

УДК 535.8

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ СОЕДИНЕНИЯ СТЕКЛО–МЕТАЛЛ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ЛАЗЕРОВ УЛЬТРАКОРОТКИХ ИМПУЛЬСОВ

© 2024 г. М. А. Мурзаков^{1,*}, Н. Н. Евтихий^{1,2}, Д. В. Мясников¹, Н. В. Грезев¹,
Д. А. Антипов^{1,3}, Д. М. Катаев¹, Е. Д. Шевелкина¹

Представлено академиком РАН Ю.Н. Кульчиным 25.03.2024 г.

Поступило 28.03.2024 г.

После доработки 28.03.2024 г.

Принято к публикации 02.04.2024 г.

Исследуется микроструктура сварного слоя, получаемого при воздействии лазерного ультракороткого импульса на соединение стекло–металл. Исследование сварного шва позволило выявить эффект термодиффузии химических элементов стекла и металла в зону соединения в соотношении 50 : 50% от каждого материала. Величина переходного слоя сварного соединения между стеклом и металлом составила значения 2–3 мкм. Результаты работы также показывают, что при соединениях хромоникелевой нержавеющей стали с боросиликатным стеклом образуются связи типа Fe–O–Si, а соединение алюминиевого сплава серии 6000 с боросиликатным стеклом приводит к образованию оксидов алюминия Al_2O_3 .

Ключевые слова: пикосекундный волоконный лазер, лазерная сварка стекло–металл, ультракороткий импульс (УКИ), микроструктура

DOI: 10.31857/S2686740024030057, EDN: KAHNDGW

В современных устройствах широко используют такие материалы, как металл и стекло в различных конструктивах, например, в полупроводниках, автомобилестроении, медицине и МЭМС [1–4]. Для получения высокоточных и прочных соединений все большую популярность приобретает новая технология – лазерная микросварка [5–7]. В отличие от традиционных способов соединения стекла с металлом, таких как клеевые композиции, диффузионная сварка и механическое соединение, лазерная микросварка лишена основных недостатков данных способов – долговременная деградация клея, высокотемпературное воздействие и т.д. Однако при лазерной микросварке соединения

стекло–металл из-за значительных различий в физических свойствах этих материалов, таких как коэффициенты термического расширения, температуры плавления и теплопроводности, возникает ряд проблем. Эти проблемы могут включать в себя образование трещин в стекле, возникновение больших напряжений и создание непрочного соединения двух материалов. Для решения данных проблем проводятся исследования в различных лабораториях Европы, Азии и США [2–9]. Лазерную микросварку соединений стекло–металл можно разделить на два вида:

1. Лазерная сварка с использованием наносекундных лазеров.
2. Лазерная сварка с использованием лазеров ультракоротких импульсов (УКИ).

В первом случае лазерный импульс, следуя линейному закону, нагревает металл, в результате чего образуется соединение стекло–металл. При воздействии УКИ высокой частоты

¹ООО НТО “ИРЭ-Полус”,

Фрязино, Московская обл., Россия

²Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Москва, Россия

³Институт общей физики им. А.М. Прохорова

Российской академии наук, Москва, Россия

*E-mail: clericfull@gmail.com

Таблица 1. Химический состав материалов

Материал	O	Na	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Всего
Боросиликатное стекло	60.34	3.19	1.49	34.98	–	–	–	–	100
Алюминиевый сплав серии 6000	7.67	–	92.33	–	–	–	–	–	100
Хромоникелевая нержавеющая сталь AISI 321	–	–	–	–	19.07	0.79	71.86	8.29	100

происходит многофотонное поглощение лазерного излучения в стекле и линейное (однофотонное) – в металле. В результате оба материала подвергаются плавлению и происходит формирование соединения двух разнородных материалов. Многочисленные исследования, посвященные лазерной микросварке стекла и металла, сосредоточены на выявлении оптимальных технологических параметров данного процесса [2–6]. Однако существует недостаток информации относительно микроструктуры и химического состава, возникающей в зоне перехода двух разнородных материалов. В работе [7] проведен микроструктурный анализ микросварки соединения алюминий–стекло. В результате исследований было показано, что при воздействии УКИ лазеров образуются оксиды алюминия Al_2O_3 в двух фазах – β и γ . Дальнейших исследований микроструктуры соединений при воздействии УКИ на другие типы металлов со стеклом не проводилось. Проведение таких исследований об образовании различных фаз и структур в зоне перехода стекло–металл требуется для расширения понимания процесса сварки двух разнородных материалов. Это позволит улучшить эффективность данного технологического процесса и повысить качество сварных соединений.

Учитывая вышесказанное, целью данной работы является исследование микроструктуры сварных соединений боросиликатного стекла

с хромоникелевой нержавеющей сталью AISI 321 и алюминиевым сплавом серии 6000 при воздействии УКИ.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

1.1. Оборудование и материалы

В исследовании использовался пикосекундный волоконный лазер YLPP-100-3-50-R (производства компании НТО “ИРЭ-Полюс”) с пиковой мощностью 30 МВт, длительность импульса 1–3 пс, параметр $M^2 = 1.22$, энергия в импульсе 100 мкДж, дискретная частота – 100, 200 и 500 кГц.

Для фокусирования лазерного излучения в работе использовался сканер плоского поля с фокусирующей линзой $F = 100$ мм. Расчетный размер пятна обработки составил значение 16 мкм в фокальной плоскости объектива.

Исходным материалом для проведения экспериментов были выбраны боросиликатное стекло, хромоникелевая нержавеющая сталь AISI 321, алюминиевый сплав серии 6000. Химические составы данных материалов представлены в табл. 1.

На рис. 1 показан эскиз образца после проведения лазерной сварки и указаны области, которые вырезались для дальнейших исследований.

Образцы для проведения исследований на сканирующем электронном микроскопе подготавливались следующим образом: сначала осуществлялась резка дисковой пилой на низкой

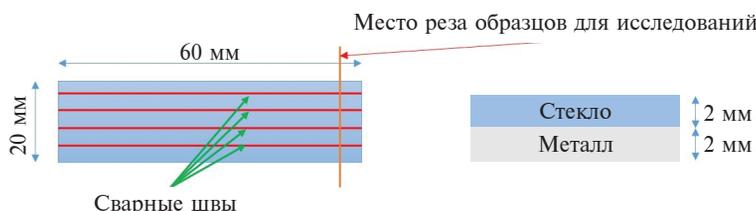


Рис. 1. Эскизы образцов с указанием размеров и мест для исследований: а – вид сверху на образец, б – вид с торца.

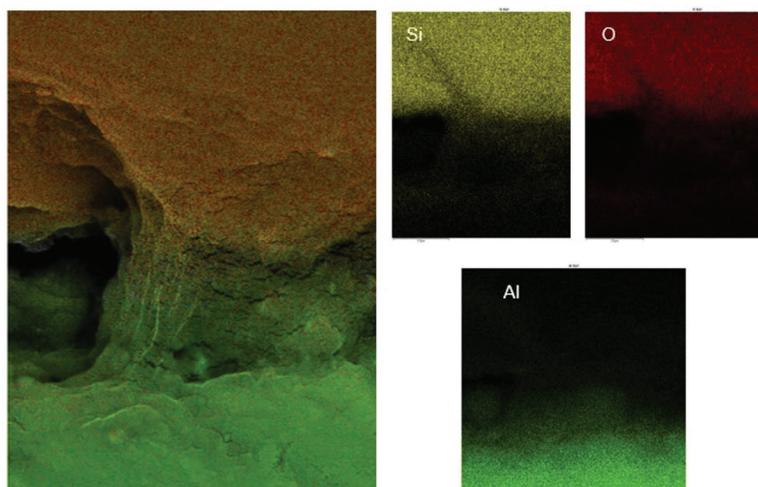


Рис. 2. Изображение поверхности сварки с наложением EDS-карты распределения элементов.

скорости с целью уменьшения растрескивания стекла, затем выполнялась шлифовка образца до получения зеркальной поверхности.

1.2. Исследование сварных соединений

Элементный анализ твердых веществ выполняли с помощью электронного микроскопа, в котором используется энергодисперсионный рентгеновский детектор (EDS-детектор). Аналитический метод, лежащий в основе принципа работы детектора, базируется на анализе возбуждаемого электронным пучком рентгеновского излучения, характерного для каждого химического элемента. Исследуя энергетический спектр такого излучения, можно сделать вывод как о качественном, так и о количественном составе образца. Глубина выхода рассеянного рентгеновского излучения, регистрируемого EDS-детектором, составляет от 1 до 3 мкм. Минимальное регистрируемое содержание химических элементов составляет 0.1 вес. %. Поэтому в случае исследования образцов содержание и присутствие некоторых элементов будет зависеть от энергии электронов. Изображения поверхности образца получены с помощью детектора обратно отраженных электронов (BSE-детектор) при ускоряющем напряжении 15 кВ.

Таблица 2. Элементный состав сварного шва образца алюминий–стекло

Область анализа	O	Na	Al	Si	Всего
Боросиликатное стекло	60.34	3.19	1.49	34.98	100
Алюминий серии 6000	7.67	–	92.33	–	100
Сварной шов (центральная область)	43.09	1.81	25.11	22.90	100

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

2.1. Технологические результаты сварки соединения стекло–металл

Проведена серия экспериментов по подбору технологических режимов сварки соединения стекло–металл. В ходе эксперимента варьировались следующие параметры: скорость сварки и энергия в импульсе. Скорость сварки изменялась в диапазонах от 10–30, 120 и 500 мм/с. Энергия в импульсе изменялась в пределах от 20 до 60 мкДж. Стоит отметить, что при энергиях выше 40 мкДж наблюдались дефекты в виде трещин, вызванные высокими напряжениями в стекле после лазерного воздействия.

Сварные соединения нержавеющей сталь – стекло выполнялись на следующих технологических параметрах: скорость сварки 120 мм/с, энергия в импульсе от 30 до 40 мкДж; для соединения алюминий–стекло: скорость сварки составила 500 мм/с, энергия от 30 до 40 мкДж. Были подготовлены 2 образца для дальнейших исследований на электронном микроскопе.

2.2. Исследование сварных соединений алюминий–стекло

На рис. 2 представлено изображение участка поверхности соединения алюминий–стекло.

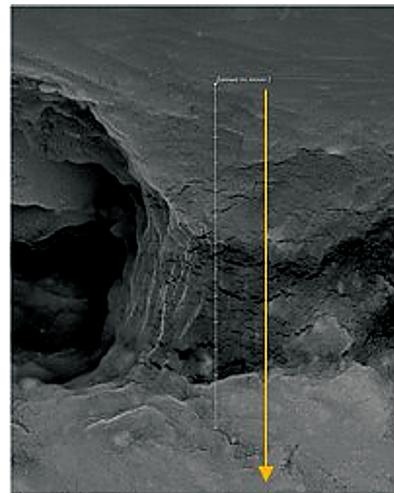
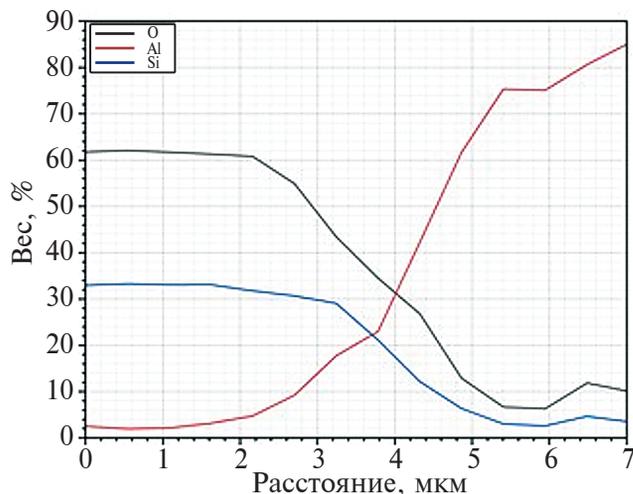


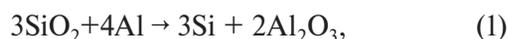
Рис. 3. Профиль сканирования элементного состава сварного шва алюминий–стекло и график изменения концентрации химических элементов.

Результаты элементного анализа исследуемой области образца алюминий–стекло приведены в табл. 2 и на рис. 2, 3. На рис. 3 представлено электронное изображение сварного шва с схематично отображенным профилем сканирования элементного состава, а также график изменения концентрации химических элементов. Профиль состоит из 14 точек с шагом сканирования 0.5 мкм. Полученные данные свидетельствуют о различии сварного шва от состава материала стеклянной пластины (SiO_2) и металлической пластины (Al). В табл. 2 приведен элементный состав сварного шва алюминий–стекло.

Из рис. 3 видно, что переходная зона сварного шва составляет 3 мкм. Анализ данных из табл. 3 показывают, что в зоне перехода алюминий–стекло присутствуют элементы как из стеклянной пластины, так и алюминия, пропорция которых составляет 50 : 50% от каждого материала. Учитывая, что процесс лазерной сварки УКИ-лазерами происходит за короткие временные интервалы, стабильные формы соединения между элементами стекла и алюминия внутри зоны перехода не возникают. При традиционной импульсной лазерной сварке значения времени жизни сварочной ванны, при которых формируются прочные металлические связи, составляют значения ≈ 100 мс.

Известно, что алюминий и кремний способны образовывать металлические соединения, известные как силумины. Однако авторы [7]

утверждают, что в зоне перехода алюминий–стекло образуются наноразмерные частицы алюминия и кремния, а также образуются оксиды алюминия Al_2O_3 в γ - и β -фазах. Согласно исследованиям [10, 11], в ходе равновесия алюминий способен освобождать кремний через реакцию (1):



где Al_2O_3 – оксид алюминия в α -фазе. Согласно авторам статьи [7], при воздействии УКИ

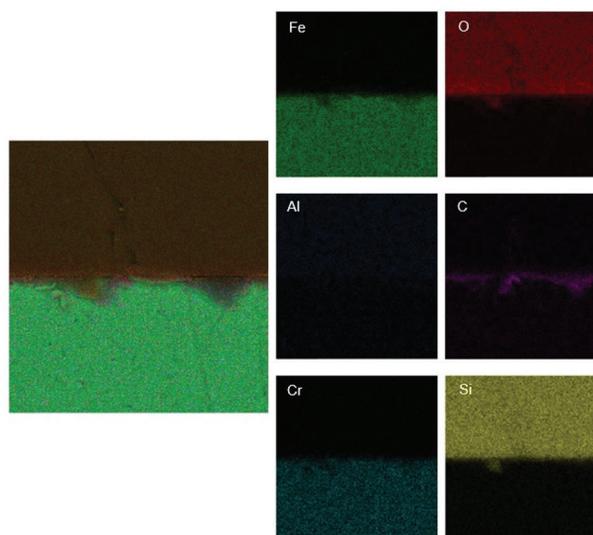


Рис. 4. Изображение поверхности сварки образца нержавеющей стали – стекло в контрасте BSE-электронов при ширине поля обзора 20 мкм, изображение поверхности сварки с наложением EDS-карты распределения элементов.

Таблица 3. Элементный состав сварного шва образца нержавеющая сталь – стекло

Область анализа	O	Na	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Всего
Боросиликатное стекло	55.60	2.71	1.34	40.35	–	–	–	–	100
Хромоникелевая нержавеющая сталь AISI 321	–	–	–	–	19.07	0.79	71.86	8.29	100
Сварной шов (центральная область)	24.24	2.22	0.82	20.55	10.17	0.46	37.29	4.25	100

возникают аморфные γ - и β -фазы. Учитывая, что α -фаза является стабильной формой оксида алюминия, а γ - и β -фазы являются метастабильными формами, которые образуются при быстром охлаждении плазмы, содержащей соединения Al–O [12, 13]. Если рассматривать процесс сварки УКИ-лазерами, то плазма локализована в малом объеме и из-за большого градиента температур возможно образование γ - и β -фазы Al_2O_3 .

2.3. Исследование сварных соединений нержавеющей стали – стекло

На рис. 4 представлено изображение участков поверхностей сварного шва хромоникелевой нержавеющей стали и стекла.

Результаты элементного анализа исследуемой области хромоникелевой нержавеющей стали и стекла приведены в табл. 3 и на рис. 4, 5. На рис. 5 представлено электронное изображение сварного шва со схематично отображенным профилем

сканирования элементного состава, а также график изменения концентрации химических элементов. Профиль включает 24 точки с шагом сканирования 0.5 мкм. Согласно полученным данным, в составе стеклянной пластины входят оксиды Si, Al; Na. Состав металлической пластины представляет из себя сплав различных металлов: Fe, Cr, Ni и Mn. В месте сварного шва сторонних включений не обнаружено. В табл. 3 приведен элементный состав сварного шва нержавеющей стали и стекла.

Величина зоны перехода между нержавеющей сталью – стекло составляет значения 3 мкм. Результаты элементного состава сварного соединения показали наличие диффузии элементов на границе раздела стекла и нержавеющей стали при лазерной сварке, где Fe, Cr и Si были основными элементами при формировании сварных швов. Предположительно,

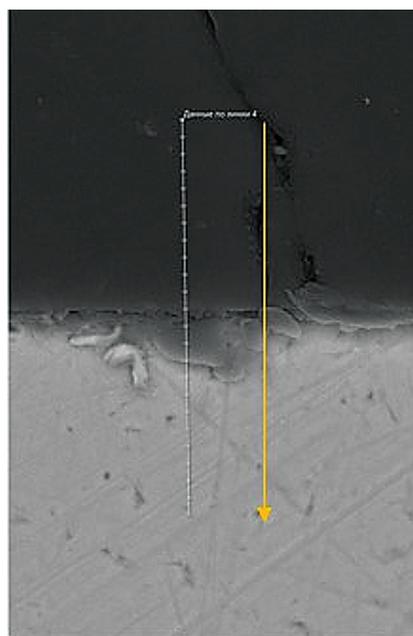
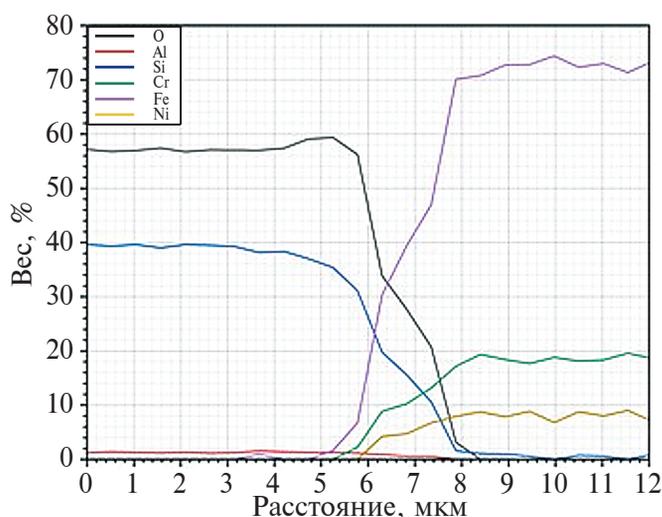


Рис. 5. Профиль сканирования элементного состава сварного шва нержавеющей сталь – стекло и график изменения концентрации химических элементов.

в результате сварки на границе раздела образуются связи Fe–O–Si.

ВЫВОДЫ

1. Проведенные исследования зоны перехода сварного шва стекло–металл при воздействии УКИ-лазера позволили получить ценные данные о процессе формирования сварного шва.
2. Исследование на сканирующем микроскопе показало, что величина зоны перехода стекло–металл составляет 3 мкм.
3. При анализе элементного состава зоны перехода алюминий–стекло и нержавеющей сталь – стекло выявлено, что вклад каждого материала в зону перехода составляет 50:50%.
4. В результате воздействия УКИ-лазера на соединение алюминий–стекло образуются γ - и β -фазы Al_2O_3 , которые представляют собой аморфные фазы, возникающие при большом градиенте температур.
5. В зоне сварного шва нержавеющей стали – стекло были обнаружены связи Fe–O–Si.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы благодарят вице-президента РАН академика РАН Ю.Н. Кульчина за положительную оценку данной работы.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhang J., Chen S., Lu H., et al. The effect of gap on the quality of glass-to-glass welding using a picosecond laser. *Optics and Lasers in Engineering*. 2020. V. 134.
2. Yi R., Chen C., Li Y., et al. The bonding between glass and metal // *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2020. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06018-x>
3. Utsumi A., Ooie T., Yano T., et al. Direct bonding of glass and metal using short pulsed laser. *JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering*. 2007. V. 2. No. 2.
4. Matsuyoshi S., Mizuguchi Y., Muratsugu A., et al. Welding of glass and copper with a rough surface using femtosecond fiber laser pulses // *J. Laser Micro Nanoeng.* 2018. V. 13. No. 1. <https://doi.org/10.2961/jlmn.2018.01.0005>
5. Lipat'eva T.O., Fedotov S.S., Lipat'ev A.S., Lotarev S.V., Shakhgil'dyan G.Yu., Ryabov K.V., Sigaev V.N. Precision Laser Welding of Silica Glass with Iron-Nickel Alloy // *Glass and Ceramics*. 2021. № 11.
6. Carter R.M., Chen J., Shephard J.D., Thomson R.R., Hand D.P. Picosecond laser welding of similar and dissimilar materials // *Applied Optics*. 2014. V. 53. No. 19.
7. Ciuca O.P., Carter R.M., Prangnell P.B., Hand D.P. Characterisation of weld zone reactions in dissimilar glass-to-aluminium pulsed picosecond laser welds // *Materials Characterization*. 2016. V. 120.
8. Carter R.M., Troughton M., Chen J., Elder I., Thomson R.R., D. Esser M.J., Lamb R.A., Hand D.P. Towards industrial ultrafast laser microwelding: SiO₂ and BK7 to aluminum alloy // *Appl. Opt.* 2017. V. 56.
9. Ozeki Y., Inoue T., Tamaki T., Yamaguchi H., Onda S., Watanabe W., Sano T., Nishiuchi S., Hirose A., Itoh K. Direct welding between copper and glass substrates with femtosecond laser pulses // *Appl. Phys. Express*. 2008. V. 1.
10. Liu W., Köster U. Microstructures and properties of interpenetrating alumina/aluminium composites made by reaction of SiO₂ glass preforms with molten aluminium // *Mater. Sci. Eng. A*. 1996. 210. 1–7. [http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093\(95\)10078-4](http://dx.doi.org/10.1016/0921-5093(95)10078-4)
11. Jackson R.W. III. The Effect of Reaction and Infiltration on the Degradation of Refractory Ceramics by Molten Metals. PhD thesis. University of Pittsburgh, 2010.
12. Guilemany J.M., Nutting J., Dougan M.J. A transmission electron microscopy study of the microstructures present in alumina coatings produced by plasma spraying // *J. Therm. Spray Technol.* 1997. V. 6. P. 425–429. <http://dx.doi.org/10.1007/s11666-997-0025-5>
13. Kumar B., Thareja R.K. Synthesis of aluminum oxide nanoparticles using laser ablation in liquid // *Phys. Status Solidi C*. 2010. V. 7. P. 1409–1412. <http://dx.doi.org/10.1002/pssc.200983356>

RESEARCH OF THE MICROSTRUCTURE GLASS–METAL BOUNDARY OBTAINED UNDER INFLUENCE BY ULTRASHORT PULSE LASERS

M. A. Murzakov^a, N. N. Evtikhiev^{a, b}, D. V. Myasnikov^a, N. V. Grezev^a, D. A. Antipov^{a, c},
D. M. Kataev^a, E. D. Shevelkina^a

^aLLC “IRE-POLUS” LTD, Fryazino, Moscow Region, Russia

^bNational Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia

^cProkhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

Presented by Academician of the RAS Yu. N. Kulchin

The article research the microstructure of the welded layer obtained by exposure to an ultrashort laser pulse on a glass-metal joint. The study of the weld made it possible to identify the effect of thermal diffusion of the chemical elements of glass and metal into the joint zone in a ratio of 50 : 50% of each material. The size of the transition layer of the welded joint between glass and metal was 2–3 microns. The results of the work also show that when combining chromium-nickel stainless steel with borosilicate glass, bonds of the Fe–O–Si type are formed, and the connection of a 6000 series aluminum alloy with borosilicate glass leads to the formation of aluminum oxides Al₂O₃.

Keywords: picosecond fiber laser, glass-to-metal laser welding, ultrashort pulse (USP), microstructure