

ИЗМЕНЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И СТРУКТУРЫ ОБЪЕМНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ВЫСОКОЧАСТОТНОЙ ОБРАБОТКИ

*С.А. Бакай, П.И. Стоев, Ю.Т. Петрусенко, В.М. Горбатенко, Ю.Б. Мосцевенко**
*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
 Харьков, Украина;*

**Украинский научно-исследовательский и конструкторский институт
 химического машиностроения, Харьков, Украина
 E-mail: serg.bakai@kipt.kharkov.ua*

Методом акустической эмиссии при одноосном сжатии исследовано влияние предварительной ультразвуковой обработки на механические свойства и структуру объемных металлических стекол $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$, $Zr_{46.25}Cu_{45.25}Al_{7.5}Er_1$ при комнатной температуре. Установлена природа изменения структуры и прочности металлических стекол под действием ультразвуковых механических колебаний.

1. ВВЕДЕНИЕ

Объемные металлические стекла (ОМС) являются новым перспективным классом конструкционных материалов, обладающих рядом уникальных механических, электрических и магнитных свойств. Они нашли применение в различных областях науки, техники и промышленности, таких как электроника, машиностроение, авиастроение, спортивная индустрия и др. [1, 2]. Во всем мире ведутся интенсивные исследования структуры и свойств ОМС на фоне роста темпов получения ОМС новых композиционных составов.

Последние десятилетия велись активные исследования воздействия высокочастотных механических колебаний на свойства конструкционных материалов. Известно, что интенсивные ультразвуковые (УЗ) колебания влияют на структуру и физико-механические свойства металлов и сплавов [3-5]. Изменения структуры связаны с поглощением механической колебательной энергии на протяженных дефектах (границы раздела, дислокации и др.). В зависимости от структурного состояния обрабатываемого материала (отожженный, деформированный) преобладают те или иные неупругие процессы: размножения, скольжения и аннигиляции дислокаций, разблокировки дислокационных скоплений и другие существенные изменения дислокационной структуры. Характер изменения структуры зависит от амплитуды УЗ-воздействия. Для каждого материала существует пороговая амплитуда УЗ-воздействия, при достижении которой происходит размножение дислокаций и, как следствие, упрочнение материала [3-5]. В некоторых материалах УЗ-воздействие при амплитудах ниже пороговых приводит к разупрочнению и пластификации [4, 5].

До настоящего времени исследования влияния УЗ-воздействия на физико-механические свойства ОМС не проводились. Экспериментальные исследования показали, что ОМС обладают поликластерной структурой. Поликластеры состоят

из локально регулярных кластеров атомов, средний размер которых составляет ~10 нм [6, 7]. Благодаря этому поликластеры обладают высокой плотностью границ раздела - межкластерных границ, которая составляет $\sim 10^6 \text{ см}^{-1}$. Такие границы имеют локально разупорядоченную структуру и подобно границам в поликристаллах (границы зерен, субзерен, двойников, фаз и др.) могут быть основными областями поглощения энергии механических колебаний при УЗ-воздействии.

Ожидать изменение механических свойств ОМС, связанных с существенным изменением дислокационной структуры при УЗВ, не приходится. Дислокации в ОМС существуют [8, 9], однако они отличаются от общепринятых в кристаллических материалах в связи с отсутствием трансляционной инвариантности структуры. В граничных слоях при сдвиговых нагрузках, превышающих прочность границ, образуются дислокации Вольтера. В связи с неупорядоченностью структуры они не могут скользить и размножаться, подобно дислокациям в кристаллах. Они могут лишь переползать в слоях межкластерных границ под действием внешней нагрузки и фиксироваться при снятии таковой.

Можно предположить, что в ОМС под действием УЗ будут, прежде всего, происходить неупругие перестройки в граничных слоях, что должно привести к изменению их механических свойств.

Целью настоящей работы было исследование влияния предварительной УЗ-обработки на структуру и физико-механические свойства ОМС $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$, $Zr_{46.25}Cu_{45.25}Al_{7.5}Er_1$.

2. МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

ОМС $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ было произведено в Институте твердого тела и материаловедения в Дрездене (Германия). Объемные стержни ОМС с круглым поперечным сечением диаметром 3 мм и длиной 50...100 мм были изготовлены путем плавки брусков $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ -сплава и отливки полученного расплава в медные формы в атмосфере

аргона. В исследованиях использовались образцы диаметром $d_0 \sim 3$ мм и высотой $h_0 \sim 4$ мм, вырезанные из исходного стержня электроискровым методом. Образцы плотно прижимались к свободному концу ультразвукового концентратора, нагрузка на образец составляла ~ 8 кг/мм². Продолжительность озвучивания составляла 5 и 7 мин при амплитуде колебаний ~ 7 мкм.

Также в исследованиях использовались образцы ОМС $Zr_{46,25}Cu_{45,25}Al_{7,5}Er_1$ с квадратным поперечным сечением (длина стороны сечения составляла $a=2.6$ мм, высота образцов $h_0=5$ мм), вырезанные из исходного стержня электроискровым методом. Образцы плотно прижимались к свободному концу ультразвукового концентратора, нагрузка на образец составляла ~ 10 кг/мм²; озвучивались в течение 2, 4, 6 и 7 мин при амплитуде УЗ-колебаний ~ 10 и 12 мкм.

Предварительная УЗ-обработка образцов ОМС была проведена на установке для изучения влияния ультразвуковых механических колебаний на физико-механические свойства конструкционных материалов в широком температурно-скоростном спектре деформаций, детально описанной в [10].

Прямые исследования структуры материала до и после УЗ-обработки являются сложной задачей. Поэтому для исследований структурных изменений, связанных с УЗ-обработкой, в работе используется метод акустической эмиссии, который позволяет отследить процессы скольжения и динамику дислокаций [11] в материале. Исследования методом акустической эмиссии (АЭ) проводились при одноосном сжатии образцов до и после УЗ-обработки при комнатной температуре. Для этого использовалась аппаратура, в состав которой входят: универсальная испытательная машина 1958-У10 и многоканальный акустический комплекс М400. Датчик АЭ изготовлен из пьезокерамики цирконата-титаната свинца и имеет резонансную частоту 180 кГц. Скорость сжатия образцов составляла $1 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹. Параметры АЭ регистрировались синхронно с регистрацией механических характеристик.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОБСУЖДЕНИЯ

На рис. 1 приведены зависимости суммы импульсов АЭ от деформации исходного образца ОМС $Zr_{52,5}Ti_5Cu_{17,9}Ni_{14,6}Al_{10}$ (кривая 1) и образцов после предварительной УЗ-обработки в течение 2 и 4 мин (кривые 2 и 3 соответственно). На вставке представлена зависимость предела прочности материала от времени УЗ-воздействия.

Из кривых рисунка видно, что с увеличением времени предварительной УЗ-обработки образцов ОМС наблюдается подавление АЭ и уменьшение прочности материала.

При исследовании образцов ОМС до и после УЗ-обработки методом АЭ наблюдался эффект Кайзера.

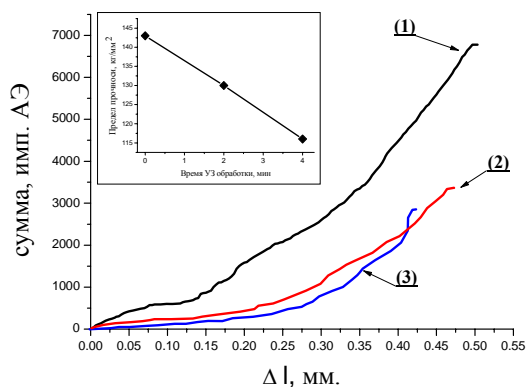


Рис. 1. Зависимость суммы импульсов АЭ от деформации сжатия (Δl – величина перемещения захватов в миллиметрах) исходного образца (1) и образцов, прошедших УЗВ в течение 2 (2) и 4 мин (3). На вставке зависимость предела прочности образцов от времени предварительной УЗ-обработки

Как известно [11], этот эффект заключается в том, что при испытаниях образцов в режиме повторяющихся нагрузок и разгрузок при повторном нагружении АЭ наблюдается только с того момента, когда напряжение превысит максимальную величину, достигнутую при предыдущем нагружении. В кристаллических материалах эффект Кайзера связывают, в частности, с процессами неравномерного скольжения дислокаций, двойникования, граничного скольжения и др. В поликластерном ОМС эффект Кайзера может быть связан только лишь с проскальзыванием по межкластерным границам и распространением зародившихся граничных дислокаций в соседние кластеры.

По ряду причин, одной из которых явилось небольшое количество образцов ОМС $Zr_{52,5}Ti_5Cu_{17,9}Ni_{14,6}Al_{10}$, исследования были продолжены с образцами ОМС $Zr_{46,25}Cu_{45,25}Al_{7,5}Er_1$.

Для реализации эффекта Кайзера в ОМС $Zr_{46,25}Cu_{45,25}Al_{7,5}Er_1$ каждый из образцов подвергался двум нагружениям. При каждом первом нагружении регистрировалась активность АЭ, нагрузка останавливалась в области упругой деформации, образец разгружался. При повторных нагружениях АЭ появлялась при превышении максимальной нагрузки, достигнутой при первом нагружении. На рис. 2 кривая 1 получена при повторном нагружении исходного образца ОМС $Zr_{46,25}Cu_{45,25}Al_{7,5}Er_1$; кривая 2 – образца, прошедшего предварительную УЗ-обработку в течение 6 мин при амплитуде $A \approx 10$ мкм и статической нагрузке 10 кг/мм²; кривая 3 – образца, прошедшего предварительную УЗ-обработку в течение 7 мин при амплитуде $A \approx 10$ мкм и статической нагрузке 10 кг/мм². На образцах ОМС до и после УЗ-обработки наблюдается эффект Кайзера, а также существенное подавление активности АЭ после УЗ-обработки.

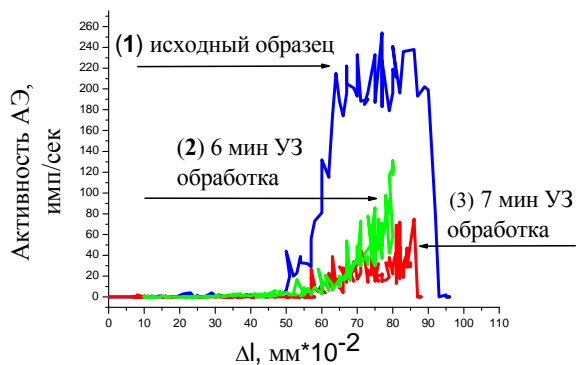


Рис. 2. Зависимость активности АЭ, имп./с от величины деформации сжатия Δl , мм: 1 – активность АЭ исходного образца vs Δl ; 2 – активность после 6 мин УЗ-обработки; 3 – активность после 7 мин УЗ-обработки

На рис. 3 представлены зависимости суммы импульсов АЭ от деформации исходного образца ОМС $Zr_{46.25}Cu_{45.25}Al_{7.5}Er_1$ (кривая 1) и образцов после 2, 4 и 6 мин предварительной ультразвуковой обработки при статической нагрузке 10 кг/мм^2 (кривые 2, 3 и 4 соответственно). На вставке – зависимость предела прочности материала от времени УЗ-обработки. Амплитуда УЗ-воздействия составляла $A \approx 12 \text{ мкм}$. Видно существенное подавление АЭ и снижение прочности материала в зависимости от времени предварительной УЗ-обработки образцов ОМС.

Полученные результаты находят следующее объяснение при учете поликластерного строения ОМС.

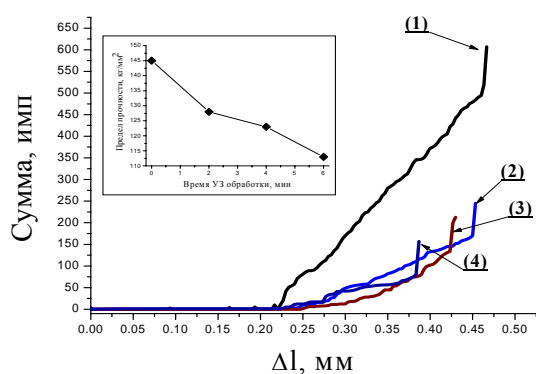


Рис. 3. Зависимость суммы импульсов АЭ, имп от величины деформации сжатия Δl , мм: 1 – зависимость суммы АЭ от деформации исходного образца; 2 – сумма АЭ после предварительного УЗ-воздействия в течение 2 мин; 3 – после УЗ-воздействия в течение 4 мин; 4 – после УЗ-воздействия в течение 6 мин. На вставке – зависимость предела прочности образцов от времени предварительного УЗ-воздействия

Установленный эффект УЗ-воздействия на ОМС находит объяснение в рамках представлений модели поликластерной структуры [8, 9]. Циклическое УЗ-воздействие активизирует знакопеременные проскальзывания по межкластерным границам ОМС, что приводит к структурным изменениям

последних. Реструктуризация границ кластеров такова, что приводит к их «размягчению», существенному снижению активности АЭ и разупрочнению материала.

В [8, 9] показано, что скольжение по межкластерным границам в ОМС происходит, когда сдвиговая нагрузка превышает некоторое критическое значение:

$$\sigma_S^* \approx \bar{\sigma}_S / 2, \quad (1)$$

$\bar{\sigma}_S$ – среднее значение локальной критической сдвиговой нагрузки в граничном слое.

Прочность поликластера с «сильными» межкластерными границами соответствует прочности границ:

$$\sigma_{\text{ultimate}} = \sigma_S^*. \quad (2)$$

Если границы «слабые» и

$$\sigma_S^* < \sigma_d(l_{\text{bound}}) = \frac{\sigma_{\text{theor}}}{1 + \left(\frac{l_{\text{bound}}}{2a}\right)^{1/2}}, \quad (3)$$

тогда σ_{ultimate} не зависит от σ_S^* :

$$\sigma_{\text{ultimate}} = \sigma_d(l_{\text{bound}}), \quad (4)$$

a – межатомное расстояние; σ_{theor} – теоретическая прочность; l_{bound} – размер границы; $\sigma_{\text{theor}} \sim G_{\text{shear}}/10\pi$, G_{shear} – модуль сдвига кластера, который больше, чем средний (макроскопический) модуль сдвига поликластера, σ_{theor} зависит от структуры границы.

Поскольку σ_{ultimate} чувствительна к УЗ-воздействию, то это значит, что исследованное ОМС принадлежит к семейству стекол с «сильными» границами. Поскольку АЭ существенно зависит от времени УЗ-воздействия, то можно сделать вывод о том, что и $\bar{\sigma}_S$ уменьшается под действием УЗ. «Размягчение» границ приводит также к снижению активности АЭ в ОМС.

4. ВЫВОДЫ

1. Наблюдаемый в ОМС эффект Кайзера свидетельствует о существовании стабильных протяженных дефектов в этих материалах.

2. Снижение активности АЭ и прочности ОМС после УЗ-обработки свидетельствует о том, что прочность ОМС определяется прочностью межкластерных границ, которые реструктуризируются и «размягчаются» под действием УЗ механических колебаний.

Авторы выражают благодарность А.С. Бакаю, И.М. Неклюдову за плодотворное обсуждение результатов исследований.

Исследования выполнены при частичной финансовой поддержке проекта № 1.1.1.48 Государственной целевой научно-технической программы «Нанотехнологии и наноматериалы».

ЛИТЕРАТУРА

1. A. Inoue. Bulk Amorphous Alloys, Practical Characteristics and Applications // *Material Sci. Found Trans Tech Publ.* 1999, v. 6.

2. A.S. Bakai. Structure and radiation damage of metallic glasses // *Uspekhi fiziki metallov*. 2002, v. 3, p. 87-106.
3. Н.С. Мордюк. Влияние ультразвуковых колебаний на физические свойства металлов и сплавов // *Металлофизика*, 31. Киев: «Наукова думка», 1970.
4. А.В. Кулемин. *Ультразвук и диффузия в металлах*. М.: «Металлургия», 1978.
5. Н.А. Тяпунина, Е.К. Наими, Г.М. Зиненкова. *Действие ультразвука на кристаллы с дефектами*. М.: Издательство МГУ, 1999.
6. A.S. Bakai, V.V. Kul'ko, I.M. Mikhailovskij, V.B. Rabukhin, O.A. Velikodnaya. // *J. Non-Cryst. Solids*. 1994, v. 182, p. 315.
7. А.С. Бакай, И.М. Михайловский, Т.И. Мазилова, Н. Вандерка // *Физика низких температур*. 2002, т. 28, №4, с.400-405.
8. А.С. Бакай. *Поликластерные аморфные тела*. М.: «Энергоатомиздат», 1987.
9. A.S. Bakai. The Polycluster Concept of Amorphous Solids // *In Glassy Metals III* /Ed. by H. Beck and H.-J. Guentherodt. Springer, Heidelberg, 1994, p. 209.
10. A.S. Bakai, S.A. Bakai, G.N. Malik, V.M. Gorbatenko, V.M. Netesov, V.A. Emlyaninov. The ultrasonic mechanical test facility for research of impact ultrasonic vibrations on mechanical properties of materials // *Problems of Atomic Science and Technology*. 2005, №4, p. 104-107.
11. В.А. Грешников, Ю.Б. Дробот. *Акустическая эмиссия* // М.: Изд. стандартов, 1976.

Статья поступила в редакцию 08.02.2011 г.

ЗМІНЕННЯ МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ ТА СТРУКТУРИ ОБ'ЄМНИХ МЕТАЛЕВИХ СТЕКОЛ НА ОСНОВІ ЦИРКОНІЮ ПІД ВПЛИВОМ ВИСОКОЧАСТОТНОЇ ОБРОБКИ

С.О. Бакай, П.І. Стоєв, Ю.Т. Петрусенко, В.М. Горбатенко, Ю.Б. Мосцевенко

Досліджено вплив попередньої ультразвукової обробки на механічні властивості та структуру об'ємних металевих стекол $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$, $Zr_{46.25}Cu_{45.25}Al_{7.5}Er_1$. Дослідження проводились методом акустичної емісії при одноосному стискуванні при кімнатній температурі. Отримані результати дозволили встановити природу зміння структури та міцності металевих стекол під впливом ультразвукових механічних коливань.

CHANGES IN MECHANICAL PROPERTIES AND STRUCTURE OF BULK METALLIC GLASSES BASED ON ZIRCONIUM BY HIGH FREQUENCY TREATMENT

S.A. Bakai, P.I. Stoev, Yu.T. Petrusenko, V.M. Gorbatenko, Yu.B. Moscevenko

Influence of preliminary ultrasonic treatment on mechanical properties and structure of bulk metallic glasses $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$, $Zr_{46.25}Cu_{45.25}Al_{7.5}Er_1$ have been investigated. Investigations were carried out by method of acoustic emission at uniaxial compression at room temperature. The results of investigations allowed to define the nature of change of the structure and metallic glasses strength under action of ultrasonic treatment.