

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФFUЗИЯ

УДК 669.296

ВЛИЯНИЕ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ НАНОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ НА СТРУКТУРУ И ТВЕРДОСТЬ СПЛАВА Zr–1%Nb

© 2024 г. А. Н. Петрова^а, И. Г. Бродова^{а, *}, Д. Ю. Распосиенко^а, А. И. Валиуллин^а,
А. О. Курьшев^а, С. В. Афанасьев^а, А. Н. Балахнин^б, О. Б. Наймарк^б

^аИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

^бИнститут механики сплошных сред УрО РАН, ул. Академика Королева, 1, Пермь, 614013 Россия

*e-mail: Ibrodova@mail.ru

Поступила в редакцию 20.06.2024 г.

После доработки 08.07.2024 г.

Принята к публикации 29.07.2024 г.

Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии изучены микроструктура и фазовый состав поверхностного слоя образца из сплава Zr–1%Nb, модифицированного лазерными импульсами наносекундной длительности. Установлено, что в процессе лазерной обработки формируется тонкий упрочненный поверхностный слой с дисперсной микроструктурой. Доказано, что упрочнение поверхностного слоя, толщиной менее 4 мкм, обусловлено образованием микропакетов-двойников, состоящих из наноламелей мартенсита, и наноразмерной ω -Zr-фазы.

Ключевые слова: лазер, циркониевый сплав, поверхность, структура, твердость, фазовый состав

DOI: 10.31857/S0015323024110026, **EDN:** INFYBM

ВВЕДЕНИЕ

Циркониевые сплавы являются важным конструкционным материалом в атомной энергетике, например, широко используются для оболочек ТВЭлов. Эксплуатация таких материалов осуществляется в сложных внешних условиях, включающих высокие температуры, давления и воздействия агрессивных сред [1–6]. Для прогнозирования поведения таких материалов изучаются их упругопластические и прочностные свойства, а также влияние ударно-волнового воздействия на структуру [2, 7–12]. Можно выделить экспериментальные работы по влиянию ударных волн на структуру и фазовое состояние циркония на сохраненных шарах после нагружения сферическими ударными волнами [2, 11, 12], а также на образцах, сохраненных после нагружения плоскими ударными волнами [7, 8]. Авторы показали основные морфологические особенности формирования структуры в условиях высоких деформаций и высокоскоростной пластической деформации, изменение фазового состояния и описали механизмы превращений $\alpha\beta\omega$ -фаз в зависимости от интенсивности нагрузки. В [2] подробно изложены вопросы образования полос адиабатического сдвига, наблюдаемых в условиях ударно-волнового воздействия.

Развитие лазерных технологий обработки металлов и сплавов способствовало значительному росту интереса исследователей к изучению влияния лазерного воздействия на структуру и свойства различных материалов: Ti и его сплавов [13, 14], сталей [15, 16], Ni-сплавов [17], Al и Mg-сплавов [18–20]. Основной акцент в этих работах сделан на изучение структуры и упрочнения приповерхностного слоя, возникающего после обработки материалов лазерными импульсами разной длительности. Было установлено, что образование упрочняющего слоя с высоким уровнем остаточных напряжений прежде всего обусловлено созданием ударной волны, возникающей за счет испарения металла при воздействии на его поверхность лазерного импульса большой мощности и формирования плазмы с высокими температурой и давлением. Так, в работе [21] было исследовано влияние лазерного упрочнения на морфологию поверхности и коррозионную стойкость циркониевого сплава Zr–1%Nb–1%Sn, обработанного лазерными импульсами с энергией от 50 до 150 мДж, и показано, что толщина формирующегося упрочненного слоя составляет ~50 мкм, а его твердость достигает 550 HV при максимальной мощности лазера. Более того, образование подобного мо-

дифицированного слоя регулирует кинетику процессов зарождения и роста трещин, тем самым оказывая влияние на усталостные свойства материала [22, 23].

К сожалению, в современной научной литературе такие исследования отражены недостаточно, в отличие от работ, где обсуждаются вопросы фазовых и структурных превращений в ГПУ-металлах (Zr, Ti, Hf) и их сплавах при нагреве и охлаждении в обычных условиях [24–28]. Авторы [25] исследовали влияние скорости охлаждения из β -области на фазовые превращения в сплаве Zr–2.5%Nb и показали, что существуют различия в морфологических особенностях структуры, например, понижение скорости охлаждения (вода→печь) вызывает увеличение количества β -фазы. Но при всех условиях эксперимента фазовые превращения реализуются по механизму сдвиговой перестройки решетки из ОЦК в ГПУ. В работах [6, 10] определены границы существования метастабильной ω -фазы в сплавах Ti или Zr, показаны соответствие и различие границ.

Авторы [28] изучали кристаллографические особенности структуры α -фазы в гафнии и его сплавах Hf–18%Ti и Hf–40%Ti в литом и закаленном состояниях. В частности, проведен сравнительный анализ структуры и фазового состава Hf и сплавов Hf–Ti, сделано заключение, что в литых материалах полиморфное превращение осуществляется по диффузионному механизму, что приводит к формированию структуры из кристаллов α -фазы разной морфологии. При закалке сплавов Hf–Ti реализуется мартенситный механизм $\beta \rightarrow \alpha'$ -полиморфного превращения, а в структуре литого Hf обнаружены протяженные двойники с плоскостью двойникового (102) α .

В последнее время циркониевые сплавы как биосовместимые материалы стали использоваться в медицине [29, 30], в связи с чем, применение лазерной обработки для создания рельефа на их поверхности приобретает все большую актуальность и требует расширения исследований их поведения в условиях лазерного облучения.

Настоящая работа — продолжение исследований по влиянию лазерной обработки импульсами наносекундной длительности на структуру, фазовый состав и свойства циркониевого сплава Zr–1%Nb. Ранее в [31] была описана морфология модифицированной поверхности, прове-

дена оценка ее микрорельефа, образованного в результате испарения материала и плавления тонкого поверхностного слоя. Показано, что лазерно-индуцированные ударные волны вызывают упрочнение в тонком слое, примыкающем к обработанной поверхности. Для понимания особенностей и механизмов структурообразования в сплаве Zr–1%Nb при лазерным облучении необходимо изучение тонкой структуры поверхностного слоя методами сканирующей (СЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии, что является целью данной работы.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве материала для исследования выбран циркониевый сплав Э110. Химический состав сплава приведен в табл. 1.

Исходные образцы после отжига в атмосфере аргона при температуре 580°C (3 ч) были изготовлены в Институте физики прочности и материаловедения СО РАН [4].

Для лазерной обработки поверхности использовали плоские образцы в виде дисков диаметром 10 мм и толщиной ~1 мм, перед обработкой поверхность шлифовали на абразивной бумаге с зернистостью от P120 до P2000.

Лазерную обработку проводили под слоем воды (толщина слоя ~2 мм) на установке “МиниМаркер-2”. Принципиальная схема установки подробно описана в [31].

Использовали иттербиевый наносекундный импульсный волоконный лазер производства IPG Photonics с длиной волны излучения 1064 нм. Параметры облучения: длительность импульса 200 нс, энергия в импульсе 1 мДж, диаметр пятна сфокусированного на поверхности лазерного пучка ~30 мкм. Обработку поверхности проводили в сканирующем режиме, луч лазера перемещался по поверхности образца “линия за линией” так, чтобы зоны воздействия (пятна) соприкасались, но не накладывались друг на друга.

Структурные исследования проводили на сканирующем электронном микроскопе “Tescan MIRA LMS” (Чехия) с системой энергодисперсного анализа (ЭДС) “AZtecLive Advanced Ultim Max” и системой анализа картин дифракции об-

Таблица 1. Химический состав сплава Э110

Концентрация элементов, мас. %					
Zr	Nb	Mo	W	Fe	Ti
96.54	1.01	≤0.32	≤0.1	≤0.29	≤0.88

патнорассеянных электронов (Electron back scattering diffraction — EBSD) “AZtecHKL Advanced Symmetry”, а также на просвечивающем электронном микроскопе JEM-200CX.

Для структурного анализа с помощью СЭМ поверхность образцов изготавливали с использованием механического полирования на суспензии окиси хрома, финишную полировку осуществляли на суспензии коллоидного кремния. Для выявления макро- и микроструктуры делали химическую полировку в смеси азотной и плавиковой кислот в соотношении 7:3 с последующей электрополировкой в электролите на основе метилового и бутилового спиртов и хлорной кислоты. СЭМ- и ПЭМ-исследования поверхностного модифицированного лазерной обработкой слоя проводили на тонкой фольге, полученной следующим образом. Из образца вырезали заготовку размером 3 на 3 мм. Далее на абразивной бумаге утоняли заготовку со стороны не обработанной поверхности до толщины 110 мкм, дальнейшее утонение заготовки проводили на установке прецизионного ионного утонения Gatan PIPS II также с необработанной стороны, приближаясь к модифицированному слою. Образцы для ПЭМ-исследования исходного сплава готовили по похожей технологии, однако утонение проводили с двух сторон.

Рентгеноструктурные исследования проведены на лабораторном дифрактометре “Bruker Advance-D8” в медном $K\alpha$ -излучении ($K\alpha_{\text{ср}} = 0.15418$ нм) в интервале углов 18–140 градусов с шагом съемки 0.02° и временем экспозиции в каждой точке 2 с. Анализ полученных дифрактограмм проводили с помощью программ DIFFRAC.EVA 4.0 и DIFFRAC.TOPAS 5.0.

Измерения микротвердости сплава до и после лазерной обработки проводили на поперечных шлифах с помощью микротвердомера “Qness Q10A+” (Qness GmbH, Австрия) с индентором Кнупа, что позволило измерить микротвердость в тонком приповерхностном слое с шагом 4 мкм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Проведенные ранее исследования показали, что в результате лазерного воздействия происходит модификация поверхности образца, и формируется микрорельеф, состоящий из кратеров глубиной примерно 2 мкм, возникающих в результате испарения материала и плавления поверхностного слоя [31].

При измерении микротвердости в поперечном сечении обработанного лазером образца было установлено, что вблизи поверхности расположен тонкий слой (~ 4 мкм), микротвердость

которого возрастает до 221 НК 0.01, что на 45 единиц выше твердости исходного образца [31].

Из собственных экспериментальных данных [31], а также из анализа известных работ, описанных во введении, сделано заключение, что в процессе лазерной обработки происходит резкое повышение температуры до температуры плавления сплава $Zr-1\% Nb$ $T_{\text{пл}}=2128$ К, а затем в результате быстрой закалки расплава при $T=1136$ К [32] протекает полиморфное превращение $\beta \rightarrow \alpha$ (ОЦК $\rightarrow$ ГПУ) с образованием α (α')-Zr-фазы [2, 25, 27]. Кроме того, обнаруженный эффект упрочнения тонкого поверхностного слоя свидетельствует о наклепе материала лазерно-индуцированными ударными волнами, одной из причин которого может служить образование ω фазы с гексагональной структурой и соотношением $c/a=0.622$ [6, 33, 34]. Для проверки сделанных предположений о трансформации микроструктуры поверхностного слоя под действием лазера, проведен анализ тонкой структуры фольги методами СЭМ и ПЭМ.

СЭМ-изображение микроструктуры исходного сплава, гистограмма распределения зерен по размерам и спектр разориентировки границ элементов структуры, описанные ранее в работе [31], представлены на рис. 1а–в. Из этих данных следует, что средний размер зерен, разделенных большеугловыми границами с долей 95.3%, составляет 4.4 ± 2.5 мкм (рис. 1б, в).

Более детально тонкая структура исходного образца изучена с помощью ПЭМ. Как следует из рис. 2а, исходная микроструктура представлена рекристаллизованными зернами с тонкими прямолинейными границами стабильной α -фазы с ГПУ-структурой. Частицы размером 200–300 нм, расположенные в матрице по границам зерен и внутри них, соответствуют β -фазе с ОЦК-кристаллической решеткой — твердому раствору Zr, обогащенному Nb (рис. 2б).

Результаты EBSD-анализа структуры поверхностного слоя обработанного образца приведены на рис. 3. На рис. 3а показана микроструктура, состоящая из зерен, имеющих разную кристаллографическую ориентацию и раскрашенных согласно цветам на приведенном стереографическом треугольнике. Наличие широкой цветовой палитры свидетельствует об отсутствии текстуры. Средний размер зерен равен 1.7 ± 1.2 мкм, что в 2.4 раза меньше, чем размер зерен в исходной структуре (рис. 3б). Зерна разделены большеугловыми границами с разориентировкой больше 15° , их доля в структуре составляет 92.6%. Соответственно на долю малоугловых границ, которые свидетельствуют о формировании субструктуры внутри зерен, приходится 7.4%.

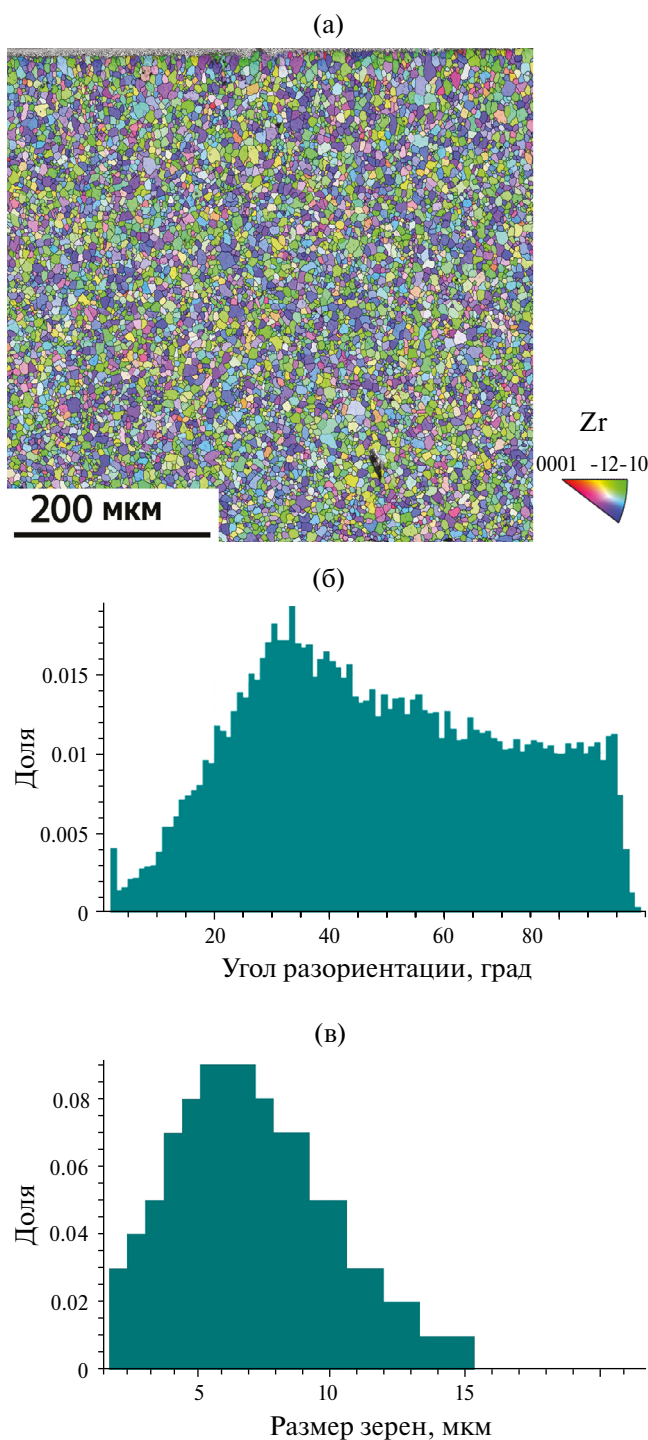


Рис. 1. Результаты EBSD-анализа структуры исходного образца: а — ориентационная карта; б — гистограмма распределения взаимных разориентаций зерен и субзерен; в — распределение зерен по размеру [31].

На гистограмме распределения углов разориентировок границ зерен выделяется пик в области углов разориентации 60° , наличие которого может служить доказательством образования двойников (рис. 3в). Для уточнения значений

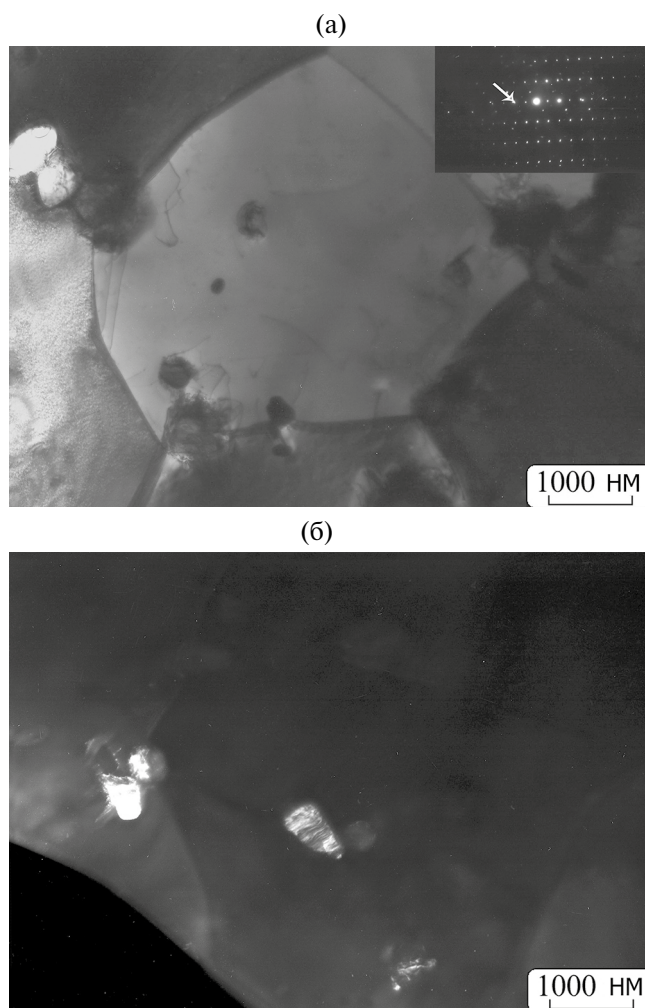


Рис. 2. Микроструктура исходного образца (ПЭМ): а — светлопольное изображение с микроэлектроннограммой; б — темнопольное изображение в рефлексе β -фазы.

углов разориентировок были сняты профили разориентировок по линиям сканирования 1, 2, 3, показанным на рис. 3а. График построен при анализе изменения ориентировки при переходе от точки к точке. Каждая линия пересекает несколько структурных фрагментов (двойников) разной протяженности и толщины, расположенных внутри зерен, имеющих различную кристаллографическую ориентацию. Анализируя профили разориентировок, установлено, что внутри каждого зерна соседние фрагменты разориентированы на углы $60 \pm 5^\circ$, а углы разориентировок межзеренных границ отличаются от этих значений (рис. 4).

Таким образом, на основании EBSD-анализа можно оценить структуру поверхностного слоя на мезоуровне следующим образом. Внутри крупных кристаллитов (зерен) расположены колонии, состоящие из пластин, по морфологии напоминающие двойники, разделенных прямыми или

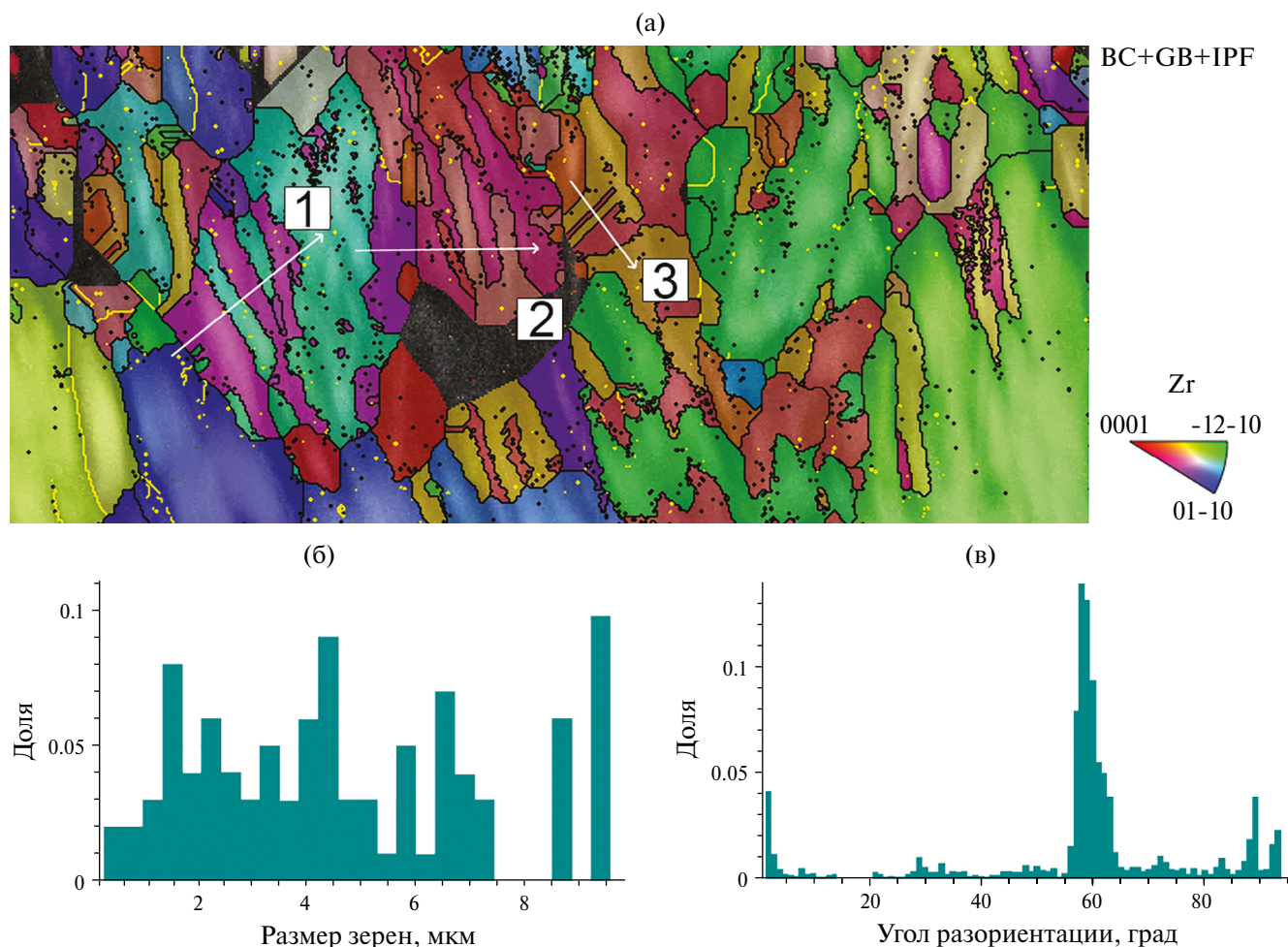


Рис. 3. Результаты EBSD-анализа структуры поверхности образца после лазерной обработки: а — ориентационная карта; б — распределение зерен по размеру; в — гистограмма распределения взаимных разориентаций зерен и субзерен.

зубчатыми большеугловыми границами $\alpha(\alpha')$ / $\alpha(\alpha')$ с углами разориентации, близкими к 60° . Согласно [24], такие пластины можно отнести к двойникам типа $\{101\}$, которые являются двойниками “сжатия” в направлении оси c . Двойники подобного типа были обнаружены в сплаве Zr–2%Nb, закаленном из двухфазной высокотемпературной области ($\alpha+\beta$) [25]. Учитывая, что при лазерном облучении реализуются высокие скорости охлаждения сплава из β -области, можно предположить, что полиморфное превращение и переход $\beta \rightarrow \alpha'$ осуществляется по механизму сдвиговой перестройки из ОЦК-решетки в ГПУ-решетку с образованием мартенсита. [2, 25].

ПЭМ-исследования подтвердили предложенную последовательность структурных превращений. На рис. 5а приведена наиболее типичная структура пластин-двойников, образующих микропакеты из отдельных ламелей α' -Zr шириной ~ 50 – 100 нм. Из анализа темнопольных изображений (рис. 5б) следует, что каждая ламель

мартенсита имеет внутреннюю, различную по контрасту субструктуру, отражающую микроискажение его кристаллической решетки.

На рис. 6а показана тонкая структура другого участка фольги, а рис. 6б, в иллюстрируют темнопольные изображения, снятые в рефлексах ТП1, ТП2, указанных на микроэлектроннограмме (рис. 6г). На темнопольном изображении, полученном в рефлексе ТП1, что соответствует отражению от плоскости (002) α' -Zr, показана граница двух микропакетов α' -Zr-мартенсита (рис. 6б). На темнопольном изображении, полученном в рефлексе ТП2 ($d_{201}=0.174$ нм ω -фазы), структурные элементы имеют другую морфологию и разрешаются в виде отдельных частиц неправильной формы, размер которых не превышает 20 нм. Большинство частиц ω -фазы формируются вдоль границ ламелей α' -мартенсита. Реализация превращения $\alpha \rightarrow \omega$ дополнительно измельчает структуру поверхностного слоя. Можно отметить, что при воздействии

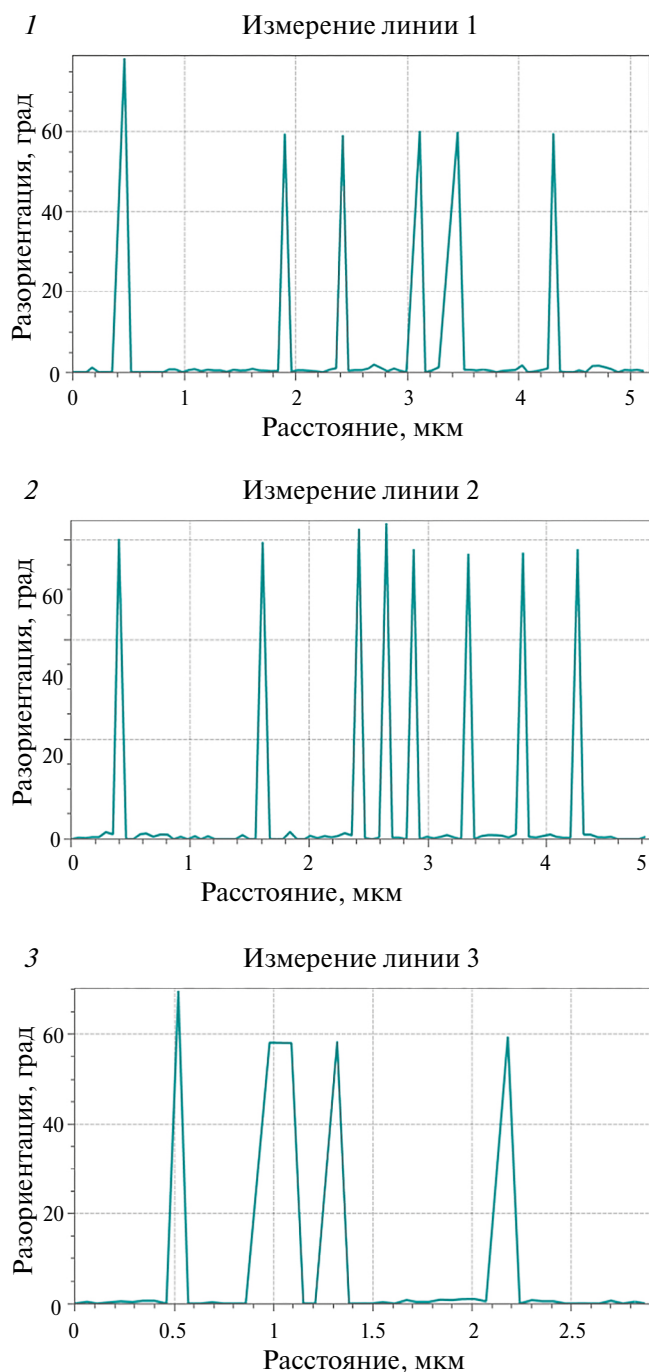


Рис. 4. Профили разориентировки структурных элементов вдоль выбранных направлений 1, 2, 3 на ориентационной карте.

сферических и плоских ударных волн субмикросекундной длительности (давление 7 и более ГПа) в цирконии ω -фаза имеет вид пластин [2, 11]. При воздействии лазерных импульсов наносекундной длительности, как в нашем эксперименте, морфология этой фазы меняется.

Данные об $\alpha \rightarrow \omega$ -превращении подтверждены рентгеновским фазовым анализом, согласно ко-

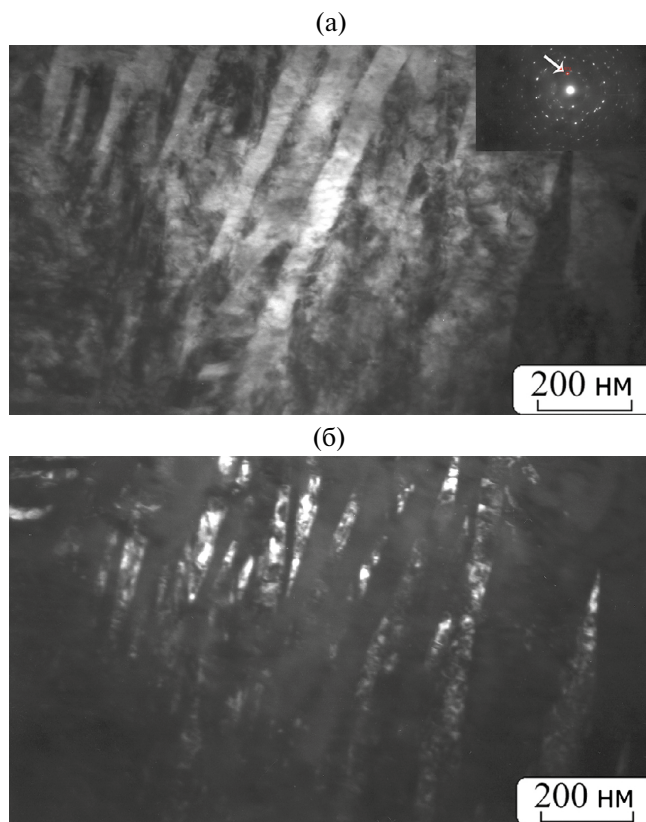


Рис. 5. Тонкая структура мартенсита в микропакете: а — светлопольное изображение с микроэлектронграммой; б — темнопольное изображение, полученное в рефлексе (100) α' (указан стрелкой на микроэлектронграмме).

торому наряду с линиями от α (α')-фазы присутствуют линии, принадлежащие ω -фазе. На рис. 7 представлены фрагменты дифрактограмм в промежутке углов $2\theta=30^\circ\text{--}40^\circ$ исходного и обработанного лазером образца, на которых указаны три линии α (α')-Zr (α — для исходного состояния сплава без обработки и α' — для сплава после лазерной обработки). Дифракционные максимумы от плоскостей ГПУ-решетки α -мартенсита с hkl (100), (002), (101) соответствуют углам отражения $2\theta=32.0^\circ$, 34.8° и 36.6° . На дифрактограмме обработанного лазером образца при $2\theta=35.8^\circ$ является четкий максимум от ω -фазы, который получен вследствие наложения близко расположенных пиков (2–10) и (101). На дифрактограмме исходного образца он отсутствует.

Следовательно, можно указать на три механизма формирования дисперсной структуры в результате поверхностной лазерной обработки — двойникование, скольжение и $\alpha \rightarrow \omega$ -превращение.

Надо иметь в виду, что формирующаяся под воздействием двух внешних факторов — температуры и давления структура очень неоднородна. Наряду с описанной выше пластинчатой морфо-

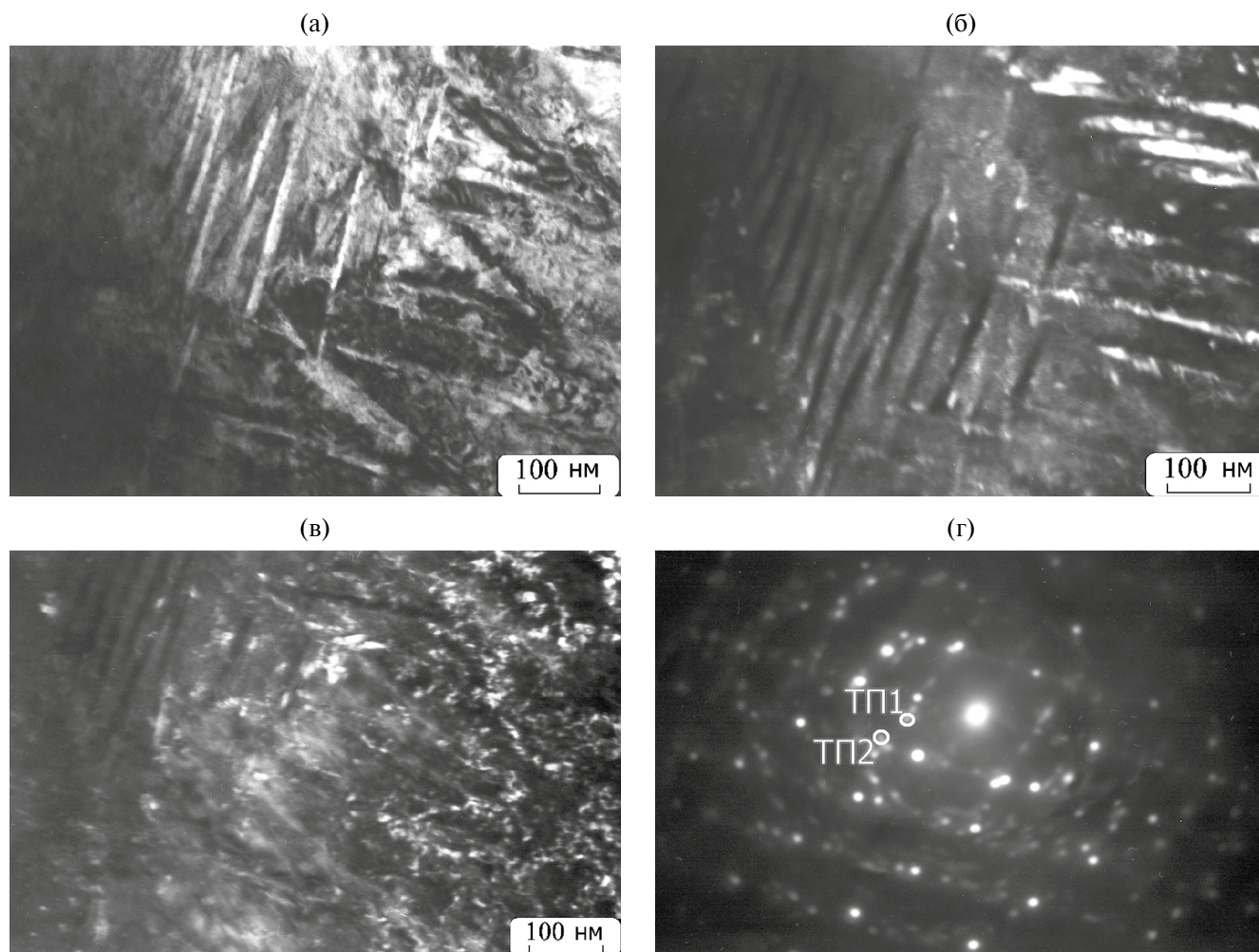


Рис. 6. Тонкая структура мартенсита в соседних микропакетах; а — светлопольное изображение; б, в — темнопольные изображения, полученные в рефлексах: б — ТП1 (002)_{α'}; в — ТП2 (201)_ω; г — микроэлектронграмма.

логией кристаллитов наблюдаются равноосные зерна α -Zr размерами ~ 50 – 70 нм (рис. 8а, б). Формирование наноразмерных зерен подтверждается кольцевой микродифракцией (рис. 8в). Характерный неоднородный контраст внутри нанозерен свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений (рис. 8б). По морфологии такая структура похожа на структуру, образованную в результате фрагментации исходных зерен и динамической рекристаллизации α -Zr. Эти процессы реализуются вследствие релаксации упругих остаточных напряжений, создаваемых лазерно-индуцированной ударной волной.

Подводя итог описанию тонкой структуры поверхностного слоя обработанного лазером образца из сплава Zr–1%Nb, можно констатировать, что из-за неоднородного распределения температуры и давления на поверхности, обусловленного особенностями однократного прохождения луча лазера, наблюдается несколько

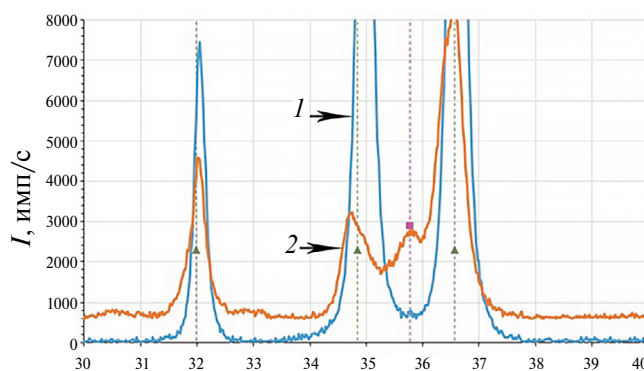


Рис. 7. Участок дифрактограммы исходного (1) и обработанного лазером (2) образцов. Штрихами показаны табличные значения углов отражения от плоскостей $\alpha(\alpha')$ — $\blacktriangle$, и ω -фаз — $\blacksquare$.

ко морфологических типов структур, образованных разными механизмами. В местах (кратерах), где происходит плавление с последующей сверх

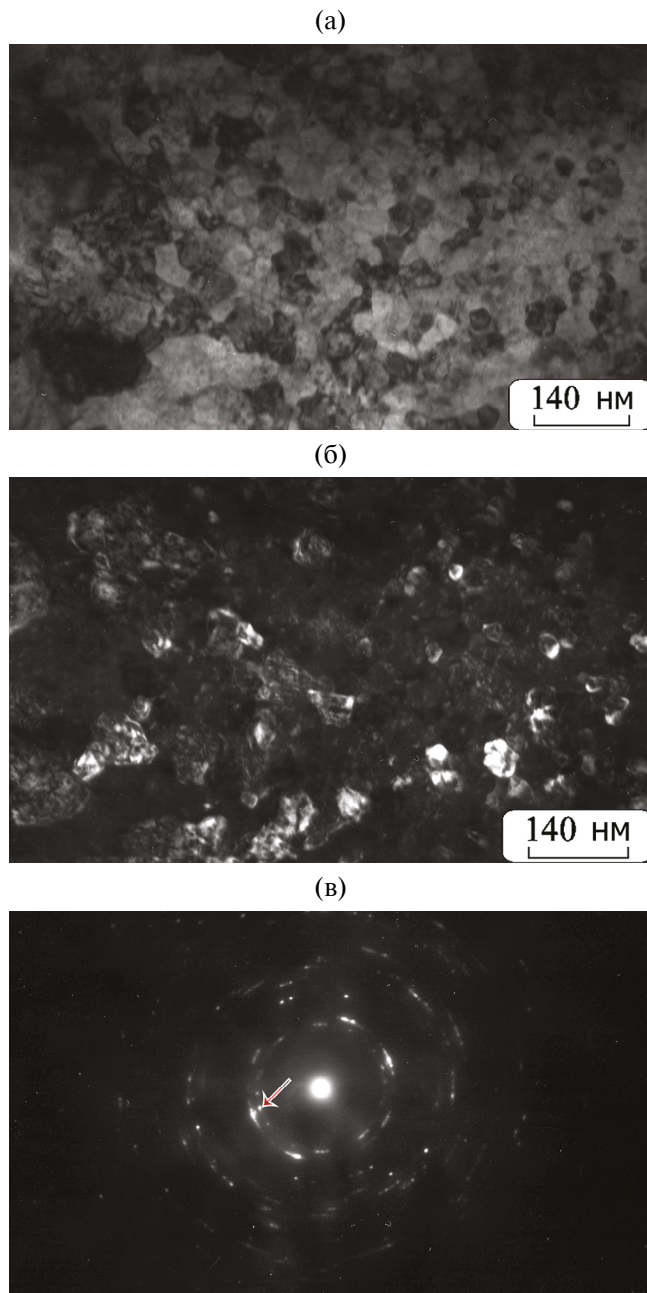


Рис. 8. Тонкая структура равноосных зерен α -Zr: а — светлопольное изображение; б — темнопольное изображение, полученное в рефлексе $(100)\alpha$ (указан стрелкой на в); в — микроэлектроннограмма.

быстрой кристаллизацией, сдвиговым механизмом осуществляется полиморфное превращение $\beta \rightarrow \alpha$, и образуется пакетная пластинчатая структура. В некоторых пакетах реализуется две ориентировки пластин α -фазы, находящиеся в двойниковом соотношении, чередующиеся через одну. Подобная структура чистого Zr, однофазных Zr-сплавов и сплавов гафния описана в работах [25, 28].

В зонах поверхностного слоя с более низкой температурой доминирующими факторами становятся ударно-волновое воздействие и остаточные сжимающие напряжения, которые инициируют процессы фрагментации и динамической рекристаллизации с образованием равноосных нанозерен α -Zr.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведены исследования тонкой структуры поверхностного слоя сплава Zr–1%Nb, модифицированного лазерной обработкой наносекундной длительности. Методами СЭМ и ПЭМ показано, что в результате лазерного воздействия происходит трансформация структуры и фазового состава сплава.

Подтверждена правильность высказанных ранее предположений, что при лазерном воздействии кратковременно достигались давления и температуры, достаточные для плавления сплава. Из-за кратковременности лазерного импульса формирование структуры происходит при сверхбыстром охлаждении материала, и, согласно диаграмме состояния Zr–Nb, в сплаве с 1%Nb реализуется по схеме $\alpha\text{Zr} \rightarrow L \rightarrow \beta\text{Zr} \rightarrow \alpha'\text{Zr}$. В частности, появление мартенсита свидетельствует, что температура поверхностного слоя достигала значений выше температуры полиморфного превращения, а затем, после прекращения ударного воздействия сдвиговым механизмом осуществлялся переход $\beta \rightarrow \alpha'$. Кроме того, под воздействием лазерно-индуцированных ударных волн в сплаве Zr–1%Nb происходит еще одно полиморфное превращение $\alpha' \rightarrow \omega$, приводящее к формированию нанозерен ω -фазы.

Все вышеперечисленные факторы внешнего воздействия на поверхностный слой приводят к формированию многоуровневой структуры: зерен среднего размера 1.7 мкм на макроуровне, пакетов пластин — двойников на мезоуровне и наноламелей мартенсита с нанозернами ω -фазы на микроуровне.

Установлено, что упрочнение поверхностного слоя в результате лазерной обработки обусловлено образованием дисперсной мартенситной структуры и наноразмерной ω -фазой.

Работа выполнена в рамках Госзадания ИФМ УрО РАН (шифр “Структура” Г.р. № 122021000033-2) с использованием научного оборудования отдела электронной микроскопии ЦКП ИФМ УрО РАН и при финансовой поддержке проекта РНФ № 21-79-30041 “Закономерности критичности в материалах с дефектами, разработка подходов по мониторингу и прогнозированию ресурса при широкодиапазонном силовом и энергетическом воздействии

(приложения в авиационном моторостроении)”. В рамках проекта РФФИ были поставлены и сформулированы цели и задачи исследования, получены образцы сплава Э110, проведена обработка их поверхности наносекундными лазерными импульсами, проведено комплексное обсуждение всех полученных в работе результатов.

Авторы выражают благодарность Н.И. Талуц за участие в обсуждении результатов ПЭМ.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Займовский А.С., Никулина А.В., Решетников Н.Г. Циркониевые сплавы в ядерной энергетике. М.: Энергоатомиздат, 1994. 256 с.
2. Добромислов А.В., Талуц Н.И. Структура циркония и его сплавов. Екатеринбург: Уральское отделение РАН, 1997. 230 с.
3. Никулина А.В., Решетников Н.Г., Шебалдов П.В. Технология изготовления канальных труб из сплава Zr-2,5%Nb, установленных в реакторах РБМК // Вопр. атомной науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы. 1990. Вып. 2(36). С. 46–53.
4. Eroshenko A. Yu., Mairambekova A.M., Sharkeev Yu.P., Kovalevskaya Zh.G., Khimich M.A. Structure, phase composition and mechanical properties in bioinert zirconium-based alloy after severe plastic deformation // Letters Mater. 2017. T. 7. № 4. P. 469–472.
5. Тарараева Е.М., Муравьева Л.С., Иванов О.С. Строение и свойства сплавов для атомной энергетики. М.: Наука, 1973. 138 с.
6. Добромислов А.В. Определение границ области существования метастабильной ω -фазы в сплавах титана и циркония // ФММ. 2023. Т. 124. С. 1220–1230.
7. Павленко А.В., Добромислов А.В., Талуц Н.И., Малугина С.Н., Мокрушин С.С. Ударно-волновые свойства и деформационная структура технически чистого титана // ФММ. 2021. Т. 122. С. 851–858.
8. Кутсар А.Р., Герман В.Н., Носова Г.И. (альфа-омега) превращение в титане и цирконии в ударных волнах // ДАН СССР. 1973. Т. 213. № 1. С. 81–84.
9. Bickel G.A., Griffiths M., Douchant A., Douglas S., Woo O.T., Buyers A. Improved Zr-2.5Nb pressure tubes for reduced diametral strain in advanced CANDU reactors // American Society for Testing and Materials. Zirconium in the Nuclear Industry. 2010. V. 1529. P. 327–348.
10. Добромислов А.В., Талуц Н.И. Механизм $\alpha \rightarrow \omega$ превращения в цирконии, титане и сплавах на их основе // ФММ. 1990. № 5. С. 108–115.
11. Song S.G., Gray G.T. III Microscopic and crystallographic aspects of retained omega phase in shock-loaded zirconium and its formation mechanism // Phil. Mag. A. 1995. V. 71. № 1. P. 275–290.
12. Козлов Е.А., Литвинов Б.В., Абакишин Е.А., Добромислов А.В., Талуц Н.И., Казанцева Н.В., Талуц Г.Г. Фазовые превращения и изменение структуры циркония при воздействии сферических ударных волн // ФММ. 1995. Т. 79. Вып. 6. С. 113–127.
13. Clauer A.H. Laser shock peening for fatigue resistance / In: Gregory JK, Rack HJ, Eylon D, editors. Surface performance of titanium. Warrendale (PA): TMS, 1996. P. 217–230.
14. Колобов Ю.Р., Манохин С.С., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В., Одинцова Г.В., Храмов Г.В. Исследование влияния обработки лазерными импульсами наносекундной длительности на микроструктуру и сопротивление усталости технически чистого титана // Письма в ЖТФ. 2022. Т. 48. № 2. P. 15–19. <https://doi.org/10.21883/PJTF.2022.02.51913.19025>
15. Song Shu, Yizhou Shen, Zonghui Cheng, Weibiao Xiong, Zhaoru He, Shuangshuang Song, Weilan Liu. Laser shock peening regulating residual stress for fatigue life extension of 30CrMnSiNi2A high-strength steel // Optics & Laser Technology. 2024. V. 169. P. 110094. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2023.110094>
16. Banas G., Elsayed-Ali H.E., Lawrence F.V., Rigsbee J.M. Lasershock-induced mechanical and microstructural modification of welded maraging steel // J. Appl. Phys. 1990. V. 67. P. 2380–2384. <https://doi.org/10.1063/1.345534>
17. Zhou L., Li Y.H., He W.F., Wang X.D., Li Q.P. Laser Shock Processing of Ni-Base Superalloy and High Cycle Fatigue Properties // Mater. Sci. Forum. 2011. V. 697–698. P. 235–238.
18. Zhang Hong, Yu Chengye. Laser shock processing of 2024-T62 aluminum alloy // Mater. Sci. Eng. A. 1998. V. 257. № 2. P. 322–327.
19. Montross C.S., Florea V., Swain M.V. Influence of coatings on sub-surface mechanical properties of laser peened 2011-T3 aluminum // J. Mater. Sci. 2001. V. 36. P. 1801–1807.
20. Kamkarrad H., Narayanswamy S., Tao X.S. Feasibility study of high-repetition rate laser shock peening of biodegradable magnesium alloys // Int. J. Adv. Manuf. Technol. 2014. V. 74. P. 1237–1245.
21. Li Zh.Y., Guo X.W., Yu Sh.J., Ning Ch.M., Jiao Y.J., Cai Zh.B. Influence of laser shock peening on surface characteristics and corrosion behavior of zirconium alloy // Mater. Characteriz. 2023. V. 206. P. 113387.
22. Ruschau J.J., John R., Thompson S.R., Nicholas T. Fatigue crack nucleation and growth rate behaviour of laser shock peened titanium // Int. J. Fatigue. 1999. V. 21. P. S199–S209. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(99\)00072-9](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(99)00072-9)
23. Hatamleh O. A comprehensive investigation on the effects of laser and shot peening on fatigue crack growth in friction stir welded AA 2195 joints // Int. J. Fatigue. 2009. V. 31. P. 974–988.
24. Черняева Т.П., Грицина В.М. Характеристики ГПУ-металлов, определяющие их поведение при механическом, термическом и радиационном

- воздействии // Вопр. атомной науки и техники. 2008. № 2. С. 15–27.
25. Lobanov M.L., Yarkov V. Yu., Pastukhov V.I. The Effect of Cooling Rate on Crystallographic Features of Phase Transformations in Zr-2.5Nb // Materials. 2023. V. 16. P. 1–14.
 26. Хлебникова Ю.В., Сазонова В.А., Родионов Д.П., Вильданова Н.Ф., Егорова Л.Ю., Калетина Ю.В., Солодова И.Л., Умова В.М. Формирование макро- и микроструктуры при превращении в монокристаллах циркония // ФММ. 2009. Т. 108. № 3. С. 267–275.
 27. Добромислов А.В. Влияние d-металлов на температуру полиморфного и (моно) эвтектидного превращения в бинарных сплавах титана, циркония и гафния // ФММ. 2020. Т. 121. С. 516–172.
 28. Хлебникова Ю.В., Родионов Д.П., Егорова Л.Ю., Суаридзе Т.Р. Кристаллографические особенности структуры α -фазы гафния и сплавов гафний–титан // Журнал технич. физики. 2019. Т. 89. № 1. С. 86–98.
<https://doi.org/10.21883/JTF.2019.01.46968.86–18>
 29. Tang J., Yang H., Qian B., Zheng Y. TWIP-assisted Zr alloys for medical applications: Design strategy, mechanical properties and first biocompatibility assessment // J. Mater. Techn. 2023. V. 184. P. 32–42.
 30. Mehjabeen A., Song T., Xu W., Tang H.P., Qian M. Zirconium Alloys for Orthopaedic and Dental Applications // Adv. Eng. Mater. 2018. V. 20. P. 63–69.
 31. Petrova A.N., Brodova I.G., Astafiev V.V., Rasposienko D.Y., Kuryshv A.O., Balakhnin A.N., Uvarov S.V., Naimark O.B. Surface modification of the Zr–Nb alloy by nanosecond pulse laser processing // Phys. Met. Metal. 2024. V. 125. P. 625–633.
 32. Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем. М.: Машиностроение, 2001. 570 с.
 33. Jamieson J.C. Crystal structure of titanium, zirconium, and hafnium at high pressure // Science. 1963. V. 140. № 3562. P. 72–73.
 34. Hatt B.A., Roberts J.A. The w-phase in zirconium base alloys // Acta Met. 1960. V. 8. № 8. P. 575–584.

THE EFFECT OF NANOSECOND LASER TREATMENT ON THE STRUCTURE AND HARDNESS OF THE Zr–1%Nb ALLOY

**A. N. Petrova¹, I. G. Brodova^{1,*}, D. Yu. Rasposienko¹, A. I. Valiullin¹, A. O. Kuryshv¹,
S. V. Afanasyev¹, A. N. Balakhnin², and O. B. Naimark²**

¹Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 620108 Russia

²Institute of Continuous Media Mechanics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Perm, 614013 Russia

*e-mail: Ibrodova@mail.ru

Scanning and transmission electron microscopies are used to study the microstructure and phase composition of the surface layer of Zr–1% Nb alloy, which was subjected to treatment by nanosecond laser pulses. During laser treatment, a thin strengthened surface layer with the fine microstructure is found to form. The strengthening of the surface layer no less than 4 μm thick is proved to be due to the formed twin micropackets consisting of martensite nanolamellas and nano-sized ω -Zr phase.

Keywords: laser, zirconium alloy, surface, structure, hardness, phase composition