

ИЗМЕНЕНИЕ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ, ХАРАКТЕРА ДЕФОРМИРОВАНИЯ И СТРУКТУРЫ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА ПОСЛЕ ОТЖИГА

В.А. Федоров, И.В. Ушаков, В.М. Поликарпов, Е.И. Климачева

*Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
Россия, г. Тамбов, Интернациональная ул., 33
feodorov@tsu.tmb.ru*

Исследована деформация и разрушение отожженного металлического стекла при локальном нагружении. Установлено, что превышение критической температуры отжига (T_{cr}) сопровождается экспоненциальным снижением трещиностойкости. Для любой температуры отжига, превышающей T_{cr} , вероятность образования трещин при индентировании прямо пропорциональна нагрузке на индентор. Определено влияние различных подложек на качественные и количественные характеристики индентирования. Предложен метод оценки механических характеристик и структуры металлического стекла.

Отжиг металлических стекол сопровождается структурной релаксацией [1-4], приводящей к значительному изменению их механических свойств. При достаточно высоких температурах отжига начинается кристаллизация, при которой меняется весь комплекс механических и магнитных свойств материала [1,2].

Исследования эволюции структуры и механических свойств отожженных металлических стекол позволяют уточнить представления об их структуре и ее эволюции при отжиге. Такие исследования позволяют разработать методы определения структурного состояния металлических стекол путем их механических испытаний, что имеет практическое значение [1].

Работа посвящена исследованию эволюции структуры металлического стекла 82К3ХСР при отжиге; установлению закономерностей деформирования и трещиностойкости отожженного металлического стекла при локальном нагружении; сопоставлению механических характеристик металлического стекла с его структурным состоянием.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В экспериментах использовали металлическое стекло 82К3ХСР толщиной 30 мкм со следующим составом: 83,7%Co+3,7%Fe+3,2%Cr+9,4%Si (%). Перед испытанием образцы подвергали отжигу в печи при температурах $T_{an} = 373-888$ К. Образцы нагревали и охлаждали со скоростью ≈ 10 К/мин и выдерживали при заданной температуре в течение 3 мин.

Характер деформирования и разрушения металлического стекла, а также его тре-

щиностойкость исследовали на микротвердомере ПМТ-3. В связи с тем, что малая толщина металлического стекла не позволяет проводить индентирование значительными нагрузками по стандартным методикам, перед индентированием образцы размещали на подложках.

В качестве подложек использовали различные композиты с толщиной слоя ≈ 1 мм, нанесенные на металл. Подложка № 1 – полиэфирный композит ТУ 2312-021-11748532-97, микротвердость 151 кг/мм^2 ; подложка № 2 – композит ТУ 2385-011-0483 10 40-95, микротвердость 16 кг/мм^2 ; подложка № 3 – клей на основе натурального каучука ГОСТ 2199-78, марка “А”, микротвердость $< 10 \text{ кг/мм}^2$. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре ДРОН-2.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Индентирование неотожженного металлического стекла сопровождается образованием отпечатка от пирамидки Виккерса и формированием зоны деформирования.

Образование трещин возможно при индентировании образцов, отожженных при температурах $\geq 673 \text{ К}$. Нагрузка, при которой образуются трещины, изменяется в зависимости от температуры отжига от 40 до 400 г. Последняя зависит от материала подложки: для подложки № 1 $T_{cr} = 748 \text{ К}$; для подложки № 2 $T_{cr} = 738 \text{ К}$; для подложки № 3 $T_{cr} = 673 \text{ К}$. Минимальная величина нагрузки, необходимая для образования трещин, уменьшается по мере роста температуры отжига и при температурах $\approx 823\text{--}880 \text{ К}$, составляет для подложки № 1 $P_{min} = 60 \text{ г}$, для подложки № 2 $P_{min} = 70 \text{ г}$, для подложки № 3 $P_{min} = 40 \text{ г}$.

Для всех подложек на образцах, отожженных в температурном интервале $673\text{--}783 \text{ К}$, вследствие индентирования возможно образование как зоны деформирования, так и микро- и макротрещин. По мере повышения температуры отжига зоны деформирования становятся менее выраженными и при $T_{an} > 783 \text{ К}$ не наблюдаются.

При температуре отжига большей T_{cr} вероятность появления трещин при индентировании прямо пропорциональна нагрузке на индентор (рис. 1). Экспериментальные точки аппроксимировали линейными зависимостями вида $W = a \cdot P + b$. Значения коэффициентов корреляции R для подложки № 1 находятся в диапазоне от 0,92 до 0,986; для подложки № 2 – от 0,907 до 0,965; для подложки № 3 – от 0,806 до 0,965. Каждая экспериментальная точка соответствует 20 опытам (по 10 опытов на двух независимо приготовленных образцах).

Отмечено, что по мере повышения температуры отжига, снижается величина нагрузки, необходимой для образования трещин (рис. 2). Экспериментальные точки хорошо аппроксимируются зависимостями вида $P = P_0 + A \exp((T_0 - T)/C)$, где T_0 – температура начала вязко-хрупкого перехода; P_0 – минимальная величина нагрузки, которая требуется для образования трещин при температурах отжига много больших T_0 ; A – коэффициент, имеющий размерность нагрузки; C – коэффициент, имеющий размерность температуры.

На основании рентгеноструктурного анализа сделан вывод, что металлическое стекло не кристаллизуются вплоть до $T_{an} = 973 \text{ К}$. Рентгенограмма, снятая с неотожженного образца, показана на рис. 3. На рентгенограммах, снятых с отожженных образцов, отмечено увеличение полуширины аморфного гало с $8,2^\circ$ (для неотожженных) до $8,8^\circ$ (для отожженных при 973 К). Отмеченные изменения соответствуют уменьшению средних межатомных расстояний примерно на 1%. Увеличение плотности свидетельствует об уменьшении избыточного свободного объема. Таким образом, изменение трещиностойкости металлического стекла обусловлено атомными перестройками не связанными с кристаллизацией.

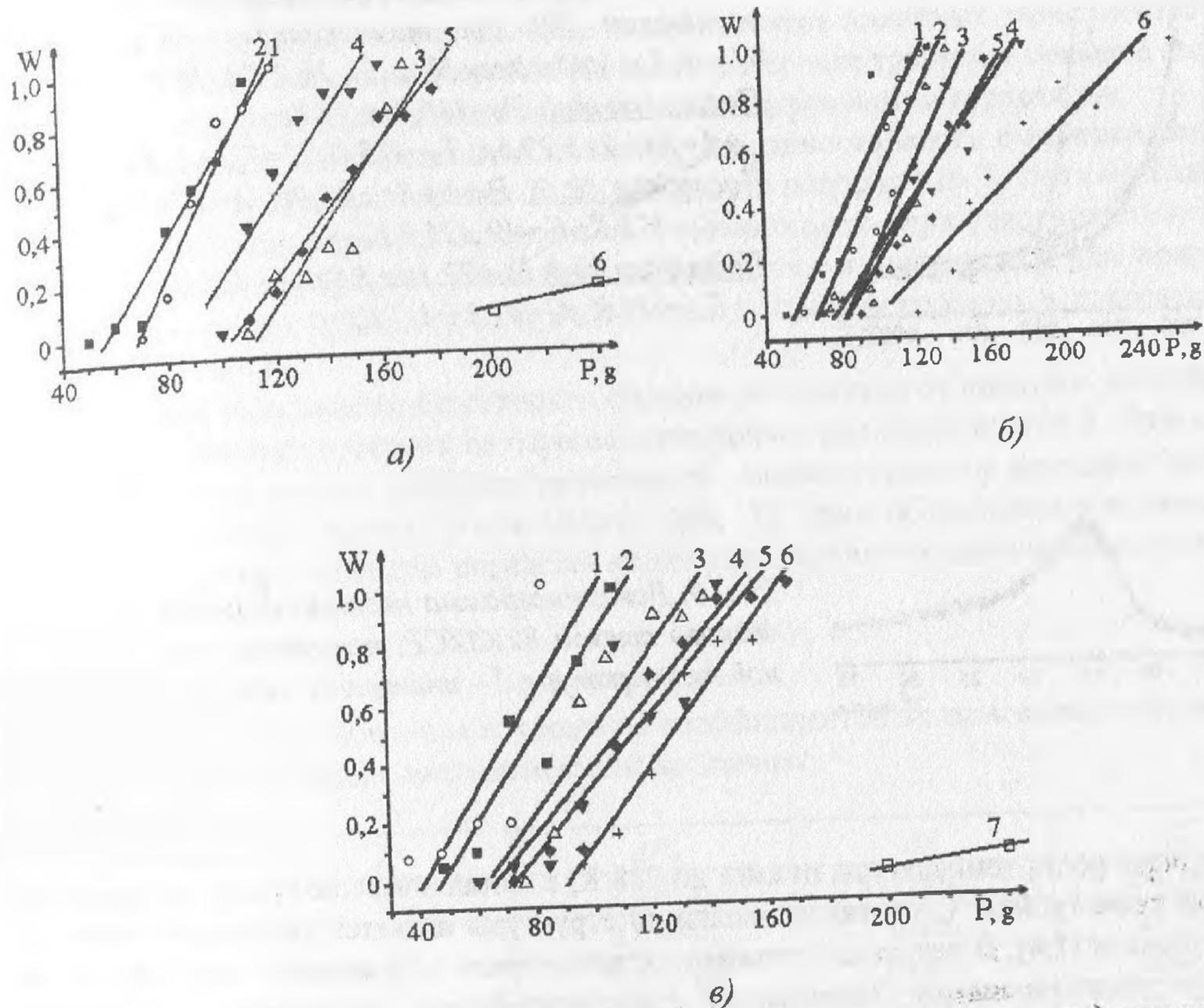


Рис. 1. Зависимость вероятности (W) образования трещин при индентировании от нагрузки на индентор (P) для различных температур отжига и различных подложек. Коэффициенты зависимостей приведены в таблице № 1.

- а) Подложка № 1. Температуры отжига: 888 (1); 823 (2); 783 (3); 773 (4); 763 (5); 748 К (6).
- б) Подложка № 2. Температуры отжига: 868 (1); 823 (2); 773 (3); 763 (4); 748 (5); 738 К (6).
- в) Подложка № 3. Температуры отжига: 868 (1); 823 (2); 773 (3); 763 (4); 748 (5); 738 (6); 673 К (7).

Т а б л и ц а 1. Температуры отжига и коэффициенты для зависимости $W=a \cdot P+b$.

Подложка № 1			Подложка № 2			Подложка № 3		
$T_{от}$ (К)	a	b	$T_{от}$ (К)	a	b	$T_{от}$ (К)	a	b
888	0,016	-0,905	868	0,0142	-0,774	868	0,0187	-0,928
823	0,021	-1,459	823	0,0147	-0,99	823	0,02	-0,89
783	0,015	-1,75	773	0,015	-1,25	773	0,0166	-1,046
773	0,015	-1,339	763	0,0101	-0,782	763	0,014	-0,922
763	0,013	-1,352	748	0,0114	-0,952	748	0,0143	-1,015
748	0,002	-0,262	738	0,0069	-0,699	738	0,0133	-1,105
						673	0,002	0,462.

318 397

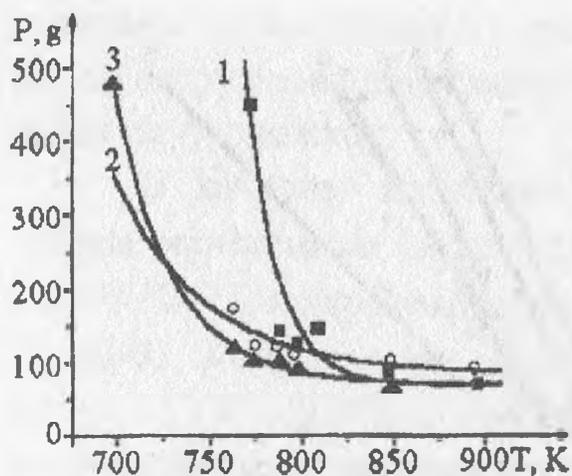


Рис. 2. Зависимости величины нагрузки при индентировании (P) от температуры отжига для $W = 0,5$ и подложек № 1 (1); № 2 (2), № 3 (3).

Подложка № 1. $P_0 = 106,82 \pm 14,82$;

$A = 345,22 \pm 29,52$; $T_0 = 475$ К; $C = 7,2 \pm 2,4$ К.

Подложка № 2. $P_0 = 84,82 \pm 18,92$; $A = 271,62 \pm 23,72$;

$T_0 = 673$ К; $C = 49 \pm 35,7$ К.

Подложка № 3. $P_0 = 72,12 \pm 3,92$; $A = 408,82 \pm 6,62$;

$T_0 = 673$ К; $C = 31,3 \pm 1,7$ К.

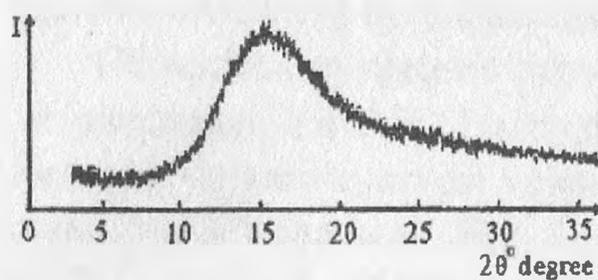


Рис. 3. Рентгенограмма неотожженного металлического стекла 82K3XCP, полученная при комнатной температуре. I – интенсивность.

По мере роста температуры отжига до 888 К, в металлическом стекле начинаются атомные перестройки. Следствием эволюции структуры является увеличение хрупкости материала [1,4]. В результате становится возможным образование макротрещин в процессе индентирования. Зависимости трещиностойкости от температуры отжига являются экспоненциальными, что свидетельствует о термоактивированном характере процесса атомных перестроек (рис. 2).

На основании анализа экспоненциальных зависимостей трещиностойкости от температуры отжига (рис. 2), можно заключить, что температурный интервал 673–748 К является переходным, выше которого происходят значительные изменения механических свойств металлического стекла. В то же время, из данных рентгеноструктурного анализа следует, что эти изменения не сопровождаются кристаллизацией металлического стекла.

При обработке экспериментальных данных необходимо учитывать влияние подложки как на качественные характеристики индентирования, так и на величину случайных отклонений. Это обусловлено малой толщиной металлического стекла, не позволяющей проводить индентирование значительными нагрузками (≥ 100 г) по стандартным методикам [5].

Влияние подложки на результаты индентирования видны из рис. 1–2. Очевидно, за значительную ширину интервала температур начала существенных изменений механических свойств подложки также ответственны различные механические характеристики используемых подложек.

Анализ экспериментальных данных показывает, что подложка, на которую наносят металлическое стекло, внося определенные изменения в процесс индентирования, обеспечивает высокую воспроизводимость результатов, и чувствительность к структурному состоянию металлического стекла. Высокая воспроизводимость результатов индентирования и хорошие коэффициенты корреляции для линейных зависимостей доказывают, что при использовании таких подложек возможно получение минимальных величин случайных отклонений.

Из полученных данных также следует, что на материале подложек № 1 и № 2 возможно удовлетворительное определение коэффициентов линейных зависимостей трещиностойкости от величины нагрузки. На таком материале требуется меньшее количество опытов для получения удовлетворительных коэффициентов корреляции.

В то же время, для определения изменения трещиностойкости с изменением температуры отжига, предпочтительна более эластичная подложка № 3. Хотя использование данной подложки требует большего количества опытов (при удвоении количества опытов с 10 до 20, среднее значение коэффициента корреляции R_{cp} для подложек № 1–2 изменилось с 0,92 до 0,958 и с 0,913 до 0,941 соответственно, а для подложки № 3 с 0,85 до 0,902).

Линейные зависимости вероятности образования трещин от нагрузки на индентор для разных температур отжига не пересекаются только для подложки № 3. Только для данной подложки любые линейные зависимости, соответствующие меньшим температурам отжига, лежат правее по оси абсцисс (рис. 1). Этим обеспечиваются малые погрешности при последующем определении коэффициентов экспоненциальных зависимостей (таблица 2).

Т а б л и ц а 2. Относительное отклонение коэффициентов экспоненциальной зависимости при аппроксимации экспериментальных данных.

Подложка	W	ΔP_0	ΔA	ΔC
№1	1	11,4%	5,3%	26,3%
№1	0,5	11,9%	8,4%	33,9%
№1	0	30,7%	24,8%	66,4%
№2	1	9,9%	18,7%	49,1%
№2	0,5	9,4%	18,8%	51,1%
№2	0	31,9%	29%	84%
№3	1	5,6%	1,6%	6%
№3	0,5	5,6%	1,6%	5,8%
№3	0	6,2%	2,5%	7%

Следовательно, использование более эластичной подложки обеспечивает получение более точных данных при условии проведения на ней достаточного числа испытаний (не менее 20).

Причина меньших погрешностей в коэффициентах экспоненциальных зависимостей вероятности образования трещин от нагрузки на индентор для подложки № 3 (см. таблицу 2), вероятно, заключается в меньшей микротвердости материала подложки. Такая подложка вносит меньшие искажения в результаты индентирования и лучше выявляет трещиностойкость металлического стекла.

Исходя из этого, а также из того, что на подложке № 3 получена наименьшая температура ($T_{cr} = 673$ К) начала существенных изменений механических свойств металлического стекла, можно заключить: большие температуры отжига, при которых отмечено образование трещин на стекле, нанесенном на подложки № 1–2, обусловлены "упрочняющим" действием самого материала подложки. Следовательно, реальная температура начала существенных изменений механических свойств металлического стекла несколько меньше 673 К и может быть выявлена при использовании более эластичных подложек.

ВЫВОДЫ

1. Критическая температура, при которой начинается образование трещин при индентировании, зависит от материала подложки и наиболее точно выявляется на эластичной подложке.

2. Превышение критической температуры отжига металлического стекла приводит к экспоненциальному уменьшению трещиностойкости стекла при индентировании, что обусловлено атомными перестройками не связанными с кристаллизацией. Вероятность образования трещин в процессе индентирования образцов, отожженных при температурах выше критической, прямо пропорциональна нагрузке на индентор.

3. Метод индентирования отожженного металлического стекла большими нагрузками может применяться для оценки его механических свойств и структурного состояния.

Авторы благодарны профессору В. А. Хонику за образцы металлического стекла.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования РФ, грант по фундаментальным исследованиям в области естественных наук № 97-0-4.3-185.

Список литературы

1. Хусаинов М.А., Бордашев К.А., Винокуров И.Д. Оптимизация режимов получения порошков при реализации безотходной технологии производства аморфных сплавов // Научные труды III Международного семинара "Современные проблемы прочности" им. В.А. Лихачева, Великий Новгород, 1999. С. 180-184.
2. Хусаинов М.А., Белякова Н.Н. Магнитные свойства сплава с околонулевой магнитострикцией, полученного из отходов аморфных лент // Научные труды III Международного семинара "Современные проблемы прочности" им. В.А. Лихачева, Великий Новгород, 1999. С. 204-208.
3. Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Кипятков А.Ю., Амосова О.В., Глезер А.М. Залечивание пористости в аморфных сплавах при отжиге // Труды XXXV семинара "Актуальные проблемы прочности". Псков, 1999. Ч. II. С. 381-385.
4. Лихачев В.А., Шудегов В.Е. Принципы организации аморфных структур. СПб.: Изд-во СПб ун-та, 1999. 228 с.
5. Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. Физика процессов микро-индентирования. Кишинев: Изд-во "Штиинца". 1986. 294 с.