

05;07;12

Влияние предварительного низкоэнергетического лазерного облучения на процесс плавления алюминиевых сплавов

© П.Ю. Кикин, В.Н. Перевезенцев, Е.Е. Русин, Е.Н. Разов

Нижегородский филиал Учреждения Российской академии наук
Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН,
Нижний Новгород, Россия
e-mail: eerusin@mail.ru

(Поступило в Редакцию 25 апреля 2011 г.)

Исследовано влияние предварительной обработки низкоэнергетическими импульсами лазерного облучения на плавление алюминиевых сплавов. Показано, что предварительное облучение сплавов приводит к изменению времени начала процесса плавления при последующем лазерном воздействии с энергией выше критической.

Введение

В работах [1–3] было отмечено, что процесс плавления в ультрамелкозернистых (УМЗ) алюминиевых сплавах 1420, 1421 под действием импульсного лазерного излучения начинается раньше, чем в их крупнозернистых (КЗ) аналогах при одинаковых параметрах воздействия. В настоящей работе представлены результаты исследований влияния предварительного низкоэнергетического лазерного облучения на процесс плавления алюминиевых УМЗ- и КЗ-сплавов различного химического состава при последующем нагреве высокоэнергетическим импульсом лазерного излучения.

Материалы и методика эксперимента

Материалом исследования служили образцы сплавов 1421 (Al–5.5%Mg–2.2%Li–0.12%Zr–0.2%Sc), 1570 (Al–5.8%Mg–0.4%Mn–0.2%Sc) и АМг-6 (Al–6.0%Mg–0.4%Mn) В УМЗ- и КЗ-состояниях. Сплавы 1421 и АМг-6 были получены по методу равноканального углового прессования (РКУП) [4]. Размер зерна в КЗ-сплавах 1421 и АМг-6 составлял $\sim 10\text{--}20\ \mu\text{m}$, в УМЗ-сплаве $\sim 1.0\ \mu\text{m}$. Сплав 1570, полученный с помощью метода кручения под давлением [4], имел УМЗ-структуру с размером зерна $\sim 0.5\ \mu\text{m}$.

Для облучения образцов использовался импульсный YAG-лазер, работающий в режиме свободной генерации с параметрами излучения: длина волны λ — $1.06\ \mu\text{m}$, энергия импульса до 15 J, длительность импульса $\sim 0.8\ \text{ms}$. Предварительное облучение образцов проводилось сериями импульсов с различными плотностями энергии $E_1 \sim 10^2$, $E_2 \sim 1.3 \cdot 10^2$, $E_3 \sim 1.5 \cdot 10^2\ \text{J/cm}^2$ достаточно низкими для того, чтобы не было расплавления. Количество импульсов предварительного облучения составляло от одного до пяти для E_1 и E_3 и шести для E_2 . Время между импульсами обеспечивало охлаждение поверхности до комнатной температуры перед каждым последующим импульсом. После предварительного облучения та же область образца подвергалась воздействию

единичного лазерного импульса с $E_4 \sim 6.0 \cdot 10^2\ \text{J/cm}^2$, вызывающего плавление материала в зоне облучения. Время начала процесса плавления регистрировалось по уменьшению интенсивности отраженного от поверхности импульса лазерного излучения в момент расплавления материала по методике, изложенной в работе [3]. Морфология и элементный состав поверхности облученных образцов исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA II.

Результаты исследования

Электронно-микроскопические исследования показали, что воздействие лазерного излучения с плотностями энергии E_1 , E_2 от одного до пяти импульсов на УМЗ-сплав 1421 не приводит к изменению рельефа поверхности. При воздействии с плотностью энергии E_2 после шести импульсов облучения на поверхности возникают микроскопические кратеры. Облучение поверхности импульсами с плотностью энергии E_3 уже после первого импульса вызывает образование кратеров, причем их количество и область, которую они занимают, увеличиваются от импульса к импульсу. При облучении КЗ-сплава 1421 импульсами с плотностью энергии E_1 рельеф поверхности не меняется, а при воздействии импульсами с плотностью энергии E_3 кратеры на поверхности образуются после третьего импульса. На рис. 1 показан характерный вид поверхности образца, содержащий кратеры, возникающие после облучения УМЗ-сплава 1421 импульсами с плотностью энергии E_3 . Такой же характер распределения кратеров на поверхности наблюдается и на образцах сплавов 1570 и АМг-6. Средний диаметр кратеров для всех исследованных сплавов варьирует в интервале $0.2\text{--}1.0\ \mu\text{m}$, глубина кратеров не превышает $1.0\ \mu\text{m}$. Наблюдаются также отдельные кратеры с диаметром $\sim 20\ \mu\text{m}$. Некоторые кратеры пересекаются микротрещинами (рис. 1, б).

Рассмотрим теперь влияние предварительной лазерной обработки на плавление сплавов. Для всех исследованных сплавов наблюдается общая закономерность, а

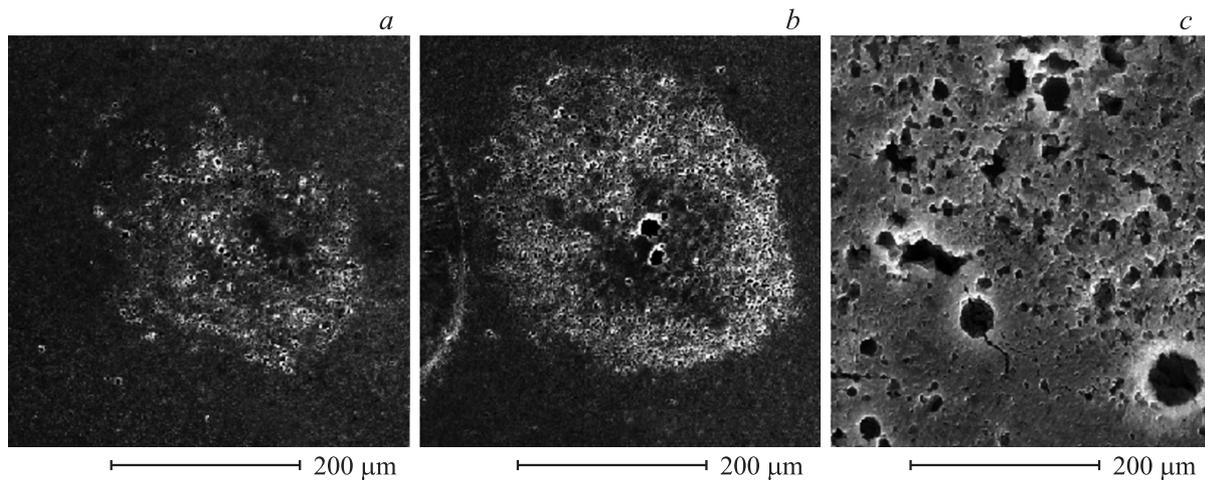


Рис. 1. Характерные области с кратерами на образцах УМЗ-сплава 1421: *a* — после предварительного воздействия одним импульсом с плотностью энергии E_3 , *b* — после пяти импульсов с E_3 , *c* — характерный вид кратеров.

именно увеличение числа низкоэнергетических ($E < E_4$) лазерных импульсов приводит к уменьшению времени начала плавления. Однако это справедливо лишь в том случае, когда предварительная обработка не вызывает появления кратеров в зоне облучения. В противном случае наблюдается обратная зависимость — время начала плавления возрастает при увеличении числа предварительных импульсов. В качестве примера на рис. 2 представлены характерные зависимости отношения времени начала плавления поверхности образцов после предварительного облучения τ_1 к времени плавления исходных образцов τ_2 сплава 1421 от числа импульсов предварительной обработки N . Видно, что обработка УМЗ- и КЗ-сплавов лазерными импульсами с плотностью энергии E_1 приводит к монотонному снижению

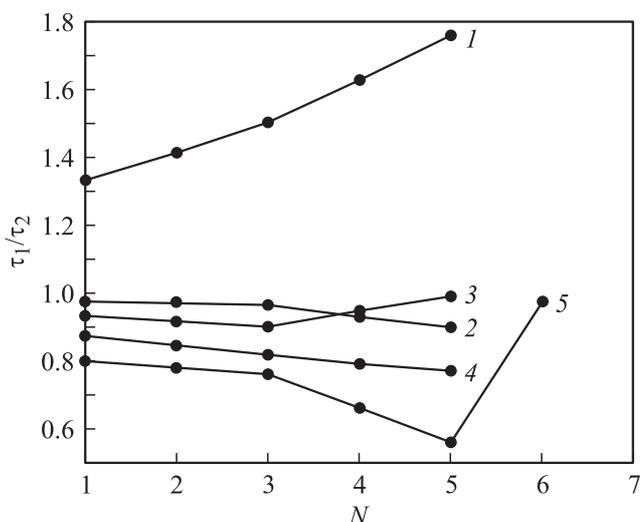


Рис. 2. Зависимость изменения отношения τ_1/τ_2 от количества импульсов предварительного облучения N для КЗ- и УМЗ-структур сплава 1421.

величины τ_1/τ_2 (кривые 2 и 4 на рис. 2). То же самое происходит и при воздействии лазерными импульсами большей плотности энергии E_2 (кривая 5), однако в этом случае после пяти импульсов на поверхности образца появляются кратеры и дальнейшее увеличение числа импульсов приводит к увеличению τ_1/τ_2 . Та же закономерность наблюдается в случае воздействия на сплав лазерных импульсов с плотностью энергии E_3 в КЗ-сплаве (кривая 3). Кратеры на поверхности образца образовались после трех импульсов, а в УМЗ-сплаве (кривая 1) — сразу же после первого импульса.

Отметим, что при облучении импульсами с малой плотностью энергии E_1 появление кратеров наблюдалось в УМЗ-сплаве 1421 только после десяти–двенадцати импульсов облучения и после пятнадцати–семнадцати импульсов в КЗ-сплаве.

Аналогичные результаты по изменению времени начала процесса плавления были получены и для сплавов 1570 и АМг-6. Так, после пяти импульсов предварительного облучения с энергией E_2 отношение τ_1/τ_2 в УМЗ-сплаве АМг-6 составляло 0.71 в КЗ-сплаве — 0.82. Следует отметить, что для цилиндрических образцов сплава 1570, полученного по методу кручения под давлением, при облучении участков, расположенных ближе к краю образца и, следовательно, претерпевших наибольшие пластические деформации, отношение τ_1/τ_2 составило ~ 0.64 , а в центральной части, где деформация была минимальной, $\tau_1/\tau_2 \sim 0.86$.

Обсуждение результатов

Обсудим возможные причины наблюдаемых закономерностей. Прежде всего обращает на себя тот факт, что до момента образования кратеров на поверхности наблюдается уменьшение времени начала плавления сплавов, а после образования кратеров его увеличение.

Проведенные электронно-микроскопические исследования, а также результаты более ранних работ [5] свидетельствуют о том, что образование кратеров связано с отслоением оксидной пленки под действием напряжений на границе металл–пленка, вызванных лазерным нагревом, в тех местах, где ее адгезия ослаблена в результате появления под оксидным слоем вакансионных пор. С другой стороны, само появление пор в приповерхностном слое связано, очевидно, с увеличением концентрации неравновесных вакансий C_H выше некоторого предельного значения C^* . Поскольку из условия равновесия поры радиуса R_p с окружающими ее вакансиями следует, что

$$C^*/C_0 = \exp(2 \cdot \gamma_s \cdot \Omega/k \cdot T \cdot R_p),$$

где $C_0 = 1/a^3 \exp(-\mu_0/k \cdot T)$ — равновесная концентрация вакансий в отсутствие поры (γ_s — энергия свободной поверхности, $\Omega = a^3$ — атомный объем, a — межатомное расстояние, k — постоянная Больцмана, T — температура, μ_0 — энергия активации образования вакансий), то для зарождения поры с минимальным радиусом $R_p \sim 2a$ пересыщение вакансиями должно быть весьма значительным. При типичных значениях $\gamma_s \cdot a^2 \sim G \cdot \Omega/8$, $G \cdot \Omega \sim 50 \cdot k \cdot T_m$ величина $C^*/C_0 \cong \exp(6 \cdot T_m/T)$, (G — модуль сдвига, T_m — температура плавления). Отметим, что концентрация вакансий вблизи поры уменьшается с увеличением размера поры R_p .

Возьмем характерные для алюминиевых сплавов системы Al–Mg–Li значения параметров $T_m \sim 930^\circ\text{K}$, $\mu_0 \sim 10k \cdot T_m$, температура на поверхности при воздействии лазерных импульсов предварительной обработки $T \sim 650^\circ\text{K}$ (согласно [6], при температуре нагрева до $\sim 650^\circ\text{K}$ на поверхности образуется пленка, в основном состоящая, как и в наших экспериментах, из оксида магния). Тогда оценка предельной концентрации $C^* \cdot \Omega$ дает значение $\sim 3 \cdot 10^{-3}$. После зарождения пор и по мере их роста концентрация вакансий вблизи пор резко уменьшается. Исходя из изложенного, приходим к выводу, что при предварительном облучении сплавов увеличение числа импульсов приводит к росту концентрации неравновесных вакансий. Однако при достижении предельного значения и появления кратеров (вызванного зарождением и ростом вакансионных пор) происходит ее уменьшение за счет стока вакансий в поры, причем по мере роста среднего размера пор (кратеров) при увеличении импульсов предварительной обработки N уменьшается и концентрация неравновесных вакансий.

Проанализируем возможные причины увеличения концентрации неравновесных вакансий при предварительном лазерном импульсном воздействии на стадии, предшествующей порообразованию. Вначале рассмотрим накопление вакансий в приповерхностном слое за счет роста оксидной пленки. Исследования поверхности образцов, проведенные эллипсометрическим методом, показали, что при воздействии пяти импульсов лазерного

излучения с плотностью энергии $\sim E_2$ на УМЗ-сплав 1421 толщина оксидной пленки увеличилась \sim на 15 nm, а в КЗ-сплаве \sim на 8 nm. Рентгеновский микроанализ показал, что образовавшаяся пленка состоит в основном из MgO, а также из Li_2CO_3 . При отжиге на воздухе сплава 1420 (близкого по составу к сплаву 1421) до температуры 450°C на его поверхности образуется пленка того же состава [6]. Поскольку поверхность представляет собой источник вакансий [7], то, согласно диффузионной теории окисления [5,8], поток вакансий распространяется от внешней поверхности вглубь металла. На поверхность диффундируют в основном атомы магния и лития, где они вступают в реакцию с кислородом воздуха, образуя оксид MgO и соединение Li_2CO_3 . Уход атомов Mg и Li из объема на поверхность приводит к тому, что в приповерхностном слое образуется повышенная концентрация вакансий. Так как скорость диффузии по границам зерен превышает скорость диффузии в объеме зерна [7], то в сплаве 1421 наиболее химически активные элементы Li и Mg будут диффундировать преимущественно по границам зерен. Удельная площадь границ зерен в УМЗ-структуре \sim в 10^3 больше, чем в КЗ-структуре [4]. Этим, по-видимому, можно объяснить большую толщину оксидной пленки, образовавшейся после лазерного воздействия в УМЗ-сплавах по сравнению с их крупнозернистыми аналогами. Оценим концентрацию вакансий, образовавшихся в приповерхностном слое за время воздействия пяти импульсов лазерного воздействия с плотностью энергии E_2 . Для простоты предположим, что на поверхности сплава 1421 образовалась пленка, состоящая только из оксида магния. Как было отмечено, толщина пленки после облучения пятью импульсами составляла ~ 15 nm. Количество вакансий, ушедших в процессе роста пленки в приповерхностный слой, прием равным числу атомов магния диффундировавших из объема сплава в оксид. Атомная концентрация магния в оксиде составляет 50%, а в сплаве — 5%. При толщине пленки ~ 15 nm получим, что магний диффундировал из сплава с глубины ~ 150 nm, а при толщине пленки 8 nm (КЗ-структура) с глубины ~ 80 nm. Из этого следует, что в приближении однородного пространственного распределения атомная концентрация вакансий в приповерхностном слое должна быть близка к $5 \cdot 10^{-2}$. Это значение превышает оцененную выше предельную величину концентрации вакансий $3 \cdot 10^{-3}$, при которой зарождение пор становится энергетически выгодным. Нужно отметить, что приведенная оценка является несколько завышенной, так как, несмотря на малое время воздействия, часть вакансий могла уйти в стоки (на границы зерен).

Определенный вклад в величину концентрации вакансий при последовательном импульсном лазерном воздействии дает увеличение числа неравновесных вакансий при закалке сплава (время охлаждения при лазерном воздействии сопоставимо с длительностью импульса излучения и составляет $\sim 10^3$ s). И наконец, рост концентрации неравновесных вакансий может происходить

за счет генерации вакансий, вызванной пластической деформацией материала под воздействием термических напряжений, которые, как известно [9], возникают в зоне термического влияния, в том числе и за счет разности коэффициентов термического расширения оксидной пленки и основного металла.

Таким образом, изменение времени начала процесса плавления в зависимости от числа и энергии лазерных импульсов при предварительной обработке сплава коррелирует с изменением концентрации вакансий в результате процесса их накопления (уменьшение значений τ_1/τ_2) и стока в поры (увеличение τ_1/τ_2). С этой точки зрения становится понятным и более заметное изменение τ_1/τ_2 в УМЗ-сплавах по сравнению с КЗ-сплавами, поскольку в УМЗ-сплавах, полученных с помощью методов интенсивной пластической деформации, существенно выше концентрация деформационных вакансий. Если предположить, что концентрация неравновесных деформационных вакансий вблизи края образцов УМЗ-сплава 1570, полученного по методу кручения под давлением, выше, чем в их центральной части (в силу того что степень деформации увеличивается от центра к краю образца), то это объясняет и тот факт, что время начала плавления центральной части образца больше, чем вблизи его края. Заметим, что из этих соображений при одной и той же энергии импульсов предварительного лазерного воздействия число предварительных импульсов, необходимое для образования кратеров на поверхности УМЗ-сплава, должно быть меньше, чем в КЗ-сплаве, а предварительный отжиг (уход вакансий на стоки) УМЗ-сплавов должен приводить к увеличению времени начала плавления, что в действительности и наблюдается в эксперименте [10].

Разумеется, помимо перечисленных при предварительной импульсной обработке сплавов происходят и другие процессы, такие как возврат дефектной структуры границ зерен, перераспределение примесных атомов, сток вакансий на дислокации и границы зерен.

Заключение

Приведенные выше результаты показали, что предварительное лазерное облучение алюминиевых сплавов 1421, 1570 и АМг-6 низкоэнергетическими импульсами, не вызывающими плавления поверхности, приводит к уменьшению времени начала плавления при лазерном нагреве. Уменьшение времени начала плавления после предварительной лазерной обработки более значительно в УМЗ-сплавах, чем в их крупнозернистых аналогах и зависит от плотности энергии излучения. Появление кратеров на поверхности сплавов в процессе предварительного облучения приводит к увеличению времени начала плавления при лазерном нагреве.

В настоящей работе не ставилась цель объяснить природу сдвига точки начала плавления при быстропротекающем процессе лазерного воздействия. Тоере-

тически она может быть связана как с изменением температуры плавления сплава, претерпевающего структурные изменения при предварительной импульсной лазерной обработке, так и с изменением его поглощающей способности. Цель работы — обратить внимание на сам эффект и на его возможную связь с величиной концентрации неравновесных вакансий.

Список литературы

- [1] Кикин П.Ю., Перевезенцев В.Н., Пчелинцев А.И., Русин Е.Е. // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. Вып. 19. С. 47–50.
- [2] Кикин П.Ю., Перевезенцев В.Н., Пчелинцев А.И., Русин Е.Е. // Проблемы машиностроения и надежности машин. 2007. № 5. С. 87–91.
- [3] Кикин П.Ю., Пчелинцев А.И., Русин Е.Е. // Физика и химия обработки материалов. 2009. № 2. С. 50–53.
- [4] Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
- [5] Окисление металлов / Под ред. Ж. Бенара. М.: Металлургия, 1968. 498 с.
- [6] Фридляндер И.Н., Сандлер В.С., Никольская Т.И., Савинков Р.А., Роцин И.Н. // Изв. АН СССР. Металлы. 1978. № 2. С. 220–222.
- [7] Бокштейн Б.С. Диффузия в металлах. М.: Металлургия, 1978. 248 с.
- [8] Хенней Н. Химия твердого тела. М.: Мир, 1971. 223 с.
- [9] Григорянц А.Г. Основы лазерной обработки материалов. М.: Машиностроение, 1989. 301 с.
- [10] Кикин П.Ю., Пчелинцев А.И., Русин Е.Е. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2010. № 21. С. 24–26.