

УДК 541.128; 541.183; 539.89.

## ДИНАМИКА И МИКРОМЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ И АМОРФНЫХ СПЛАВОВ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ

© Ю.И. Головин, А.И. Тюрин, В.З. Бенгус, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.А. Сесин

*Россия, Тамбов, Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина*

Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Bengus V.Z., Ivolgin V.I., Korenkov V.V., Sesin A.A. Dynamics and micromechanisms of deformation of metals and amorphous alloys by pulse microindentation. A new pulse technique is proposed to investigate the dynamics and micromechanisms of plastic deformations of materials under the indenter at microindentation.

Определение микротвердости посредством вдавливания жесткого индентора в поверхность остается одним из наиболее распространенных экспресс-методов исследования приповерхностных и объемных физико-механических свойств твердых тел. Однако физическая сущность процессов, происходящих под индентором, остается во многом невыясненной, что зачастую лишает возможности соотнести величину микротвердости с другими физическими характеристиками материала и структурными дефектами в нем [1 - 4].

Как известно, наиболее полно и просто динамические свойства системы могут быть исследованы путем анализа ее отклика на скачкообразное возмущение. Применительно к индентированию этот подход реализован в настоящей работе посредством практически «мгновенного» приложения испытательной нагрузки к индентору и непрерывной регистрации кинетики его погружения в материал с адекватным временным разрешением.

В работе описана методика и аппаратура для исследования динамики формирования отпечатка с пространственным разрешением 20 нм и временным 50 мкс. Представлены результаты анализа динамики и микромеханизмов массопереноса под индентором в металлах (Al, Pb) и аморфных металлических лентах ( $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$ ).

Экспериментальная установка содержала горизонтально расположенный подвижный шток, смонтированный на нитях подвеса, обеспечивавших поступательное движение без трения. Суммарная жесткость подвеса такой системы крепления штока составляла  $10^{-6}$  Н/мкм. На одном конце штока был закреплен стандартный индентор (алмазная пирамида Виккерса), а в средней части штока - емкостный датчик смещения. Нагружение осуществляли электродинамическим приводом, в котором взаимодействовали две катушки с током. Подвижная катушка была закреплена на противоположном от индентора краю штока, а неподвижная - на корпусе установки. Импульс силы возникал в результате пропускания электрического тока через обе катушки. Задавая амплитуду, длительность и форму токов, протекающих по катушкам, можно было варьировать величину и форму импульса нагрузки, прикладываемой к индентору.

Установка позволяла осуществлять индентирование с ненулевой и нулевой начальной скоростью движения индентора. Для обеспечения индентирования с нулевой начальной скоростью образец с помощью микровинта плавно подводили к индентору до контакта и только затем производили нагружение, прикладывая импульс нагрузки. Варьируя величину тока в катушках, можно было обеспечивать различное ускорение перемещения штока с индентором.

Момент касания индентором образца, а затем глубину внедрения во времени  $h = f(t)$  контролировали емкостным датчиком смещения, подвижный электрод которого был расположен на штоке, а неподвижные - жестко закреплены на корпусе прибора. Сигнал с емкостного датчика смещения подавали на аналого-цифровой преобразователь с последующей обработкой его специальной программой на персональном компьютере.

Описанная выше методика и установка обеспечивали измерение динамики процесса микро- и наноиндентирования в диапазоне нагрузок от сотых долей до единиц ньютона, а времен - до сотен секунд. Калибровку емкостного датчика смещения осуществляли при больших перемещениях (порядка единиц микрон) с помощью измерителя микроперемещений, имеющего цену деления 2 мкм, и контролировали при помощи сопоставления перемещения индентора с глубиной отпечатка, полученного при индентировании и измеренного в оптическом микроскопе. Калибровку в области малых перемещений (100-500 нм) осуществляли исключительно по сопоставлению амплитуды сигнала, получаемого с емкостного датчика смещения, с размерами отпечатка индентора, выявляемого в оптическом микроскопе. Оба описанные выше независимые способа калибровки дали одинаковые результаты.

То, что в предлагаемой экспериментальной установке действительно реализуется условие практически «мгновенного» приложения прямоугольного импульса нагрузки, можно проиллюстрировать следующей серией экспериментов. Если к штоку с индентором приложить такой импульс нагрузки, в отсутствие образца, шток с индентором должен перемещаться с постоянным ускорением, зависящим исключительно от массы подвижных частей и величины прикладываемой силы. Проведенные эксперименты показали, что уже начиная с 0,3 мс система приобретает практически полное ус-

корение, которое в дальнейшем остается практически неизменным. Это означает, что к системе шток-индентор приложен практически прямоугольный импульс силы. Рассмотрение реальной динамики перемещения штока с индентором при индентировании различных кристаллов показывает, что во всех случаях индентор начинает свое движение с некоторой задержкой (до 2-3 мс), в то время как в отсутствие образца движение начинается практически сразу. Эти данные свидетельствуют о том, что фиксируемая кинетика перемещения индентора отражает реальную динамику формирования отпечатка. Из этого следует, что полученные экспериментальные зависимости глубины погружения от времени отражают реальную динамику физических процессов, происходящих в материале под индентором, и, следовательно, могут быть использованы для определения и выявления доминирующих микромеханизмов вытеснения материала из-под индентора.

На основании полученных кинетических зависимостей глубины погружения от времени  $h(t)$  построены динамические зависимости скорости внедрения индентора  $v(t) = dh/dt$ , сил  $F(t)$  и контактных напряжений  $\sigma(t)$ , создаваемых внедряющимся индентором. В координатах  $\ln v = f(t)$  на данной зависимости обнаружено несколько прямолинейных участков, которые можно отождествить с отдельными стадиями в процессе формирования отпечатка. Так, первая стадия роста  $h(t)$  соответствует движению индентора с положительным ускорением, а вторая - для  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$  начиная с 4-5 мс (для Al - с 8-10 мс, для Pb - с 9-10 мс) - с отрицательным, но нигде не превышающем по модулю  $0,3 \text{ м/с}^2$ . Третья - начиная для  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$  с 7-8 мс (для Al - с 13-14 мс, для Pb - с 15-16 мс), характеризуется практически полным выходом на насыщение зависимостей  $h(t)$  и  $\sigma(t)$ . В начальные моменты времени  $\sigma(t)$  достигает для  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$  значений порядка 600 ГПа (для Pb - 0,8 ГПа). В последующие 4-8 мс, в зависимости от типа кристалла,  $\sigma(t)$  падает до значений, близких к стационарному значению микротвердости материала, которое определялось независимым методом по стандартной методике с использованием прибора ПМТ-3. Характерно, что на начальном этапе скорость внедрения во все исследуемые материалы монотонно растет, несмотря на быстро снижающееся напряжение в контакте. Вместе с тем, на первой стадии индентирования глубина внедрения индентора имеет все еще достаточно малые значения, которые сопоставимы со значениями, характерными для чисто упругого отпечатка [5 - 8]. Таким образом, это свидетельствует в пользу преимущественно упругой деформации материала на первой стадии индентирования.

Начиная со второй стадии, когда с падением  $\sigma$  происходит уменьшение  $dh/dt$ , процесс погружения индентора может быть проанализирован в рамках традиционных подходов. На второй стадии погружения активационный объем  $\gamma$ , определенный из наклона зависимостей  $\ln(dh/dt) = f(\sigma)$ , имеет значения для  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$  порядка  $10^{-30} \text{ м}^3$  (для Al и Pb - порядка  $(5-7) \times 10^{-30} \text{ м}^3$ ). Столь малые значения  $\gamma$  достигаются в условиях очень высоких значений контактных напряжений на этой стадии, где только упругие деформации могут достигать многих процентов. Активационные объемы, сопоставимые с объемом иона металла для всех исследуемых материалов, свидетельствуют в поль-

зу моноатомных механизмов массопереноса на данной стадии.

На более поздней (третьей) стадии, когда  $\sigma$  начинает приближаться к статическому значению микротвердости,  $\gamma$  возрастает до значений порядка  $2 \times 10^{-30} \text{ м}^3$  для  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$  (для Al - до  $150 \times 10^{-30} \text{ м}^3$ , для Pb - до  $700 \times 10^{-30} \text{ м}^3$ ). Таким образом, на данной стадии активационный объем составляет для  $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$  порядка  $\gamma \approx V_i$ , а в Al и Pb  $\gamma$  возрастает до значений порядка  $200V_i$  и  $300V_i$  - соответственно (здесь  $V_i$  - объем иона). Это свидетельствует о том, что для аморфных лент и на данной стадии формирования отпечатка доминируют моноатомные механизмы массопереноса, в то время как для Al и Pb на данной стадии  $\gamma$  приобретает значения порядка сотен объемов, занимаемых ионом металла, что уже сопоставимо со значениями, характерными для дислокационных механизмов массопереноса. Для Al величина  $\gamma$  лучше, чем по порядку величины, совпадает с данными, полученными другими авторами для больших времен индентирования (порядка 0,1 с и больше) [2].

Таким образом, в работе предложена методика и экспериментальная установка, позволяющая адекватно отражать динамику формирования отпечатка и зоны деформации с высоким временным (50 мкс) и пространственным (20 нм) разрешением. Определен ряд кинетических характеристик процесса погружения индентора ( $h(t)$ ,  $v(t)$ ,  $F(t)$ ,  $\sigma(t)$ ) в ряд металлических и аморфных материалов. Выявлена стадийность и определены их временные границы. Для каждой из выявленных стадий в исследуемых материалах определены активационные характеристики. Предложена последовательность смены доминирующих механизмов массопереноса при формировании отпечатка в исследуемых металлах и аморфных металлических сплавах. Предполагается, что в начале - на первой стадии индентирования - доминирующей при формировании отпечатка во всех исследуемых материалах является упругая деформация, которая сменяется на второй стадии моноатомными микромеханизмами массопереноса. На третьей стадии индентирования при формировании отпечатка в аморфной ленте ( $\text{Co}_{50}\text{Fe}_{35}\text{B}_{15}$ ) продолжают все еще доминировать моноатомные механизмы массопереноса, в то время как в Al и Pb определяющую роль начинают играть, по-видимому, дислокационные микромеханизмы.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976. 230 с.
2. Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиинца, 1986. 256 с.
3. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение, 1990. 224 с.
4. Кац М.С., Регель В.Р. // ФММ. 1975. Т. 40. С. 612-619.
5. Pharr G.C., Oliver W.C., Brotzen F.R. // J. Mater. Res. 1992. V. 7. № 3. P. 613-617.
6. Hainsworth S.V., Page T.F. // J. Mater. Sci. 1994. V. 29. № 21. P. 5529-5534.
7. Murakami Y., Tanaka K., Itokazu M. and Shimamoto A. // Philos. Mag. A. 1994. V. 69. P. 1131-1138.
8. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 1992. V. 7. № 6. P. 1564-1572.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 98-02-16549.