## СТРУКТУРНЫЕ ПАРАМЕТРЫ НАНОКРИСТАЛЛОВ И ИХ ВЛИЯНИЕ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АМОРФНО–НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ

## Глезер А. М.<sup>1,2</sup>, Пермякова И. Е.<sup>1</sup>, Шурыгина Н. А.<sup>1,2</sup>

## <sup>1</sup>ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, Россия <sup>2</sup>ГОУ ВПО «МГУПИ», Москва, Россия glezer@imph.msk.ru

На начальных стадиях перехода из аморфного состояния в кристаллическое аморфных металлических сплавов (AMC) формируется структура, состоящая из аморфной матрицы с равномерно распределенными в ней нанокристаллическими частицами. Поведение механических свойств в сплавах с аморфно-нанокристаллической структурой (AHC) изучено весьма поверхностно. Существует лишь устойчивое мнение о том, что появление нанокристаллической фазы почти всегда приводит к росту прочностных характеристик аморфного состояния. Считается, что рост прочности при нанокристаллизации обусловлен, главным образом, появлением в структуре кристаллической фазы с высоким модулем упругости. Вместе с тем, отмечены случаи, когда кристаллизация приводит к снижению прочности.

Важное влияние на прочностные свойства при нанокристаллизации, кроме соотношения упругих модулей наночастиц и аморфной матрицы, оказывают структурные параметры наночастиц: размер частиц, их объемная плотность и объемная доля, тип кристаллической решетки, текстура, характер распределения по размерам и по объему аморфной матрицы. Влияние режимов термической обработки на прочность и твердость АНС изучено не в полном объеме, что не позволяет детально понять физическую картину влияния нанокристаллических частиц на механические свойства.

Целью данной работы явилось экспериментальное изучение поведения сплавов на начальных стадиях перехода из аморфного состояния в кристаллическое, имеющих АНС, состоящую из аморфной матрицы с равномерно распределенными в ней наночастицами. Сплавы были получены контролируемым отжигом исходно АМС. В работе определены зависимости микротвердости и структурных параметров (средний размер нанокристаллических частиц, их объемная плотность и объемная доля) от режимов термической обработки.

Объектами исследования являлись образцы трех AMC:  $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$  (сплав 1),  $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$  (сплав 2),  $Ni_{44}Fe_{29}Co_{15}B_{10}Si_2$  (сплав 3), полученных методом спиннингования расплава (ширина лент 10 мм, толщина 20-25 мкм). Термическая обработка осуществлялась отжигом в вакууме при постоянной температуре в интервале 250–450<sup>0</sup>C в течение от 0,5 до 2 часов. Структуру исследовали с использованием метода просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) при ускоряющем напряжении 120 кВ. Измерения микротвердости проводились при нагрузке 0,25 H на гладкой (контактной) поверхности ленты.

Начальная стадия кристаллизации изученных АМС, при которой происходит выделение первичных кристаллов, обнаруживается в сплаве 1 при  $380^{\circ}$ С, в сплаве 2 – при  $360^{\circ}$ С, в сплаве 3 – при  $340^{\circ}$ С.

Для сплава 1 на рис. 1 показаны типичные зависимости среднего размера нанокристаллов d, их объемной плотности  $N_V$  и объемной доли  $V_V$  от времени отжига t при температуре 380°С. Аналогичный характер зависимостей наблюдался и при других режимах отжига в интервале существования двухфазной АНС.Как показали исследования методом ПЭМ, в сплавах 2 и 3 на всех изученных стадиях кристаллизации средний размер (диаметр) d наночастиц был постоянным и составлял около 20 нм. Рост объемной доли нанокристаллов  $V_V$  происходил только за счет увеличения объемной плотности наночастиц  $N_V$ . Учитывая это обстоятельство, зависимости  $N_V$  и  $V_V$  от температуры и времени отжига носили аналогичный характер.



**Рис. 1.** Зависимости среднего размера нанокристаллов d, их объемной плотности  $N_V(a)$  и объемной доли  $V_V(\delta)$  от времени отжига t при температуре 380°C для сплава 1



**Рис. 2.** Зависимость объемной доли нанокристаллов в сплаве 2 (*a*) и в сплаве 3 (б) от температуры отжига при выдержке 0,5 ч.





На рис. З представлена зависимость микротвердости сплава 1 от объемной плотности  $V_V$  после отжига при  $380^{\circ}$ С. При значениях  $V_V \leq 0,1$  отмечается заметное снижение микротвердости, а при более высоких значениях  $V_V$  зависимость  $HV(V_V)$  выходит на насыщение. Зависимости  $HV(V_V)$ , соответствующие другим температурам, а также зависимости при различных фиксированных временах отжига подобны.

В сплавах 2 и 3 увеличение температуры и времени отжига всегда приводило к росту значения HV. На рис. 4 показаны суммарные зависимости  $HV(V_V)$  для всех использованных в работе режимов термической обработки и, следовательно, для

всех реализованных двухфазных состояний. Так как для сплавов 2 и 3 наблюдается эффект стабилизации размеров наночастиц, мы имеем возможность анализировать с помощью графика на рис. 4 зависимость  $HV(N_V)$ , поскольку  $V_V = Kd^3N_V$ , где K – численная константа.



**Рис. 4.** Зависимость микротвердости сплава 2 (*a*) и сплава 3 (*б*) от объёмной доли нанокристаллов для всех исследованных состояний

График на рис. 4*a* для сплава 2 может быть описан зависимостью типа  $HV = K(V_V)^n$ , где n = 1/3. Зависимость на рис. 4 б для сплава 3 разбивается на два участка ( $(V_V)_{\kappa p} = 0,2$ ), каждый из которых аналогичен зависимости, полученной для сплава 2.

В сплаве 1 определяли влияние размера нанокристаллов на упрочнение аморфной матрицы, т.к. в нем наблюдается изменение среднего размера кристаллов от 100 до 170 нм. Так как в сплавах 2 и 3 зависимость  $HV = f(V_V)$  носит одинаковый характер:  $HV \sim N_V^{1/3}$ , то предполагаем, что для сплава 1 она имеет такой же характер. На рис. 5



Рис. 5. Зависимость микротвердости  $HV_{\kappa opp}$ от среднего размера d нанокристаллов для сплава 1 для всех исследованных состояний

ва 1 она имеет такой же характер. На рис. 5 показана зависимость скорректированного значения  $HV_{\kappa opp}$  для сплава 1 от среднего размера нанокристаллов d.

Темными кружками обозначены значения  $HV_{\kappa opp}$ , соответствующие исходному аморфному состоянию (d = 0) и состояниям, полученным после реализованных в работе термических обработок (d = 100-170 нм). Для получения значений d < 100 нм проведены дополнительные эксперименты: отжиг при  $400^{0}$ С в течение 3, 5 и 10 мин с целью зафиксировать самые ранние стадии нанокристаллизации. Для полученных значений среднего размера нанокристаллов были рассчитаны скорректированные значения микротвердости при  $N_{V} = 100$  мкм<sup>-3</sup>, которые

нанесены на график  $HV_{_{kopp}} = f(d)$ , представленный на рис. 5, в виде светлых кружков.

Установлено, что в сплаве 1 при фиксированном значении  $N_V = 100 \text{ мкм}^{-3}$  и при среднем размере нанокристаллов *d* свыше 80–100 нм наблюдается размерная зависимость HV = f(d), аналогичная соотношению Холла-Петча. При d < 70–80 нм обнаружено аномальное снижение значений *HV* с уменьшением *d*, что связано, по-видимому, с превышением толщины зоны пластической деформации в полосах сдвига, распространяющихся в аморфной матрице, над размером наночастиц кристаллической фазы.