверхностных структур титанового сплава ВТ9 после многократной локальной обработки наносекундными лазерными импульсами / Ю. В. Симонов, И. В. Ушаков // Вестник Московского государственного областного университета. Серия: Физика-Математика. – 2020. – № 2. С. 19 – 35.

195. **Табаков, В. П.** Определение механических характеристик износостойких ионно-плазменных покрытий на основе нитрида титана / В. П. Табаков, А. В. Чихранов // Известия Самарского научного центра РАН. – 2010. – Т. 12, № 4. – С. 292 – 297.

196. Сайдахмедов, Р. Х. Ионно-плазменные покрытия на основе нитридов и карбидов переходных металлов с регулируемой стехиометрией / Р. Х. Сайдахмедов. – Ташкент: Фан, 2005. – 226 с.

197. **Oliver, W. C.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / W. C. Oliver, G. M. Pharr // Journal of Materials Research. – 1992. – V. 7. I. 6. – P. 1564 – 1583.

198. **Oliver, W. C.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / W. C. Oliver, G. M. Pharr // Journal of Materials Research. – 2004. – V. 19. I. 1. – P. 3 – 20.

**Патент. Способ определения вязкости микроразрушения
тонких аморфно-нанокристаллических плёнок**

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2699945

Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических плёнок

Патентообладатель: *Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" (RU)*

Авторы: *Ушаков Иван Владимирович (RU),
Симонов Юрий Владимирович (RU)*

Заявка № 2018145595

Приоритет изобретения 21 декабря 2018 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 11 сентября 2019 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 21 декабря 2038 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Г.П. Ивлиев

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**(12) ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**(52) СПК
G01N 3/42 (2019.05); B82Y 35/00 (2019.05)

(21)(22) Заявка: 2018145595, 21.12.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.12.2018Дата регистрации:
11.09.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.12.2018

(45) Опубликовано: 11.09.2019 Бюл. № 26

Адрес для переписки:

119991, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,
4, НИТУ "МИСиС", отдел интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Ушаков Иван Владимирович (RU),
Симонов Юрий Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Национальный
исследовательский технологический
университет "МИСиС" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2494039 C1, 27.09.2013. RU
2561788 C1, 10.09.2015. BY 8161 C1, 30.06.2006.
US 3763697 A1, 09.10.1973.

(54) Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических плёнок

(57) Формула изобретения

1. Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических пленок, включающий изготовление образцов из тонкой аморфной металлической ленты, образование в них аморфно-нанокристаллической структуры путем контролируемой термической обработки, размещение на подложках из металла и полимерного композитного материала, исследование вязкости микроразрушения путем вдавливания в образец индентора в виде пирамидки Виккерса с нагрузкой, скоростью и временем воздействия на образец, позволяющими спровоцировать появление группы трещин в виде системы вложенных квадратов, расчет вязкости микроразрушения на основании данных о средних расстояниях между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, отличающийся тем, что перед проведением основной серии испытаний проводят первую серию дополнительных испытаний одного образца с различной нагрузкой, на основании которой определяют оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец, при которой вероятность появления характерной картины микроразрушения максимальна, после чего проводят вторую дополнительную серию испытаний с оптимальной величиной нагрузки на другом образце для определения минимально допустимого расстояния проведения испытаний между точками индентирования и краем исследуемого образца, при котором проявляется характерная картина микроразрушения.

RU 2699945 C1

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что количество испытаний в первой и второй дополнительных сериях составляет не менее 20 испытаний на каждый вариант прилагаемой нагрузки и на каждый вариант расстояния между точками индентирования и краем образца, при этом дополнительные серии испытаний прекращают после того, как выявлен диапазон величин усилия вдавливания индентора в образец, в котором вероятность образования характерной картины микроразрушения превышает 0,65 и содержащий оптимальную величину усилия вдавливания, и определено минимально допустимое расстояние между точками индентирования и краем исследуемого образца.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что если при проведении испытаний в центральной части образца образующиеся трещины соприкасаются с трещинами, образованными в ходе предыдущего испытания, либо не образуют характерной картины микроразрушения, то расстояние между смежными точками индентирования увеличивают в полтора раза и испытание повторяют, а результаты предыдущего испытания не учитываются, причем увеличение расстояния между точками индентирования производят до тех пор, пока не проявится характерная картина микроразрушения.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01N 3/42 (2019.05); B82Y 35/00 (2019.05)

(21)(22) Заявка: 2018145595, 21.12.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.12.2018

Дата регистрации:
11.09.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.12.2018

(45) Опубликовано: 11.09.2019 Бюл. № 26

Адрес для переписки:
119991, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,
4, НИТУ "МИСиС", отдел интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Ушаков Иван Владимирович (RU),
Симонов Юрий Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Национальный
исследовательский технологический
университет "МИСиС" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2494039 C1, 27.09.2013. RU
2561788 C1, 10.09.2015. BY 8161 C1, 30.06.2006.
US 3763697 A1, 09.10.1973.

(54) Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических плёнок

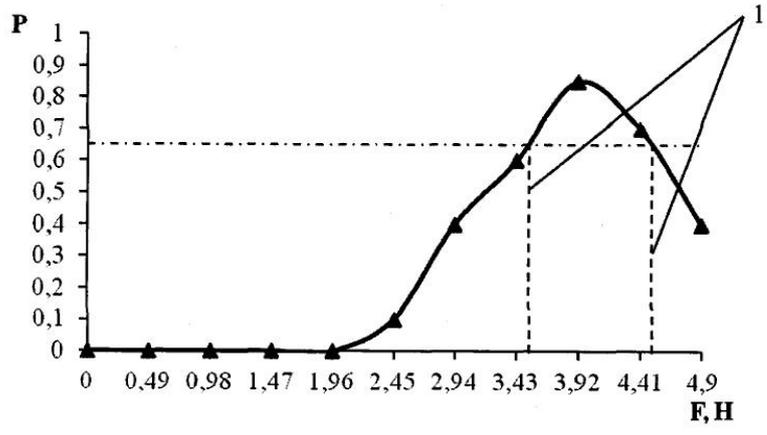
(57) Реферат:

Изобретение относится к области исследования и анализа пластических свойств тонких лент аморфных многокомпонентных металлических сплавов после их перехода из аморфного в аморфно-нанокристаллическое состояние в результате термической обработки. Сущность: проводят предварительную первую серию испытаний одного образца с различной нагрузкой, на основании которой определяют оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец, при которой вероятность появления характерной картины микроразрушения максимальна. Проводят предварительную вторую серию испытаний с оптимальной величиной нагрузки на другом образце для определения минимально допустимого расстояния проведения испытаний между точками индентирования и краем исследуемого образца, при котором проявляется характерная картина микроразрушения. Изготавливают серию основных образцов из тонкой аморфной металлической ленты,

осуществляют образование в них аморфно-нанокристаллической структуры путем контролируемой термической обработки, размещение на подложках из металла и полимерного композитного материала, исследование вязкости микроразрушения путем вдавливания в образец индентора в виде пирамидки Виккерса с нагрузкой, скоростью и временем воздействия на образец, позволяющими спровоцировать появление группы трещин в виде системы вложенных квадратов, расчет вязкости микроразрушения на основании данных о средних расстояниях между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания. Технический результат: возможность произвести достоверный расчет коэффициента вязкости микроразрушения материалов на минимальном количестве образцов и соответственно, снизить затраты времени, материалов для исследования и повысить точность расчетов. 2 з.п. ф-лы, 4 ил., 3 табл.

RU 2 699 945 C 1

RU 2 699 945 C 1



Фиг. 1

R U 2 6 9 9 9 4 5 C 1

R U 2 6 9 9 9 4 5 C 1

RUSSIAN FEDERATION



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 699 945**⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.
G01N 3/42 (2006.01)
B82Y 35/00 (2011.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
G01N 3/42 (2019.05); *B82Y 35/00* (2019.05)

(21)(22) Application: **2018145595**, 21.12.2018

(24) Effective date for property rights:
21.12.2018

Registration date:
11.09.2019

Priority:
(22) Date of filing: **21.12.2018**

(45) Date of publication: 11.09.2019 Bull. № 26

Mail address:
119991, Moskva, GSP-1, V-49, Leninskij pr-kt, 4,
NITU "MISiS", ot del intellektualnoj sobstvennosti

(72) Inventor(s):

**Ushakov Ivan Vladimirovich (RU),
Simonov Yurij Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Natsionalnyj issledovatel'skij
tekhnologicheskij universitet "MISiS" (RU)**

RU 2 699 945 C 1

(54) **METHOD OF DETERMINING VISCOSITY OF MICRO DESTRUCTION OF THIN AMORPHOUS-NANOCRYSTALLINE FILMS**

(57) Abstract:

FIELD: test technology.

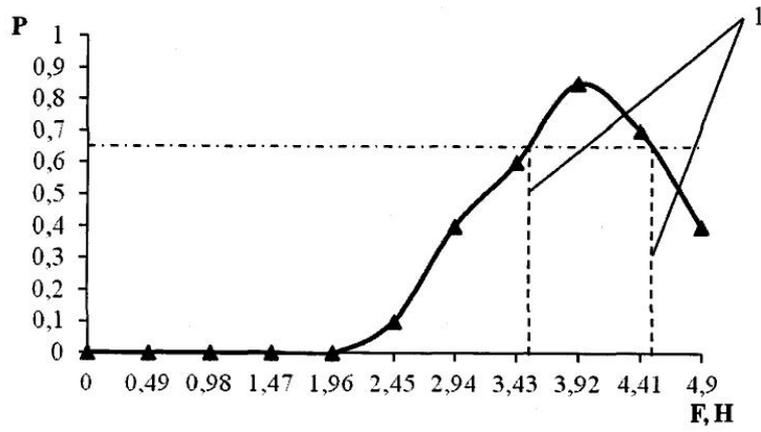
SUBSTANCE: invention relates to investigation and analysis of plastic properties of thin tapes of amorphous multicomponent metal alloys after their transition from amorphous to amorphous-nanocrystalline state as a result of heat treatment. A preliminary first series of tests of one sample with different load is performed, on the basis of which the optimum indenter indentation force is determined in the sample, at which the probability of occurrence of the characteristic micro destruction pattern is maximum. Preliminary second series of tests is carried out with optimum value of load on another sample to determine minimum allowable distance of tests between points of indentation and edge of analyzed sample, at which characteristic pattern of micro destruction is manifested. A series of basic samples of a thin amorphous metal

strip is made, an amorphous-nanocrystalline structure is formed in them by controlled heat treatment, placing on substrates from metal and polymer composite material, investigating viscosity of micro destruction by inducing indenter sample in form of Vickers pyramid with load, speed and time of action on sample, which enable to provoke occurrence of group of cracks in form of system of embedded squares, calculation of micro destruction viscosity based on data on average distances between two parallel cracks in group of cracks formed in sample after test.

EFFECT: possibility of reliable calculation of viscosity coefficient of micro destruction of materials at minimum number of samples and, accordingly, reducing time consumption of materials for analysis and improving accuracy of calculations.

3 cl, 4 dwg, 3 tbl

RU 2 699 945 C 1



Фиг. 1

RU 2699945 C1

RU 2699945 C1

Изобретение относится к области исследования и анализа пластических свойств тонких лент аморфных многокомпонентных металлических сплавов после их перехода из аморфного в аморфно-нанокристаллическое состояние в результате термической обработки. Показатель вязкости микроразрушения является важным, так как
 5 характеризует те свойства данных материалов, которые не могут быть определены без значительных затрат.

Стандартные методики механических испытаний металлических образцов разнообразны и широко применяются для определения механических свойств металлов и сплавов. Например, изгибание образцов до их разрушения, склерометрия (нанесение
 10 на поверхность образцов царапин с постоянной и переменной нагрузками), испытания на растяжение или сжатие в продольном и поперечном направлениях, измерительное индентирование, ударные испытания на изгиб, многоцикловое истирание и ряд других (1. «Материалы металлические. Метод испытания на изгиб» ГОСТ 14019-2003 (ИСО 7438:1985); 2. Инновационные механические испытания металла, подвергаемого
 15 технологическому деформированию и термической обработке: монография / Р.Е. Глинер, В.Н. Дубинский, Е.Б. Катюхин, В.А. Пряничников, А.В. Шабин; Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева. - Нижний Новгород: НГТУ, 2016. - 123 с.: ил., табл.). Данные методы хорошо отработаны на практике, дают достоверные и представительные данные и рассматриваются авторами в качестве
 20 аналогов.

Однако для исследования тонких хрупких пленок и покрытий такие методики не пригодны или имеют ряд существенных недостатков. Например, при термической обработке некоторых аморфных металлических сплавов вблизи температуры отпускной хрупкости может наблюдаться их существенное охрупчивание (3. Глезер А.М.,
 25 Пермякова И.Е., Громов В.Е., Коваленко В.В. Механическое поведение аморфных сплавов. Изд-во СибГИУ. - Новокузнецк. - 2006. - 416 с.), что не позволяет исследовать их стандартными методами. Это вызвано переходом части материала в нанокристаллическое состояние, при котором измерения пластичности дают околонулевые значения, что делает невозможным исследование их свойств в заданном
 30 диапазоне температурного воздействия. Недостатками также являются невозможность исследования локальных неоднородных областей в образцах ленты и большой расход образцов и времени, необходимых для испытаний.

Известен также способ определения пластичности микроиндентированием на подложках (4. Ушаков И.В., Федоров В.А., Пермякова И.Е. / Определение пластичности
 35 металлического стекла микроиндентированием на подложках // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2003. Т. 69. №7. С. 43-47; 5. Ушаков И.В., Поликарпов В.М. / Испытания тонких лент металлического стекла инденторами различной геометрической формы // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. №2. С. 68-71.). При использовании данного способа предварительно отоженный и охлажденный до
 40 комнатной температуры образец исследуемого материала помещают на металлическую подложку, на которую со стороны исследуемого образца наносится слой полимерного композитного материала, закрепляют на ней, после чего воздействуют на исследуемый образец четырехгранной пирамидкой, подбирая усилие воздействия, скорость касания
 45 поверхности исследуемого материала пирамидкой и время воздействия на образец таким образом, чтобы в месте воздействия (проникновения) пирамидки образовалась группа трещин в виде фигур, близких к вложенным квадратам. При этом для определения коэффициента пластичности используют выражение:

$$\varepsilon = (d - h)/h, \quad (1)$$

где h - толщина исследуемого образца, мкм, а d - диаметр приведенной полуокружности, достроенной по результатам измерения фигуры, образованной группой трещин после воздействия на образец четырехгранной пирамидкой, мкм. Также возможно использование эмпирических коэффициентов, умножаемых на величину «ступени» отпечатка от индентора, то есть на расстояние между соседними трещинами, образующими фигуру из вложенных квадратов.

Недостатком данного способа является относительно низкая точность расчета коэффициента пластичности ϵ вследствие ошибок при определении приведенного диаметра полуокружности и эмпирических коэффициентов.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов (6. Патент №2494039, С1 Российская Федерация, МПК G01N 3/42, B82Y 35/00. Способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / Ушаков И.В., Сафронов И.С.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВПО «МГУ». - №2012116406/28; заявлено 24.04.2012; опубликовано 27.09.2013), в котором для расчета величины d в выражении (1) используется следующее выражение:

$$d = 2(l_{\text{сред}} + l_{\text{мин.сред}}), \quad (2) \quad \text{где } l_{\text{сред}} \text{ и } l_{\text{мин.сред}} - \text{среднее}$$

и минимальное среднее расстояния между соседними трещинами соответствующих сторон фигуры, образованной трещинами в форме вложенных квадратов после воздействия на образец индентора, мкм. При этом учитываются только те трещины, которые относительно параллельны соответствующим сторонам квадрата и образующие характерную фигуру в виде вложенных квадратов. Расчеты $l_{\text{сред}}$ производят путем измерения всех расстояний между соседними трещинами во всех сторонах образованной ими фигуры, при необходимости достраивая незамкнутые квадраты до замкнутых.

$$l_{\text{сред}} = ((l_{a1} + l_{a2} + \dots + l_{an})/n + (l_{b1} + l_{b2} + \dots + l_{bn})/n + (l_{c1} + l_{c2} + \dots + l_{cn})/n + (l_{d1} + l_{d2} + \dots + l_{dn})/n) / 4, \quad (3)$$

где $l_{a1}, l_{a2}, \dots, l_{an}, l_{b1}, l_{b2}, \dots, l_{bn}, l_{c1}, l_{c2}, \dots, l_{cn}, l_{d1}, l_{d2}, \dots, l_{dn}$ - расстояния между соседними трещинами в каждой из сторон фигуры, ими образованной. Аналогично рассчитывают $l_{\text{мин.сред}}$, но вместо всех расстояний между соседними трещинами берут только минимальные расстояния между соседними трещинами в каждой из сторон фигуры, ими образованной.

Данный способ позволяет существенно повысить точность определения коэффициента пластичности и рассматривается авторами в качестве прототипа.

При этом прототип имеет ряд недостатков. Во-первых, трудность в получении симметричных картин разрушения, которые имели бы симметричные отпечатки и трещины, ориентированные параллельно всем четырем граням пирамидки индентора. При этом необходимо, чтобы в таких симметричных картинах параллельно каждой грани индентора было сформировано три или более параллельных трещины. Во-вторых, на исследуемых образцах могут вообще не появляться трещины или формироваться несимметричные картины разрушения. Это приводит к снижению точности измерений и необходимости проведения дополнительных испытаний, что в свою очередь ведет к увеличению затрат времени и других ресурсов. Следует также отметить, что коэффициент s связан с остаточными деформациями после нагружения, как то, скольжение дислокаций, двойникование и прочие виды разрушения. Поэтому при исследовании тонких пленок от определения коэффициента пластичности желательно отказаться, заменив его более точно отражающим физическую сущность свойств данных материалов термином

«вязкость микроразрушения».

Технический результат предлагаемого изобретения состоит в том, что предварительно определяя оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец, при которой вероятность появления характерной картины микроразрушения максимальна, выделяя диапазон допустимых нагрузок на индентор, и определяя минимально допустимые расстояния проведения испытаний между точками индентирования и краем исследуемого образца, при котором проявляется характерная картина микроразрушения, увеличиваем вероятность получения на исследуемых образцах таких отпечатков от индентора, которые позволяют произвести достоверный расчет коэффициента вязкости микроразрушения материалов на минимальном количестве образцов и соответственно, снижаем затраты времени, материалов для исследования и повышаем точность расчетов.

Технический результат достигается следующим образом. Изготавливают образцы из тонкой аморфной металлической ленты, образуют в них аморфно-нанокристаллические структуры путем контролируемой термической обработки, размещают на подложках из металла и полимерного композитного материала, исследуют вязкость микроразрушения путем вдавливания в образец индентора в виде пирамидки Виккерса с нагрузкой, скоростью и временем воздействия на образец, позволяющими спровоцировать появление группы трещин в виде системы вложенных квадратов, рассчитывают вязкость микроразрушения на основании данных о средних расстояниях между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, причем перед проведением основной серии испытаний, проводят первую серию дополнительных испытаний одного образца с различной нагрузкой, на основании которой определяют оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец, при которой вероятность появления характерной картины микроразрушения максимальна, после чего проводят вторую дополнительную серию испытаний с оптимальной величиной нагрузки на другом образце для определения минимально допустимого расстояния проведения испытаний между точками индентирования и краем исследуемого образца, при котором проявляется характерная картина микроразрушения.

Кроме того, технический результат достигается за счет того, что количество испытаний в первой и второй дополнительных сериях составляет не менее 20 испытаний на каждый вариант прилагаемой нагрузки и на каждый вариант расстояния между точками индентирования и краем образца, при этом дополнительные серии испытаний прекращают после того, как выявлен диапазон величин усилия вдавливания индентора в образец, в котором вероятность образования характерной картины микроразрушения превышает 0,65, и содержащий оптимальную величину усилия вдавливания, и определено минимально допустимое расстояние между точками индентирования и краем исследуемого образца.

Также для достижения технического результата в случае, если при проведении испытаний в центральной части образца образующиеся трещины соприкасаются с трещинами, образованными в ходе предыдущего испытания, либо не образуют характерной картины микроразрушения, то расстояние между смежными точками индентирования увеличивают в полтора раза и испытание повторяют, а результаты предыдущего испытания не учитываются, причем увеличение расстояния между точками индентирования производят до тех пор, пока не проявится характерная картина микроразрушения.

Изобретение поясняется чертежом, где на фигуре 1, фигуре 2 и фигуре 3 показаны графики зависимости вероятности формирования симметричных микрокартин

разрушения на поверхности образца (P) в долях единицы от величины нагрузки на индентор (F) в Ньютонах, а на фигуре 4 - зависимость доли симметрии в микрокартинах разрушения (W) в долях единицы, от расстояния места испытания до края образца (L) в микрометрах.

5 Способ может быть реализован следующим образом.

Образцы тонкой ленты аморфного металлического сплава толщиной 30 мкм и линейными размерами 15×25 мм отжигают в печи 10 минут при постоянной температуре отжига, при которой в данном сплаве формируется аморфно-нанокристаллическая структура. Структуру отожженных образцов фиксируют на дифрактометре, например
10 ДРОН-2, посредством рентгеноструктурного анализа. Образцы, прошедшие термическую обработку, наносят на полимерные композитные подложки толщиной 2 мм с основанием в виде металлических пластин толщиной 2-3 мм. Благодаря этому удается достигнуть достаточной жесткости конструкции «образец-подложка-пластина». Микротвердость исследуемых образцов не менее чем в 10 раз превышает микротвердость
15 полиэфирного композита. За счет этого индентор (четырёхгранная пирамидка Виккерса) может хорошо внедряться сквозь образец в подложку и соответственно, имеется возможность фиксации картин разрушения тонкой пленки после нагружения. Образцы в течение некоторого времени сильно прижимают к полиэфирным композициям до их склеивания, после чего размещают со стороны композитов на металлических пластинах.

20 После чего проводят первую серию дополнительных испытаний одного образца с различной нагрузкой, на основании которой определяют оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец и выделяют диапазон допустимых нагрузок на индентор, при котором вероятность появления характерной картины разрушения превышает 0,65. Исследование образца начинают с его центральной части. Для чего
25 проводят ряд серий индентирования, каждая из 20-ти испытаний при постоянной нагрузке. Шаг увеличения нагрузки каждой последующей серии задается заранее, исходя из конструкции твердомера, и является одинаковым для всей серии испытаний образца. В ходе испытаний визуальным путем выявляют количество точек индентирования с требуемой картиной разрушения и определяют процент характерных картин разрушения.
30 Серию испытаний продолжают до тех пор, пока не будет найден диапазон нагрузок, при котором вероятность появления характерной картины разрушения превышает заданное значение, и обязательно включающий нагрузку, обеспечивающую максимальную вероятность получения отпечатка от индентора, удовлетворяющего
35 требованиям, предъявляемым методикой к расчету вязкости микроразрушения.

На втором этапе исследование другого образца начинают от его границы в направлении центральной части. Для этого проводят несколько серий индентирования с определенной ранее оптимальной нагрузкой на индентор, но разными расстояниями от края исследуемого образца до точки приложения нагрузки. При этом количество
40 испытаний в каждой серии составляет 20-ть, а начальный шаг определяется как половина расстояния между точками нагружения, найденном на первом этапе. Испытания прекращаются после того, как вероятность получения характерной картины микроразрушения, определяемая в долях единицы, превысит заданное значение. Это расстояние принимают минимально допустимым расстоянием проведения испытаний от края образца.

45 Все последующие испытания в основной серии производят на основании полученных таким образом данных. При этом точки индентирования располагают на одной линии с фиксированными расстояниями между ними, а в случае, если при проведении испытания образовавшиеся трещины соприкасаются с трещинами, образованными в ходе

предыдущего испытания, либо не образуют характерной картины микроразрушения, то расстояние между смежными точками индентирования увеличивают в полтора раза и повторяют испытание, а результаты предыдущего испытания исключают, причем увеличение расстояния производят до тех пор, пока не проявится характерная картина микроразрушения. Это расстояние принимают минимальным между точками индентирования. Расстояния между линиями, вдоль которых проводятся испытания на одном образце, принимают заведомо большими, чем минимальное расстояние между точками индентирования в одной линии, чтобы исключить их влияние друг на друга.

Для примера реализации предложенного способа были взяты образцы из стандартно выпускаемых быстрозакаленных лент аморфных магнитомягких сплавов АМЕТ на основе кобальта. Исследовались образцы, изготовленные из сплавов следующих марок: 82К3ХСР, 84КХСР, 86КГСР. Химические (элементные) составы этих сплавов следующие: 1) 82К3ХСР - $\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$; 2) 84КХСР - $\text{Co}_{81,92}\text{Si}_{7,2}\text{Fe}_{4,3}\text{Cr}_{4}\text{B}_{2,5}\text{Ni}_{1,8}\text{C}_{0,05}\text{S}_{0,015}\text{P}_{0,015}$; 3) 86КГСР

$\text{Co}_{71,02}\text{Ni}_{12,4}\text{Si}_{6,7}\text{Fe}_{5,9}\text{B}_{3,8}\text{Mn}_{0,1}\text{C}_{0,05}\text{S}_{0,015}\text{P}_{0,015}$. Данные материалы производятся в виде лент, поставляются в нетермообработанном состоянии и используются, в том числе для производства индукторов в устройствах магнитной сепарации.

Сформированные из них изделия требуют термической или термомагнитной обработки.

Печной отжиг применяется для получения наноструктуры, изменяющей свойства материала, и получения требуемых технических характеристик. Из лент были вырезаны образцы размером 15 на 25 мм. Образцы для исследования были отожжены в течение 10 минут при следующих температурах: 1) 82К3ХСР - 833 К (560°C); 2) 84КХСР - 863 К (590°C); 3) 86КГСР - 803 К (530°C). После этого образцы размером 15 на 25 мм размещали на подложках, как было описано ранее (4), при этом для создания относительно мягкого слоя, связывающего образец и металлическую подложку, использовались полимерные композиты марки VodiFiber: 67/548/ЕЕС.

Подготовленные таким образом образцы были исследованы на микротвердомере марки ПМТ-3М, измерения размеров производились с помощью винтового окулярного микрометра МОВ-1-16х. Диапазон нагрузок на индентор данного микротвердомера от 0,0196 Н до 4,9 Н с ручным управлением. В качестве индентора использовался алмазный наконечник четырехгранной пирамидки Виккерса с квадратным основанием и углом при вершине 136°.

Предварительные испытания полученных образцов проводились согласно заявляемому способу в два этапа. На первом этапе определялась оптимальная нагрузка на индентор F_{opt} для каждого исследуемого сплава. Было проведено десять циклов по двадцать испытаний. В результате была получена зависимость вероятности Р формирования симметричных микрокартин разрушения на поверхности образца от величины нагрузки на индентор F, Н. Результаты данных испытаний для каждого исследуемого сплава представлены в таблице 1 и на фигурах 1, 2 и 3 в виде графиков. На фигуре 1 показаны данные, полученные при испытании образца из сплава 82К3ХСР, на фигуре 2 - из сплава 84КХСР и на фигуре 3 - из сплава 86КГСР. При этом на фигуре 1, фигуре 2 и фигуре 3 на оси абсцисс показана нагрузка на индентор в Ньютонах, на оси ординат показана вероятность формирования симметричных микрокартин разрушения на поверхности образцов от величины нагрузки на индентор, обозначенная Р и выраженная в долях единицы, а цифрами 1 - границы области нагрузки на индентор, в которой вероятность формирования симметричных микрокартин больше, чем 0,65.

Например, образцы 82К3ХСР не разрушались от воздействия нагрузок до 1,96 Н

включительно. При нагрузках, меньших 2,45 Н, симметричные трещины не формируются, либо вероятность их формирования ниже 10%. Такие нагрузки непригодны для использования на данном сплаве 82К3ХСР, так как низкая симметрия и низкая воспроизводимость результатов не позволяют собирать статистические данные.

5 Были экспериментально установлены допустимые и оптимальные нагрузки для получения симметричных и пригодных для анализа картин разрушения. Так, для материала 82К3ХСР минимальная нагрузка на индентор $F_{\min} \approx 2,45$ Н ($P \approx 0,1$), оптимальная нагрузка на индентор $F_{\text{opt}} \approx 3,92$ Н ($P \approx 0,85$), максимальная нагрузка на индентор $F_{\max} \approx 4,9$ Н ($P \approx 0,4$), рекомендуемый диапазон нагрузок, при котором
10 вероятность формирования симметричных микрокартин больше 65%, от 3,53 Н до 4,51 Н.

Таблица 1. Выбор оптимальной нагрузки

15 Материал	Минимальная нагрузка ($P \approx 0,1$) F_{\min} , Н	Максимальная нагрузка ($P \rightarrow \min$) F_{\max} , Н	Оптимальная нагрузка ($P \rightarrow \max$) F_{opt} , Н	Вероятность формирования симметричных микрокартин при оптимальной нагрузке, P_{\max}	Диапазон нагрузок, при котором вероятность формирования симметричных микрокартин выше 65 %, Н
20 82К3ХСР	2,45	4,9	3,92	0,85	3,53 – 4,51
84КХСР	1,47	3,92	2,94	0,8	2,62 – 3,53
86КГСР	1,96	4,41	3,43	0,75	3,19 – 3,92

25 На втором этапе определялось минимально допустимое расстояние $L_{\text{мин. доп.}}$ проведения испытаний от края образца. Испытания для каждого исследуемого сплава проводились согласно заявляемому способу, начиная от края образца к его центру, при определенной ранее оптимальной нагрузке на индентор F_{opt} и состояли из восьми серий по двадцать испытаний в каждой серии. Для каждой серии вычислялась доля симметрии в микрокартинах разрушения, W . Результаты испытаний представлены в
30 таблице 2 и на фигуре 4 в виде графиков. На оси абсцисс показано расстояние от места проведения испытания до края образца, $L_{\text{гр.}}$ мкм, на оси ординат - доля симметрии в микрокартинах разрушения в долях единицы, W , цифрой 2 показано изменение W от $L_{\text{гр.}}$ для сплава 82К3ХСР, цифрой 3 - изменение W от $L_{\text{гр.}}$ для сплава 84КХСР и цифрой
35 4 - для сплава 86КГСР.

40

45

Таблица 2. Выбор минимально допустимого расстояния от точек испытаний до границ образцов

Марка материала	Оптимальная нагрузка на индентор $F_{\text{опт}}$, Н	Расстояние от точек испытаний до границ образцов $L_{\text{гр}}$, мкм	Доля симметрии в микрокартинах разрушения, W
82К3ХСР	3,92	85	0,1
		170	0,25
		255	0,4
		340	0,6
		425	0,75
		510	0,85
		595	0,9
84КХСР	2,94	85	0,2
		170	0,35
		255	0,55
		340	0,8
		425	0,9
		510	0,9
		595	0,9
86КГСР	3,43	85	0,15
		170	0,3
		255	0,5
		340	0,7
		425	0,85
		510	0,9
		595	0,9
680	0,9		

Как видно из графиков на фигуре 4, с увеличением расстояния от границ образца $L_{\text{гр}}$ микрокартины его разрушения становятся более симметричными. На определенном расстоянии $L \approx L_{\text{мин. доп.}}$ симметричные элементы в микрокартинах достигают своего максимального значения W_{max} . Дальнейшее удаление от границ образца не изменяло достигнутого максимума образования симметричных элементов картин.

По результатам предварительных испытаний была составлена сводная таблица 3 для интерпретации полученных данных применительно к предлагаемому способу определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических пленок, на основании которой возможно с высокой вероятностью определить оптимальные параметры проведения индентирования образцов данных сплавов в основной серии испытаний.

Таблица 3. Предпочтительные параметры испытаний исследуемых сплавов

№ материала	Марка материала	Приемлемый диапазон нагрузок ($P \geq 0,65$), Н	Оптимальная нагрузка $F_{\text{опт}}$, Н	Минимально допустимое расстояние от границ $L_{\text{мин. доп.}}$, мкм
1	82К3ХСР	3,53 – 4,51	3,92	680
2	84КХСР	2,62 – 3,53	2,94	510
3	86КГСР	3,19 – 3,92	3,43	595

Из приведенных в примере реализации данных видно, что результаты, полученные при использовании предлагаемого метода, позволяют достичь заявляемого технического результата, а признаки, характеризующие предлагаемый способ, необходимы и достаточны для его реализации.

5

(57) Формула изобретения

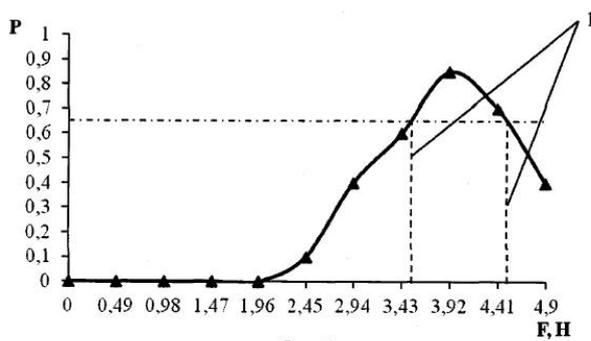
1. Способ определения вязкости микроразрушения тонких аморфно-нанокристаллических пленок, включающий изготовление образцов из тонкой аморфной металлической ленты, образование в них аморфно-нанокристаллической структуры
10 путем контролируемой термической обработки, размещение на подложках из металла и полимерного композитного материала, исследование вязкости микроразрушения путем вдавливания в образец индентора в виде пирамидки Виккерса с нагрузкой, скоростью и временем воздействия на образец, позволяющими спровоцировать
15 появление группы трещин в виде системы вложенных квадратов, расчет вязкости микроразрушения на основании данных о средних расстояниях между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, отличающийся тем, что перед проведением основной серии испытаний проводят первую серию дополнительных испытаний одного образца с различной нагрузкой, на основании
20 которой определяют оптимальную величину усилия вдавливания индентора в образец, при которой вероятность появления характерной картины микроразрушения максимальна, после чего проводят вторую дополнительную серию испытаний с оптимальной величиной нагрузки на другом образце для определения минимально допустимого расстояния проведения испытаний между точками индентирования и краем исследуемого образца, при котором проявляется характерная картина
25 микроразрушения.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что количество испытаний в первой и второй дополнительных сериях составляет не менее 20 испытаний на каждый вариант прилагаемой нагрузки и на каждый вариант расстояния между точками индентирования и краем образца, при этом дополнительные серии испытаний прекращают после того,
30 как выявлен диапазон величин усилия вдавливания индентора в образец, в котором вероятность образования характерной картины микроразрушения превышает 0,65 и содержащий оптимальную величину усилия вдавливания, и определено минимально допустимое расстояние между точками индентирования и краем исследуемого образца.

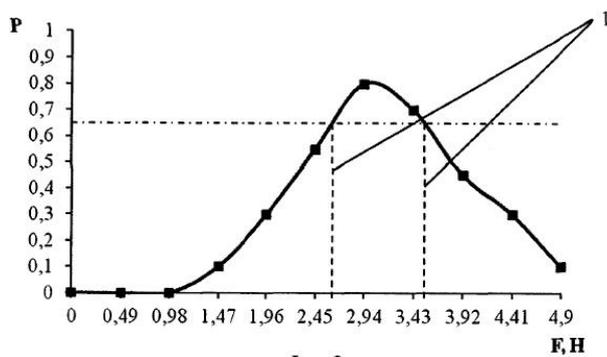
3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что если при проведении испытаний в
35 центральной части образца образующиеся трещины соприкасаются с трещинами, образованными в ходе предыдущего испытания, либо не образуют характерной картины микроразрушения, то расстояние между смежными точками индентирования увеличивают в полтора раза и испытание повторяют, а результаты предыдущего
40 испытания не учитываются, причем увеличение расстояния между точками индентирования производят до тех пор, пока не проявится характерная картина микроразрушения.

45

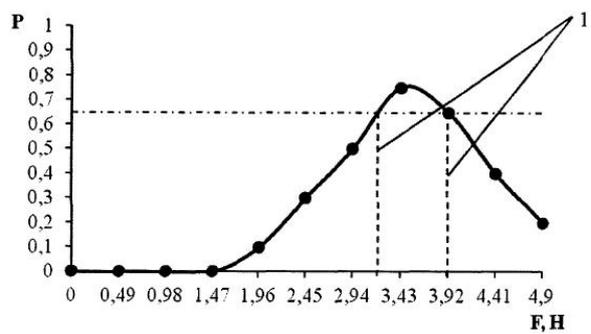
1



Фиг. 1

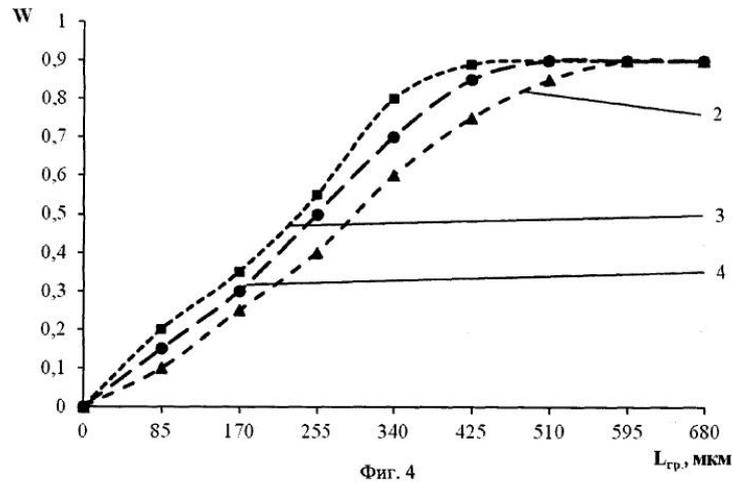


Фиг. 2



Фиг. 3

2



Фиг. 4

Акт об использовании результатов научных исследований

Россия, 392000, г. Тамбов, ул. Монтажников, 1
Факс (4752) 72-51-06
e-mail: info@krata.ru
http://www.krata.ru

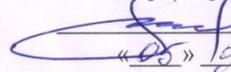
ОГРН №1026801222821, ИНН 6829000074, КПП 683201001

*Мок. №13/12-540
от 05.12.2018г*

УТВЕРЖДАЮ

Директор по производству

Павлинов Р.Ю.


«05» декабря 2018 г.**АКТ****об использовании результатов научных исследований аспиранта
кафедры физики НИТУ «МИСиС» Симонова Юрия Владимировича**

В ходе выполнения экспериментально-методической части диссертационного исследования Ю.В. Симоновым разработан способ определения оптимальных и допустимых режимов выявления коэффициента вязкости микроразрушения тонких хрупких образцов и покрытий при локальном нагружении четырёхгранной пирамидкой Виккерса. Ю.В. Симоновым установлены новые закономерности деформирования и разрушения образцов аморфно-нанокристаллических металлических сплавов толщиной 30 мкм приклеенных к подложке, в условиях локального нагружения граничных областей. Проведенные исследования позволили определить рекомендуемую нагрузку на индентор и диапазон допустимых нагрузок при выявлении вязкости микроразрушения, а также допустимые расстояния от области испытания до границ образцов. Разработаны алгоритмы по определению корректных условий механических испытаний, которые могут быть использованы для различных тонких хрупких образцов и покрытий.

Полученные Ю.В. Симоновым результаты были использованы в центральной лаборатории ПАО «Пигмент» для совершенствования методов испытаний покрытий. Результаты Ю.В. Симонова были применены для определения комплекса физических и химических характеристик комплексных пленочных покрытий, наносимых на стальные и твердые деревянные поверхности с различной обработкой. Использование результатов полученных Ю.В. Симоновым позволило определить следующие характеристики защитных покрытий: вязкость микроразрушения, адгезионный отрыв, когезионный разрыв, микротвёрдость, ударопрочность.

Использованы методы испытаний тонких образцов и покрытий: решётчатый надрез ГОСТ 15140-78 (ISO 2409); нормальный отрыв (адгезия на отрыв) ГОСТ 32299-2013 (ISO 4624:2002); измерение ударопрочности ГОСТ Р 53007-2008, ГОСТ 4765 (ISO 6272,ASTMD2794); адгезия по методу изгиба (адгезия на изгиб) ГОСТ 6806-73; выявление вязкости микроразрушения в локальных граничных областях образца при оптимальных и допустимых нагрузках (разработано Ю.В. Симоновым в ходе выполнения экспериментально-методической части диссертационного исследования); выдавливание для измерения прочности ГОСТ 29309 (ISO 1520); измерение твёрдости ГОСТ 22233-2001 (ISO 6441).

Применение результатов исследования Ю.В. Симонова обеспечило практический контроль качества граничных областей тонкопленочных покрытий, слоистых композитных пленок наносимых на металлические и твердые деревянные поверхности. Новый способ испытаний обеспечивает возможность выявления механических свойств вблизи тонких хрупких покрытий, что позволяет повысить качество контроля продукции, сократить время испытаний, и обеспечить экономию материала.

Акт об использовании находится в ПАО «Пигмент»

Начальник центральной лаборатории

 Мартьянов К.И.

Начальник сектора внедрения лаборатории смол ЦЛ

 Касимова М.О.*Нач. химик лаб. №1
Тел.: 53-37*

**Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ
и текст компьютерной программы
«Моделирование распределения вакансий и пор в материале
«MODEL_DISTRIBUTION_OF_VAC_AND_PORES»»**

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2020611660

Моделирование распределения вакансий и пор в материале
MODEL_DISTRIBUTION_OF_VAC_AND_PORES

Правообладатель: *Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (RU)*

Авторы: *Ушаков Иван Владимирович (RU),
Симонов Юрий Владимирович (RU)*

Заявка № 2019667511

Дата поступления 27 декабря 2019 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 06 февраля 2020 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

 Г.П. Ивлиев



```

REM program model_distribution_of_vac_pores
DIM mast1(500, 200)
DIM numb(500,200)
DIM mi2(500,200)
DIM mj2(500,200)

cls

PRINT "Modeling of pores formation and pores distribution"

size1=0

shet=1

while size1<2 or size1>30

if shet=2 then

PRINT "Error size of pore"
PRINT "Enter correct data"

end if

PRINT "Enter minimal size of pore (from 2 to 30)"

INPUT size1

shet=2

end while

PRINT " "

PRINT " "

mins1=0

shet=1

while mins1<3 or size1>40

if shet=2 then

PRINT "Error size of minimal distance"
PRINT "Enter correct data"

end if

PRINT "Enter minimal distance between two pores. Recommended value: from 3 to
30."

PRINT "Minimal distance is 3."

```

```

PRINT "Value of minimal distance must be less than value of maximal distance"
INPUT mins1
shet=2
end while
PRINT " "
PRINT " "
maxs1=0
shet=1
while maxs1<=mins1 or maxs1>100
if shet=2 then
PRINT "Error size of minimal distance"
PRINT "Enter correct data"
end if
PRINT "Enter maximal distance between two pores in the system of two pores."
PRINT "Maximal distance must be more than minimal distance."
PRINT "In the present model minimal data is"
PRINT mins1
PRINT "Recommended maximum distance must be less than 100"
INPUT maxs1
shet=2
end while
kolz1=0
shet=1
while kolz1<3
if shet=2 then
PRINT "Error number"
PRINT "Enter correct data"
end if
PRINT "Enter number of cycles"
PRINT "minimal number is 3"

```

```

INPUT kolz1
shet=2
end while
kolz1=kolz1-1
gosub rapt
print "Results of modelling are ready"
gg=0
for i=0 to 499
for j=0 to 199
if mast1[i, j]>=size1 then
gg=gg+1
print mast1[i, j]
end if
next j
next i
print "Общее число объектов"
print gg
PRINT "Input name of the file for new data saving"
INPUT fd$
OPEN fd$
n1=0
n2=0
for i=0 to 499
for j=0 to 199
if mast1 [i, j]>=size1 then
numb [n1,n2]=mast1[i,j]
mi2 [n1,n2]=i
mj2 [n1,n2]=j
a$=string(mast1[i,j])
WRITELINE a$

```

```

n1=n1+1
if n1=499 then
n2=n2+1
n1=0
end if
end if
next j
NEXT i
a$="Number of objects and"
WRITELINE a$
a$="Coordinates"
WRITELINE a$
g1=0
for i=0 to 499
for j=0 to 199
if numb[i,j]>0 then
g1=g1+1
a$="Number"
WRITELINE a$
a$=string(g1)
WRITELINE a$
a$=string(mi2[i,j])
WRITELINE a$
a$=string(mj2[i,j])
WRITELINE a$
end if
next j
next i
PRINT "The new data were saved successfully in the file with name "+fd$
CLOSE

```

```

end
rapt:
for i=0 to 99
a1=int(rand*500)
b1=int(rand*200)
mast1[a1,b1]=mast1[a1,b1]+1
next i
j=0
vrem1=500-2*maxs1
vrem2=200-2*maxs1
while j<kolz1
for i=0 to 99
a1=int(rand*vrem1)
b1=int(rand*vrem2)
a1=a1+maxs1
b1=b1+maxs1
mast1[a1,b1]=mast1[a1,b1]+1
next i
j=j+1
end while
vrem1=2*maxs1
for i=maxs1 to 499
for j=maxs1 to 199
if mast1[i,j]>0 then
a1=int(rand*vrem1)
b1=int(rand*vrem1)
a1=i+a1-vrem1
b1=j+b1-vrem1
mast1[i,j]=mast1[i,j]+1
end if

```

```

next j
next i
i=0
j=0
vrem2=199-maxs1
vrem1=mins1
for i=0 to 499
while vrem1<vrem2
if mast1[i,vrem1]>0 then
pr1=i-mins1
pr2=i+mins1
pr3=vrem1-mins1
pr4=vrem1+mins1
if pr1>499 then
pr1=499
end if
if pr2>499 then
pr1=499
end if
if pr3>199 then
pr3=199
end if
if pr4>199 then
pr4=199
end if
for a=pr1 to pr2
for b=pr3 to pr4
if a<>i and b<>vrem1 then
if mast1[a,b]>0 then
mast1[i,vrem1]=mast1[i,vrem1]+mast1[a,b]

```

```
mast1[a,b]=0
end if
end if
next b
next a
end if
vrem1=vrem1+2*mins1
end while
next i
return
```

**Диплом лауреата конкурса «Молодые ученые»
XXVI Международная промышленная выставка Металл-Экспо'2020**

XXVI МЕЖДУНАРОДНАЯ
ПРОМЫШЛЕННАЯ
ВЫСТАВКА
МЕТАЛЛ-ЭКСПО'2020



XXVI INTERNATIONAL
INDUSTRIAL
EXHIBITION
METAL-EXPO'2020

Премия «Молодые ученые»

Награждается

НИТУ «МИСиС»

за научную работу «Формирование заданных механических характеристик сверхтвердых аморфно-нанокристаллических металлических сплавов методом селективной короткоимпульсной лазерной обработки»

ДИПЛОМ

лауреата конкурса
«Молодые ученые»

(Сафронов И.С., Симонов Ю.В.,
Неплюева А.А.)

Сопредседатель Оргкомитета «Металл-Экспо»

Президент Российского союза
поставщиков металлопродукции _____

А.Г. Романов