

УДК 620.178.15

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА, ПОДВЕРГНУТОГО ЛАЗЕРНОМУ МОДИФИЦИРОВАНИЮ

© И.В. Ушаков

Ushakov I.V. Reveal of mechanical properties at indentation of amorphous nanocrystalline metallic alloy exposed to laser modification. Mechanical properties of thin amorphous-nanocrystalline metallic materials, obtained by controlled crystallization of many componential amorphous alloys were investigated. The possibilities of laser processing of such materials for modification of their mechanical properties were discussed. The traditional methods of mechanical testing may be often characterized by low sensitivity to mechanical properties and structural condition of amorphous-nanocrystalline metallic alloys. However, sensitive methods for revealing of mechanical properties are required for investigation of laser modification of nanocrystalline metallic alloys. The use of indentors with different geometric forms for mechanical testing of amorphous-nanocrystalline alloys exposed to laser modification was discussed.

В последние годы значительное внимание уделяется новым аморфно-нанокристаллическим материалам, получаемым при специальных режимах термообработки многокомпонентных, исходно аморфных металлических сплавов. Важной особенностью некоторых экспериментально полученных нанокристаллических сплавов является существование достаточной устойчивой, термостабильной аморфной матрицы [1–3].

В процессе отжига в таком материале формируется аморфно-нанокристаллическая структура, где отдельные кристаллиты изолируются и стабилизируются аморфной матрицей. В процессе формирования нанокристаллов происходит локальное перераспределение химических элементов, что может являться одной из причин формирования устойчивой аморфно-нанокристаллической структуры [1]. Наличие устойчивой и термостабильной аморфной матрицы создает предпосылки для различных режимов обработки, в том числе для лазерного модифицирования. Учитывая возможность контроля параметров лазерного излучения, таких, как длина волны, длительность и форма импульса, распределение интенсивности – в зоне облучения существует потенциальная возможность реализовать такие режимы воздействия, когда лазерное излучение будет по-разному влиять на аморфную и нанокристаллическую составляющие. Соответственно, существуют предпосылки для получения материала не только с высокими значениями микротвердости (что в целом характерно для аморфно-нанокристаллических сплавов), но и с удовлетворительными значениями пластичности.

Создание нового класса материалов требует комплексного исследования его механических свойств. Однако имеющиеся методы механических испытаний, разработанные для других материалов, не обеспечивают оптимальные результаты при переходе к новому классу материалов [4].

Таким образом, целью данной работы явилось создание новых методов механических испытаний тонких аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, пригодных для исследования комплекса свойств таких

материалов, в том числе в малых лазерно-модифицированных областях, а также исследование с использованием новых методов механических свойств лазерно-модифицирования аморфно-нанокристаллического металлического сплава с термостабильной аморфной матрицей.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследование проведено на аморфном металлическом сплаве 82К3ХСР толщиной 30 мкм и следующего состава (83,7% Co + 3,7 % Fe + 3,2 % Cr + 9,4 % Si (вес.%)). Перед испытанием образцы подвергали отжигу в печи при температурах до 1150 К. Отжиг проводили как в атмосфере, так и в вакуумной установке в остаточной среде аргона, скорость нагрева и охлаждения образцов ≈ 5 мин.

Лазерную обработку образцов аморфного и аморфно-нанокристаллического металлического сплава осуществляли с использованием следующих оптических квантовых генераторов (ОКГ): ((1) ОКГ ELS-01, $\nu_{\text{имп}}$ до 50 Гц, $\lambda = 1064$ нм, $E_{\text{имп}}$ 50–100 мДж, $\tau \approx 15$ –20 нс, ОКГ ELS-03, $\lambda = 532$ нм, $\nu_{\text{имп}}$ до 100 Гц, $\tau \approx 15$ –20 нс, $E_{\text{имп}} \approx 15$ до 20 мДж. Установка LS 2137, $\lambda = 1064$ нм, $E_{\text{имп}} \approx 250$ мДж, $\tau \approx 0,5$ –15–17 нс; ОКГ «Квант-15» $E_{\text{имп}}$ 8–15 Дж, $\lambda = 1,064$ мкм, $\nu_{\text{имп}}$ до 10 Гц, $\tau \approx 1$ –5 мс, ОКГ ГОС – 1001, $\tau \approx 0,5$ –1,5 мс, $E_{\text{имп}}$ от 40 до 100 Дж)). Используемая техника обеспечивала получение импульсов длительностью от нескольких миллисекунд до наносекунд и плотностью мощности до 10^{12} Вт/см².

В *U*-методе оценивали величину деформации изгибом, при котором происходит хрупкое разрушение металлического стекла. Для этого образец размером 3×10 мм помещали между двумя параллельными пластинами измерительного устройства. При сближении пластин 3 и 4 с постоянной скоростью определялось расстояние между ними, при котором изогнутый образец разрушался. За меру пластичности принималось отношение: $\varepsilon = h / (d - h)$, где h – толщина образца; d –

расстояние между пластинами в момент разрушения образца.

Локальное нагружение осуществляли на микротвердометре ПМТ-3, в качестве инденторов использовали пирамидки Виккерса, Берковича и стальные шарики.

Применение метода микроиндентирования при механических испытаниях тонкого металлического сплава возможно после оценки влияния материала основания на получаемые результаты. В связи с малой толщиной АМС разработана методика нагружения образцов, нанесенных на подложку, обеспечивающая удовлетворительную точность испытаний и воспроизводимость результатов. Использовали подложку толщиной $\approx 1-2$ мм и металлическое основание. В качестве подложки использовали набор материалов, характеризующихся различными механическими характеристиками.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

1. В первой серии экспериментов исследовали зависимость пластичности металлического сплава от температуры традиционным U -методом. В зависимости от режима термообработки. Установлено существование критической температуры отжига, соответствующей резкому спаду пластичности. Величина такой температуры зависит от режима термообработки (длительность отжига, скорость нагрева и охлаждения) и газовой среды, в которой отжигали образец. Характерное изменение пластичности показано на рис. 1. Резкий спад пластичности в районе 525 К может свидетельствовать о начале процессов кристаллизации металлического сплава. Формирование изолированных нанокристаллов затрудняет пластическое деформирование. В процессе пластической деформации микротрещины формируются вблизи характеризующихся высокой твердостью нанокристаллов.

При таких температурах отжига (500–700 К) материал является рентгено-аморфным. Прямым методом регистрации нанокристаллов в аморфных сплавах на данном этапе является метод электронной микроскопии [2]. Таким образом, из косвенных методов механических испытаний U -метод позволяет достаточно точно регистрировать начало процессов кристаллизации.

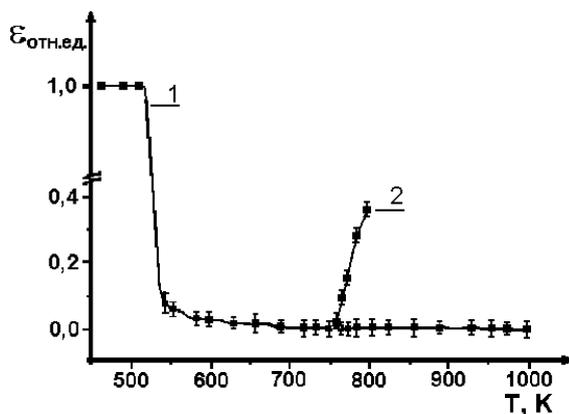


Рис. 1. Изменение пластических свойств аморфного металлического сплава при отжиге: 1 – изменение пластичности U -методом; 2 – изменение пластических свойств, выявляемое методом локального нагружения

Однако серьезным недостатком U -метода является невозможность оценивать механические свойства (хрупкость, пластичность) в микрообъемах изучаемого материала, кроме того, U -методом невозможно определение механических характеристик образца без его разрушения. При температурах отжига, близких к кристаллизации, формируется аморфно-кристаллическая наноструктура, где отдельные нанокристаллы изолируются и стабилизируются аморфной матрицей. В то же время, U -метод дает околонулевые значения пластичности для температур отжига, больших 510–600 К (от длительности отжига, газовой среды и пр.).

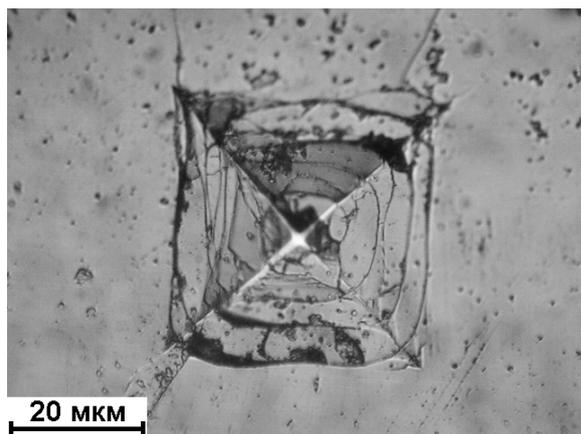
Таким образом, U -метод, эффективно регистрируя начало процессов кристаллизации, оказывается нечувствительным к структуре аморфно-кристаллического наноматериала.

2. По мере роста температур отжига меняются микрокартины разрушения, от микрокартин с радиальными трещинами, при температурах отжига 673–820 К, к микрокартинам с системой вложенных трещин (рис. 2). Данный тип микрокартин становится доминирующим при температурах, больших $\approx 820-830$ К. Это температуры, соответствующие высокой хрупкости сплава.

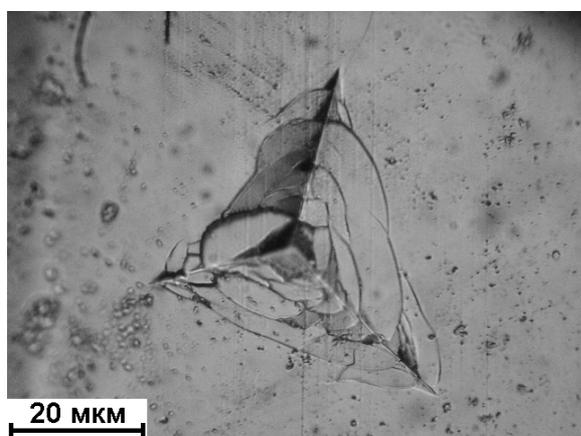
На фотографиях показаны характерные микрокартины разрушения, возникшие в результате локального нагружения максимально охрупченного металлического сплава (рис. 2). Микрокартины разрушения зависят от геометрии индентора. В случае пирамидок Виккерса и Берковича, это трещины, параллельные граням пирамидки и образующие систему вложенных треугольников (пирамидка Берковича) или квадратов (пирамидка Виккерса). В случае использования стальных шариков формируется окружность, вложенные окружности или спиралевидные трещины. Формирование указанных микрокартин разрушения связано с особенностями упругого прогиба подложки и возникновением высоких механических напряжений в областях, указанных стрелками.

Пренебрегая влиянием подложки, можно предположить, что растрескивание при нагружении шариком наблюдается при тех же углах изгиба образца, что и в случае U -метода. В случае использования пирамидок разрушение наступает, если для него достаточно достижения угла изгиба в 103° (пирамидка Берковича), изгиба в 158° (пирамидка Виккерса) или меньше. При меньших температурах отжига требуются достижения меньших углов, и разрушение по схеме, показанной на рис. 3, не наблюдается.

Механические характеристики материала можно количественно определять по величине ϵ' , которую рассчитывали следующим образом: изгиб образца, приведенный на рисунке, достраивался до полуокружности. Величина диаметра подставлялась в формулу ($\epsilon = h/(d-h)$), используемую для определения пластичности традиционным U -методом. При индентировании на термостойкой подложке, пригодной для лазерной обработки нанесенного на нее материала, с микротвердостью ≈ 800 МПа построены соответствующие графики зависимостей ϵ' от $T_{отж}$. По мере повышения температуры отжига разрушение имеет место при меньших углах изгиба. Как следствие, значение $\epsilon'(T)$ будет возрастать. Т. о. вблизи вдавливаемого индентора формируется изгиб, что может приводить к разрушению. Формирование разрушения в этом случае схоже с тем, что происходит при испытании U -методом.



а)



б)



в)

Рис. 2. Особенности формирования микрокартин разрушения в условиях локального нагружения аморфно-нанокристаллического сплава, отожженного при температуре 830 К: а) нагружение пирамидкой Виккерса; б) нагружение пирамидкой Берковича; в) нагружение шариком

На основании испытаний локальным нагружением и благодаря установленному соответствию между ϵ и ϵ' , для некоторых температур данным методом определена пластичность материала. Резкое возрастание $\epsilon'(T)$

связано с микрохарактером деформаций, которые ближе к структурным неоднородностям материала, что может обуславливать высокую чувствительность предложенного метода испытаний к механическим свойствам и структурному состоянию наноматериала. Учитывая, что пластичность ϵ , выявляемая традиционным способом, не описывает реальное изменение пластических свойств и структурного состояния наноматериала, целесообразно ввести структурно-чувствительную величину $\epsilon'' = 1/\epsilon'$, которую можно рассматривать как микропластичность тонких аморфно-нанокристаллических сплавов (рис. 4).

При использовании шарика принципиально возможно получение тех же результатов, что при использовании пирамидок (несколько различающихся количеством). Полученные результаты позволяют констатировать, что различия между экспериментально определяемой пластичностью и микропластичностью обусловлены в большей степени микрохарактером деформаций, а не концентраторами напряжений в окрестности вершины и ребер пирамидки. Данные экспериментальные результаты являются дополнительным аргументом в пользу необходимости использования величины ϵ'' при определении пластических свойств таких наноматериалов.

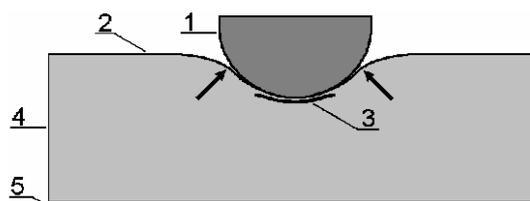


Рис. 3. Схема формирования разрушения при нагружении металлическим шариком (стрелками показаны области высоких механических напряжений): 1 – индентор (шарик), 2 – аморфно-нанокристаллический металлический сплав, 3 – отколывающаяся часть образца, 4 – подложка, 5 – основание

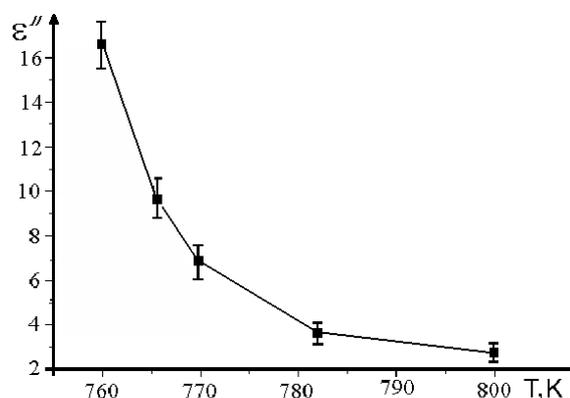


Рис. 4. Изменение микропластичности сплава ϵ'' , определяемое методом локального нагружения.

В условиях локального нагружения пирамидкой макроскопические трещины могут формироваться в области ее вершины, в области ребер пирамидки. Макроскопические трещины, возникшие при локальном нагружении охрупченного аморфного металлического сплава, показаны на рис. 3б стрелками. Формирование значительных областей разрушения затрудняет набор статистических данных на малых областях, и как следствие корректное определение механических характеристик.

Использование в качестве индентора металлических шариков различного размера позволяет проводить механические испытания, в которых, как правило, не формируются макроскопические трещины. Формирование зоны нагружения происходит в отсутствии таких концентраторов напряжения, как вершина и ребра пирамидки, что позволяет лучше сопоставлять результаты с данными, полученными U -методом.

Предположение о характере деформирования и разрушения в ходе локального нагружения АМС, нанесенного на полимерное основание, получило подтверждение в ходе выполнения модельного экспериментирования [5].

Разрушение в нанокристаллическом материале, отожженном при температурах 650–970 К, обусловлено формированием дислокационных скоплений на границе аморфной матрицы и нанокристаллов, играющих роль стопоров. Формирование и рост микротрещин на месте дислокационных скоплений обуславливает разрушение материала.

Т.о., в целом U -метод чувствителен в случае реализации зернограничного механизма пластичности, когда аккомодационным механизмом зернограничной деформации является ротация зерен.

Метод локального нагружения более чувствителен при сформировавшейся аморфно-нанокристаллической структуре, когда реализуются механизмы пластичности, связанные с генерацией дислокаций на границах зерен и выходом отдельных дислокаций в нанозерна.

3. Экспериментально установленное существование термостабильной устойчивой аморфной матрицы, создание новых методов механических испытаний позволило поставить задачу создания принципов избирательного, выборочного управления этими структурами с использованием лазерного излучения.

Из исследуемого аморфного сплава при отжиге формируется нанокристаллический материал, с размером зерен в десятки нанометров, разделенных аморфной фазой [3].

В результате лазерной обработки, сопровождающейся кратковременным повышением температур до 2000–5000 К, формированием значительных механических напряжений и шокового давления до 100 Кбар, происходит эволюция нанокристаллов и разделяющей их аморфной матрицы.

Под влиянием схожих условий воздействия (ударная волна, кратковременное повышение температуры) аморфная матрица и нанокристаллы претерпевают различные изменения. Энергетически выгодная структура нанокристаллов претерпевает меньшие преобразования. Модифицирование затрагивает, в первую очередь, аморфную матрицу, вызывая, с одной стороны, изменения структуры материала, а с другой – способствуя снижению механических напряжений, аннигиляции

дефектов на границе аморфного и нанокристаллического материала. Подтверждением предложенного механизма могут служить данные РСА. Рентгенограммы аморфно-нанокристаллического материала до и после лазерной обработки, приводящей к двух-трехкратному возрастанию микропластичности при сохранении высокой микротвердости, остаются практически неизменными, фиксируя неизменное состояние нанокристаллической составляющей.

Таким образом, использование лазерных технологий при обработке аморфных и аморфно-кристаллических наноматериалов потенциально позволяет осуществить модификацию свойств материала, с получением эффективных результатов, недостижимых другими методами, что обуславливает актуальность исследований, посвященных лазерному модифицированию наноматериалов [6–8].

Исследования пластичности лазерно-модифицированным традиционным U -методом затруднено из-за малых областей модифицирования и низкой чувствительности к пластическим свойствам тонкого аморфно-нанокристаллического металлического сплава, в связи с чем трудно определить эффективность лазерной обработки и требования параметрам излучения.

В то же время, благодаря значительным изменениям микропластичности, можно оценивать эффективность лазерного модифицирования и, соответственно, проводить целенаправленные исследования по разработке методов лазерного модифицирования.

ВЫВОДЫ

1. На основании проведенных исследований установлено, что в целом U -метод чувствителен в случае реализации зернограничного механизма пластичности, когда аккомодационным механизмом зернограничной деформации является ротация зерен.

Метод локального нагружения более чувствителен при сформировавшейся аморфно-нанокристаллической структуре, когда реализуются механизмы пластичности, связанные с генерацией дислокаций на границах зерен и выходом отдельных дислокаций в нанозерна.

2. Использование лазерных технологий при обработке аморфных и аморфно-кристаллических наноматериалов дает дополнительные возможности управления структурой и свойствами таких материалов, благодаря разному воздействию излучения на аморфную и нанокристаллическую составляющую, принципиально отличая возможности печной и лазерной обработки аморфно-нанокристаллических металлических сплавов.

3. Учитывая, что пластичность ϵ , выявляемая традиционным способом, не описывает реальное изменение пластических свойств и структурного состояния наноматериала, целесообразно ввести структурно-чувствительную величину $\epsilon'' = 1/\epsilon'$, которую можно рассматривать как микропластичность тонких аморфно-нанокристаллических сплавов.

4. Метод локального нагружения на подложках обеспечивает возможность проведения исследования механических свойств в малых областях, где другие методы не могут быть применены, что особенно важно в связи с перспективами лазерного модифицирования нанокристаллических материалов и потребностью в

методе, способном исследовать механические свойства материала в малых областях.

5. Исследованы морфологические особенности деформирования и разрушения термически обработанных образцов металлического стекла 82К3ХСР инденторами различной геометрической формы. Установлено, что для всех использованных инденторов существует критическая температура отжига, выше которой вероятность образования трещин линейно зависит от нагрузки на индентор. Показана зависимость критической температуры от геометрии индентора и свойств подложки. Определены критерии выбора оптимальных инденторов для исследования механических характеристик образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Абросимова Г.Е., Аронин А.С., Зверькова И.И., Гуров А.Ф., Кирьянов Ю.В.* Образование, структура и микротвердость нанокристаллических сплавов Ni-Mo-B // ФТТ. 1998. Т. 40. № 1. С. 10-16.
2. *Абросимова Г.Е., Аронин А.С., Зверькова И.И., Гуров А.Ф., Кирьянов Ю.В., Молоканов В.В.* Начальные стадии распада аморфной фазы в массивном металлическом стекле Cr-Cu-Ti // ФТТ. 1999. Т. 41. № 7. С. 1129-1133.
3. *Ушаков И.В., Калабушкин А.Е., Поликарпов В.М., Титовец Ю.Ф.* Взаимосвязь между механическими характеристиками и структурным состоянием аморфно-нанокристаллического металлического

сплава 82К3ХСР, выявляемая микроиндентированием на полимерных подложках и рентгеноструктурным анализом // Деформация и разрушение материалов: тр. 1 междунар. конф. DFM2006. М., 2006. Т. 1. С. 408-410.

4. *Ушаков И.В.* Использование инденторов различной геометрической формы при определении механических характеристик металлического стекла, подвергнутого лазерной обработке // Прочность неоднородных структур: тез. докл. 3 Евразийской науч.-практ. конф. / МИСиС. М., 2006. С. 138.
5. *Ушаков И.В.* Моделирование массопереноса, упругих и пластических деформаций композиционных соединений металлическое покрытие – полимерное основание – металлическая основа в условиях локального нагружения // Вестн. Тамб. ун-та. Сер. Естеств. и техн. науки. Тамбов, 2006. Т. 11. Вып. 3. С. 284-288.
6. *Веревкин Ю.К., Дауме Э.Ю., Петряков В.Н., Гуцин Ю.Ю., Тихов С.В.* Самоорганизация нанометровых островков на поверхности монокристаллов кремния и арсенида галлия, стимулированная пространственно-периодическим лазерным излучением // Письма в ЖТФ. 2005. Т. 31. № 17. С. 83-88.
7. *Ушаков И.В.* Закономерности локального деформирования и разрушения тонких лент металлического стекла 82К3ХСР при импульсной лазерной обработке // Физика и химия обработки материалов. 2006. С. 24-28.
8. *Мирзоев Ф.Х., Панченко В.Я., Шелепин Л.А.* Лазерное управление процессами в твердом теле // УФН. 1996. Т. 166. № 1. С. 3-32.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 05-01-00215).

Поступила в редакцию 10 ноября 2006 г.