

05;12

Влияние отжига на изменение характера деформирования и разрушения металлического стекла при локальном нагружении

© В.А. Федоров, И.В. Ушаков

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
392622 Тамбов, Россия
e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

(Поступило в Редакцию 13 марта 2000 г. В окончательной редакции 15 августа 2000 г.)

Исследовано изменение трещиностойкости, пластичности и структуры металлического стекла 82К3ХСР при отжиге. Предложен метод оценки механических свойств и структурного состояния металлических стекол, основанный на индентировании металлического стекла, нанесенного на подложку из полиэфирного материала и металла. Определена критическая температура отжига, соответствующая началу значительных изменений механических свойств металлического стекла. Установлен линейный характер зависимостей трещиностойкости металлического стекла от нагрузки на индентор для температур отжига, больших критической. Обнаружено экспоненциальное снижение трещиностойкости при индентировании по мере увеличения температуры отжига металлического стекла.

Введение

Изготовление и использование металлических стекол имеет как научный, так и практический интерес. Значительное внимание к металлическим стеклам обусловлено уникальными свойствами и возможностями практического использования таких материалов [1–3].

Практическое использование металлических стекол может приводить к возникновению неоднородностей структуры, например, вследствие локального нагрева [4]. Разработка методов оценки механических свойств стекол, установление пригодности или непригодности материала для эксплуатации являются достаточно актуальной задачей. Подобные исследования имеют и чисто научное значение, так как позволяют установить взаимосвязь между изменением комплекса механических свойств материала (микротвердость, трещиностойкость и др.) и изменениями структуры стекла, выявляемыми рентгеновскими методами.

Целью данной работы является определение характера разрушения и деформирования отожженного металлического стекла при индентировании, а также исследование изменения механических свойств и структуры металлического стекла в результате отжига.

Материалы и методика эксперимента

Исследования проводили на металлическом стекле 82Л3ХСР. Толщина ленты $30 \mu\text{m}$, состав: $83.7\%\text{Co} + 3.7\%\text{Fe} + 3.2\%\text{Cr} + 9.4\%\text{Si}$ (wt%). Перед испытанием образцы подвергали отжигу в печи при температурах $T_{\text{ан}} = 373\text{--}973 \text{ K}$. Образцы нагревали и охлаждали со скоростью $\approx 10 \text{ K/min}$ и выдерживали при заданной температуре в течение 3 min. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре ДРОН-2.

Металлическое стекло имеет сравнительно малую толщину $\approx 30 \mu\text{m}$, что исключает возможность инден-

тирования значительными нагрузками по стандартным методикам. Как показали исследования, некоторые механические характеристики, например трещиностойкость, хорошо выявляется на эластичной подложке [5]. Кроме того, деформирование и разрушение композитов из сравнительно толстой полимерной подложки и тонкого металлического покрытия являются в настоящее время актуальным направлением прикладных исследований [6–8], что обусловлено перспективами практического применения таких материалов.

При исследовании металлических стекол методом индентирования используются различные подложки. В то же время не всегда учитывается влияние таких подложек на результаты индентирования [9]. В этих случаях корректная интерпретация результатов индентирования возможна только после оценки вклада вносимого различными подложками на получаемые результаты.

В связи с этим перед индентированием образцы приклеивали к металлической основе. В качестве клея использовали полиэфирный композит ТУ 2312-021-11748532-97 с толщиной слоя $\approx 1 \text{ mm}$ и микротвердостью $\approx 151 \text{ kG/mm}^2$. Характер деформирования и разрушения металлического стекла, а также его трещиностойкость исследовали на микротвердомере ПМТ-3.

Экспериментальные результаты

1. Металлическое стекло предварительно отожжено до температур $\leq 743 \text{ K}$. Индентирование стекла нагрузкой $< 100 \text{ g}$ приводило к возникновению отпечатка от пирамидки Виккерса. При нагрузке на индентор $\approx 100 \text{ g}$ и выше вокруг отпечатка появляется характерная зона деформирования.

2. Температура отжига металлического стекла $\geq 743 \text{ K}$. В результате индентирования стекла наблюдали образование макротрещин длиной до нескольких миллиметров. Возможно образование как радиальных,

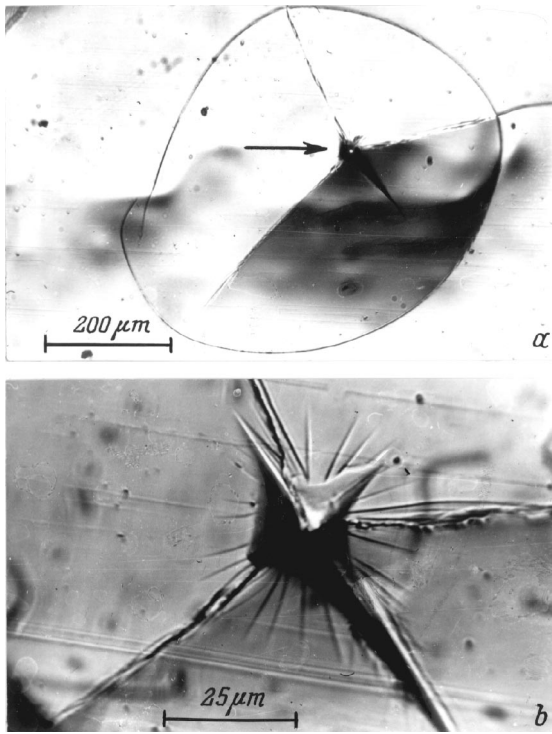


Рис. 1. Поверхность отожженного металлического стекла после индентирования нагрузкой $P = 200$ g (a). Стрелкой показано место индентирования, приведенное на рис. 1, b при большем увеличении (b). Отпечаток от пирамидки Виккерса, окруженный зоной деформирования.

так и кольцевых трещин, связанных с проседанием материала подложки (рис. 1, a). Образование трещин возможно при нагрузке на индентор 60 g и выше.

3. На образцах, отожженных при $T_{an} = 743-783$ K, вследствие индентирования возможно образование как зоны деформирования, так микро- и макротрещин (рис. 1, a, b). По мере повышения температуры отжига зоны деформирования становятся менее выраженными и при $T_{an} > 783$ K не наблюдаются.

4. При $T_{an} > 743$ K вероятность появления трещин при индентировании прямо пропорциональна нагрузке на индентор (рис. 2). Экспериментальные результаты получены следующим образом (рис. 2, значки). При индентировании образование отпечатка сопровождается или не сопровождается зарождением трещин. Если в результате индентирования возникла трещина, то вероятность считали равной единице. Если трещин не образовывалось, вероятность считали равной нулю. Каждый экспериментальный значок на рис. 2 соответствует 20 опытам. Экспериментальные значки аппроксимировали зависимостями вида $W = aP + b$ с коэффициентами корреляции не хуже 0.92.

Отмечено, что по мере повышения температуры отжига снижается величина нагрузки, необходимой для образования трещин, металлическое стекло становится более хрупким. Кинетика кристаллизации, релаксации,

охрупчивания и ряда других процессов, протекающих в аморфных металлах, определяется диффузионной подвижностью атомов, экспоненциально зависящей от температуры [9]. На основании этого можно заключить, что зависимость трещиностойкости от температуры отжига также должна быть экспоненциальной. Это подтверждается малыми погрешностями, получаемыми при аппрок-

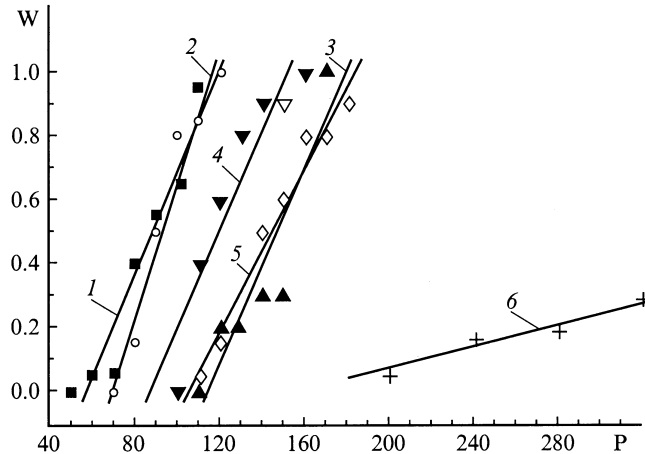


Рис. 2. Зависимость вероятности (W) образования трещин при индентировании от нагрузки на индентор (P). Температуры отжига и значения коэффициентов для приведенных зависимостей равны соответственно: 1 — $T_{an} = 888$ K, $a = 0.016$, $b = -0.905$; 2 — $T_{an} = 823$ K, $a = 0.021$, $b = -1.459$; 3 — $T_{an} = 783$ K, $a = 0.015$, $b = -1.75$; 4 — $T_{an} = 773$ K, $a = 0.015$, $b = -1.339$; 5 — $T_{an} = 763$ K, $a = 0.013$, $b = -1.352$; 6 — $T_{an} = 748$ K, $a = 0.002$, $b = -0.262$.

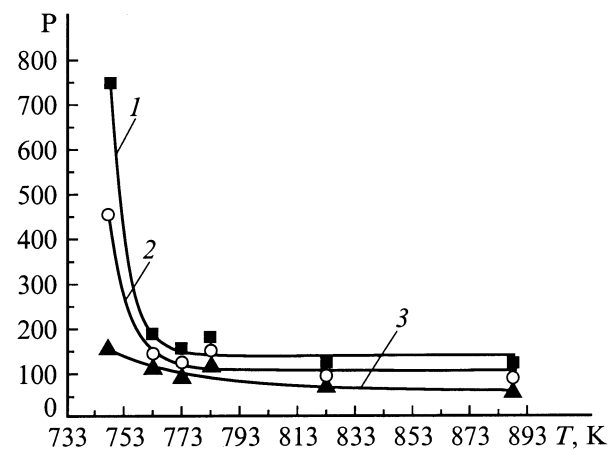


Рис. 3. Зависимости величины нагрузки (P) при индентировании от температуры отжига (T). W : 1 — 1, 2 — 0.5, 3 — 0 (график построен для максимальной нагрузки на индентор, при которой еще не возникают трещины). $W = 1$, $P_0 = 137.7 \pm 15.8$ g; $A_1 = 612.1 \pm 32.4$ g; $T_0 = 475$ K; $C = 6.0$ K ± 1.6 K. $W = 0.5$, $P_0 = 106.8 \pm 14.8$ g; $A_1 = 345.2 \pm 29.5$ g; $T_0 = 475$ K; $C = 7.2$ K ± 2.4 K. $W = 0$, $P_0 = 58.8 \pm 18.1$ g; $A_1 = 90.0 \pm 22.3$ g; $T_0 = 475$ K; $C = 33.9$ K ± 19.9 K.

симации экспериментальных результатов зависимостью вида $P = P_0 + A \exp((T_0 - T)/C)$ (рис. 3).

На основании данных рентгеноструктурного анализа сделан вывод о том, что металлическое стекло остается рентгеноаморфным вплоть до $T_{ан} = 973$ К. Сравнение рентгенограмм отожженных и неотожженных образцов показывает увеличение полуширины аморфного гало на 8.2° для неотожженного стекла до 8.9° для отожженного при 973 К и уменьшение углового положения его центра тяжести на $\approx 0.02^\circ$, что соответствует уменьшению средних межатомных расстояний и увеличению плотности. Обработка рентгенограмм выполнена в соответствии с [10]. Увеличение плотности свидетельствует об уменьшении избыточного свободного объема. Следовательно, можно утверждать, что изменение трещиностойкости металлического стекла обусловлено атомными перестройками, не связанными с кристаллизацией.

Обсуждение результатов

В металлических стеклах, находящихся в исходном состоянии, возможна релаксация высоких механических напряжений за счет пластической деформации [11]. Это может быть причиной появления зоны деформирования при индентировании неотожженного металлического стекла большими нагрузками (рис. 1, *b*). Такая морфология соответствует гетерогенной деформации в условиях низких температур отжига и высоких механических напряжений [11].

По мере роста температуры отжига в металлическом стекле начинаются атомные перестройки, что следует из данных рентгеноструктурного анализа. Следствием эволюции структуры является увеличение хрупкости материала. В результате становится возможным образование макротрещин в процессе индентирования (рис. 1, *a*). Зависимость трещиностойкости от температуры отжига является экспоненциальной, и процесс атомных перестроек носит термоактивационный характер (рис. 3).

На основании анализа экспоненциальной зависимости трещиностойкости от температуры отжига (рис. 3) можно заключить, что резкое снижение величины нагрузки, необходимой для образования трещин, начинается при температуре ≈ 748 К, т.е. энергия термических флуктуаций (при $T \approx 748$ К) становится достаточно для структурной релаксации, приводящей к резкому возрастанию хрупкости материала. Резкое снижение трещиностойкости при $T > 748$ К дает основание назвать данную температуру критической. Температура $T_{ан} \approx 748$ К по сути является температурой вязко-хрупкого перехода для данного металлического стекла. В то же время из данных рентгеноструктурного анализа и дифференциально-сканирующей калориметрии следует, что эти изменения не сопровождаются кристаллизацией металлического стекла.

В процессе индентирования образцов, отожженных в интервале температур ≈ 743 – 783 К возможно образо-

вание как зоны деформирования, так микро- и макротрещин. При более низких температурах не образуются трещины, а при более высоких — зона деформирования. При таких температурах, несмотря на активное охрупчивание металлического стекла, еще возможны значительные пластические деформации и, следовательно, данный температурный интервал является переходным.

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. Следовательно, данный метод позволяет определить границы переходного температурного интервала и критическую температуру ориентировочно. В то же время 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 коэффициенты корреляции (от 0.92 до 0.986) доказывают, что при использовании такой подложки возможно получение минимальных величин случайных отклонений.

Известно, что при структурной релаксации происходит незначительное увеличение плотности ($\sim 1\%$), а изменение избыточного свободного объема может достигать 50% [12] (аналогичные результаты получены и в данной работе). Это приводит к значительным изменениям механических свойств, хорошо фиксируемым при индентировании металлического стекла, нанесенного на подложку. Следовательно, на основе метода индентирования большими нагрузками металлического стекла, находящегося на подложке, с достаточной точностью может быть осуществлена оценка механических свойств и изменений структуры металлического стекла.

Выводы

1. Изменение трещиностойкости металлического стекла, возникающее при превышении критической температуры отжига, обусловлено термоактивированными атомными перестройками не связанными с кристаллизацией, о чем свидетельствуют данные рентгеноструктурного анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии.

2. Предложенный метод индентирования металлического стекла, нанесенного на подложку может быть применен для определения его трещиностойкости и тепловой предыстории.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства общего и профессионального образования, грант по фундаментальным исследованиям в области естественных наук (№ 97-0-4.3-185).

Авторы признательны В.А. Хонику за предоставленные для исследований образцы и данные дифференциально-сканирующей калориметрии.

Список литературы

- [1] *Золотухин И.В.* Физические свойства аморфных металлических материалов. М., 1986. 111 с.
- [2] *Белащенко Д.К.* Структура жидких и аморфных металлов. М., 1985. 193 с.
- [3] *Глезер А.М., Молотилев Б.В.* Структура и механические свойства аморфных сплавов. М., 1992. 208 с.
- [4] *Лихачев В.А., Шудегов В.Е.* Принципы организации аморфных структур. СПб.: Изд-во ун-та, 1999. 228 с.
- [5] *Федоров В.А., Ушаков И.В., Климачева Е.И.* // Труды II Междунар. конф. "Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений". Тамбов, 2000. Т. 5. Вып. 2–3. С. 370–374.
- [6] *Вольнский А.Л., Баженов С.Л., Лебедев О.В.* и др. // Высокомолекулярные соединения. Сер. А. 1997. Т. 39. № 11. С. 1805–1811.
- [7] *Быков Д.Л., Коновалов Д.Н.* // Труды II Междунар. конф. "Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений". Тамбов, 2000. Т. 5. Вып. 2–3. С. 224–226.
- [8] *Головин Ю.И., Тюрин А.И., Иволгин В.И., Коренков В.В.* // Труды XXXV Междунар. семинара "Актуальные проблемы прочности". Псков, 1999. С. 161–166.
- [9] *Манохин А.И., Митин Б.С., Васильев В.А., Ревякин А.В.* Аморфные сплавы. М.: Металлургия, 1984. 160 с.
- [10] *Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А.* Рентгенографический и электроннооптический анализ. М.: Металлургия, 1970. 2-е изд. 366 с.
- [11] *Rampillo C.A.* // J. Mater. Science. 1975. Vol. 10. N 7. P. 1194–1227.
- [12] *Tsao S.S., Spaepen F.* // Proc. 4 Intern. Conf. on Rapid. Quench. Metals. Sendai: Jap. Inst. Metals, 1982. Vol. 1. P. 463–468.