

ФОРМУВАННЯ ПЕРІОДИЧНИХ СТРУКТУР НА ПОВЕРХНІ СТАЛІ 12X18N10T УЛЬТРАКОРОТКИМИ ЛАЗЕРНИМИ ІМПУЛЬСАМИ

Т. Л. ТЕПЛА¹, З. А. ДУРЯГІНА¹, Д. МЕЖВІНСЬКИЙ², М. НІКЕЛЬ²,
К. КОРНІЄНКО², А. КОСТРИЖЕВ³, Л. І. БОГУН¹, А. В. АНДРЕЙКІВ¹

¹ Національний університет "Львівська політехніка";

² Краківський технологічний університет, Польща;

³ Центр мікроскопії та мікроаналізу, Університет Квінсленда, Брісбен, Австралія

Досліджено особливості структуроутворення поверхневих шарів на сталі 12X18N10T під дією фемтосекундного лазерного випромінювання. Оцінено вплив швидкості сканування лазерним променем на формування мікрорельєфу поверхні та можливі фазові перетворення. Утворення своєрідного мікрорельєфу поверхні можна пояснити комплексною дією лазерного випромінювання, яке інтенсифікує перерозподіл легувальних елементів сталі в поверхневих шарах, подекуди змінюючи їх елементний склад, ініціює деформаційні фазові перетворення, сприяє фрагментації та подрібненню мікроструктури.

Ключові слова: фемтосекундний лазер, сталь 12X18N10T, мікроструктура, поверхня.

Peculiarities of structure formation of surface layers on 12Cr18N10Ti steel under the action of femtosecond laser irradiation were investigated. The effect of the scanning speed of the laser beam on the formation of surface microrelief and possible phase transformations was evaluated. The formation of a peculiar microrelief of the surface can be explained by the complex effect of laser irradiation, which intensifies the redistribution of alloying elements of steel in the surface layers, changing their elemental composition in some places, initiates deformational phase transformations, promotes fragmentation and grinding of the microstructure.

Keywords: femtosecond laser, 12Cr18N10Ti steel, microstructure, surface.

Вступ. Найпродуктивнішою технологією нано- і мікроструктурування вважають слабосфокусовані ультракороткі імпульси фемтосекундного лазера [1–4]. Фемтосекундні лазери задіяні здебільшого для фундаментальних фізичних досліджень, але останнім часом їх все більше використовують для вирішення прикладних задач у матеріалознавстві, медицині, фізичній хімії та біології. Гранично мала тривалість фемтосекундних імпульсів дає змогу досліджувати швидкоплинні релаксаційні процеси в речовині, наприклад теплообмін між електронами провідності і кристалічною ґраткою в металах, що відбувається в пікосекундному часовому діапазоні [5].

Дослідження особливостей структуроутворення у поверхневих шарах сталі 12X18N10T під дією фемтосекундного лазерного випромінювання відкриває нові можливості його використання. Регулювання режимів лазерної обробки дасть змогу цілеспрямовано змінювати параметри мікрорельєфу поверхні, її структурно-фазовий стан та функціональні властивості. Такі шари з певним співвідношенням

нано- та мікроструктур, сформовані на виробках малого розміру, можуть працювати як функціональні покриття або нові матеріали в енергетиці, мікроелектроніці та медицині [6–9].

Мета дослідження – оцінити вплив режимів випромінювання, зокрема швидкості сканування лазерним променем, на формування мікрорельєфу поверхні та можливі фазові перетворення.

Методи дослідження. Опромінювали за різних швидкостей сканування лазером ($V = 0,4; 1; 3; 5; 8$ та 10 mm/s) по зразку сталі 12X18H10T завтовшки 2 mm, який попередньо зачищали алмазною пастою з розміром частинок $0,5...1$ μm та промивали в ацетоні та спирті. Підготовлений зразок встановлювали на відстані $20...25$ mm перпендикулярно дії лазерного пучка, сфокусованого довгофокусною лінзою. Джерело випромінювання – фемтосекундний титан-сапфіровий TiAl_2O_3 комплекс у складі генератора Mira Optima 900-F та регенеративного підсилювача Legend F-1K-HE. Опромінювали за довжини хвилі 800 nm, тривалості імпульсу 140 fs, частоти сканування імпульсів 1 kHz, енергії імпульсу $0,95$ mJ, густини потужності випромінювання $\sim 5 \cdot 10^{11}$ W/cm². Мікроаналіз поверхневих шарів та енергодисперсійну рентгенівську спектроскопію (ЕДС аналіз) здійснювали на електронному мікроскопі JSM-6700F.

Результати та обговорення. У результаті високоенергетичної дії фемтосекундного лазерного випромінювання на поверхні зразка утворюються борозенки темного кольору та світлі ділянки, які формують типові періодичні поверхневі структури, орієнтовані перпендикулярно напрямку поляризації лазерного поля. Встановлено, що зміна швидкості сканування лазерним променем змінює мікрорельєф поверхні, форму і розміри сформованих фрагментів структури (рис. 1). За швидкості сканування $0,4$ та 1 mm/s немає чітко вираженої періодичності: світлі ділянки переривчасті, нерівномірні за розмірами, частково розгалужені, а їх чергування із темними ділянками мають безсистемний характер (рис. 1a–d). Зі збільшенням швидкості сканування до $V = 3...5$ mm/s (за незмінної потужності випромінювання та частоти) мікроструктура поверхні змінюється. Утворюється багаторівневий рельєф з фрагментами мікроструктури витягнутої форми, періодичність яких переривається. На деяких верхівках борозенок спостерігаємо округлі частинки світлого забарвлення (рис. 1e–h).

За подальшого збільшення швидкості сканування фемтосекундним лазерним променем до $8...10$ mm/s періодичні поверхневі структури характеризуються чітко окресленими однорідними, майже безперервними фрагментами мікроструктури (рис. 1i–l). Присутність світлих округлих частинок на мікровиступах борозенок регулярна. Це може свідчити про утворення неідентифікованих фаз.

Отже, швидкість сканування лазером впливає на мікрорельєф опромінених поверхневих шарів через термодинамічні особливості твердіння оплавлених ділянок поверхні. Зокрема, треба врахувати комплексний вплив багатьох чинників, а саме, потужність лазерного випромінювання, швидкість сканування лазерним променем поверхні, тривалість дії імпульсу на матеріал [10–12]. Одночасно відбуватимуться випаровування часточок оплавленого матеріалу з виникненням плазми або конденсація їх на поверхню підкладки, утворення ударних хвиль плазмового факела або абляція. Ці чинники інтенсифікуватимуть реакційну дифузію між легувальними елементами сталі та активними компонентами лазерного випромінювання. Крім цього, збільшення швидкості охолодження та наслідки гідродинамічного удару можуть додатково ініціювати фазові перетворення, фрагментацію та подрібнення мікроструктури.

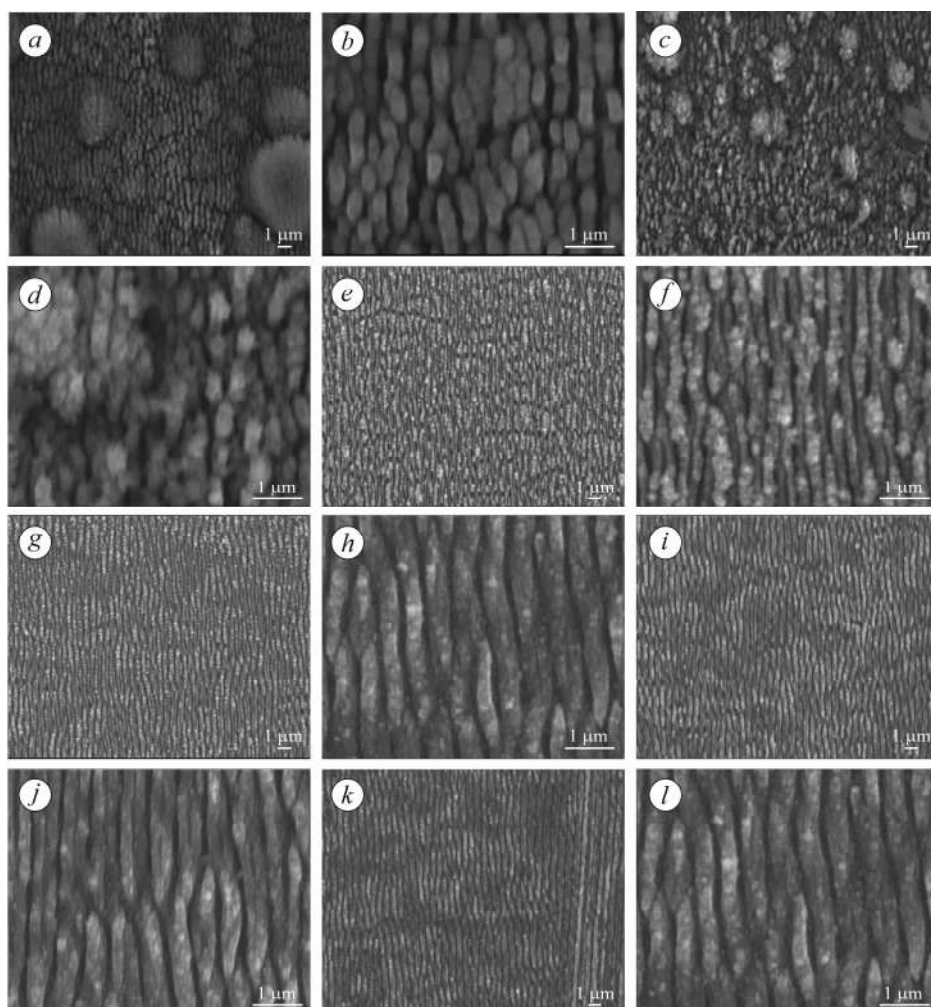


Рис. 1. Мікроструктура поверхні сталі 12Х18Н10Т після опромінення фемтосекундним лазером за швидкості сканування 0,4 мм/с (а, б), 1 (с, d), 3 (е, f), 5 (g, h), 8 (i, j) та 10 мм/с (k, l).

Fig. 1. Microstructure of the surface of 12Cr18Ni10Ti steel after irradiation with a femtosecond laser at the beam scanning speed of 0.4 mm/s (a, b), 1 (c, d), 3 (e, f), 5 (g, h), 8 (i, j) and 10 mm/s (k, l).

Відомо [8–11], що ультракоротка дія лазерного випромінювання на метали та сплави супроводжується високою швидкістю виділення великого об'єму теплової енергії. Висока швидкість нагрівання призводить до прискорення дифузійних процесів з перенесенням через фазові межі потужних потоків енергії та речовини. Цей процес, сукупно з виділенням енергії лазерного випромінювання, сприяє нагріванню поверхонь розділу фаз до температур, які суттєво перевищують рівноважні температури плавлення і випаровування. З тих же причин поблизу опромінюваних поверхонь у твердій і рідкій фазах формуються області температурних максимумів імпульсу [13]. Максимальна швидкість оплавлення поверхні досягає швидкості звуку в твердому тілі. Це, з одного боку, сприяє створенню умов для виникнення ударної хвилі у твердій фазі, а з іншого – її максимальному перегріванню. Зі збільшенням швидкості сканування ці процеси інтенсифікуються, що може супроводжуватися фазовими перетвореннями [14].

Результати енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії поверхневих шарів сталі 12Х18Н10Т після опромінення фемтосекундним лазером за двох режимів – з найменшою ($V = 0,4$ mm/s) та найбільшою ($V = 10$ mm/s) швидкістю сканування – показано на рис. 2.

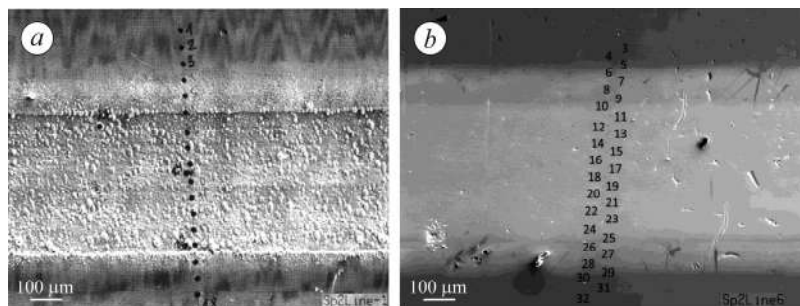


Рис. 2. Мікроструктура поверхні сталі 12Х18Н10Т після опромінення фемтосекундним лазером з позначеними ділянками ЕДС за швидкості сканування 0,4 (а) та 10 mm/s (b).

Fig. 2. Microstructure of the surface of 12Cr18Ni10Ti steel after irradiation with a femtosecond laser with marked areas of EDS analysis at the beam scanning speed of 0.4 (a) and 10 mm/s (b).

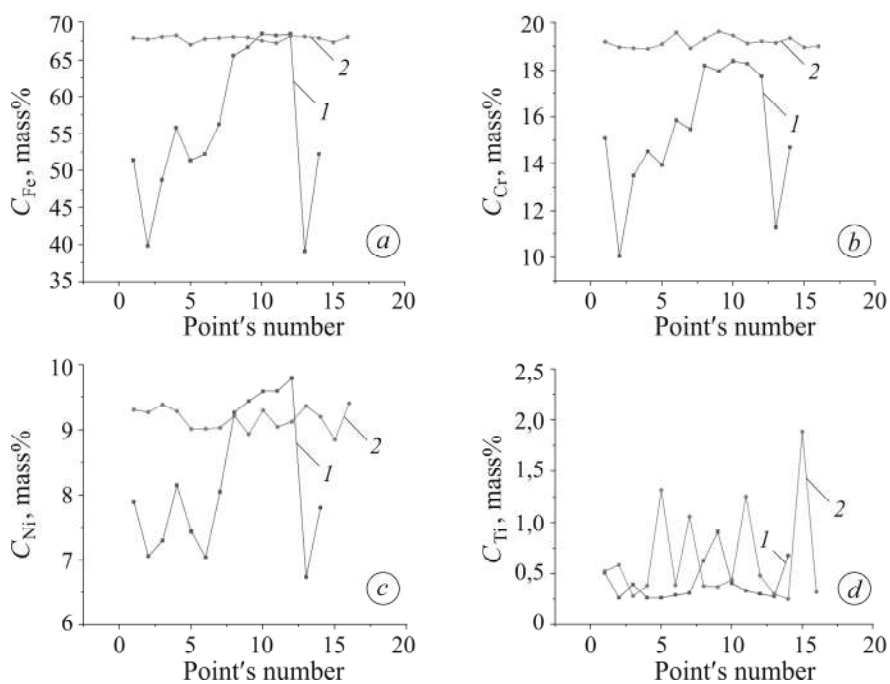


Рис. 3. Порівняння елементного складу сталі 12Х18Н10Т після обробки фемтосекундним лазером зі швидкістю сканування 0,4 (1) та 10 mm/s (2).

Fig. 3. Comparison of the elemental composition of 12Cr18Ni10Ti steel after treatment with a femtosecond laser with a scanning speed of the laser beam of 0.4 (1) and 10 mm/s (2).

Встановлено, що розподіл основних легувальних елементів на поверхні сталі 12Х18Н10Т (Fe, Cr, Ni, Ti) нерівномірний та залежить від швидкості сканування лазерним променем (рис. 3). За швидкості сканування 0,4 mm/s у різних точках спостерігаємо нестабільний розподіл легувальних елементів, масова частка яких є меншою, ніж у вихідному стані. Особливої уваги заслуговують точки, які при-

падають на світлі ділянки сферичної форми (рис. 2a). Як бачимо, саме у них є значне зменшення концентрації легувальних елементів. Це може свідчити про формування на верхівках борозенок частинок нових фаз, утворених, наприклад, під час абляції [15–17].

Зі збільшенням швидкості сканування фемтосекундним лазерним променем до $V = 10 \text{ mm/s}$ за однакових інших параметрів розподіл легувальних елементів за аналогічними ділянками поверхні має стабільніший характер (рис. 3). Винятком є титан, розподіл якого нерівномірний (рис. 3d). Для пояснення цього необхідні додаткові дослідження. Масова частка решти елементів практично відповідає стандартному хімічному складу досліджуваної сталі.

Отже, залежно від швидкості сканування лазером на поверхні опроміненої сталі формуються ієрархічні структури із відмінним рельєфом та елементним складом. Це дає змогу розширити застосування аустенітної сталі 12X18H10T, поверхня якої набуватиме специфічних адгезивних чи оптичних властивостей.

ВИСНОВКИ

Встановлено, що зміна швидкості сканування лазерним променем впливає на мікрорельєф поверхневих шарів сталі, форму, розміри, концентрацію та розподіл легувальних елементів на її окремих ділянках. Зокрема, низькі швидкості сканування ($0,4 \text{ mm/s}$) не формують чітко орієнтованої періодичності структури. За більших швидкостей сканування (10 mm/s) утворюються типові періодичні поверхневі структури. Для них характерне чергування майже безперервних довгих опуклих борозенок зі заглибленнями, вкритими округлими фрагментами структури різного розміру. Утворення своєрідного мікрорельєфу поверхні можна пояснити комплексною дією лазерного випромінювання, яке інтенсифікує перерозподіл легувальних елементів сталі у поверхневих шарах, подекуди змінюючи їх елементний склад, ініціює деформаційні фазові перетворення, сприяє фрагментації та подрібненню мікроструктури.

Автори висловлюють вдячність Польському національному агентству академічних обмінів у межах програми STARS EU (номер гранту BNI-UE-2023-8, акронім STARS CUT-UA), Польському національному центру досліджень і розвитку в Польщі та Австралійському дослідницькому Центру мікроскопії та мікроаналізу Університету Квінсленда.

1. *Influence of femtosecond laser marking on the corrosion resistance of stainless steels* / S. Valette, Ph. Steyer, L. Richard, B. Forest, and Ch. Donnet // Appl. Surf. Sci. – 2006. – 252, № 13. – P. 4696–4701. DOI: 10.1016/j.apsusc.2005.07.161
2. *Bauerhenne B. Materials interaction with femtosecond lasers: theory and ultra-large-scale simulations of thermal and nonthermal phenomena.* – Springer, 2021. DOI: 10.1007/978-3-030-85135-4
3. *Introducing a new optimization tool for femtosecond laser-induced surface texturing on titanium, stainless steel, aluminum and copper* / K. M. T. Ahmmed, E. J. Y. Ling, P. Servio, and A.-M. Kietzig // Opt. Laser Eng. – 2015. – 66. – P. 258–268. DOI: 10.1016/j.optlaseng.2014.09.017
4. *Femtosecond laser-induced periodic surface structures* / J. Bonse, J. Krüger, S. Höhm, and A. Rosenfeld // J. of Laser Application. – 2012. – 24, № 4. – Article number 042006. DOI: 10.2351/1.4712658
5. *Young J. F., Sipe J. E., van Driel H. M. Laser-induced periodic surface structure. III. Fluence regimes, the role of feedback, and details of the induced topography in germanium* // Phys. Rev. B. – 1984. – 30, № 4. – P. 2001–2015. DOI: 10.1103/PhysRevB.30.2001
6. *Femtosecond laser-induced periodic surface structures on steel and titanium alloy for tribological applications* / J. Bonse, R. Koter, M. Hartelt, D. Spaltmann, S. Pentzien, S. Höhm, A. Rosenfeld, and J. Krüger // Appl. Phys. A. – 2014. – 117. – P. 103–110. DOI: 10.1007/s00339-014-8229-2

7. *Gecys P.* Ripple formation by femtosecond laser pulses for enhanced absorptance of stainless steel // *J. Laser Micro/Nanoeng.* – 2015. – **10**. – P. 129–133.
DOI: 10.2961/jlmn.2015.02.0004
8. *Fabrication of anti-reflective structures using hot embossing with a stainless steel template irradiated by femtosecond laser* / T. F. Yao, P. H. Wu, T. M. Wu, C. W. Cheng, and S. Y. Yang // *Microelectron. Eng.* – 2011. – **88**. – P. 2908–2912. DOI: 10.1016/j.mee.2011.03.023
9. *Surface micro- and nano-texturing of stainless steel by femtosecond laser for the control of cell migration* / M. Martínez-Calderon, M. Manso-Silván, A. Rodríguez, M. Gomez-Aranzad, J. García-Ruiz, S. Olaizola, and R. Martín-Palma // *Sci. Rep.* – 2016. – **6**. – Article number 36296. DOI: 10.1038/srep36296
10. *Surface micro-structuring of type 304 stainless steel by femtosecond pulsed laser: effect on surface wettability and corrosion resistance* / A. K. Singh, B. Sunil Kumar, P. Jha, A. Mahanti, K. Singh, V. Kain, and S. Sinha // *Appl. Phys. A.* – 2018. – **124**. – Article number 846. DOI: 10.1007/s00339-018-2243-8
11. *Corrosion behavior of steels after laser surface melting* / A. Conde, R. Colaco, R. Vilar, and J. de Damborenea // *Mater. Des.* – 2000. – **21**. – P. 441–445.
DOI: 10.1016/S0261-3069(00)00037-6
12. *Femtosecond laser treatment for improving the corrosion resistance of selective laser melted 17-4PH stainless steel* / L. Meng, J. Long, H. Yang, W. Shen, C. Li, C. Yang, M. Wang, and J. Li // *Micromachines.* – 2022. – **13**, № 7. – P. 1089. DOI: 10.3390/mi13071089
13. *Study of structure and morphology of surface layers formed on TRIP steel by the femtosecond laser treatment* / Z. A. Duriagina, T. L. Tepla, V. V. Kulyk, R. Y. Kosarevych, V. V. Vira, and O. A. Semeniuk // *J. of Achievements in Mater. and Manufacturing Eng.* – 2019. – **93**, № 1–2. – P. 5–19. DOI: 10.5604/01.3001.0013.4137
14. *Anil S. and Sucharita S.* Numerical simulation of the period of generated surface micro-protrusions on titanium and stainless steel targets by femtosecond laser irradiation // *J. of Appl. Phys.* – 2020. – **128**, № 12. – Article number 124903. DOI: 10.1063/5.0007525
15. *Jervis T. R., Williamson D. L., and Hirvonen J. P.* Characterization of the surface oxide formed by excimer laser surface processing of AISI 304 stainless steel // *Mater. Lett.* – 1990. – **9**. – P. 379–383. DOI: 10.1016/0167-577X(90)90070-3
16. *Vorobyev A. and Guo Ch.* Direct femtosecond laser surface nano/microstructuring and its applications // *Laser Photonics Rev.* – 2013. – **3**. – P. 385–407.
DOI: 10.1002/lpor.201200017
17. *Relaxation dynamics of femtosecond-laser-induced temperature modulation on the surfaces of metals and semiconductors* / Y. Levy, T. J.-Y. Derrien, N. M. Bulgakova, E. L. Gurevich, and T. Mocek // *Appl. Surf. Sci.* – 2016. – **374**. – P. 157–164.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.10.159>

Одержано 15.08.2024