

ВЛИЯНИЕ НАГРЕВА И ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ЭВОЛЮЦИЮ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ

Капустин А. Н., Яковлев А. В., Федоров В. А.

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина
feodorov@tsu.tmb.ru

Введение

Металлические стекла (МС) из-за их уникальных физических характеристик уже давно являются предметом пристальных экспериментальных исследований. В настоящее время известны аморфные сплавы для многих металлических систем [1].

Под воздействием различного рода дестабилизирующих факторов (облучение, механические и/или термические воздействия, химическая обработка) осуществляется переход к новому, более равновесному состоянию, сопровождающийся изменением совокупности свойств МС, в частности, к существенному снижению макроскопической пластичности [2]. В связи с этим, одной из актуальных проблем физики неупорядоченных сред остается проблема термической стабильности МС и контроля над изменением их физико-механических характеристик. Поэтому актуальной задачей физики неупорядоченных сред является исследование термической стабильности (МС), решаемой, как правило, при отжиге [3].

Цель работы: 1) исследование пластичности МС для двух методик отжига: на керамической подложке и в стабилизирующих пластинах при различных температурах; 2) исследование механических характеристик МС, обусловленное действием лазерного облучения; 3) исследование поведения отожженного МС при одноосном растяжении.

Методика эксперимента и материалы

Исследования проводили на металлическом стекле на основе Fe, полученном методом спиннингования. Толщина лент 20 мкм. Объектами исследования служили образцы размером 3,5×15 мм, 3,5×20 мм, 3,5×90 мм (для исследования пластичности, микротвердости, прочности, соответственно).

Перед испытанием образцы подвергали изохронному отжигу в печи при заданных температурах с выдержкой $t = 10$ мин. Время отмечалось с момента размещения образцов на керамической подложке или в области между пластинами. Отжиг в печи на керамической подложке сопровождается перепадами температуры, связанными с загрузкой и выгрузкой образцов. В связи с этим, была предложена методика отжига ленточных образцов МС между стабилизирующими пластинами с большой теплоемкостью. Заданная температура между пластинами практически не изменяется при загрузке образцов, вследствие чего оптимизируется режим отжига [4].

Время выхода на режим отжига в стабилизирующих пластинах значительно меньше, чем на керамической подложке, что в большей степени соответствует времени отжига при заданной температуре.

Затем методом на изгиб [5, 6] исследовался характер изменения пластичности МС в зависимости от температуры отжига. Мету пластичности оценивали из выражения [5]: $\varepsilon = h/(D-h)$, где h – толщина ленты, D – расстояние между параллельными пластинами, при котором изогнутый образец разрушался.

Воздействие лазерного облучения на поверхность МС осуществляли с помощью оптического квантового генератора «КВАНТ-15» с длиной волны излучения $\lambda =$

1064 нм. Энергию импульса варьировали в пределах $E = 4-6 \text{ Дж/см}^2$. Длительность импульса составляла $\sim 4 \text{ мс}$.

Инденитрование облученных МС, а также исследование характера деформирования и разрушения проводили на микротвердомере ПМТ-3. Измерение величины микротвердости проводилось при инденитровании как со стороны гладкой поверхности ленты (прилегающей при получении к закалочному барабану) так и ее торцевой поверхности. Исходные образцы МС наносили на подложку, в качестве которой использовали полиэфирный композит. Подложки толщиной $\approx 1 \text{ мм}$ предварительно наносили на металлическую пластину [7]. Специфика приготовления образцов для последней методики заключается в изготовлении компаундов из эпоксидной смолы с заневоливанием в ней МС и их последующей механической шлифовки и полировки перед инденитрованием [8].

Испытания на одноосное растяжение проводили на машине высокой жесткости Инстрон 5565. С этой целью были изготовлены специальные захваты.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

1) При достижении определенной температуры предварительного отжига в пределах устойчивости аморфного состояния некристаллические сплавы полностью или частично становятся хрупкими при комнатной температуре. Это явление потери пластичности аморфных сплавов имеет не только чисто научный, но и большой практический интерес. Именно оно в значительной мере ограничивает температурный интервал термической обработки промышленных сплавов. Известно, что падение пластичности происходит в две стадии: первая – при низкой температуре, вторая – при более высокой. При низкотемпературном этапе охрупчивания пластичность снижается от 1,0 до 0,1. На втором высокотемпературном этапе пластичность изменяется в пределах нескольких сотых. Кроме того, следует иметь в виду, что изменение в интервале $\pm 0,1$ лежит в пределах доверительного интервала при измерении пластичности на изгиб, так что вторую стадию охрупчивания можно вообще не заметить при проведении экспериментов. Явление потери пластичности хорошо описано в литературе для отжига в вакууме [5]. Полученные нами зависимости изменения пластичности представлены на рис. 1. Каждая точка графика является усреднением 10 измерений.

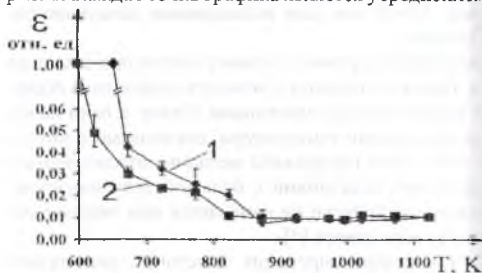


Рис. 1. Зависимость пластичности от температуры отжига: 1 – на керамической подложке; 2 – в стабилизирующих пластинах

Из рисунка видно, что ход зависимостей пластичности от температуры для двух методик отжига заметно отличается при температурах до $\sim 850 \text{ К}$, а при высоких практически совпадает в пределах погрешности измерений. Падение пластичности при отжиге в стабилизирующих пластинах начинается при температуре меньшей на $\sim 50 \text{ К}$, чем при отжиге на керамической подложке. Двухступенчатый характер снижения пластичности, более явно выражен при отжиге в стабили-

зирующих пластинах. Температура отжига, соответствующая максимальному охрупчиванию (минимальной пластичности), оказалась ниже на $\sim 50 \text{ К}$, чем при отжиге на керамической подложке, кроме того, разброс значений пластичности при каждой

температуре отжига в стабилизирующих пластинах значительно меньше. Проведенные исследования показывают, что отжиг в стабилизирующих пластинах позволяет более точно выдерживать заданный режим отжига, как по температуре, так и по времени, и, как следствие, более точно оценивать термическую стабильность сплава.

Далее образцы подвергали изохронному отжигу в печи с разными временами выдержки от 1 до 20 минут в стабилизирующих пластинах. На рис. 2 представлены зависимости пластичности от температуры при разных временах отжига. На графиках можно выделить температуру $T = 780$ К – начало второй стадии падения пластичности. Как видно из рис. 2а, изменение пластичности до этой температуры практически не зависит от времени отжига, с учетом погрешностей, с увеличением температуры зависимости расходятся. Полученные зависимости характеризуют динамику падения пластичности на второй стадии. Видно, что при малых временах отжига (1–2 мин) имеет место некоторое увеличение температуры до начала второй стадии, что может быть связано с релаксацией закалочных напряжений, а не с превращениями. Зависимость при $t = 4$ мин практически совпадает с зависимостью на рис. 2б для 5 мин при $T > 780$ К. На рис. 2б до температуры $T = 780$ К зависимости характеризуют динамику процессов, ответственных за падение пластичности на первой стадии.

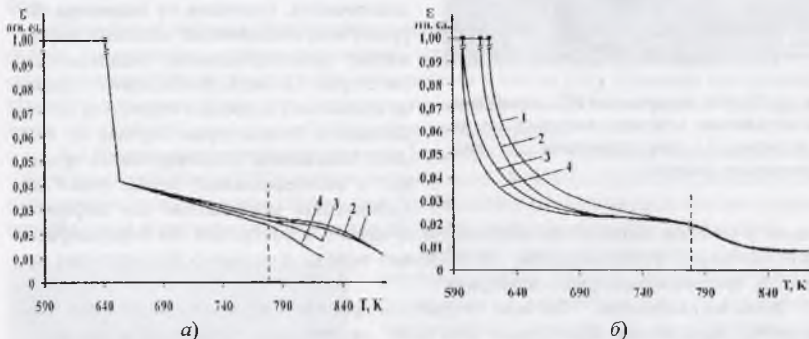


Рис. 2. Зависимость пластичности от температуры отжига: а) при выдержке 1 (1); 2 (2) 3 (3); 4 мин (4); б) при выдержке 5 (1); 10 (2); 15 (3); 20 мин (4)

Из рисунка видно, что с увеличением времени отжига падение пластичности начинается при всё более меньших температурах. Различие в зависимостях явно выражено при малых температурах. С увеличением температуры и времени выдержки зависимости практически совпадают в пределах погрешностей.

Критическая температура охрупчивающего отжига (первая стадия падения пластичности), значение которой соответствует снижению значения пластичности в два раза, с увеличением времени выдержки уменьшается (рис. 2б). Так например, при выдержке в 5 мин падение пластичности начинается при температуре ~ 623 К, в 20 мин – при температуре ~ 603 К, а при выдержке в 60 мин – при температуре ~ 593 К.

Проведенные исследования показывают, что при малых временах выдержки не изменяется первая стадия падения пластичности, а вторая стадия падения пластичности остается неизменной для больших времен отжига.

Полученные результаты хорошо согласуются с литературными данными изменения пластичности для отжига в вакууме, позволяют определить температурный интервал термической обработки промышленных сплавов, а также сделать вывод о том, что изменение пластичности имеет двухступенчатый характер для всех температурно-временных режимов отжига.

2) Установлено, что в результате воздействия сфокусированного импульсного лазерного излучения на области МС диаметром $d = 50-500$ мкм формируются локальные зоны облученного материала. При малой площади облучаемой поверхности и достаточной энергии излучения, образуется проплав приблизительно в центре зоны. Размеры зон проплава и отжига изменяются в зависимости от энергии воздействия импульса и площади облучаемой поверхности (рис. 3). Граница проплава представляет собой «корону», состоящую из наслоений выплавленного из центра зоны материала.

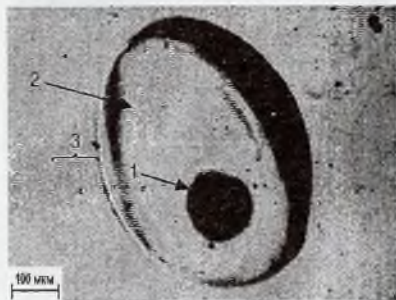


Рис. 3. Область поверхности МС, подвергнутая воздействию лазерного импульса: 1 – зона проплава, 2 – зона оплавления, 3 – зона термического влияния

При микроиндентировании зоны термического воздействия импульса лазера формируются характерные картины разрушения, анализируя которые можно выделить зоны, отвечающие различным физическим превращениям, происходящим в результате облучения. В случае облучения небольшими энергиями, т.е. без полного проплавления материала, в центре облученного участка сохраняется достаточная пластичность, отпечаток от индентора окружен многочисленными полосами деформации, ориентированными радиально от его сторон. По мере приближения к границе оплавления подобных отпечатков не наблюдается. В некоторых случаях на границе оплавления индентирование приводит к растрескиванию сплава (рис.4 а).

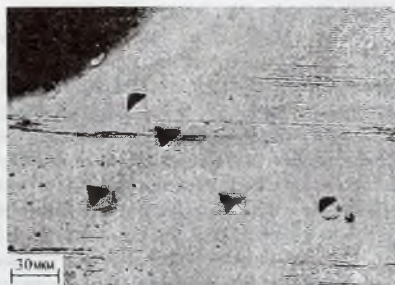
Сопоставляя морфологию зон деформирования

в участках воздействия лазерного излучения с морфологией зон деформирования отожженных в печи образцов, можно делать выводы о реальных температурах нагрева МС импульсом лазерного излучения.

Затем на расстоянии ~ 200 мкм от границы проплава вновь выделяется зона пластичности, появляются характерные отпечатки, окруженные радиальными полосами деформации (рис.4б).



а)



б)

Рис. 4. Характерные отпечатки от индентора в сплаве на основе Fe: а) в центре облученного участка без проплава; б) по мере удаления от границы оплавления

Исследованием микротвердости МС после воздействия лазерного излучения на гладкой и торцевой поверхностях установлены параметры и свойства зон оплавления и термического воздействия. HV максимальна вблизи границы оплавленного участка, постепенно уменьшается по мере удаления от нее и на некотором расстоянии принимает значения, характерные для необлученного сплава.

После воздействия лазерного облучения в аморфной матрице зарождаются области кристаллической фазы. При кристаллизации аморфного вещества, в ходе появления и «оптимального» распределения по объему аморфной матрицы МС мелко дисперсных кристаллических частиц, твердость растет. Кооперативные процессы начала установления дальнего порядка способствуют, в свою очередь, залечиванию пор, уменьшению избыточного свободного объема [9]. Предполагается, что кристаллизация внутри оплавленного участка приводит к образованию крупных зерен, возможному изменению химического состава из-за испарения некоторых составляющих сплава. Изменение микротвердости в этой зоне носит монотонный характер. Наибольший рост микротвердости наблюдается вблизи границы оплавления и связан, большей частью, с напряжениями, возникающими в результате образования зоны перехода от аморфной матрицы, содержащей мелкодисперсные включения, к участкам, содержащим кристаллическую фазу.

Вследствие действия сравнительно мощного и непродолжительного лазерного импульса, приводящего к локальному нагреву материала, отмечается изменение механических характеристик на границе зоны термического влияния [10]. Трещины зарождаются при индентировании только зоны термического воздействия или на ее границе. Вне термически обработанной зоны трещинообразования не наблюдали.

3) Одноосное статическое растяжение показало, что в результате растяжения и последующего разрушения МС в материале появляются полосы деформации, локально расположенные поперек к длине образца (рис. 5). Высказано предположение, что деформационный рельеф появляется на поверхности МС после разрушения (разгрузки образцов).

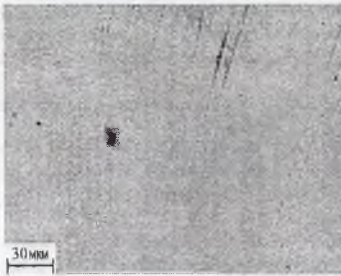


Рис. 5. Полосы деформации, полученные в результате растяжения МС: $T_{отж} = 473$ К

Размер, число, ширина полос зависит температуры отжига. Полосы деформации, вероятно, являются в дальнейшем очагами зарождения микротрещин, ведущих к катастрофическому разрушению образцов. Наличие полос сдвига говорит о локализованном течении деформации, с ростом температуры число таких полос уменьшается (рис. 6), что является качественным подтверждением смены характера деформации: от локализованного гетерогенного – к однородному гомогенному.

Используя одноосное растяжение, была определена зависимость предела текучести от температуры предварительного отжига (рис. 7).

Предел прочности слабо зависит от температуры в интервале 293–623 К, но при достижении $T_{отж} \approx 673$ К наблюдается резкое понижение прочности. В модели свободного объема деформация происходит путем атомного перемещения по механизму диффузии свободного объема. При увеличении $T_{отж}$ уменьшается свободный объем [9], и, как следствие, уменьшается число полос деформации (рис. 6). Таким образом, по мере роста температуры отжига исчезает один из каналов релаксации напряжений на концентраторах. В силу этого обстоятельства, критические напряжения (напряжения разрыва) на концентраторах достигаются при меньших значениях разрушающей нагрузки (предела прочности).

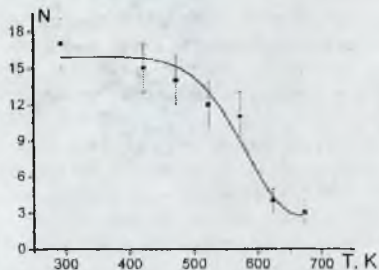


Рис. 6. Зависимость числа полос деформации от температуры предварительного отжига МС

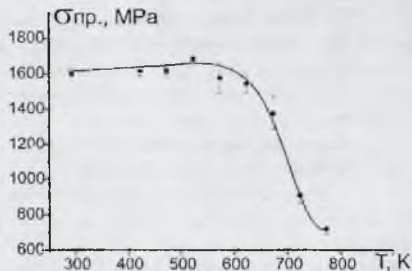


Рис. 7. Поведение предела прочности МС, подвергнутого термической обработке

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 05-01-00759 и № 06-01-96320р)

Список литературы

1. Ф. Е. Люборский. Аморфные металлические сплавы. Металлургия, М. (1987). С. 584.
2. Глезер А.М., Молотилов Б.В. Структура и механические свойства аморфных сплавов. М.: Металлургия, 1992. 208 с.
3. Глезер А.М., Пермякова И.Е., Федоров В.А. Трещиностойкость и пластичность аморфных сплавов при микроиндентировании // Известия РАН Серия физическая, Академиздатцентр «Наука», Москва.-2006.-с.155.
4. Яковлев А. В., Федоров В. А., Барышев Г. А. Оптимизация режимов отжига металлических стекол // Сборник материалов XVII Петербургских чтений по проблемам прочности, посвященные 90 – летию со дня рождения профессора А.Н. Орлова, часть 1, 10-12 апреля. Санкт-Петербург. – 2007.
5. Глезер А.М., Пермякова И.Е., Громов В.Е., Коваленко В.В. Механическое поведение аморфных сплавов. – Новокузнецк: Издательство СибГИУ 2006 – 416 с.
6. Glezer A.M., Permyakova I.E., Feodorov V.A. Physical laws of mechanical behavior of metallic glasses at the viscous-brittle transition // Proceeding of SPAS, New Approaches to High-Tech: Nondestructive Testing and Computer Simulations in Science and Engineering (NDTCS –2006), 5-8 July. Poland. Olstyn. Vol. 10, – 2006. – p.161-164.
7. Федоров В.А., Пермякова И. Е., Капустин А.Н. Методические аспекты измерения механических характеристик лент металлического стекла при микроиндентировании // Тез. докл. Четвертая международная научная конференция «Современные достижения физики и фундаментальное физическое образование» (5-7 октября 2005г., Алматы, Казахстан). – 2005. – С. 89.
8. Глезер А.М., Утевская О.Л. Разработка методики измерения механических свойств тонких ленточных материалов // Композиционные прецизионные материалы: Тематический отраслевой сборник (МЧМСССР) / Под ред. Б.В. Молотилова – М.: Металлургия, 1983. – С. 78–82.
9. Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Амосова О.В. Пористость и механические свойства аморфных сплавов // Известия Академии наук. Серия физическая. – 2003. – т. 67. – № 6. – С. 818–822.
10. Бахарев М. С., Миркин Л. И., Шестериков С. А., Юмашева М. А. Структура и прочность материалов при лазерных воздействиях. М.: Изд-во Моск. ун-та. 1988. 224 с.