

05;07;08;12

Наблюдение эволюции мартенситной структуры в монокристаллах Cu–Al–Ni с эффектом памяти формы методом фотоакустической микроскопии под действием внешней нагрузки

© К.Л. Муратиков, А.Л. Глазов, В.И. Николаев, С.А. Пульнев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 8 сентября 2005 г.)

Методом фотоакустической микроскопии получены изображения приповерхностных слоев сплава Cu–Al–Ni с эффектом памяти формы с ненагруженным состоянием и под нагрузкой. Продемонстрирована возможность регистрации процессов образования мартенситной структуры в монокристаллах Cu–Al–Ni по мере увеличения внешней нагрузки, начиная с начальных стадий их появления. Произведено сравнение полученных фотоакустических изображений с соответствующими им оптическими изображениями, зарегистрированными с помощью ПЗС камеры. Отмечается более высокая контрастность фотоакустических изображений по сравнению с оптическими к различным фазовым состояниям сплава Cu–Al–Ni с эффектом памяти формы.

PACS: 81.30.Kf

На протяжении последних лет серьезное внимание уделяется изучению поведения материалов с эффектом памяти формы при различных условиях [1,2]. Интерес к исследованиям подобного рода связан, во-первых, с уникальными физическими свойствами материалов такого типа [3], а, во-вторых, с разнообразными возможностями их практического использования [4]. Уникальные физические свойства этих материалов основаны на наличии в них эффекта больших обратимых деформаций, обусловленных фазовым переходом материала из мартенситной фазы в аустенитную и обратно. Под воздействием внешних механических напряжений и температуры в материалах с памятью формы происходит существенная перестройка структуры мартенситной фазы. Механические свойства подобных материалов существенно связаны с пространственным распределением областей, находящихся в различном фазовом состоянии. В связи с этим развитию методов визуализации фазовых состояний в таких материалах уделено серьезное внимание [3].

В настоящее время для визуализации различных фазовых состояний материалов с эффектом памяти формы на микроскопическом уровне широко используются оптические методы [5]. Для повышения точности детектирования различных фазовых состояний материала оптическими методами часто приходится осуществлять его предварительное травление, а также производить последующую цифровую обработку полученных оптических изображений [5]. При этом для достижения оптимальных условий визуализации фаз приходится использовать травители различных типов. В работе [5] подробно описаны результаты применения подобного подхода к материалам с памятью формы на основе меди. В ней отмечается, что для достижения оптимальных условий визуализации различных фаз приходится использовать травители различных типов. Кроме того, в

соответствии с полученными в работе [5] результатами даже использование цифровых методов не всегда способно обеспечивать надежное разделение фаз при слабом контрасте оптических изображений.

В данной работе исследовалась возможность использования методов фотоакустической микроскопии для регистрации процессов формирования мартенситной структуры в кристаллических образцах Cu–Al–Ni, обладающих эффектом памяти формы. Исходные образцы $4 \times 4 \times 8$ mm вырезались из монокристалла Cu–Al–Ni с температурой фазового перехода около 300 К. Температура фазового перехода образца определялась методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Для получения фотоакустических и оптических изображений образца одна из его сторон полировалась до получения зеркального блеска. Особенностью данной работы являлась возможность регистрации фотоакустических изображений объекта непосредственно при приложении к нему фиксированной внешней нагрузки. Для выполнения работы было сконструировано компактное устройство для одноосной деформации образцов с тензометрическим датчиком нагрузки. Одновременно имелась возможность регистрации оптического изображения образца с использованием видеокамеры на приборах с зарядовой связью (ПЗС), подключенной к оптическому микроскопу. В ходе фотоакустических экспериментов образец находился при температуре около 290 К. Перед проведением фотоакустических экспериментов с помощью испытательной машины Instron 1342 были получены диаграммы нагружения исследуемых образцов (рис. 1), и проведена торировка тензометрического датчика.

Для получения фотоакустических изображений образцов Cu–Al–Ni в данной работе использовалась установка фотоакустической микроскопии, в которой лазером накачки являлся аргоновый лазер с максимальной мощ-

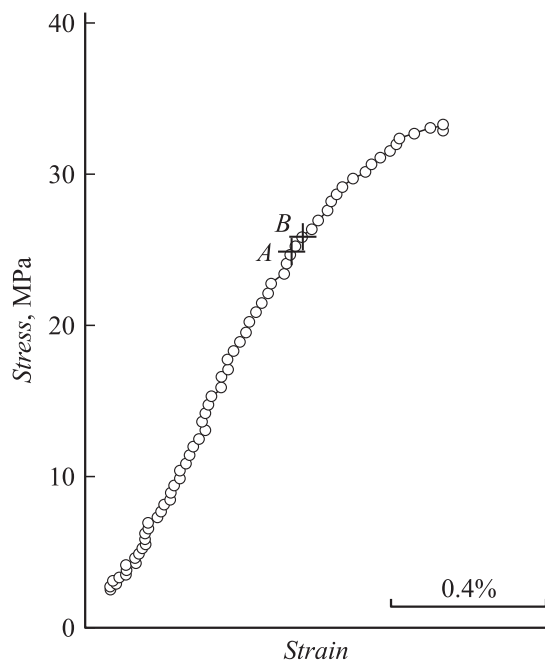


Рис. 1. Диаграмма сжатия монокристалла Cu–Al–Ni. Точки *A* и *B* соответствуют нагрузкам, при которых снимались фотоакустические и оптические изображения образца.

ностью 1 W. Его излучение фокусировалось на поверхность образца в пятно диаметром около $2\ \mu\text{m}$. При этом его мощность на поверхности образца составляла около 50 mW. Модуляция излучения лазера накачки осуществлялась акустооптическим модулятором. Для получения фотоакустических изображений с высокой разрешающей способностью модуляция возбуждающего излучения производилась на частотах, близких к максимально возможной для нашей установки. Эта частота составляла примерно 140 kHz, что соответствовало длине тепловых волн в образце не более 15–20 μm . Формирование фотоакустических изображений осуществлялось путем перемещения образца с помощью автоматизированного двухкоординатного столика с минимальным шагом 2.5 μm . Таким образом, разрешающая способность получаемых фотоакустических изображений образцов Cu–Al–Ni в нашем случае определялась в первую очередь длиной тепловых волн и была не ниже 15–20 μm .

Перед началом фотоакустических экспериментов образец нагревался до температуры выше фазового перехода. В результате в начале эксперимента он фактически представлял собой монокристалл аустенитной фазы. Этому состоянию образца соответствуют фотоакустические и оптические изображения образца, представленные на рис. 2. Видно, что на этой стадии образец является достаточно однородным, за исключением отдельных царапин, оставшихся на его поверхности после полировки.

По мере приложения внешней нагрузки к образцу Cu–Al–Ni в нем начинают образовываться и развиваться кристаллы мартенситной фазы. На рис. 3 приведены фотоакустические и оптические изображения

образца при приложении к нему относительно небольшой нагрузки, соответствующей сжимающему напряжению 25 МПа. Этой нагрузке соответствует точка *A* на нагрузочной диаграмме образца на рис. 1. На представленных фотоакустических изображениях (как амплитудной, так и фазовой составляющих сигнала) видно появление мартенситных кристаллов копьевидной формы, которые начинают образовываться у различных сторон образца, но еще не достигают его противоположных сторон при данной нагрузке. Появление подобных кристаллов при небольших нагрузках является характерной особенностью сплава Cu–Al–Ni. Изменение фазы фотоакустического сигнала в области расположения мартенситной фазы показывает, что ее образование носит не чисто поверхностный характер, а захватывает и объем материала. Вместе с тем из представленного на рис. 3 оптического изображения видно, что на этой стадии

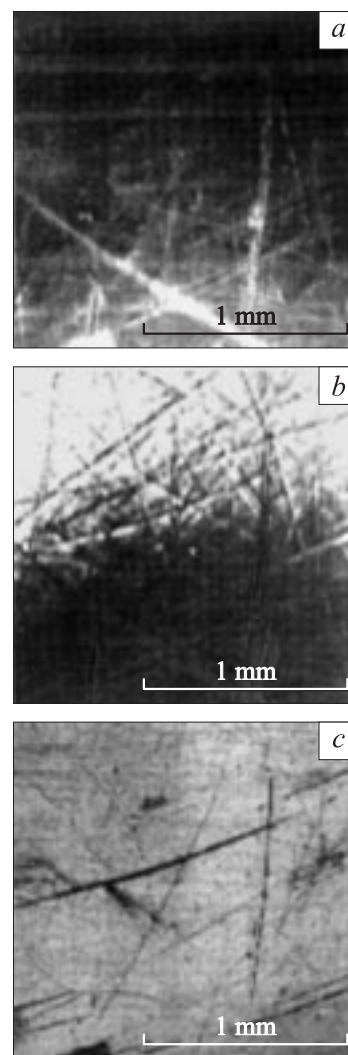


Рис. 2. Фотоакустические и оптическое изображения монокристалла Cu–Al–Ni в исходном состоянии. *a* и *b* — изображения, соответствующие амплитуде и фазе фотоакустического сигнала, *c* — оптическое изображение того же участка. Площадь представленного участка $1.7 \times 1.7\ \text{mm}^2$. Частота модуляции возбуждающего излучения 142 kHz.

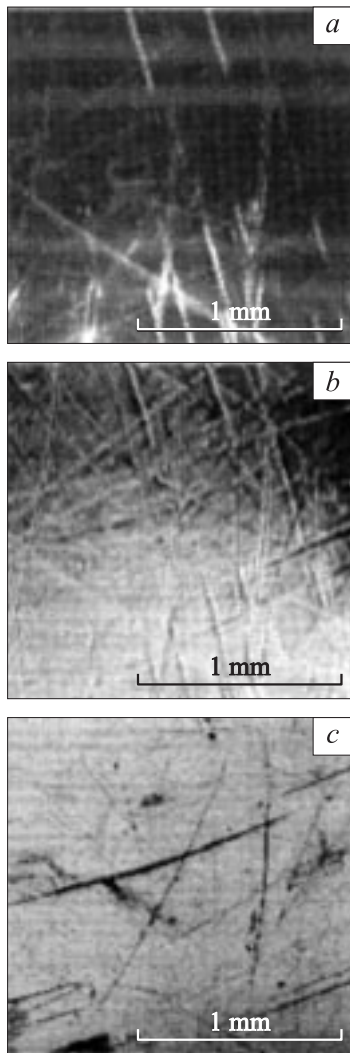


Рис. 3. Фотоакустические и оптическое изображения того же участка образца Cu–Al–Ni при сжимающем напряжении 25 МПа. *a* и *b* — изображения, соответствующие амплитуде и фазе фотоакустического сигнала, *c* — оптическое изображение.

появления мартенситной фазы еще не происходит ее надежной регистрации без проведения вспомогательного травления.

Природа образования фотоакустического сигнала в материалах с памятью формы к настоящему времени подробно не исследована. Однако фотоакустические эксперименты в данной работе проводились в диапазоне частот модуляции излучения возбуждающего лазера, в котором длина генерируемых в образце акустических волн значительно превосходит размеры образца. В подобных условиях применимо квазистатическое приближение, при котором различия фотоакустических сигналов от разных фаз в первую очередь могут быть связаны с различием их теплофизических или термоупругих свойств [6,7].

С увеличением нагрузки на образец Cu–Al–Ni в нем происходит дальнейшее развитие мартенситной фа-

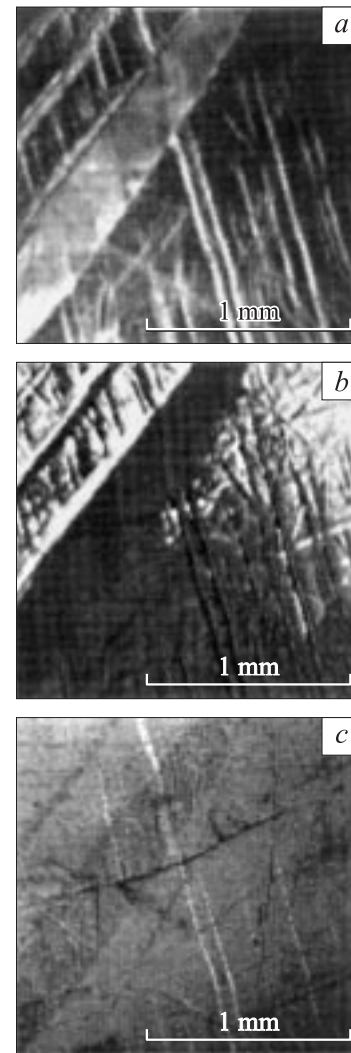


Рис. 4. Фотоакустические и оптическое изображения того же участка образца Cu–Al–Ni при сжимающем напряжении 26 МПа. *a* и *b* — изображения, соответствующие амплитуде и фазе фотоакустического сигнала, *c* — оптическое изображение.

зы. Соответствующие изменения фазового состояния образца надежно регистрировались нами с помощью фотоакустической микроскопии. На рис. 4 приведены фотоакустические изображения образца при сжимающей нагрузке 26 МПа, соответствующей точке *B* на нагрузочной кривой образца рис. 1. Несмотря на то что значение сжимающего напряжения для этой точки достаточно мало отличается от его предыдущего значения, на фотоакустических изображениях, соответствующих этой нагрузке, уже отчетливо видно, что мартенситная фаза при нагрузке 26 МПа обладает хорошо развитой структурой. В частности, видно, что домены мартенситной фазы уже образуют характерную для сплава Cu–Al–Ni пластинчатую структуру с ориентацией границ вдоль нескольких возможных кристаллографических направлений. Следует отметить, что при данной нагрузке на оптическом изображении образца также становятся видны

изменения, обусловленные наличием мартенситной фазы. Вместе с тем из полученных изображений видно, что контраст фотоакустических изображений оказывается существенно выше, чем оптических. Из представленных изображений видно, что фотоакустические изображения значительно лучше отражают мелкую структуру мартенситных превращений, располагающихся внутри более крупных доменов. Они также показывают, что наличие на поверхности образца отдельных царапин практически не сказывается на пространственной структуре фазовых переходов, происходящих в сплаве Cu–Al–Ni под нагрузкой.

Таким образом, полученные результаты показывают возможность использования фотоакустической микроскопии для визуализации и изучения особенностей процессов формирования мартенситной структуры в сплавах с эффектом памяти формы на основе Cu–Al–Ni. При этом фотоакустическая микроскопия обеспечивает получение изображений с достаточно высокой разрешающей способностью и контрастом, что позволяет наблюдать перестройку мартенситной фазы в данном материале непосредственно в процессе приложения внешней нагрузки. Кроме того, к достоинствам метода фотоакустической микроскопии можно отнести отсутствие необходимости специальной предварительной обработки материала, возможность получения информации о перестройке структуры сплава Cu–Al–Ni не только на его поверхности, но и в подповерхностных областях по изменению фазовой составляющей фотоакустического сигнала. К достоинствам фотоакустической микроскопии при излучении процессов формирования мартенситной структуры в сплавах Cu–Al–Ni следует также отнести возможность получения изображений достаточно больших участков образца.

В заключение авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку данной работы в рамках проекта 04-02-17622.

Список литературы

- [1] Gall K., Sehitoglu H., Maier H.J. // *Metal. Mater. Trans. A*. 1998. N 29. P. 765–773.
- [2] Helm D., Haupt P. // *Proc. SPIE*. 2001. V. 4333. P. 302–313.
- [3] Бойко В.С., Гарбер Р.И., Косевич А.М. Обратимая пластичность кристаллов. М.: Наука, 1991. 280 с.
- [4] Wei Z.G., Sandstrom R., Miazaki S. // *J. Mater. Sci*. 1998. V. 33. P. 3763–3783.
- [5] Castro M.L., Romero R. // *J. of Microscopy*. 2004. V. 216. Pt. 1. P. 1–4.
- [6] Муратиков К.Л. // *Письма в ЖТФ*. 2004. Т. 30. В. 22. С. 58–64.
- [7] Muratikov K.L., Glazov A.L. // *Proc. SPIE*. 2005. V. 5447. P. 223–233.