

Скачкообразная деформация объемного аморфного сплава $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ в процессе наноиндентирования

© Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, А.И. Тюрин, В.А. Хоник*

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
392622 Тамбов, Россия

* Воронежский государственный педагогический университет,
Воронеж, Россия

E-mail: golovin@tsu.tmb.ru

(Поступила в Редакцию 1 ноября 2002 г.)

Методом непрерывного наноиндентирования (dept-sensing testing) исследованы характеристики скачкообразного пластического течения объемного аморфного сплава $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ и установлены границы, разделяющие области скачкообразной и монотонной пластической деформации.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 01-02-16573), Министерства образования Российской Федерации (гранты № E00-3.4-48 и E02-3.4-263), а также Американского фонда гражданских исследований и развития (CRDF) (грант N RP1-2320-VO-02).

Несмотря на то что пластическая деформация (в отличие от упругой) протекает всегда неоднородно на атомарном уровне, в физике пластичности принято различать гомогенные и гетерогенные моды течения [1–7]. Условная граница между ними определяется главным образом температурой испытания T , скоростью относительной деформации $\dot{\epsilon}$, предысторией, характерными размерами образца и состоянием его поверхности [2,5,8–14]. В значительной мере положение этой границы зависит и от характеристик испытательной машины, в частности от ее жесткости, инерционности, чувствительности к изменению усилий деформирования или размеров образца. Традиционно используемое оборудование (типа машины Instron) позволяет регистрировать лишь относительно крупные скачки макроскопической деформации с низкой частотой следования, возникающие вследствие коллективизации поведения огромного числа элементарных носителей пластической деформации. В результате статистика зафиксированных скачков оказывается обедненной и искаженной, а их кажущаяся роль в общей накопленной деформации сильно заниженной.

Для исследования динамики и корреляции скачков деформации на более низком иерархическом уровне (в частности, мезоскопическом) необходимо существенно увеличить пространственно-временное разрешение аппаратуры и уменьшить объем образца. Одновременно это создает перспективу для анализа нестабильностей пластического течения с позиций теории самоорганизации в неравновесных диссипативных средах (каковыми и являются пластически деформируемые твердые тела), поскольку число регистрируемых скачков должно при этом значительно возрасти, а корреляционные связи между ними станут более прозрачными.

С этой целью в настоящей работе использовали технику непрерывного наноиндентирования, позволяющую получать зависимость усилия вдавливания P от

глубины погружения индентора h (аналог диаграммы $\sigma = f(\epsilon)$ при одноосном деформировании) и временные развертки $P(t)$ и $h(t)$ для областей субмикронных размеров. Предельное разрешение современных коммерческих наноиндентометров достигает по глубине погружения 0.1 nm, по силе вдавливания — единицы μN , а по времени — 10^{-2} s, что на несколько порядков выше, чем у традиционных испытательных машин. Это (помимо возможности изучать более мелкие и быстрые скачки) позволяет расширить диапазон скоростей относительной деформации в области высоких $\dot{\epsilon}$ (поскольку при непрерывном наноиндентировании $\dot{\epsilon} \approx dh/h dt$, а h может быть значительно меньше $1 \mu m$) и работать на одном образце. Все это, вместе взятое, помимо указанных преимуществ позволяет установить границы масштабно-скоростной инвариантности устойчивых и неустойчивых мод течения с продвижением в наномасштабную область характерных размеров объекта.

Первые работы по изучению скачков деформации методом наноиндентирования появились несколько лет назад [15–17] и были посвящены особенностям нестабильного течения в ГЦК-металлах и поликристаллических алюминий-магниевого сплавах, хорошо изученных ранее методами макродеформирования [18,19]. В отношении аморфных сплавов подобная информация ограничена, насколько нам известно, только работами [20,21], в которых методом наноиндентирования были обнаружены множественные наноскачки деформации при локальном деформировании объемного аморфного сплава на основе палладия.

Из макроскопических измерений известно [4], что при умеренных скоростях деформирования ($10^{-5} \leq \dot{\epsilon} \leq 10^{-3} s^{-1}$) в области температур $T < 400$ K течение является локализованным, а при более высоких температурах возникает однородное течение. Предполагается, что такой переход обусловлен выравниванием скоростей деформирования и направленной структурной релаксации [4,5,12,13]. Очевидно, при комнатной температуре этому переходу будет соответствовать очень

низкая величина критической скорости деформации $\dot{\epsilon}'_c$, недостижимая в обычных условиях активного деформирования. С другой стороны, в [22] показано, что при $\dot{\epsilon}''_c \sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ может происходить обратный переход, а именно от гетерогенного к гомогенному течению, природа которого не обсуждается.

Цель настоящей работы состоит в выявлении областей устойчивого и неустойчивого пластического течения объемного аморфного сплава $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ в условиях локального деформирования с различной скоростью и на разную глубину, а также в выяснении параметров и роли скачков в суммарном массопереносе материала из-под индентора.

1. Техника эксперимента

Объемные образцы аморфного сплава $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ получались охлаждением в воде расплава, находящегося в цилиндрической стеклянной ампуле с внутренним диаметром 4 мм. После охлаждения стеклянная оболочка разбивалась, получившийся стержень разрезался на таблетки высотой 2 мм. Перед измерениями поверхность образца полировалась алмазными пастами. Исследования проводились на оригинальной установке, разработанной в Лаборатории наноиндентирования ТГУ [23,24], которая представляет собой компьютеризированный нанотестер с разрешением по глубине внедрения алмазной пирамидки Берковича от 1 до 10 нм (в зависимости от предельного усилия и скорости нагружения). Разрешение по времени (периодичность дискретных отсчетов) было доведено до $50 \mu\text{s}$, что значительно (на несколько порядков величины) превышает возможности фирменных приборов и позволяет разрешать без интегрирования скачки с длительностью на фронте $\geq 100 \mu\text{s}$.

Нагружение осуществлялось треугольным импульсом силы P с амплитудой от 50 до 85 мН и длительностью τ от 20 мс до 500 с, и синхронно регистрировались зависимости $P(t)$ и $h(t)$ или $P(h)$ (рис. 1). Из файлов этих записей, хранящихся в компьютере, впоследствии можно извлечь свыше десятка различных параметров, характеризующих механические свойства материала в тонких приповерхностных слоях. В описанных условиях испытаний максимальная глубина отпечатка в исследуемом сплаве составляла около 700 нм, а трещины, которые могут быть обнаружены с помощью оптического микроскопа, отсутствовали. Всего было записано около 1000 файлов отдельных нагружений, которые обеспечили достаточный массив данных для статической обработки скачков.

2. Результаты и обсуждение

Первый анализ полученных данных показал, что скачки деформации могут возникать как в фазе роста усилия вдавливания, так и в процессе разгрузки, но не во всей исследованной области параметров нагружения.

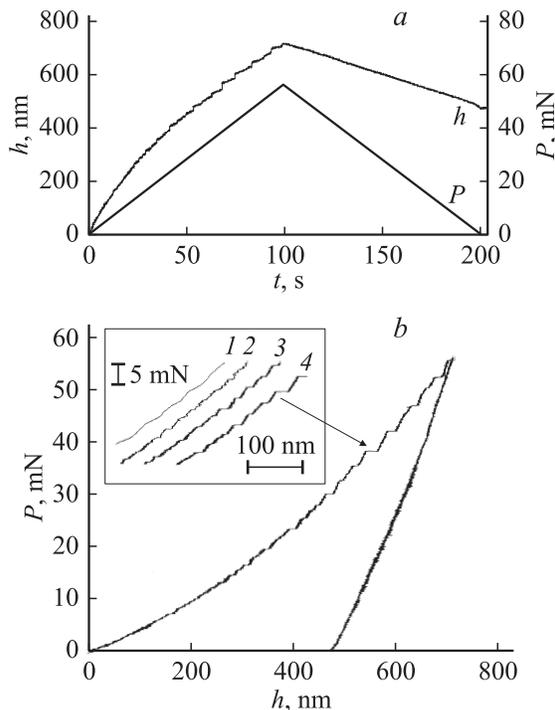


Рис. 1. Типичные кинетические зависимости силы $P(t)$ и глубины внедрения $h(t)$ при динамическом индентировании (а) и соответствующая P - h -диаграмма (б). На вставке показаны фрагменты P - h -диаграмм для различных значений μ , $\text{mN} \cdot \text{s}^{-1}$: 1 — 1120, 2 — 56, 3 — 1.12, 4 — 0.56.

Так, число скачков в одном цикле индентирования могло меняться от десятков при малых скоростях нагружения $\mu = dP/dt$ до нуля при $\mu \geq 1 \text{ N/s}$. В отличие от скачков в алюминий-магниевых поликристаллических сплавах [15–17,25] видимая регулярность в моментах их появления отсутствовала, а амплитуда Δh варьировалась от единиц до десятков нанометров и не была очевидным образом связана с h или μ . Несмотря на рекордно высокое временное разрешение нашей аппаратуры, для абсолютного большинства скачков не удалось измерить их реальную продолжительность τ_j , как в Al–Mg, поскольку они происходили намного быстрее (за время, меньшее времени дискретизации $\tau_d = 50 \mu\text{s}$). С учетом средней амплитуды скачков $\Delta h_m \sim 20 \text{ nm}$ это позволяет дать оценку снизу средней скорости движения поверхности отпечатка в процессе скачка $\langle v \rangle = \Delta h_m / \tau_d = 10^{-1} \text{ cm/s}$. Поскольку ни для одного из нескольких сотен обработанных скачков не удалось наблюдать случай, когда $\tau_j > \tau_d$, следует полагать, что реальная скорость была намного выше этой оценки.

В дальнейшем для удобства обсуждения и сравнения с результатами других авторов наши данные о ~ 600 скачках были ранжированы по величине и перестроены в координатах h - $\dot{\epsilon}$ (рис. 2), где $\dot{\epsilon} = (dh/dt)/h$ — скорость относительной деформации, усредненная по всему локально деформированному объему. Из этого рисунка видно, что при малых $\dot{\epsilon}$ и больших h экспериментальные точки подходят вплотную к границам исследованной

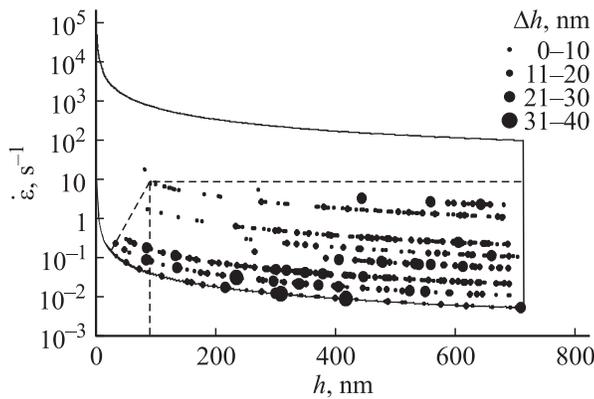


Рис. 2. Область появления скачков на $P-h$ -диаграмме при различных скоростях динамического наноиндентирования симметричным треугольным импульсом нагрузки (показана на диаграмме точками). Исследованная область ограничена сплошными линиями. h — глубина отпечатка, $\dot{\epsilon}$ — скорость относительной деформации.

области в фазовом пространстве (ограниченной сплошными линиями). Иными словами, не удалось определить минимальные значения $\dot{\epsilon}$ и максимальные значения h , при которых скачкообразная деформация исчезла бы. Напротив, со стороны высоких значений $\dot{\epsilon}$ наблюдается ясно выраженная граница между скачкообразной и однородной модами течения (обозначена штриховыми линиями). При этом в интервале $0 < h < 100$ nm величина критической скорости $\dot{\epsilon}_c$ нарастает от 10^{-2} до 10^1 s $^{-1}$, а при $h > 100$ nm она выходит на уровень $\dot{\epsilon}_c \approx 10^1$ s $^{-1}$, который практически не зависит от h . Косвенно это свидетельствует о торможении локализованного сдвига границами сильно деформированной области под индентором (линейные размеры которой $R \sim h$) при $h \leq 100$ nm. Поскольку при $h \geq 100$ nm ни число, ни амплитуда скачков (рис. 3) радикально не меняются, можно полагать, что их характеристики начинают определяться внутренними причинами, а не величиной R .

Данные о количестве и величине скачков Δh позволяют оценить их роль в массопереносе материала из-под индентора в процессе образования отпечатка. На рис. 4 показана величина доли объема, вытесняемого индивидуальным скачком, $\alpha = \Delta V_j^i / V_j$ в зависимости от h и $\dot{\epsilon}$ (где $\Delta V_j^i = kh^2 \Delta h_j^i$ — объем материала, вытесненный в результате i -го скачка деформации Δh_j^i ; V_j — объем отпечатка, сформированного к моменту завершения i -го скачка; k — коэффициент, учитывающий форму индентора, для индентора Берковича $k = 23.969$). Рис. 5 иллюстрирует долю объема, перемещенного в результате скачкообразной деформации, $\beta = \sum_j \Delta V_j^i / V_{\max}$ и количества скачков N в зависимости от τ (где $\sum_j \Delta V_j^i$ — суммарный объем материала, вытесненный в результате скачкообразной деформации; V_{\max} — объем сформированного отпечатка). Из рис. 4 следует, что α варьируется от 0 до 40% в зависимости от h и $\dot{\epsilon}$ и

граница между областями скачкообразной и монотонной мод течения весьма размыта.

В феноменологических теориях последних лет для объяснения ограниченного диапазона $\dot{\epsilon}$, в котором реализуется скачкообразная мода пластической деформации, широко привлекается N -образная функция величины напряжений течения от $\dot{\epsilon}$ [19]. В зависимости от материала и типа анализируемого процесса природа участка с отрицательным дифференциальным наклоном может быть самой различной: локальный разогрев и деформационное старение при пластическом течении; немонотонная скоростная зависимость критического коэффициента интенсивности напряжений от $\dot{\epsilon}$ при трещинообразовании; гистерезис при индуцированных давлением полиморфных фазовых превращениях и т.д. В обсуждаемой ситуации все эти механизмы маловероятны

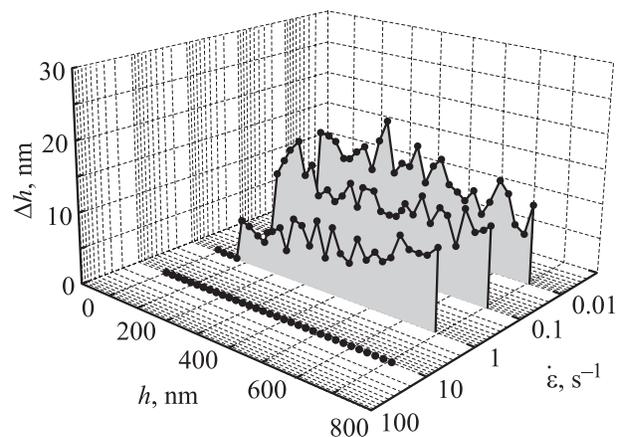


Рис. 3. Зависимость усредненного значения амплитуды скачка Δh_j^i от скорости относительной деформации $\dot{\epsilon}$ и глубины отпечатка h .

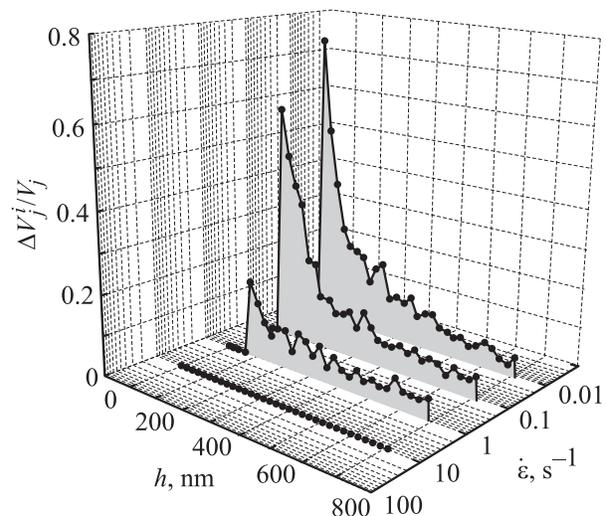


Рис. 4. Изменение доли объема $\alpha = \Delta V_j^i / V_j$, вытесняемого индивидуальным скачком Δh_j^i при формировании отпечатка. ΔV_j^i — объем материала, вытесненный в результате i -го скачка деформации Δh_j^i , V_j — объем отпечатка, сформированного к моменту завершения i -го скачка.

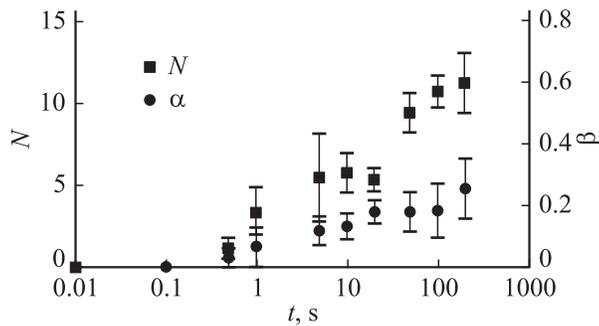


Рис. 5. Изменение количества скачков $N = f(\tau)$ и доли объема $\beta = \sum_j \Delta V_j^i / V_{\max} = f(\tau)$, перемещенного в результате скачкообразной деформации. $\sum_j \Delta V_j^i$ — суммарный объем материала, вытесненный в результате скачкообразной деформации, τ — полное время нагружения, V_{\max} — объем сформированного отпечатка.

или невозможны. Оценки, проведенные рядом авторов (см., например, [26,27]), показывают, что кратковременный разогрев в локализованной полосе сдвига в стекле при комнатной температуре не превышает десятков градусов даже в адиабатическом режиме. Кроме того, он не может уменьшаться с ростом $\dot{\epsilon}$. Тщательное электронно-микроскопическое изучение поверхности самого отпечатка и области вокруг него показывает, что скачки деформации в палладиевом аморфном сплаве при наноиндентировании обусловлены локализованным пластическим течением, а не разрушением [21], поэтому и особенности трещинообразования не могут быть причиной наблюдаемых переходов. С другой стороны, время достижения фиксированной глубины отпечатка уменьшается с ростом $\dot{\epsilon}$, что в случае термически активируемой природы скачков должно приводить к падению вероятности инициирования скачка и уменьшению их общего числа, что и наблюдается в эксперименте (рис. 5). Помимо образования полос локализованного сдвига физической причиной неустойчивости течения при индентировании могут быть и фазовые переходы, индуцируемые высоким давлением под индентором.

Так, в [26] в областях локализованного сдвига обнаружено образование нанокристаллов, возникающих в процессе наноиндентирования палладиевого аморфного сплава с низкой скоростью при комнатной температуре. Для образования и роста кристалликов при столь низкой температуре требуется значительное время. (В [26] полное время нагружения τ составляло около 10 с). С уменьшением τ (ростом $\dot{\epsilon}$ на всех стадиях погружения индентора) для процессов зарождения и роста новой фазы может не хватать времени, и этот механизм неустойчивости течения может быть заблокирован. В результате доля скачкообразной деформации в общем объеме должна убывать с уменьшением τ . Для выяснения природы перехода от скачкообразной моды деформации к монотонной с ростом $\dot{\epsilon}$ в условиях комнатной температуры необходимы специальные исследования.

Таким образом, в настоящей работе показано, что процесс непрерывного локального деформирования аморфного сплава $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ сопровождается скачкообразными модами пластического течения как при нагружении, так и при разгрузке. Установлены границы области существования скачкообразной моды течения при наноиндентировании в фазовом пространстве $h-\dot{\epsilon}$ и определены основные характеристики скачков (амплитуда, количество, доля в массопереносе из-под индентора и др.).

Список литературы

- [1] A.S. Bakai. Mater. Sci. Forum **123-125**, 145 (1993).
- [2] А.М. Глейзер, Б.В. Молотилов. Структура и механические свойства аморфных сплавов. Металлургия, М. (1992). 208 с.
- [3] L.A. Davis, S. Kavesh. J. Mater. Sci. **10**, 435 (1975).
- [4] V.A. Khonik, K. Kitagawa, V.A. Mikhailov, A.Yu. Vinogradov. J. Appl. Phys. **83**, 11, 5724 (1998).
- [5] V.A. Khonik. Phys. Stat. Sol. (a) **177**, 173 (2000).
- [6] Аморфные металлические сплавы / Под ред. Ф.Е. Люборского. Металлургия, М. (1987). 584 с.
- [7] Ю.А. Осипьян. Вестн. АН СССР **9**, 3 (1987).
- [8] C.A. Pampillo. J. Mater. Sci. **10**, 7, 1194 (1975).
- [9] T. Masumoto, R. Maddin. Mater. Sci. Eng. **19**, 1, 1 (1975).
- [10] T. Masumoto, T. Murata. Mater. Sci. Eng. **25**, 71 (1976).
- [11] H. Kimura, T. Masumoto. Acta Met. **28**, 1663 (1980).
- [12] А.Ю. Виноградов, В.А. Михайлов, В.А. Хоник. ФТТ **39**, 12, 3682 (1997).
- [13] А.Ю. Виноградов, К. Китагава, В.А. Хоник. ФТТ **41**, 12, 2167 (1999).
- [14] В.З. Бенгус, Е.Д. Табачникова, В.В. Гайко, П.С. Дико, Й. Мишкунф, В. Оцелик. Металлофизика **8**, 6, 3 (1986).
- [15] G. Berces, N.Q. Chinh, A. Juhasz, J. Lendvai. Acta Mater. **46**, 6, 2029 (1998).
- [16] G. Berces, N.Q. Chinh, A. Juhasz, J. Lendvai. J. Mater. Res. **13**, 6, 1411 (1998).
- [17] N.Q. Chinh, Gy. Horvath, Zs. Kovacs, J. Lendvai. Mater. Sci. Eng. **324**, 219 (2002).
- [18] М.А. Лебедкин, Л.Р. Дунин-Барковский. ЖЭТФ **113**, 5, 1816 (1998).
- [19] M. Lebyodkin, Y. Brechet, Y. Estrin, L. Kubin. Acta Mater. **44**, 11, 4531 (1996).
- [20] Yu.I. Golovin, V.I. Ivolgin, V.A. Khonik, K. Kitagawa, A.I. Tyurin. Scripta Mater. **45**, 947 (2001).
- [21] R. Vaidyanathan, M. Dao, G. Ravichandran, S. Surech. Acta Mater. **49**, 3781 (2001).
- [22] X. Кимура, Т. Масумото. В кн.: Аморфные металлические сплавы / Под ред. Ф.Е. Люборского. Металлургия, М. (1987). С. 183.
- [23] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. ЖТФ **70**, 5, 82 (2000).
- [24] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, Н.В. Коренкова, Р.И. Рябко. Конденсированные среды и межфазные границы **3**, 2, 122 (2001).
- [25] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, М.А. Лебедкин. ФТТ **44**, 7, 1254 (2002).
- [26] J.-J. Kim, Y. Choi, S. Suresh, A.S. Argon. Science **295**, 654 (2002).
- [27] W.J. Wright, R.B. Schwarz, W.D. Nix. Mater. Sci. Eng. A **319-321**, 229 (2001).