

## ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ТИТАНА ПРИ ЕГО ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ

С.В. Васильев, А.Ю. Иванов, А.Л. Ситкевич

<sup>1)</sup>Гродненский государственный университет им. Янки Купалы,  
ул. Ожешко 22, 230023 Гродно, Беларусь, [ion\\_ne@mail.ru](mailto:ion_ne@mail.ru)

Методом рентгеновской дифрактометрии обнаружено изменение кристаллической структуры титана в зоне воздействия на его поверхность лазерного излучения с плотностью потока  $10^4 - 10^5$  Вт/см<sup>2</sup>. Показано, что при воздействии лазерного излучения на поверхность титановых образцов их кристаллическая структура меняется в облученной зоне с равновесной на искаженную (имеющую форму параллелепипеда, отличную от куба). Сделано предположение о связи обнаруженного эффекта с возникновением значительных микронапряжений в зоне быстрого нагревания металла. Проведен расчет количества элементарных ячеек, подвергшихся пространственной трансформации в ходе лазерного воздействия. Получено хорошее согласие рассчитанных и полученных в ходе экспериментальных исследований результатов. Обнаруженный эффект может быть связан с анизотропностью теплового расширения металла. Эффект может усиливаться внутренним напряжением в облученной зоне в ходе формирования в металлическом образце акустических волн.

**Ключевые слова:** импульсное лазерное излучение; рентгеновская дифрактометрия; титан; изменение кристаллической структуры; корреляционная функция; микротвердость.

## TITANIUM STRUCTURE CHANGE DURING ITS LASER TREATING

S.V. Vasiliev, A.Yu. Ivanov, A.L. Sitkevich

Grodno State University Yanka Kupala,  
22 Ozheshko Str., 230023 Grodno, Belarus, [ion\\_ne@mail.ru](mailto:ion_ne@mail.ru)

A change in the crystal structure of titanium in the zone of exposure to laser radiation with a flux density of  $10^4 - 10^5$  W/cm<sup>2</sup> was detected by X-ray diffractometry. It is shown under the action of laser radiation on the surface of metal samples, their crystal structure changes in the irradiated zone from equilibrium to distorted (having a parallelepiped shape different from the cube). Proposition of the connection of the discovered effect with substantial microstresses appearance in the zone of fast heating of metal was made. Calculation of the number of elementary cell spatially transformed during laser treating was made. A good agreement between calculated and obtained during experimental investigations results was received. It is indicated that the discovered effect can be connected with the anisotropy of heat broadening of metal. This effect can be amplified by the internal stress in the irradiated zone during acoustic waves formation in the metal sample.

**Keywords:** pulse laser radiation; X-ray diffractometry; titanium; changes of crystalline structure; correlation function; microhardness.

### Введение

На сегодняшний день лазерные технологии широко проникли в нашу жизнь, поскольку они являются эффективными, а главное, результативными методами. При этом наблюдается четко выраженное изменение ряда физических свойств материалов. Например, при лазерной обработке многих металлов их твердость может увеличиваться более чем на 30 %. В то же время в его объеме не происходят изменения состава, отсутствуют и фазовые переходы 1-го рода, хотя, конечно, может увеличиваться концентрация дефектов, как

линейных, так и точечных. Изменение степени дефектности может привести к уменьшению степени упорядочения атомов, то есть к искажениям его кристаллической структуры. Объяснения таких изменений следует искать в особенностях протекания процесса лазерной обработки вещества. Существенно, что лазерное излучение может иметь не только различную плотность потока, но и обладать сложной пространственной, временной, а в ряде случаев и спектральной структурой, его воздействие на облучаемый объект может быть не только тепловым

(энергетическим), но и приводить к разнообразным селективным физическим и физико-химическим процессам. Следует, однако, отметить, что механизмы указанного воздействия лазерного излучения на вещество еще недостаточно изучены. В связи с этим возникает необходимость в изучении процессов, протекающих при лазерной обработке твердого тела.

Целью данной работы является изучение изменения структуры образцов из титана, подвергшихся воздействию лазерного излучения (ЛИ) с плотностью потока  $10^4 - 10^5$  Вт/см<sup>2</sup>, а также объяснение обнаруженных структурных изменений.

### Методика исследований и экспериментальная установка

Схема использовавшейся в работе экспериментальной установки приведена на рисунке 1. Цифрой «1» обозначен источник лазерного излучения (ЛИ) – рубиновый лазер ГОР-100 М (с длиной волны  $\lambda = 0.694$  мкм), работающий в режиме свободной генерации (длительность импульса  $\tau \sim 1.2$  мс). Цифрой «2» обозначена фокусирующая система, пройдя через которую, ЛИ направлялось на образец 3. В качестве фокусирующих использовались как однолинзовые, так и двухлинзовые системы, что позволяло строить изображение диафрагмы 4 на поверхности образца 3 в виде пятна с резкими краями (диаметр варьировался в ходе экспериментов от 1 до 2 мм), что, в свою очередь, обеспечивало изменение плотности потока излучения  $q$  от  $10^4$  до  $10^6$  Вт/см<sup>2</sup>. Часть (~ 4%) ЛИ направлялась передней гранью стеклянного клина 5 в измеритель энергии ИМО-2Н 6, входной зрачок которого был расположен в фокальной плоскости линзы 7. Энергия лазерных импульсов  $E_0$  варьировалась в пределах от 5 до 60 Дж. Отраженное задней гранью клина излучение направлялось на коаксиальный фотоэлемент ФЭК-14 8, сигнал с которого подавался на вход осциллографа С8-13, и использовался для регистрации временной формы лазерного импульса.

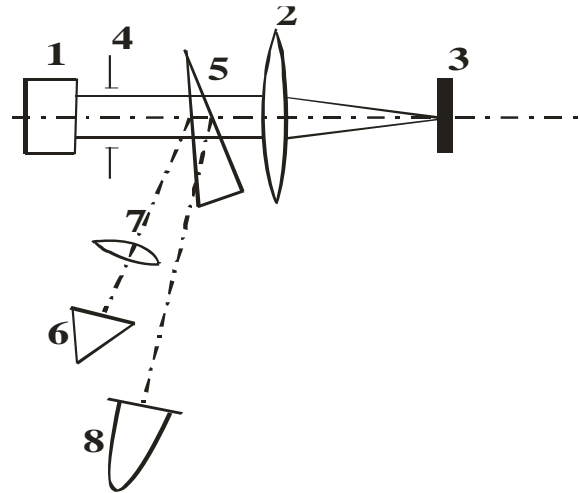


Рис. 1. Схема экспериментальной установки  
Fig. 1. Schematic diagram of the experimental setup

Для определения структурных изменений образцов из металла (сплошные поликристаллические), в равновесном состоянии имеющих кубическую гранецентрированную кристаллическую решетку, до и после воздействия лазерного излучения, использовался рентгеновский дифрактометр ДРОН-2.0. В дифрактометре использовалось излучение линии  $K_\alpha$  от трубки с медным антикатодом, фильтрованное никелевым стандартным фильтром на длине волны 154.050 пм.

### Результаты и их обсуждение

Рассмотрим воздействие излучения лазера ГОР-100 М с плотностью потока  $q \sim 5 \cdot 10^4$  Вт/см<sup>2</sup> на титановый образец ( $\alpha$ -Ti). Известно, что, как правило, титан может существовать в двух кристаллических структурах:  $\alpha$ -Ti и  $\beta$ -Ti. Если титан кристаллизуется при низких температурах (комнатная температура), образуется гексагональная плотноупакованная (ГПУ) структура  $\alpha$ -Ti. Если же он кристаллизуется при высоких температурах, формируется объемно-центрированная кубическая (ОЦК) структура  $\beta$ -Ti. Полное преобразование кристаллической структуры из одной в другую происходит при температуре  $882 \pm 2$  °С. Поскольку до начала лазерного воздействия температура облучаемого образца была комнатной, будем рассматривать лазерную обработку мишени из  $\alpha$ -Ti.

На рисунке 2 представлены рентгенограммы образца до и после его обработки, из которых видно, что после лазерной обработки наблюдается изменение интенсивности рефлексов, их положения и профилей. Например, практически исчез рефлекс 103.

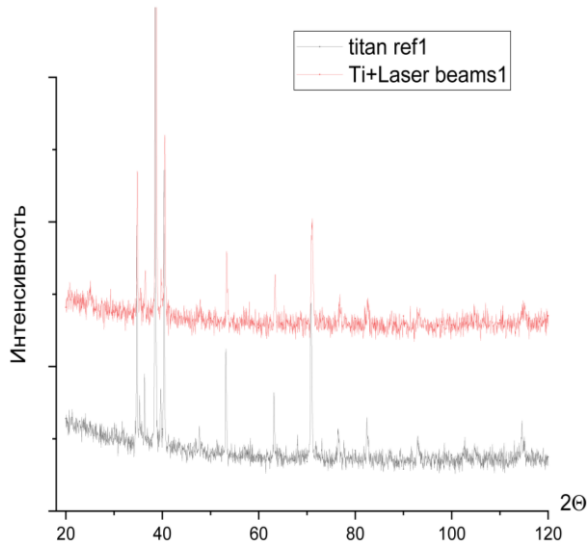


Рис. 2. Рентгенограммы  $\alpha$ -Ti до (нижняя) и после (верхняя) лазерной обработки  
Fig. 2. X-ray patterns of  $\alpha$ -Ti before (lower) and after (upper) laser treatment

Как известно, каждый максимум интенсивности на рентгенограмме – это результат отражения рентгеновского излучения  $n$ -го порядка от серии плоскостей  $(hkl)$  с межплоскостным расстоянием  $d_{hkl}$ , соответствующим углу скольжения  $\theta$ . Прежде всего определяем положение максимумов интенсивности сигнала на рентгенограмме и соответствующие им значения углов  $2\theta$ . Уравнение Вульфа-Брэгга однозначно устанавливает связь между  $d_{hkl}$  и длиной волны характеристического излучения, в котором получена рентгенограмма. Определив  $d_{hkl}$ , рассчитываем относительную интенсивность и  $\sin^2\theta$ .

По графику Хэлла для индентирования рентгенограмм кристаллов с гексагональной компактной структурой находим значения  $hkl$ .

Рассмотрим изменение кристаллической структуры титанового образца, подвергнувшегося обработке излучением лазера ГОР-100 М с плотностью потока

$q \sim 5 \cdot 10^4$  Вт/см<sup>2</sup>. С этой целью по имеющимся в литературе [6] значениям параметров ячейки  $\alpha$ -Ti  $a = b = 0.2953$  нм,  $c = 0.4729$  нм методом подбора  $(hkl)$  определяем теоретические значения  $\sin^2\theta$ . Затем определим рассчитанные по данным экспериментальных исследований параметры элементарной ячейки.

Расчеты показывают, что распределения параметров элементарных ячеек до и после лазерного облучения достаточно сильно отличаются друг от друга.

Для более детального изучения характера структурных изменений необходимо исследовать не только положения, но и интенсивности рентгеновских рефлексов, для чего был использован метод межатомной функции (метод Патерсона). Для этого необходимо определить

$$P(\vec{u}) = \frac{1}{V_{11}} \int \rho(\vec{r}) \rho(\vec{r} - \vec{u}) d\vec{r} - \text{самосвертку}$$

ку функции электронной плотности.

Результаты расчетов показывают, что при воздействии на титановый образец излучения рубинового лазера с  $q \sim 5 \cdot 10^4$  Вт/см<sup>2</sup> расщепления максимума  $P(\vec{u})$  не наблюдается, в то же время как ширины максимумов рентгеновских дифрактограмм, так и форма функции  $P(\vec{u})$  существенно меняется. Это свидетельствует о значительном изменении концентрации дефектов кристаллической решетки в обработанной лазерным излучением зоне. При этом микротвердость титана в облученной зоне существенно (на  $\sim 50$  %) увеличивается.

Стоит также отметить, что при плотностях потока ЛИ, достаточных для плавления металла в зоне обработки ( $q > 10^6$  Вт/см<sup>2</sup>), изменение дифрактограмм не наблюдалось, а микротвердость немного уменьшалась.

### Расчет доли ячеек, изменивших свою геометрию.

Для начала рассмотрим изменение кристаллической структуры образца из титана при его обработке излучением лазера

ГОР-100 М с плотностью потока  $q \sim 5 \cdot 10^4$  Вт/см<sup>2</sup>. Прежде всего, необходимо выяснить, какое количество элементарных ячеек находилось в зоне облучения в ходе эксперимента. Для этого надо знать объем образца и объем одной ячейки. Поскольку кристалл  $\alpha$ -Ti обладает гексагональной плотноупакованной (ГПУ) элементарной ячейкой, т.е. описывается двумя параметрами  $a$  и  $c$  ( $\alpha = \beta = 90^\circ$ ,  $\gamma = 120^\circ$ ), то объем ячейки до обработки можно считать равным

$$V_{\text{cell}} = c \cdot a^2 \cdot \sin \gamma = 3,42 \cdot 10^{-29} \text{ м}^3 .$$

Для расчета объема образца необходимо принять во внимание следующие факты. Во-первых, используемое в ходе эксперимента лазерное излучение не может проникнуть вглубь образца из титана на глубину, превышающую длину волны. Во-вторых, по ширине лазерное излучение не может выйти за границы пятна фокусировки. Поэтому в качестве подвергаемого обработке объекта будем рассматривать цилиндр с высотой, равной длине волны рубинового лазера ( $h = \lambda = 0.694$  мкм), и диаметром, равным диаметру пятна фокусировки ( $d = 2$  мм). В таком случае объем образца можно найти следующим образом:

$$V_{\text{Ti}} = \frac{\pi d^2}{4} \lambda = 2,17 \cdot 10^{-12} \text{ м}^3 .$$

Таким образом, можем определить число ячеек, приходящихся на исследуемый объем:

$$N_{\text{cell}} = \frac{V_{\text{Ti}}}{V_{\text{cell}}} = 6,34 \cdot 10^{16} \text{ м}^3 .$$

На втором этапе необходимо определить, сколько ячеек смогло бы трансформироваться в деформированные параллелепипеды, если бы вся энергия воздействующего пучка тратилась на разрушение ячеек.

Сначала определим энергию кристаллической решетки в основном состоянии. Квантовый расчет энергии связи частиц металла представляет одну из наиболее трудных задач теории твердого тела. Эту задачу можно отнести к проблеме многих

тел. В настоящее время неизвестно строгое решение этой задачи ни в классической, ни в квантовой механике даже в случае трех тел. Однако существуют приближенные методы расчета (метод Габера, метод Вингера и Зейтца и др.), при чем расчеты энергии хорошо согласуются между собой]. Воспользуемся ионной моделью, описанной в [1]. Учитывая, что в кристаллах меди реализуется металлический тип химической связи, можно сказать, что кристалл меди состоит из решетки положительных ионов, которые погружены в электронную жидкость (газ). В таком случае энергию сцепления можно рассчитать с помощью методов, используемых при расчете сцепления ионных кристаллов. Как известно, в состоянии равновесия силы притяжения должны уравновешиваться силами отталкивания. Поскольку в металлах силы отталкивания связаны с движением электронов, создающих давление внутри металла, а давление связано с их кинетической энергией, то можно утверждать, что притяжение уравновешивает кинетическую энергию электронов. Как известно, энергия кристаллической решетки характеризует количество энергии, которое необходимо затратить для разрушения кристаллической решетки на составные части и удаления их друг от друга на бесконечно большое расстояние, то есть на преодаление сил притяжения. Таким образом получим:

$$E_{\text{cell}} = \frac{3}{5} E_F = \frac{3 \hbar^2}{10 m_e} \left( \frac{3 \pi^2 \rho N_A}{\mu} \right)^{\frac{2}{3}} = 4,14 \text{ эВ} .$$

где  $E_F$  – энергия Ферми,  $\hbar$  – постоянная Планка,  $m_e$  – масса электрона,  $\rho$  – плотность титана,  $N_A$  – постоянная Авогадро,  $\mu$  – молярная масса титана.

Определим число ячеек, способных изменить кристаллическую структуру в облученной области с кубической гранецентрированной на тетрагональную.

$$N_{\text{trans}} = \frac{E_{\text{abs}}}{E_{\text{cell}}} = 6,02 \cdot 10^{18} \text{ ячеек}$$

где  $E_{\text{abs}}$  – поглощенная энергия (4 Дж).

Однако следует учесть, что не вся энергия лазерного пучка поглощается. Часть отражается, преломляется и рассеивается, и лишь оставшаяся энергия ( $\sim 0,5\%$ ) проникает внутрь образца, поглощается и переходит в тепло. Таким образом, реальное число ячеек, способных изменить кристаллическую структуру будет порядка  $3 \cdot 10^{16}$  ячеек, что составляет 47% от общего числа ячеек.

По нашему мнению, механизм подобной трансформации может быть следующим. В наших условиях временная форма импульса представляет собой хаотический набор пиков длительностью  $\sim 1$  мкс каждый. Как показывают расчеты, подобные приведенным в [2], каждый такой пик вызывает увеличение в течении  $\sim 1$  мкс температуры на поверхности пятна фокусировки лазерного излучения на несколько сот  $^{\circ}\text{K}$  (для титана около  $150^{\circ}\text{K}$ ). Поскольку основная масса металлического образца не нагрета, тепловое расширение облученной зоны происходит в основном в направлении лазерного луча. Остывание нагретой зоны также происходит достаточно быстро [2] (за  $\sim 1$  мкс для титана), т.е. до начала действия на образец следующего пика лазерного излучения. За это время искаженная форма деформированной зоны облучения не успевает восстановиться, т.е. форма облученной зоны «замораживается». Эффект может усиливаться внутренним напряжением в облученной зоне в ходе формирования в металлическом образце акустических волн.

Все это наряду с локальным нагревом может привести к тому, что исходная ячейка в кристаллах может искажаться, причем увеличение размера ячейки в области облучения происходит в перпендикулярном и, в меньшей степени, параллельном поверхности поликристалла направлениях. Как известно, значение параметра ячейки, определяемое квадратич-

ной формулой, не зависит от кристаллографического индекса рефлексов, полученных рентгенографическими методами только для идеальных кристаллов. В реальных (дефектных) кристаллах флуктуации параметров ячейки могут существенно превышать погрешности эксперимента.

Возникающие механические микронапряжения могут приводить также к изменению (гофрировке) микрорельефа поверхности облученного образца, что наблюдалось методом атомно-силовой микроскопии.

### Заключение

Проведенные исследования показали, что при действии лазерного излучения на поверхность образцов из титана их кристаллическая структура меняется в облученной зоне с равновесной на искаженную (имеющую форму параллелепипеда, отличную от куба). Получено хорошее согласие рассчитанных и полученных в ходе экспериментальных исследований результатов.

### Библиографические ссылки

1. Павлов П.В., Хохлов А.Ф. Физика твердого тела: Учеб. пособие. Изд. 3-е. М.: Высш. шк., 2000. 494 с.
2. Босак Н.А., Васильев С.В., Иванов А.Ю. и др. Особенности формирования кратера на поверхности металла, облучаемого повторяющимися лазерными импульсами. *Квантовая электроника* 1999; 27(1): 69-72.

### References

1. Pavlov P.V., Hohlov A.F. Fizika tverdogo tela [Solid state physics] Ucheb. posobie. Izd. 3-e. M.: Vyssh. shk., 2000. 494 s. (In Russian).
2. Bosak N.A., Vasiliev S.V., Ivanov A.Yu. et al. Osobennosti formirovaniya kratera na poverhnosti metalla, obluchaemogo povtoryayuschimisya lasersnimi impulsami [Peculiarities of crater formation on the surface of metal irradiated by repeating laser pulses]. *Kvantovaya Elektronika* 1999; 27(1): 69-72. (In Russian).