

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
Национальный исследовательский технологический университет
«МИСиС»

На правах рукописи

БАТОМУНКУЕВ Амагалан Юрьевич

**ИЗБИРАТЕЛЬНОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ НАГРЕВА,
ИНИЦИИРОВАННОГО ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ
ИЗЛУЧЕНИЕМ, НА ПОВЕРХНОСТНЫЙ СЛОЙ АМОРФНО-
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА**

Специальность 05.16.09 – материаловедение (металлургия)
Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель
доктор технических наук, доцент
Ушаков И.В.

Москва 2016 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	11
1.1. Аморфные металлические сплавы.....	11
1.2. Нанокристаллические металлические сплавы.....	18
1.2.1. Основные свойства нанокристаллических металлических сплавов.....	18
1.2.2. Механические свойства нанокристаллических сплавов	21
1.3. Лазерная обработка металлических сплавов.....	28
1.4. Специфика процессов, сопровождающих воздействие на металл лазерных импульсов.....	31
1.4.1. Прогрев металла при воздействии лазерных импульсов... 31	
1.4.2. Формирование лазерной плазмы. Взаимодействие плазмы с металлическим образцом.....	33
1.5. Избирательная лазерная обработка.....	36
1.6. Цель и задачи исследования.....	45
ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАННЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА.....	48
2.1. Методика эксперимента.....	48
2.1.1. Термическая обработка и подготовка образцов.....	48
2.1.2. Методика рентгеноструктурного анализа.....	52
2.2. Анализ и экспериментальная апробация метода вдавливания пирамидки Виккерса для определения механических свойств лазерно-обработанных участков аморфно-нанокристаллических металлических сплавов.....	53
2.3. Выявление вязкости микроразрушения в условиях локального нагружения сферическим индентором тонкого образца аморфно-нанокристаллического сплава на подложке...	60

2.4. Специфика использования и границы применимости методики выявления вязкости микроразрушения при испытании тонкой нанокристаллической пленки сферическим индентором..	69
2.5. Выводы по второй главе.....	76
ГЛАВА 3. ВЫЯВЛЕНИЕ СПЕЦИФИКИ ПРОГРЕВА ТОНКИХ ЛЕНТ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА ИМПУЛЬСАМИ НАНОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ.....	77
3.1. Методика избирательной лазерной обработки. Основные представления и допущения, использованные при компьютерном моделировании.....	78
3.2. Прогрев материала при воздействии серии из 15 лазерных импульсов.....	82
3.3. Специфика прогрева материала, облучаемого серией из 10 лазерных импульсов с частотой 20 Гц.....	89
3.4. Селективная лазерная обработка при низкой частоте лазерных импульсов, не вызывающих нагрев объема материала до температур кристаллизации.....	96
3.5. Моделирование прогрева металлического образца при лазерной сварке.....	99
3.6. Выводы по третьей главе.....	108
ГЛАВА 4. ЛАЗЕРНОЕ УПРАВЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ ЛОКАЛЬНЫХ УЧАСТКОВ ТОНКОЙ ЛЕНТЫ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА.....	109
4.1. Моделирование процессов перевода дефектных областей в неопасное состояние при воздействии лазерных импульсов, вызывающих прогрев материала и формирующих ударную волну	110

4.1.1. Моделирование вероятности частичного залечивания трещин от угла раскрытия при их вершине.....	111
4.1.2. Зависимости вероятности перехода трещины в неопасное состояние от угла раскрытия при вершине и от количества импульсов	117
4.2. Изменения вязкости микроразрушения на локальных участках нанокристаллического металлического сплава, подвергнутого обработке серией лазерных импульсов.....	123
4.3. Изменение механических свойств лазерно-обработанных участков аморфно-нанокристаллических образцов.....	127
4.4. Выводы по четвертой главе.....	129
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ	130
ЛИТЕРАТУРА	132
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	153

ВВЕДЕНИЕ

Современная промышленность уже несколько десятилетий достаточно широко использует аморфно-нанокристаллические металлические сплавы (АНМС), поскольку они обладают необычной совокупностью физических свойств [1 – 3]. Наличие уникальных свойств у данных материалов, к сожалению, сочетается с присутствием «нежелательных» признаков, а, кроме того, в ряде случаев отсутствуют эффективные и отработанные технологии их обработки.

До сих пор остаются проблемы, связанные с описанием особенностей формирования аморфной и аморфно-нанокристаллической структуры и их эволюции при термообработке [2 – 5]. Это существенно ограничивает возможности практического использования нанокристаллических материалов в современной промышленности.

В данной работе исследования проводили на АНМС. Наибольшее применение АНМС на основе Fe и Co нашли в качестве магнитомягких материалов. Стандартная технология их получения включает в себя получение аморфной ленты методом спиннингования расплава и её последующую термообработку – отжиг. Этот отжиг вызывает образование нанозёрен в аморфной матрице. При этом, контролируя долю закристаллизованного материала, удаётся повысить физические свойства, но, к сожалению, такая термообработка также приводит к резкому охрупчиванию материала. Некоторые аморфно-нанокристаллические металлические сплавы имеют высокую микротвёрдость, в ряде случаев сопоставимую с микротвёрдостью алмаза. Однако это сочетается с околонулевыми значениями пластичности. Такое сочетание механических свойств далеко не всегда является оптимальным [1 – 3, 6 – 9].

Термическая обработка нанокристаллических материалов с целью улучшения их эксплуатационных характеристик может приводить к нежелательным последствиям из-за потери наноструктурного состояния.

Риск разрушения аморфно-нанокристаллической структуры серьёзно ограничивает диапазон возможных технологий формирования свойств таких материалов [7 – 10].

Перспективным методом формирования механических свойств тонких плёнок АНМС является избирательная лазерная импульсная обработка [9]. Это связано с тем, что для некоторых тонких лент многокомпонентного наноструктурного АНМС удаётся подобрать такие режимы лазерной обработки, при которых излучение избирательно воздействует на дефектные области. В результате селективной лазерной обработки сохраняется наноструктурное состояние материала в целом. При этом удаётся сформировать требуемый комплекс механических свойств, в частности, возможно повысить пластические свойства материала при сохранении высокой микротвёрдости [10].

Возможность оптимизации механических свойств тонкой ленты аморфно-нанокристаллического металлического сплава серией лазерных импульсов длительностью 20 наносекунд и плотностью мощности от $3 \cdot 10^{12}$ Вт/м² до $3 \cdot 10^{14}$ Вт/м² была установлена экспериментально [10]. При этом остаются серьёзные проблемы, связанные с выбором режимов лазерной обработки. Однократная обработка лазерным импульсом участка поверхности оказывается недостаточно эффективной. В условиях обработки локального участка серией лазерных импульсов удаётся повысить пластические свойства материала. Однако увеличение количества лазерных импульсов приводит к разогреву материала и увеличению риска разрушения нанокристаллической структуры. Проблема определения параметров режима лазерной обработки остается нерешённой [9, 10]. Выявление специфики тепловых режимов при импульсной лазерной обработке также может быть использовано для уточнения режимов лазерной сварки.

Определение механических свойств на небольших участках тонких (≈ 30 мкм) образцов АНМС, вообще говоря, требует разработки специ-

альных методик механических испытаний [10 – 12]. Но разработанные методики, основанные на анализе микрокартин разрушения инициированных алмазным индентором, не всегда могут быть использованы. На наиболее хрупких и твёрдых образцах вдавливание пирамидки Виккерса приводит к формированию участка с хаотичным расположением множества отколотых участков материала, анализ такой микрокартины и выявление механических свойств невозможен. Таким образом, выявление оптимальных тепловых режимов лазерной обработки и их экспериментальная проверка требуют разработки новых и совершенствования существующих методик механических испытаний.

Разработка и экспериментальная апробация новой методики механических испытаний тонких и хрупких лент аморфного и аморфно-нанокристаллического металлического сплава расширяют возможности контроля механических характеристик таких материалов. Кроме того, новая методика механических испытаний может быть использована при выявлении механических свойств тонких покрытий, многослойных композитов и пр.

Исследование механизмов формирования механических свойств аморфно-нанокристаллического металлического сплава лазерной обработкой, разработка методики механических испытаний, определение допустимых тепловых режимов при обработке и оптимальных параметров селективного лазерного воздействия обуславливает актуальность диссертационной работы.

Научная новизна работы

1. Разработана новая методика механических испытаний тонких и хрупких наноструктурных пленок и покрытий, подвергнутых селективной лазерной обработке.

2. Экспериментально выявлены условия корректного использования методик механических испытаний, направленных на выявление микротвердости и вязкости микроразрушения тонких хрупких образцов

нанокристаллического металлического сплава, нанесенных на подложку.

3. Впервые выявлена методом компьютерного моделирования специфика прогрева и охлаждения тонкой наноструктурной пленки, нанесенной на подложку и подвергаемой лазерной обработке серией наносекундных лазерных импульсов с определенными параметрами.

4. Впервые теоретически определены условия импульсной лазерной обработки, при которых лазерное излучение будет оказывать избирательное воздействие на наноструктурный материал за счет перевода трещин в неопасное состояние и релаксации механических напряжений.

5. С использованием разработанной методики механических испытаний экспериментально определены закономерности изменения механических свойств наноструктурного материала, подвергнутого селективной лазерной обработке.

Практическое значение работы

Установленные закономерности лазерного прогрева тонких лент АНМС позволяют определять допустимые режимы лазерной обработки, при которых сохраняется избирательность воздействия на дефектные области аморфно-нанокристаллического материала.

Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких плёнок многокомпонентных АНМС (патент № 2561788) может быть использован для механических испытаний милли- и микромасштабных областей. Разработанная программа «ST-CR-HEALING» (государственная регистрация программы для ЭВМ № 18735) позволяет определять вероятность перевода трещин в АНМС в неопасное состояние под действием лазерных импульсов, что необходимо для подбора режимов селективной лазерной обработки.

Полученные результаты были использованы Центральной лабораторией ПАО «Пигмент» (Тамбов, акт об использовании от 21.04.2016) для оценки механических свойств покрытий, наносимых на стальные поверхности с различной механической обработкой.

На основании проведенных исследований автор защищает следующие научные положения

1. Методика механических испытаний локальных участков на тонких и хрупких наноструктурных пленках и покрытиях.

2. Зависимости прогрева тонкой металлической пленки от частоты и количества наносекундных лазерных импульсов.

3. Методика определения оптимальных параметров лазерной обработки тонких пленок нанокристаллических металлических сплавов, при которых обеспечивается перевод трещин и дефектных областей в неопасное состояние, без изменения структуры остального материала.

4. Закономерности изменения микротвердости и вязкости микроразрушения аморфно-нанокристаллического материала при лазерной обработке, обеспечивающей их одновременное возрастание.

Личный вклад автора

На всех этапах выполнения диссертационной работы автор принимал прямое участие в постановке задач исследования, в планировании и методическом обеспечении эксперимента, в проведении экспериментальных измерений, в обсуждении полученных результатов и формулировании выводов. Вся экспериментальная работа и расчёты проводились соискателем лично или при его непосредственном участии.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 19 работ, в том числе 7 статей, опубликованных в журналах, рекомендуемых ВАК РФ, 10 тезисов докладов, получено Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 18735, Патент на изобретение № 2561788.

Апробация работы

XXIII Уральская школа металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Тольятти, 2016 г.); XIX Международная конференция «Физика прочности и пластичности материалов» (Самара, 2016 г.); LVII Международная конференция «Актуаль-

ные проблемы прочности» (Севастополь, 2016 г.); VI Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва, 2015 г.); XIII Международный семинар «Структурные основы модифицирования материалов» (Обнинск, 2015 г.); Научные чтения им. чл.-корр. РАН И. А. Одингга (Москва, 2014 г.); Международная конференция с элементами научной школы «Актуальные проблемы энергосбережения и энергоэффективности в технических системах» (Тамбов, 2014 г.); Международный семинар МНТ-ХII «Структурные основы модифицирования материалов» (Обнинск, 2013 г.); I Всероссийская научно-практическая конференция «Новые технологии в промышленности и сельском хозяйстве» (Бийск, 2012 г.); Всероссийская молодёжная научная школа «Химия и технология полимерных и композиционных материалов» (Москва, 2012 г.).

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, четырех глав, общих выводов, списка цитируемой литературы из 170 наименования и 3-х приложений. Работа изложена на 178 страницах машинописного текста, содержит 36 рисунков и 8 таблиц.

Работа выполнена в рамках выполнения ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014 – 2020 годы» (Соглашение № 14.575.21.0071, уникальный идентификатор RFMEFI57514X0071).

ГЛАВА 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

В последние десятилетия активно развиваются области материаловедения, связанные с изучением свойств и структуры наночастиц и наноматериалов [1 – 3, 6 – 8]. На сегодняшний день разрабатываются методы синтеза наночастиц и наноматериалов определенной формы, состава и заданных эксплуатационных свойств [13 – 21]. Ускоренное развитие современных компьютерных технологий предоставляет дополнительную возможность моделирования свойств наноматериалов, что ускоряет экспериментальные исследования и практические разработки технологий их производства [1 – 3, 22].

Особенности свойств наноматериалов во многом связаны со строением и свойствами границ раздела между кристаллитами. Специфика размеров, структуры и химического состава наночастиц во многом определяют свойства межкристаллитных прослоек [21, 23 – 28]. Разрабатываются новые методы обработки таких материалов, в том числе лазерные методы обработки, связанные с преимущественным (селективным) воздействием лазерного излучения на дефектные и неоднородные области в поверхностных слоях аморфно-нанокристаллических металлических сплавов.

1.1. Аморфные металлические сплавы

Одним из самых распространенных способов получения аморфных металлических материалов (металлических стекол) является скоростная закалка, которую осуществляют нанесением тонкого расплава на движущуюся массивную подложку [2, 16]. При этом происходит сверхбыстрое охлаждение расплава. В частных случаях скорость данного процесса может колебаться в диапазоне $10^6 - 10^9 \text{ K}\cdot\text{c}^{-1}$.

При столь быстром охлаждении появление и рост кристаллов

блокируется, и кристаллизации не происходит, т. е. формируется твердый материал со структурой, схожей со структурой переохлаждённой жидкости.

В процессе остывания увеличивается вязкость и снижается диффузия, и в итоге формирование кристаллических атомных конфигураций становится невозможным – образуется твёрдое тело с расположением атомов, свойственным переохлаждённой жидкости [3, 17, 28]. Такие твердые металлические материалы часто называют аморфными материалами или металлическими стеклами, а температуру, при которой наступает затвердевание – температурой стеклования T_g .

Структура аморфной фазы зависит от температуры расплава перед закалкой, скорости охлаждения и ряда других факторов [2, 29, 30 – 32]. Не касаясь подробно особенностей изменения структуры расплава с температурой, следует отметить главное: структура металлического стекла аморфная, в ней отсутствует дальний порядок.

Далеко не все сплавы могут быть получены в аморфном состоянии при спиннинговании. Обычно рассматривают три критерия, обуславливающих бездиффузионное затвердевание (без разделения компонентов) [2, 3, 30]. Термодинамический критерий, основанный на представлении о температуре, зависящей от состава, при которой твёрдая и жидкая фазы одного и того же состава имеют одинаковую свободную энергию. Морфологический критерий, определяющий, при каких скоростях охлаждения и при каких термодинамических градиентах поверхность раздела является морфологически стабильной. В случае морфологически стабильной поверхности не формируются ячейки и дендриты. Затвердевание материала является бездиффузионным. Тепловой критерий, для реализации которого необходимо сверхпереохлаждение (переохлаждение жидкости) перед началом зарождения твёрдой фазы. Переохлаждение должно быть достаточным для затвердевания всего расплава даже при отсутствии дальнейшего

отвода тепла, без выделения скрытой теплоты [17, 23, 24].

Существенным критерием формирования аморфной структуры является выполнение условий, необходимых для подавления кристаллизации: это кинетический и структурный критерии стеклообразования. Кинетический критерий стеклообразования связан со скоростью охлаждения расплава, необходимой для блокирования процесса образования кристаллических зародышей по кинетическим соображениям. Т. е. условием формирования аморфной фазы будет являться невозможность формирования кристаллитов в процессе сверхбыстрого охлаждения.

В работах [1 – 3, 16, 17] проведены расчёты и показано, что в качестве критерия образования аморфной фазы можно принять следующее условие: после охлаждения и затвердевания объёмная доля кристаллической фазы не должна превышать $10^{-6}\%$. Кинетический критерий в зависимости от скорости диффузии компонентов сплава будет по-разному работать в разных системах. Структурный критерий определяется группой факторов: это соотношение размеров атомов веществ, входящих в состав сплава, электронная концентрация [13, 17, 22,].

Существует несколько подходов к описанию структуры аморфной фазы в металлических стёклах. Одной из первых, хорошо проработанных моделей, считают модель «хаотической плотной упаковки жёстких сфер» [1 – 3]. На основании данной модели можно удовлетворительно определять функции распределения атомов в структуре металлического стекла. Несколько позже данная модель была усовершенствована за счет введения межатомных потенциалов (так называемая модель мягких сфер). Данное усовершенствование модели обеспечило возможность построения парных функций распределения атомов.

Кроме того, из микрокристаллической модели и модели хаотиче-

ской упаковки сфер следует, что структура состоит из мелких кристаллов. Все это дает возможность рассмотреть целый ряд промежуточных (комбинированных) вариантов. Данные модели интегрированы общим предположением об однородности структуры. Но, в сущности, ни одна из предложенных моделей не может непротиворечиво описать формирование аморфной структуры.

Дальнейшее рассмотрение структуры проводилось как прямыми, так и косвенными методами. Применялись методы рентгенографии и нейтронографии, а также анализ стадий кристаллизации и фазовых переходов после различных воздействий на структуру металлических стекол. На практике свою эффективность показал второй подход (косвенный), который позволил выявить ряд особенностей структурных превращений.

Для описания структуры аморфных металлических сплавов используется функция, которая для системы, состоящей из атомов одного сорта, определяется как

$$W(r) = 4\pi r^2 \rho(r), \quad (1.1)$$

где r – расстояние от фиксированного атома; $\rho(r)$ – функция атомного распределения или парная функция атомного распределения, определяемая как

$$\rho_0 = \lim \sum_{l \neq m}^N \delta [r - (r_l - r_m)], \quad (1.2)$$

которая имеет следующий физический смысл: если систему координат совместить с центром одной из частиц (при этом m фиксировано), то тогда произведение $\rho(r)dV$ представляет собой среднее число частиц в элементе объема dV , который характеризуется радиус-вектором r , $\delta(r)$ – дельта функция Дирака, N – число атомов, r_i и r_m – обозначают координаты центров тяжести атомов [16].

Функция $W(r)$ представляет собой число атомов в сферической ячейке радиусом r и толщине слоя равной единице. Часто вместо функции

$W(r)$ используются приведенные функции радиального распределения

$$G(r) = 4\pi r(\rho(r) - \rho_0) \quad (1.3)$$

и парная функция радиального распределения

$$g(r) = \rho(r)/\rho_0, \quad (1.4)$$

здесь $\rho_0 = N/V$, где N – число частиц, V – объем [16].

Авторы работ [1 – 3, 7] обсуждали зависимости между размерами зерна и скоростью охлаждения. На основании данных зависимостей сделано предположение, что структура аморфного материала может представлять собой предельное мелкозернистое состояние. Опираясь на данную модель, структурное состояние аморфных металлических сплавов можно представить в виде совокупности случайно ориентированных кристаллов (с размерами < 2 нм).

Главным недостатком этой модели является отсутствие учета границ раздела между кристаллами, что дает плохие результаты при расчете плотности аморфного вещества (металлического стекла).

Определенные в лабораторных условиях плотности аморфных металлов дают возможность оценить плотность упаковки атомов. По сравнению с аналогичными кристаллическими веществами разница составляет не более 1 – 2%. Кроме того, диффузионная подвижность атомов значительно ниже, чем ожидается при использовании данной модели. Таким образом, данная модель не вполне согласуется с экспериментальными данными и пользоваться ей можно только с учетом ряда допущений.

Некристаллографические кластерные модели схожи с микрокристаллическими в том, что они предполагают наличие дискретных областей с высокой степенью порядка. На базе кластерных моделей используется принцип структурного отбора. Предполагается существование некоторых групп энергетически выгодных атомных конфигураций и/или «плотноупакованных», которые в свою очередь будут преобладать в данной структуре. Существует малое определенное несогласование углов

между данными областями. В случае относительно больших образцов, эффект несогласования углов должен накапливаться. К явному недостатку микросталлических и кластерных моделей можно отнести сложность учета границ кластеров и неполное соответствие экспериментальным данным.

В основу квазижидкостного описания структуры аморфных веществ (металлических стекол) были заложены данные моделирования и оценки структуры монокристаллической жидкости. Бернал Д. Д. предложил теорию о структуре простой жидкости, основанную на идее о «минимизации объема», что позволило провести моделирование на базе плотной упаковки жестких сфер [32]. В самом модельном эксперименте Бернал использовал стальные шарики, упакованные в резиновую камеру. В ней добивались максимальной плотности взаимного расположения шариков. Затем резервуар заполнялся расплавленным воском для сохранения положения шариков. После чего при помощи микроскопа анализировали получившееся расположение. Было установлено, что расположение шариков некристаллическое, с коэффициентом упаковки 0,6366 (погрешность 0,1%). В материале образуются пять многогранников с равными треугольными гранями достаточно малого размера, поэтому они не способны поместить внутрь себя другую сферу. Данные узлы многогранников и являются «дырами Бернала» [32].

Отметим, что часто встречаются структуры – тетраэдры и октаэдры. Оценка и расчеты координат сфер показали наличие большого количества структурных особенностей, свойственных простым жидкостям. Данная модель отвечает статистическим условиям и соответствует достижению максимальной плотности, что позволяет описать аморфную структуру.

Позже сравнили экспериментальные функции с теоретическими радиальными распределениями при моделировании случайной плотной упа-

ковки. Модель плотной упаковки в целом демонстрирует специфику экспериментальных функций радиального распределения.

Дальнейшее компьютерное моделирование плотно упакованных структур позволило определить потенциал межатомного взаимодействия, который практически полностью соответствует экспериментальной функции радиального распределения, но расчетная плотность ниже реальной [1, 16, 17, 20]. Существуют проблемы с подобными построениями для реальных структур (металлических стекол), состоящих из двух и более компонентов.

В работах [1 – 3] рассмотрена модель, в основе которой лежало сходство между строением аморфных материалов (металлических стекол) и органических полимеров. В этой модели структура аморфного вещества (типа переходный металл – металлоид) образуется из линейной или боковой цепочки, в которой чередуются атомы различных сортов. Атомы, не принимающие участие в построении цепочки, служат в качестве пластификатора. К ее недостаткам следует отнести необходимость наличия двух разных типов связи (металлическая и ковалентная) между атомами переходных металлов и металлоидов. Эти связи необходимы для того, чтобы расстояния между соседними атомами соответствовали экспериментальным данным.

Существует модель на основе дислокационных представлений, так как структуру аморфных веществ можно моделировать при помощи введения сетки близко расположенных дислокаций. Экспериментально было установлено, что соответствие функциям радиального распределения достигается при плотности дислокаций $10^{18} - 10^{19} \text{ м}^{-2}$. В данной модели сетка дислокаций является трехмерной, с подсетью краевых дислокаций. Достоинство ее заключается в том, что она позволяет дать оценку ряду физико-математических свойств аморфных металлических веществ (металлических стекол).

При помощи высокопроизводительной вычислительной техники возможно моделировать не только статические структуры, но и релаксационные процессы для получения хорошего соответствия с экспериментальными данными. Отметим, что до настоящего времени нет полного понимания особенностей формирования аморфной структуры в металлах и ее эволюции (структурной релаксации и кристаллизации) при термической обработке [16, 17, 20, 33, 34]. Однако эти проблемы представляют значительный интерес, так как термообработка аморфных металлических сплавов позволяет получить широкий спектр функциональных материалов, в том числе аморфно-нанокристаллических материалов.

1.2. Нанокристаллические металлические сплавы

1.2.1. Основные свойства нанокристаллических металлических сплавов

В современной литературе принято считать, что в наноматериале должны присутствовать элементы, линейные размеры которых не должны превышать десятков или сотен нанометров. На практике к наноструктурным материалам иногда относят также материалы с размером структурных единиц до одного микрометра [1, 35 – 39]. Основной причиной существования столь существенного разброса в определении размеров кристаллитов, при которых материал может считаться наноструктурным (вопрос корректной терминологии) являются различные методы получения и различные направления практического применения наноматериалов.

Существует ряд методов получения наноструктурных материалов. Для получения нанокристаллической структуры часто используют различные методы осаждения материалов из газовых сред [40]. При данном методе материал испаряют в среде инертного газа (например, гелия или аргона) при давлениях 130-1000 Па. Для испарения получаемого материала используются различные методы воздействия,

например: электронно-лучевые, ионно-плазменные, лазерные. При этом происходит взаимодействие атомов испаряемого вещества с атомами инертного газа. Атомы испаряемого вещества теряют кинетическую энергию и конденсируются (осаждаются) на подложке в виде зародышей кристаллов. После чего откачивают инертный газ до некоторого остаточного значения давления (например, до $\approx 1,3 \cdot 10^{-4}$ Па). Прослойка кристаллов, осажденных на подложке, собирается и обрабатывается под высоким давлением (2 ГПа). Полученные данным методом образцы нанокристаллических материалов характеризуются малой толщиной ($0,1 - 1 \cdot 10^{-3}$ м) и плотностью от 70 до 98% от плотности данного материала в кристаллическом состоянии. Главным недостатком метода можно считать то, что получаемые нанокристаллические материалы имеют большую пористость, снижающую механическую прочность, а также отрицательно влияющую на ряд других эксплуатационных свойств.

Для решения данной проблемы и изготовления «беспористых» нанокристаллических образцов, возможно использование ионно-плазменной конденсации материала на подложке с управляемой температурой. В ходе данного технологического процесса давление инертного газа варьируют в пределах от 0,66 до 1 Па. Такое давление соответствует длине свободного пробега атомов аргона, равного $3 - 4 \cdot 10^{-2}$ м. Расстояние между мишенью и испаряемым материалом подбирают в зависимости от ряда факторов, в том числе, от длины свободного пробега молекул. Данный способ управления параметрами распыления и температуры дает возможность получения на подложке образца с нанокристаллической структурой в виде тонкой пленки толщиной от 1 до 100 мкм с плотностью, близкой к плотности распыляемого материала.

Также при получении нанокристаллического металлического сплава используют метод управляемой кристаллизации из аморфного состояния. При этом могут возникать проблемы со скоростью кристаллизации, так как у большинства аморфных сплавов данный параметр достаточно

велик [41 – 45]. Поэтому за малое количество времени (тысячные доли секунды) вырастают достаточно крупные зерна. Для управления и контроля за появлением и ростом кристаллов в составе аморфного сплава при получении нанокристаллической структуры в сплав вводят специальные добавки (например, медь и ниобий) в соотношении 1 – 3 ат.%. Соответственно, получаем, что при кристаллизации из аморфного состояния атомы меди являются центрами кристаллизации, а атомы ниобия тормозят рост кристаллов. В итоге после термической обработки в течение нескольких минут формируются субмикрокристаллические структуры.

Получаемые таким образом нанокристаллические материалы представляют собой одно- или многофазные поликристаллы с размером зерна от 1 до 15 нм. В данных материалах от 2 до 50% объема приходится на межзеренные или межфазные границы. Многие специалисты считают, что структурное состояние атомов, составляющих межзеренные или межфазные границы, отличается от структурного расположения атомов не только в кристаллах, но и в аморфных твердых телах (соответственно, отличаются и механические свойства) [1 – 3, 46 – 53]. Предполагается, что нанокристаллический материал разделен на кристаллическую и межкристаллическую структурные компоненты. Кристаллическая компонента включает атомы, расположенные внутри кристаллов. Межкристаллитная образуется из атомов, расположенных на границе между кристаллами. Расположение граничных атомов будет отличаться от расположения атомов в кристалле. В объеме нанокристаллов сохраняется дальний порядок в расположении атомов. Атомная структура границ кристаллитов зависит от ряда параметров, например, от ориентировки соседних кристаллов. Таким образом, межкристаллитная компонента представляет собой сумму положений атомов в пространстве, которые задаются различно ориентированными нанокристаллами. Хаотичное расположение атомов на межзеренной границе является характерной чертой нанокристаллических материалов [7, 8, 21].

1.2.2. Механические свойства нанокристаллических сплавов

Аморфные и нанокристаллические металлы и сплавы всегда представляли особый интерес благодаря уникальным физико-механическим свойствам, недоступным для металлов с кристаллической структурой. Авторы работ [1, 7, 24, 53] относят к нанокристаллическим материалы с размерами кристаллитов от 3 до 100 нм. Бывает, что в таких материалах значительную часть объема (до 50%) заполняет материал межкристаллитных (межзернных) границ, который является аморфным. Это приводит к изменению механизмов, отвечающих за макроскопические свойства материала в целом. При этом однородные по химическому составу аморфные материалы характеризуются ближним порядком расположения атомов (до 5 – 6 межатомных расстояний). Композиты делят на две фазы: аморфную, создающую матрицу и нанокристаллическую, представляющую отдельные нанокристаллиты. Было отмечено, что некоторые механические свойства, такие как микротвердость, предел прочности композитов могут во много раз (в 1,5 – 3 раза) превышать свойства материала в аморфном или в обычном поликристаллическом состоянии. При этом пластичность материала может оставаться достаточно высокой. Нанокристаллические и аморфно-нанокристаллические материалы являются метастабильными, неоднородными и неупорядоченными. Также для данных систем характерны неоднородности наномасштаба. Особенности возникновения и развития дефектной структуры в таких материалах изучены недостаточно, при этом можно утверждать, что развитие дефектной структуры в наноматериалах отличается от процессов, протекающих в традиционных материалах.

Примером для описания неоднородных упорядоченных наноструктур являются тонкопленочные твердотельные системы. Они являются наиболее перспективными и интенсивно развивающимися системами. Данные системы представляют собой многослойные, часто изопериодные,

композиции из чередующихся пленок различного химического состава наномасштабной толщины. В некоторых работах [54, 55] в качестве материала с уникальными электронными и оптическими свойствами рассматривались напряженные полупроводниковые сверхрешетки с целью описания и оценки механизмов образования в них дислокаций несоответствия и определения соответствующих критических параметров. Металлические и керамические напряженные сверхрешетки являются перспективными структурами с необычными механическими, электрическими и магнитными свойствами.

В 80-х годах XX века начинается изучение нового вида некристаллических материалов – квазикристаллов [56 – 58]. По строению квазикристаллы можно отнести к промежуточному положению между аморфными и кристаллическими материалами. В квазикристаллах отсутствует дальний периодический трансляционный порядок. Вместе с тем, присутствует дальний ориентационный порядок в упаковке атомов. Данный ориентационный порядок может быть охарактеризован осями симметрии 5-го, 7-го и 10-го порядка, которые запрещены для «обычных кристаллов». В квазикристаллах присутствует дальний квазипериодический трансляционный порядок. В 90-е годы XX века научились получать конгломераты квазикристаллических частиц с характерными размерами порядка нанометров. Данные материалы могут быть охарактеризованы как «наноквазикристаллические материалы».

Рассмотренные аморфные и нанокристаллические материалы являются перспективными как с научной точки зрения, так и с точки зрения применения в промышленности. Расширение практического использования данных материалов требует разработки новых методов их обработки, причем ключевым требованием к режимам обработки является возможность изменения их свойств без разрушения наноструктурного состояния [9, 10].

При изучении прочностных и деформационных свойств необходимо

рассмотреть монокристаллические образцы чистых металлов и некоторых сплавов, которые в поперечном размере (в одном или двух направлениях) менее 1 мкм [59 – 61]. Ранее проведённые эксперименты на растяжение металлов с ГЦК- и ОЦК-решётками, выращенными из газовой фазы нитевидных кристаллов (усов) диаметром 5 – 20 мкм, продемонстрировали высокую прочность и возможность упругого деформирования (до 2%).

В работах [13, 40, 45] разработаны и продемонстрированы методы получения и оценки механических свойств монокристаллических образцов с малыми поперечными размерами (в субмикронном и в нанодиапазоне). Для этого была выполнена обработка поверхности металлического монокристалла сфокусированным ионным пучком. На поверхности были сформированы микростолбики (micropillars) материала диаметром (100 – 1000 нм) и высотой несколько микрометров, на которые в последующем воздействовали индентором. Поверхность двухфазного сплава обработана сфокусированным ионным пучком для создания на ней микростолбиков одной фазы с последующим их индентрованием. Исследование физико-механических свойств нанокристаллов с размерами в субмикронном и нанодиапазоне показали, что прочностные характеристики материала приближаются к теоретически ожидаемым результатам в соответствии с законом

$$a \sim D^{-n}, \quad (1.5)$$

где D – поперечный размер кристалла, $n \approx (0,6 - 0,9)$.

Другие важные механические свойства нанокристаллов связаны с повышенной прочностью при кручении металлических образцов, в частности, металлических проволок с диаметром 1 – 10 мкм. Аналогичные эффекты были зафиксированы при пластическом изгибе в тонких металлических плёнках микронной толщины; при микро- и наноиндентировании материала; в неоднородных пластических деформациях на микромасштабе и пр. [1 – 3, 7, 10, 62 – 65]. Это связано с существованием больш-

ших градиентов пластической деформации в условиях неоднородной деформации на микроуровне при кручении или изгибе.

До настоящего времени многие вопросы, связанные с пластичностью и прочностью нанокристаллических металлов остаются дискуссионными, например, характер нарушения закона Холла – Петча при размерах зёрен 10 – 20 нм; механизм этого нарушения и влияние дислокаций на специфику нарушения закона Холла – Петча.

На рисунке 1.1. в качестве примера приведены экспериментальные данные по микротвёрдости H нанокристаллического сплава Ni-W, свидетельствующие, что при размерах кристаллитов менее 7 – 10 нм, закон Холла – Петча для микротвёрдости не соблюдается и что существуют предпосылки к формированию обратного соотношения закона Холла – Петча [7, 24, 46]. Эти данные свидетельствуют о смене механизма зернограничного упрочнения наноматериала на механизм его зернограничного разупрочнения. При исследовании сплава Ni-W было определено, что микротвёрдость данного материала при размерах зёрен < 15 нм остаётся ориентировочно постоянной вплоть до определённых размеров зерен $d = 3$ нм. В данном случае образцы были получены методом электроосаждения.

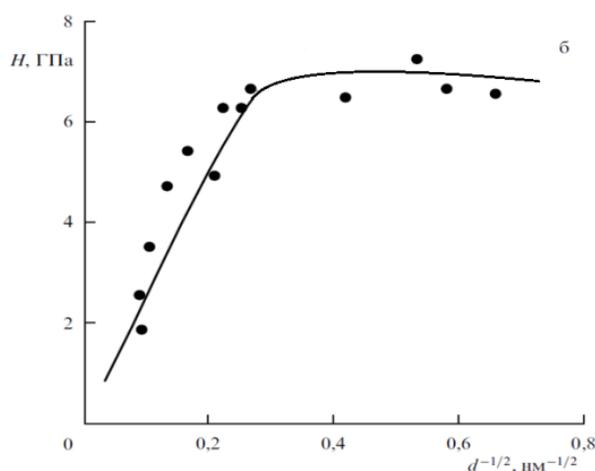


Рисунок 1.1 – Зависимость микротвердости H от размера зерна d для нанокристаллического материала Ni-W

В том случае, когда $d < 10$ нм, имеется значительный разброс экспериментальных точек, который существенно затрудняет определение тенденции изменения H . Ряд авторов считает, что нарушение зависимости Холла – Петча при размерах кристаллитов менее 10 нм не связано с эффектом зернограничного разупрочнения. Возможно, происходит постепенное заполнение объёма зёрен скоплением дислокаций, испущенных границами кристаллитов. В этом случае микротвёрдость наноструктурного материала не будет зависеть от размера нанокристаллитов. Авторы работ [7, 24, 46] считают, что отклонение от зависимости Холла – Петча связано с аморфизацией структуры наноматериала. Аргументом в пользу данного вывода можно считать существование локальной неустойчивости пластической деформации нанокристаллического сплава. В нем возможно формирование микрополос сдвига. Схожие по своему виду полосы пластического течения наблюдаются в аморфных металлических сплавах.

В работах [43, 57] при рассмотрении зависимостей ширины полос сдвига от размера кристаллитов в нанокристаллическом материале показано, что ширина полос пластического деформирования возрастает при некоторой критической величине зерна $d = d_c$. В целом, можно сделать заключение, что отмеченные выше противоречия требуют дополнительных экспериментальных и теоретических исследований.

Высокие прочностные характеристики нанокристаллических металлов сочетаются с возможностью потери растягиваемым образцом пластической устойчивости. В этом случае в образце формируется область локализации пластической деформации – шейка. В шейке происходит разрушение образца в результате 2 – 3%-ной общей деформации. Пример локализации пластической деформации нанокристаллического Cu по данному механизму приведен на рисунке 1.2. По мере увеличения предела текучести меди величина равномерной пластической деформации снижается. Отсутствие «запаса пластичности» (квазиохрупчивание) оказывается серьезным недостатком нанокристаллических материалов.

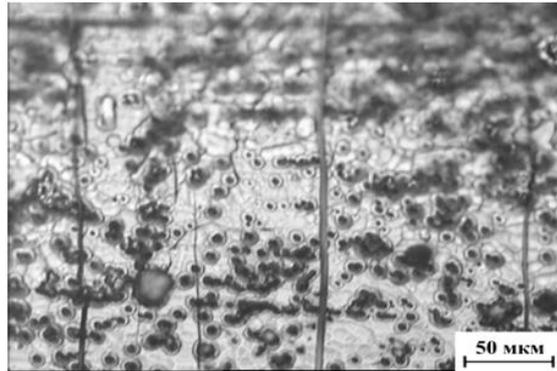


Рисунок 1.2 – Микроструктура области локализации пластической деформации нанокристаллического Cu

В работах [7, 66 – 72] изучено формирование нанокристаллической структуры, начиная с распада исходной аморфной фазы. В данных работах рассматривается возможность получения достаточно стабильной при нормальных условиях аморфно-нанокристаллической структуры. В качестве объекта исследования использованы аморфные металлические сплавы: Ni-Mo-B, Al-Ni-Co-Gd-Si, Zr-Cu-Ti, Fe-B-Si-C, Ni-Mo-P [44]. При отжиге происходит частичная кристаллизация материала. Проведен рентгеноструктурный анализ для получения полной картины формирования наноструктуры и дальнейшей кристаллизации. Химический состав первых кристаллитов обычно отличается от химического состава исходного материала. Примером такого процесса является формирование аморфно-нанокристаллической структуры материала на основе никеля. В данном материале первым начинает кристаллизоваться никель и образовывать нанокристаллы в аморфной матрице твердого раствора [44]. Увеличение времени нагрева приводит лишь к небольшому росту зерен и частичной кристаллизации других составляющих сплав компонентов. Образование нанокристаллов может не приводить к их взаимодействию внутри аморфной матрицы, и при анализе дифрактограмм их можно выделить как отдельно взятые максимумы. Авторы некоторых работ [7, 9, 10] отмечают, что с ростом длительности воздействия высоких температур при отжиге микротвердость материала может увеличиваться, но при этом в случае разрушения

наноструктуры наблюдается ее резкое снижение.

В целом образование аморфно-нанокристаллической структуры можно объяснить формированием и выделением отдельных кристаллов твердого раствора из аморфной матрицы. Аморфная матрица при увеличении температуры печного отжига подпитывается кристаллическими компонентами (непосредственно металлами и аморфизаторами). Соответственно при изотермической выдержке химический состав формирующихся кристаллов также претерпевает изменения, поэтому изменившийся состав нанозерен приводит к изменению свойств кристаллической решетки [7, 44].

Свойства аморфно-нанокристаллического материала во многом определяются свойствами аморфной матрицы. Непосредственно аморфная матрица отделяет нанокристаллы друг от друга и при этом мешает их росту. Разделение зерен помогает сохранению определенного метастабильного нанокристаллического состояния, которое сохраняется продолжительное время без изменения. При длительном печном отжиге растет микротвердость. Данное изменение механических свойств наблюдается у большинства АНМС. Возможен также некоторый рост размеров нанокристаллов.

Зависимость, обратную уравнению Холла – Петча, невозможно объяснить, опираясь на представления о дислокационных взаимодействиях. Авторы ряда работ [16, 24, 63, 64] на основании полученных экспериментальных данных предполагают, что повышение микротвердости аморфно-нанокристаллических металлических сплавов определяется аморфной матрицей и обусловлено ее упрочнением. Такое упрочнение может быть вызвано перераспределением компонентов по составу при росте кристаллов. Поэтому увеличение размера нанозерен будет соответствовать большим изменениям микротвердости. Следовательно, состав аморфной матрицы, определяющий микротвердость материала, вносит существенное влияние

на образование и рост зерен, и, соответственно, на механические свойства после термической обработки материала.

В работах [7, 16, 24, 63 – 65] проведен анализ результатов экспериментальных исследований. Основным выводом является возможность достижения стабильной наноструктуры с высокими показателями микротвердости за счет управляемой кристаллизации аморфных сплавов. Однако показатели пластичности данных материалов снижаются по мере роста микротвердости.

1.3. Лазерная обработка металлических сплавов

В ходе лазерной обработки материала значительная часть энергии может не проникать вглубь непрозрачного образца из-за отражения от внешней поверхности [73 – 77]. При расчетах используют коэффициент отражения, который зависит от чистоты обрабатываемой поверхности, а также ряда других факторов.

На практике для повышения глубины проникновения излучения используют дополнительные покрытия из оксидной пленки, тем самым увеличивая глубину проникновения до 10^{-6} м. Также следует учитывать и теплопроводность материала. При облучении импульсами с плотностью мощности 10^9 Вт/м² и выше, поверхностный слой образца может оплавляться и испаряться, вызывая появление плазменного факела.

Анализируя процесс остывания, следует отметить, что глубокие слои образца при облучении короткими импульсами (десятки наносекунд) практически не прогреваются, и остывание происходит путем теплоотвода вглубь образца, тем самым достигается высокая скорость остывания [78 – 81].

По данной причине имеет место использование лазерной обработки для поверхностной закалки, легирования или лазерной наплавки [80, 82]. Также лазерное облучение является эффективным инструментом обработки поверхностных слоев нанокристаллических металлических

сплавов. При обработке образуются потоки плазмы и ударная волна, которые приводят к избирательному воздействию на отдельные дефектные области у поверхности образца. В результате в поверхностных слоях происходят сложные процессы, приводящие к снижению уровня внутренних напряжений. Экспериментальные данные, полученные различными авторами, показывают улучшение эксплуатационных свойств материала, повышение микротвердости и износостойкости [80, 82 – 85].

Современные оптические квантовые генераторы, предназначенные для обработки твердых материалов, как правило, работают на длинах волн от 10^{-7} м до $3 \cdot 10^{-4}$ м. Для данных устройств активная среда может быть газовой, жидкой и твердой. В зависимости от необходимой мощности и других факторов выбирают активную среду [74, 86 – 88]. В металлургической промышленности часто используют CO_2 лазеры с мощностью от 1 до 5 кВт. Кроме того, в качестве оптического элемента часто используют щелочно-галогидные или полупроводниковые кристаллы. Лазерная обработка является совокупностью процессов, в которую входят быстрый нагрев поверхности образца, переход материала в газообразное состояние, образование плазмы, формирование ударных волн и шокового давления на образец. Непосредственно результат обработки сильно зависит от свойств лазерной плазмы и лазерного излучения. Следовательно, очень важен правильный выбор оптического квантового генератора и подбор режимов лазерной обработки.

Поглощаемое излучение нагревает поверхность образца и после того, как температура облучаемой поверхности достигает температуры плавления. В том случае, когда отвод тепла, связанный с механизмом теплопроводности, ниже подвода тепла за счет излучения, вглубь образца начинает продвигаться волна плавления, после того, как давление насыщенных паров вещества превысит давление окружающей среды, начинается переход нагретого материала в газообразное состояние. Дальнейшее

поглощение лазерного излучения происходит в плазменном факеле, что в конечном счете приводит к следующей стадии разогрева материала.

Значительный градиент давления обуславливает расширение плазменного факела, а его гидродинамическое взаимодействие с образцом и атмосферой формирует сложную и нестационарную конфигурацию течения плазмы [89 – 93].

Лазерное воздействие является эффективным инструментом обработки поверхностных слоев непрозрачных материалов. При лазерной обработке формируются потоки плазмы, которые приводят к упрочнению поверхности и повышению износостойкости промышленных сталей. Быстрый нагрев и расплав тонкого слоя обрабатываемой поверхности значительные градиенты температуры ($\sim 10^{10}$ К/м), возникающие в поверхностном слое непрозрачного материала при импульсном воздействии лазерной плазмы, приводят к высокой скорости диффузии ионов лазерной плазмы в обрабатываемый материал. В результате сверхбыстрого остывания тонкого поверхностного слоя расплавленного материала в нем, в зависимости от условий обработки и свойств материала, возможно появление мелкозернистой или аморфной структуры [80]. Высокие скорости охлаждения $\sim 10^8 - 10^9$ К/м расплавленного поверхностного слоя обусловлены контактом тонкой «пленки расплава», толщиной от единиц до десятков микрометров, с основной массой образца.

В ряде случаев лазерную плазму используют для внедрения легирующих элементов в поверхностный обрабатываемый слой, что позволяет достичь требуемого химического состава поверхностного слоя. Экспериментальные исследования, выполненные различными авторами, демонстрируют способность импульсной лазерной обработки улучшать комплекс эксплуатационных свойств стальных и чугуновых образцов. Возможно повышение микротвердости и износостойкости материала [78, 80, 94 – 96].

1.4. Специфика процессов, сопровождающих воздействие на металл лазерных импульсов

1.4.1. Прогрев металла при воздействии лазерных импульсов

При воздействии лазерного излучения на тонкую пленку металлического сплава происходит ее нагрев, а при определенной плотности мощности излучения происходит плавление и испарение вещества с поверхности.

В обрабатываемом металлическом сплаве еще до достижения температур плавления в результате прогрева начинаются существенные изменения. Впрочем, обычно за критерий начала изменения свойств материала берут именно процесс плавления, а плотность мощности излучения (интенсивность), необходимую для инициирования плавления, называют критической. Соответственно, под критической интенсивностью понимают достаточную плотность мощности излучения для изменения фазового состояния материала, т. е. перехода в расплав при воздействии лазерного импульса. Опираясь на основные характеристики лазерного излучения, а также с учетом процессов, протекающих при лазерном нагреве материала, необходимо рассмотреть особенности процесса передачи энергии сплаву, оптические особенности металлов и сплавов при воздействии лазерного излучения, тепловые свойства и характеристики лазерного излучения, а также другие процессы, сопровождающие воздействие мощного лазерного излучения на металлические сплавы [87 – 90, 97].

Для численной оценки основных процессов, происходящих в материале под воздействием лазерного излучения, стоит начать с оценки степени отражения излучения для стандартного случая перпендикулярного падения излучения на поверхность металлического сплава. Коэффициент отражения металлов и сплавов, как правило, сильно зависит от процессов окисления на поверхности обрабатываемого сплава. Отметим, что значение коэффициента отражения имеет существенное значение толь-

ко в начальный момент времени, так как при увеличении температуры отражение снижается.

Поглощение энергии тонкой пленкой аморфно-нанокристаллического металлического сплава может быть описано законом Бугера – Ламберта – Бера. Однако не всегда удается точно описать комплекс процессов при воздействии мощного лазерного излучения, а существующие модели процессов имеют ряд допущений.

В работах [9, 10] использовали генератор излучений ОКГ ELS-01, форма импульса которого близка к прямоугольной. После перехода поверхности материала в расплав изменяется коэффициент отражения, в работах [65, 70, 79] определена доля энергии импульса, которая отразится раньше, чем будет расплавлен материал в области облучения на определенной глубине (1 мкм). Отметим, что на стадии нагрева до плавления отражательная способность материала в зависимости от качества поверхности и температуры, уменьшается от десятков до единиц процентов. С использованием зависимости, приведенной на рисунке 1.3, определена достаточная энергия расплавления поверхности материала (по верхней границе) в соответствии с коэффициентом отражения, равным 50%. При этом энергия, достаточная для расплавления материала в области облучения толщиной 1 мкм (длина волны излучения 1,06 мкм), будет равна ≈ 1 мДж.

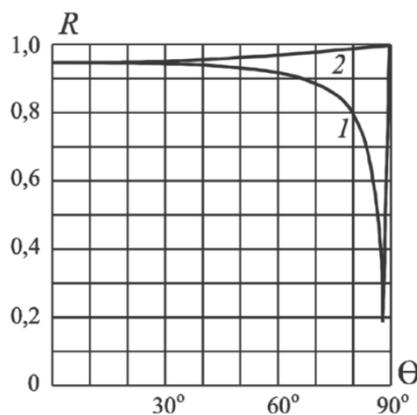


Рисунок 1.3 – Зависимость коэффициента отражения R от угла падения θ для железа: где кривая 1 – $E_{//}$ (p – поляризация); кривая 2 – E_{\perp} (s – поляризация)

При энергии импульса 75 мДж примерно 1,3% его энергии будет использовано на нагрев и расплавление поверхности материала, после чего коэффициент отражения снижается до значения $\approx 1\%$, чем, впрочем, с учетом точности других измерений, можно пренебречь. Для перехода в газообразное состояние поверхностного слоя материала (глубиной 0,1 мкм) в облучаемой зоне требуется менее 1% энергии импульса (без учета теплопередачи, отражения и пр.). В общей сумме на нагрев поверхностного слоя материала (1 мкм) до температуры плавления (когда резко падает коэффициент отражения) и на перевод в газообразное состояние слоя материала (толщина 0,1 мкм) необходимо $\approx 2\%$ энергии импульса. При использовании ОКГ ELS-01 максимальный угол падения не превышал 5° .

Существенного внимания требует определение специфики распределения температуры ионного газа в пространственно-временных рамках. Это дает возможность судить о характере формирования и существовании плазмы, а также ее охлаждении при разлете [92, 93]. Увеличение радиуса плазмы в 10 раз от радиуса исходного ядра ведет к разлету ионов/электронов, которые не взаимодействуют друг с другом. Соответственно, время жизни ядра плазмы составляет порядка 10^{-9} с, что существенно меньше длительности воздействия лазерного импульса $\sim 2 \cdot 10^{-8}$ с. Приблизительно 25% энергии излучения плазмы тратится на нагрев поверхности материала.

1.4.2. Формирование лазерной плазмы. Взаимодействие плазмы с металлическим образцом

Образование плазмы связано с переходом «прозрачной» среды в «поглощающую» под воздействием лазерного излучения [92, 98]. «Прозрачной» средой выступает чаще всего атмосфера (в ряде случаев специальная газовая среда) вокруг обрабатываемого материала.

Процесс поглощения средой энергии излучения может происходить линейно и нелинейно. Отметим, что при линейной зависимости поглощения не изменяются только свойства среды. Оптический пробой в отличие от линейного поглощения влияет на изменения в самой среде, т. е. различия в поглощении импульса связаны с изменениями оптических свойств среды. В рассматриваемых случаях наибольший интерес приобретает оценка процесса поглощения излучения при зарождении плазмы над поверхностью обрабатываемого образца и интенсивность воздействия самого плазменного ядра на обрабатываемую поверхность. Следует рассмотреть специфику и условия поглощения энергии лазерного импульса плазмой.

Формирование плазмы происходит за счет ионизации паров металла над поверхностью расплава. Поэтому следует учитывать собственные частоты излучения плазмы, которые, в свою очередь, могут превышать или быть ниже частот излучения. В частности, когда частота лазерного излучения превышает собственную частоту плазмы, плазма становится непроницаемой для лазерного излучения. Но при соблюдении обратного условия (частота плазменного излучения выше частоты лазерного излучения), лазерное излучение, проникая через плазму, дополнительно ионизирует встречающиеся частицы – увеличивая плотность плазмы. При увеличении степени ионизации частиц разница в частотах уравнивается, и плазма начинает поглощать лазерное излучение [92, 93].

Во многих экспериментальных работах отмечают, что область фокусировки имеет меньшие размеры по сравнению с областью распространения плазмы [10, 92, 99]. Если рассматривать импульсы, генерируемые установкой ELS-01, то длительность свечения плазмы примерно в 10 раз дольше, чем длительность импульса. Используемые режимы лазерной обработки (ELS-01) обеспечивали плотность мощности от $2,6 \cdot 10^{13}$ Вт/м² до $6,7 \cdot 10^{13}$ Вт/м². Температура плазмы при этом составляет приблизительно

10^4 К. Лазерная плазма распространяется навстречу лазерному излучению. Направление течения газа (плазмы) при этом определяется основными законами гидродинамики. Анализ формирования плазмы дает возможность разделить области плазменного факела на определенные части. В целом в лазерной плазме выделяют три слоя. Первый слой – горячее ядро плазменного факела, являющееся основной частью, которая поглощает энергию лазерного излучения. Второй слой – зона ускорения частиц плазмы, где происходит газодинамическое движение с направленной ориентацией к источнику излучения. В третьей зоне происходит снижение энергии плазменного факела, и разлетающиеся частицы движутся хаотично.

Толщина прогреваемого материала для непрозрачных тел, поглощающих излучение, определяется при помощи выражения

$$d = 1/\alpha, \quad (1.6)$$

где α – коэффициент поглощения (см^{-1}). Чаще всего для металлов и сплавов, подвергнутых воздействию излучения (с длиной волны 1 мкм), глубина поглощения не превышает 0,1 – 1 мкм. Поэтому расчет энергии, достаточной для нагрева и расплавления материала, дает достоверную оценку верхней границы энергии, достаточной для расплавления материала. Опираясь на формулу (1.6), для аморфного металлического сплава 82К3ХСР, подвергнутого термообработке, толщина слоя, на котором в полном объеме поглощается излучение, составляет $\approx 0,1$ мкм [10, 97]. Расчетные данные по толщине слоя, прогреваемого лазерным импульсом, находят экспериментальное подтверждение.

Формирование указанных областей лазерного оплавления, показанных на рисунке 1.4, происходит следующим образом. При воздействии лазерного импульса на поверхность тонкий слой материала в облучаемой области нагревался, затем плавился и испарялся. Последующий нагрев приводит к формированию плазмы, которая поглощает лазерное излучение и экранирует от него образец.

используют термин «селективная лазерная обработка», подчеркивая специфику воздействия лазерного излучения на микрозеренную структуру. В аморфных сплавах, которые переводятся управляемым отжигом в нанокристаллическое состояние, селективно обрабатываются лазерным излучением дефектные области [10]. Образцы, рассматриваемые в работах [10, 23, 82, 95], отличаются размером зерен, составом, толщиной. Также отличаются некоторые параметры лазерного излучения, но в отмеченных работах общим является применение селективного лазерного воздействия на локальные области нано- или микро - масштаба.

Селективное лазерное плавление, рассматриваемое авторами работ [23, 95], фактически является специфическим лазерным управлением комплексом свойств в твердых материалах. Селективное лазерное управление процессом аддитивного производства при помощи цифровых данных 3D CAD-модели применяли в работах [82, 95, 100, 101] для создания объемных изделий из специального порошка за счет послойного плавления лазерным излучением. Предварительно нанесенный на поверхность порошок (подложка или предыдущий слой) избирательно плавил при различных режимах обработки.

Существует определенная аналогия в концепции селективного лазерного формирования свойств наноструктурных материалов и лазерными технологиями получения защитных покрытий образцов в порошковой металлургии.

Избирательное лазерное воздействие на материал характеризуется локальной областью термического воздействия, а также быстрым нагревом и охлаждением материала, что дает возможность сформировать уникальную структуру. Необходимо учитывать, что некоторые процессы, происходящие в обрабатываемом материале и приводящие к изменению структуры и свойств, начинаются задолго до плавления. Поэтому параметры лазерного излучения (критическая плотность мощности импульса,

энергия импульса, форма лазерного импульса, частота импульсов) для данного образца и материала следует подбирать экспериментально. В некоторых случаях при определенной критической плотности мощности начинается плавление материала на всей облучаемой поверхности. В случае многокомпонентного состава образцов такой процесс имеет свою специфику. Некоторые кристаллиты могут различаться как по химическому составу, так и структурой. В определенных условиях они будут плавиться при различных температурах. Также при различных температурах в них будут происходить процессы аннигиляции дислокаций, релаксации механических напряжений и пр. При анализе и оценке процессов, происходящих в наноструктурном материале при воздействии лазерного излучения, стоит учитывать все изменения оптических свойств на поверхности и особенность передачи энергии сплаву, а также весь комплекс процессов, протекающих при лазерном испарении.

Стоит отметить, что современные работы в области селективного лазерного воздействия на твердые материалы, развивая перспективные подходы лазерной обработки, являются чаще всего экспериментальными. Последующее развитие рассмотренных подходов требует оценки физических процессов, происходящих в материалах под влиянием лазерных импульсов. Данные процессы, происходящие в твердом материале, во многом определяются температурными режимами. Соответственно, перспективным направлением в данной области исследования будет являться применение методов компьютерного моделирования особенностей процессов нагрева и охлаждения в поверхностных слоях наноструктурного многокомпонентного металлического сплава под действием лазерных импульсов.

Под воздействием лазерного излучения обрабатываемая область нагревается, после чего происходит плавление части поверхностного слоя и испарение материала. При определенных плотностях мощности и длительности лазерных импульсов возможно возникновение плазменного фа-

кела. В случае непрозрачного металлического сплава большая часть энергии не проникает вглубь, а отражается. В дальнейшем, в случае возникновения лазерной плазмы, может возникнуть экранировка поверхности образца от лазерного излучения. Т. е. происходит формирование расплавленного слоя небольшой толщины, под которым находится слой прогретого материала. Толщина данного слоя и характер его прогрева в случае приближения к состоянию динамического равновесия (поверхность расплава испаряется, но его толщина может существенно не меняться из-за продвижения расплава вглубь образца) значительно меняться не будут. Данные аспекты должны быть отражены при создании компьютерной модели прогрева и охлаждения материала.

Автор работы [100 – 102] использовали смеси стали СПН14А7М5 и карбида титана (композитный порошок) для реализации лазерной наплавки в порошковой металлургии. Лазерную обработку проводили на установке «Trumpf LASMA 10-54», оснащенной непрерывным твердотельным Nd: YAG лазером HAAS 2006D с длиной волны 1064 нм и максимальной мощностью 4 кВт. При селективной лазерной обработке порошка применяли установку «PM100 PhenixSystems». Установка оснащена непрерывным иттербиевым волоконным лазером (IPG Photonics Corp.) с длиной волны 1075 нм и максимальной мощностью 200 Вт. На поверхности образца диаметр лазерного пятна составлял ≈ 70 мкм. Образцы создавались в камере с защитной средой аргона. Толщина всего слоя предварительно наносимого порошка составляет ≈ 80 мкм. Также образец проходит обработку прессованием. Данный процесс проводится на гидравлическом прессе в специальной форме с двусторонним обжатием. Далее проводят спекание в вакуумной электропечи (ВАКЭТО). Определение фазового состава производится на автоматизированном дифрактометре ДРОН-4 с применением монохроматического $\text{CuK } \alpha$ – излучения. Затем проводится анализ механических свойств на микротвердомере BUEHLER МНТ 5104

по определению микротвердости по Виккерсу при нагрузке 100 г в соответствии с ГОСТ EN ISO 6507 по размеру отпечатков индентора. Значения микротвердости покрытия анализировали при помощи программного обеспечения «OmniMet». Авторы работ [95, 101 – 104] осуществляли лазерную наплавку материала СПН14А7М5/ТiС. Используемая технология изготовления материала обеспечивает возможность ввода в ванну расплава частиц фазы материала упрочнителя с характерным размером $\approx 5\div 7$ мкм.

Как уже отмечалось, особенность селективной лазерной обработки материала связана с малой областью термического воздействия и высокими скоростями нагрева и охлаждения материала при плавлении, что способствует образованию его мелкозернистой кристаллической структуры. После селективной обработки у чистой стали СПН14А7М5 наблюдается мелкодисперсная структура (рисунок 1.5). Размер зерен составляет $\approx 3\div 5$ мкм, что положительно сказывается на пластических и прочностных свойствах материала. Из-за высокой локализации и избирательного высокоэнергетического воздействия, а также значительных скоростей охлаждения блокируется рост зерен в отличие от традиционной технологии порошковой металлургии. Основной чертой порошковой металлургии является более продолжительное время выдержки при спекании, что ведет за собой интенсивный рост зерен. Стоит отметить еще одно принципиальное отличие от традиционной лазерной наплавки: технология подачи материала, которая исключает потери порошка и позволяет сохранить заданный состав материала, а также размер ванны расплава.

Особенностью субзеренной структуры стали СПН14А7М5 является добавление в материал 10 об.% ТiС. При охлаждении из расплава выделяется карбид титана, который является центром кристаллизации зерен (рисунок 1.5). Также при быстром охлаждении материала накапливаются термические напряжения, из-за которых происходит формирование и накопление в зернах дислокаций.

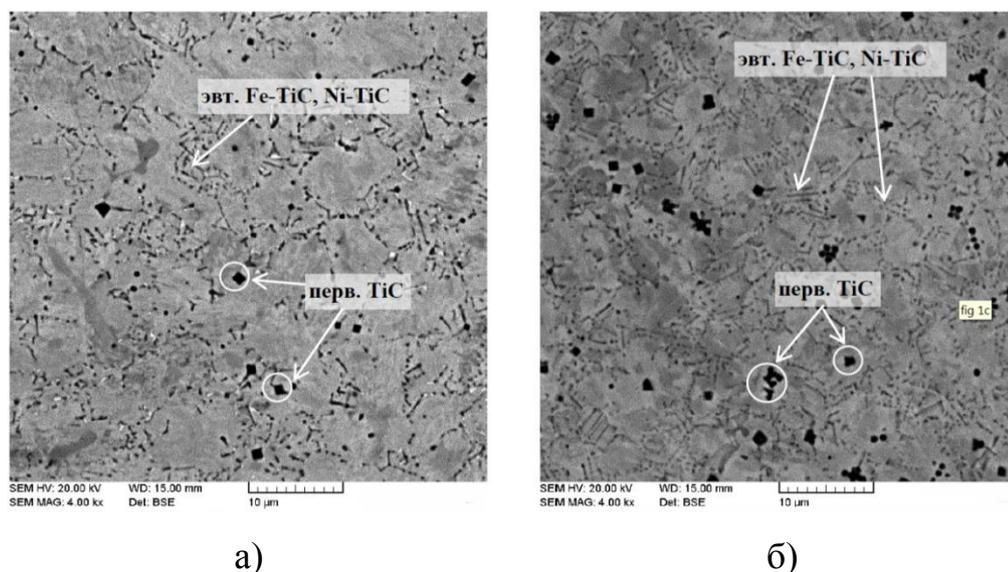


Рисунок 1.5 – Микроструктура материала СПН14А7М5-TiC (% об.), полученного лазерной наплавкой: а) 10% об. TiC; б) 20% об. TiC

Далее производится термическая обработка при помощи нанесения расплавленных слоев на материал с целью активизации процесса полигонизации в зернах. Формирование субзеренной структуры увеличивает прочностные характеристики металла благодаря появлению мелкозеренной структуры с высокоугловыми границами.

Отметим, что при полигонизации процесс упрочнения проявляется слабее, потому что границы субзерен способны легче пропускать дислокации. Даже при увеличении концентрации карбида титана до 20 об.% не происходят существенные изменения в механизме структурообразования. Происходит увеличение количества выделившегося TiC, и при этом уменьшается размер зерен (рисунок 1.6, а). В свою очередь, увеличение количества второй фазы мешает процессу полигонизации и образованию субзеренной структуры из-за появления атмосферы Коттрелла, которая препятствует перераспределению дислокаций.

В расплаве увеличение карбидной фазы до 30 об.% ведет за собой равномерное мелкодисперсное выделение первичного TiC. Несмотря на значительную объемную долю упрочняющей фазы, она не агломерирует благодаря высоким скоростям охлаждения. Зёренная структура в матери-

але не прослеживается, при этом размеры субструктур относительно небольшие (до 200 нм). К наноструктурированию материала приводит наличие в объеме 30 об.% упрочняющей фазы (рисунок 1.6, б).

В работах [23, 82, 100, 104] исследовали получение материала СПН14А7М5/ТiС методом порошковой металлургии. Материалы, получаемые по технологии порошковой металлургии, имеют значительную пористость. Это во многом определяет плохие механические свойства таких материалов. Существенные значения пористости связаны с тем, что спекание осуществляется в отсутствие жидкой фазы. Как следствие, усадка обусловлена протеканием медленных диффузионных процессов. В этом случае увеличение времени спекания будет приводить к большей гомогенизированнойности структуры. Повышение температуры обработки приведет к оплавлению материала. В многокомпонентных системах различаются скорости диффузии атомов химических элементов, входящих в сплав.

Авторы работ [23, 100 – 104] сравнивали материалы, полученные разными способами, и показали, что значения твердости образцов после селективного лазерного плавления существенно выше, чем в случае использования методов лазерной наплавки и порошковой металлургии (рисунок 1.7).

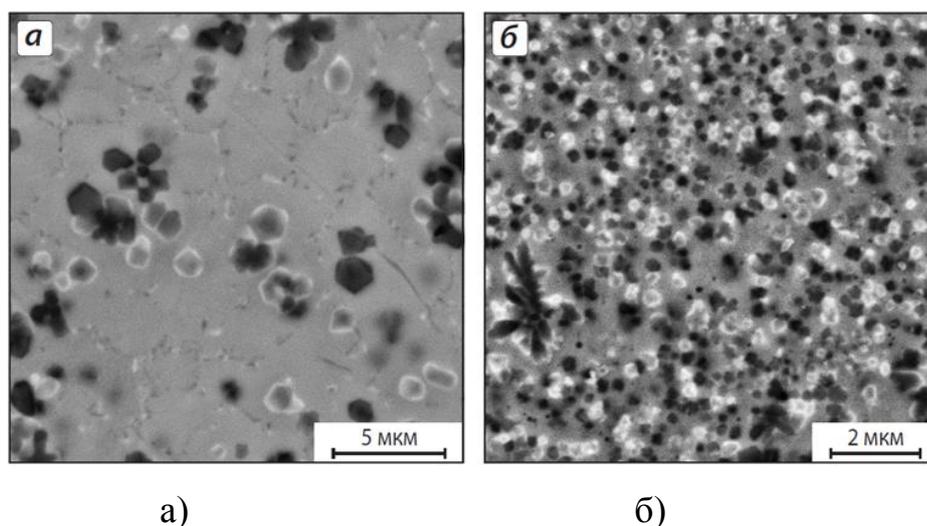


Рисунок 1.6 – Микроструктура материала стали СПН14А7М5/ТiС после селективного лазерного плавления ТiС: а) 20% от объема; б) 30% от объема

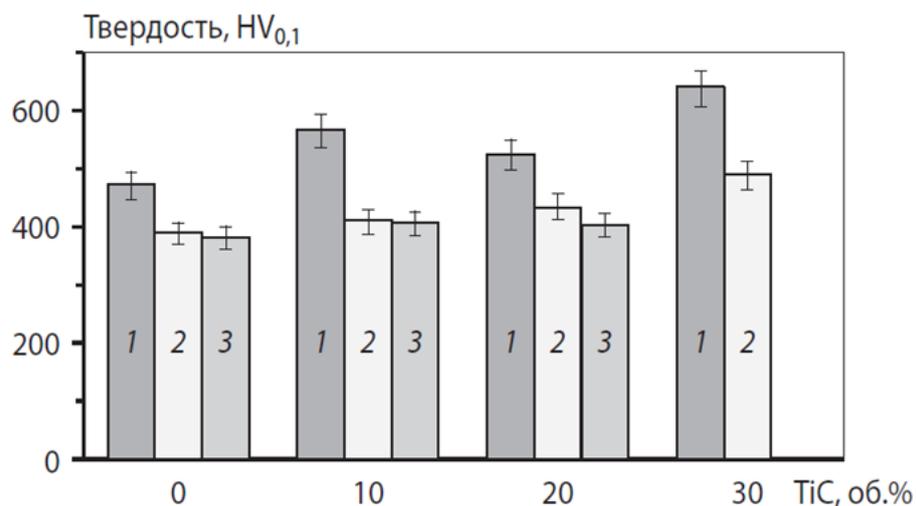


Рисунок 1.7 – Микротвердость материалов СПН14А7М5/TiC, полученных методами селективного лазерного плавления (1), порошковой металлургии (2) и лазерной наплавки (3).

Полученные результаты объясняются особенностью микроструктурных материалов. В случае добавления в сталь 10 об.% TiC происходит формирование субмикроструктуры, и, соответственно, существенно возрастает твердость материала.

Данный эффект обусловлен ростом удельной поверхности границ кристаллитов. Кроме того, сохраняется микро - дисперсность упрочняющей фазы. Карбид титана будет выделяться из расплава в форме зародышей дендритов первого порядка размером 1 мкм (зародыши дендритов не успевают вырасти). Такой процесс реализуется в случае равномерного охлаждения по всему объему материала.

Повышение содержания карбида титана с 10 до 20 об.% приводит к некоторому снижению твердости из-за снятия эффекта субмикроструктуры. Дальнейшее увеличение TiC до 30 об.% приводит к процессу наноструктурирования материала, а также к значительному росту твердости (рисунок 1.7).

В работах [100, 101, 103] полученные результаты используются для рассмотрения влияния различных режимов процесса лазерной наплавки на структуру и свойства покрытий градиентных материалов на

основе титана.

В результате обработки были созданы градиентные покрытия из материалов Ti-Si и Ti-NiCr на титановой подложке. Покрытия отличаются высокой жаропрочностью и жаростойкостью. Это достигается использованием следующих составов поверхностных покрытий: Ti-Si (70/30 мас. %), Ti-NiCr (70/30 мас. %).

С целью снижения внутренних напряжений между покрытием и титановой подложкой сформированы три промежуточных слоя. Это позволяет снизить разницу между величинами коэффициента термического расширения подложки и покрытия. Кроме того, удастся получить высоколегированный поверхностный слой.

Авторы работ [100, 103] из композиционного материала СПН14А7М5/TiC приготовили образцы по аддитивной лазерной технологии. Полученные результаты продемонстрировали возможность создания материалов с увеличенной твердостью при селективной лазерной обработке и с высоким ее уровнем при лазерной наплавке (в том числе при «традиционных» методах порошковой металлургии).

Сплошные материалы удалось получить методом лазерной наплавки с содержанием карбидной фазы, равномерно распределенной по объему, до 20 об.%. Методом селективной лазерной обработки были изготовлены материалы с содержанием упрочняющей фазы до 30 об.%.

Полученные селективной лазерной обработкой материалы по прочностным свойствам значительно превосходят материалы, полученные методами лазерной наплавки и порошковой металлургии. Экспериментальные результаты интерпретируются особенностями микроструктуры материала: увеличение фазы – упрочнителя ведет за собой процесс микро- и наноструктурирования материала благодаря образованию множества центров кристаллизации при высоких скоростях охлаждения.

1.6. Цель и задачи исследования

Многокомпонентные аморфные и аморфно-нанокристаллические металлические сплавы обладают комплексом уникальных физических свойств. Уникальные эксплуатационные свойства обуславливают все более широкое практическое применение таких материалов.

В ряде случаев удается получить методом спиннингования многокомпонентные аморфные металлические сплавы с требуемыми характеристиками, причем 15 – 30 лет назад многие исследователи отмечали, что формируется новое направление в металловедении, когда требуемый материал фактически удается получить за «одну технологическую операцию». Однако, как оказалось, эксплуатационные свойства аморфных сплавов все же не оптимальны, и в ряде случаев возможно их улучшение, например, при переводе в нанокристаллическое состояние контролируемым отжигом.

Оптимизация одних свойств, например, магнитных, приводила к изменению комплекса других характеристик, таких как, к примеру, механических. Для всех отмеченных и аналогичных технологических операций существует ряд ограничений. Особенно отметим ограничение, связанное с необходимостью сохранять исходную аморфную и/или аморфно-нанокристаллическую структуру материала в целом.

Для формирования заданных свойств у многокомпонентных аморфных и аморфно-нанокристаллических металлических сплавов был предложен и экспериментально апробирован метод селективной лазерной обработки. Для ряда нанокристаллических структур предложенный метод селективной лазерной обработки, направленный на формирование заданных механических свойств, позволил существенно повысить пластические свойства тонкой ленты нанокристаллического материала без снижения микротвердости и потери нанокристаллического состояния материала в целом. Полученные результаты во многом являются эмпирическими, это связано с тем, что многокомпонентные аморфно-нанокристаллические металлические сплавы

характеризуются крайне сложными нанокристаллическими структурами, которые в ряде случаев не могут быть идентифицированы. Кроме того, к селективной лазерной обработке, по определению, предъявляются жесткие требования, связанные тем, что структура материала в целом не должна меняться. При лазерной обработке наносекундными импульсами с высокой плотностью мощности возникает кратковременный нагрев, шоковое давление и оплавление поверхности. В то же время было отмечено, что воздействие серии лазерных импульсов способствует улучшению механических свойств. Необходимо исследовать специфику избирательного воздействия нагрева инициированного импульсным лазерным излучением на элементы структуры аморфно - нанокристаллического материала и определить оптимальные и допустимые режимы селективной лазерной обработки. Под допустимыми режимами понимают те режимы лазерной обработки, когда кратковременное термическое воздействие не разрушает нанокристаллическую структуру материала в целом.

Теоретическое исследование специфики прогрева при селективной лазерной обработке требует дополнения экспериментальной проверкой выводов и рекомендаций. Необходимо рассмотреть особенности формирования механических свойств материала при селективном лазерном воздействии. Это в свою очередь требует развития специфических методов контроля механических свойств лазерно-обработанных участков тонких лент нанокристаллических металлических сплавов.

Таким образом, исследование механизмов формирования механических свойств аморфно-нанокристаллических металлических сплавов лазерной обработкой, а также разработка методики механических испытаний, методики определения допустимых тепловых режимов при обработке, выявление оптимальных параметров селективного лазерного воздействия обуславливает актуальность диссертационной работы.

Цель диссертационной работы – выявление влияния прогрева наноструктурного материала серией лазерных импульсов на формирование механических свойств, а также определение режимов обработки, обеспечивающих избирательность воздействия лазерного излучения на трещины и концентраторы механических напряжений.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие **задачи**:

1. Разработать новую методику механических испытаний тонких, твердых и хрупких пленок наноструктурных материалов, подвергнутых селективной лазерной обработке.

2. Определить границы области применения методик механических испытаний, основанных на индентировании тонких наноструктурных образцов, нанесенных на упругую подложку.

3. Методом компьютерного моделирования выявить специфику прогрева и охлаждения материала, подвергаемого воздействию лазерных импульсов.

4. Определить условия, при которых воздействие лазерного излучения будет оказывать избирательное воздействие на наноструктурный материал за счет релаксации механических напряжений и перевода трещин в неопасное состояние.

5. Экспериментально определить закономерности изменения механических свойств наноструктурного материала, подвергнутого селективной лазерной обработке.

ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАННЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1. Методика эксперимента

2.1.1. Термическая обработка и подготовка образцов

В настоящее время аморфно-нанокристаллические металлические сплавы активно используются в качестве магнитомягких материалов. Поэтому в настоящей работе экспериментальные исследования были в основном проведены на многокомпонентном аморфном металлическом сплаве марки 82К3ХСР ($\text{Co}_{71,66}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}\text{Si}_{17,09}$). Эксперименты, связанные с апробацией новой методики механических испытаний, были также проведены на сплаве $\text{Co}_{62,73}\text{Fe}_{3,07}\text{Cr}_{3,11}\text{Si}_{31,09}$ (изготовлено на ПАО «Ашинский металлургический завод») и на охрупченных тонких плёнках полимерных материалов на основе акриловых дисперсий и бутадиенстирольных дисперсий, нанесённых на металлическое основание на ПАО «Пигмент» [Приложение № 3]. Разработанная математическая модель нагрева и созданная на её основе программа были апробированы не только на указанных выше магнитомягких сплавах, но и при моделировании лазерной сварки стали X19H6Г9АМ2 при выполнении ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2014 – 2020 годы» (Соглашение № 14.575.21.0071, уникальный идентификатор RFMEFI57514X0071).

Подготовка к проведению эксперимента включает в себя несколько последовательных технологических процедур: предварительная подготовка образца (нарезка по размерам, контроль механических характеристик и структурного состояния); отжиг образцов (контроль структурного состояния); подготовка подложки (связующего слоя между образцом и металлическим основанием) и контроль ее механических характеристик; нанесение образца на подложку; лазерная обработка образца; механические испытания.

Из ленты нарезали образцы с размерами 15×25 мм, 20×25 мм, 25×25 мм, 30×25 мм. Все образцы были взяты из одной партии аморфной ленты, из центральной ее части. При подготовке образцы в количестве 30 штук накладывали друг на друга, располагали между пластинами из нержавеющей стали и подвергали сжатию с силой 1 Н (рисунок 2.1, а) для исключения процесса коробления образцов при высокотемпературной обработке. Образцы отжигали при заданной температуре в течение 10 минут, затем вынимали из печи и давали остыть до комнатной температуры в воздухе, не применяя специальные методы теплоотвода. В дальнейшем исследования проводили на образцах, которые при отжиге не контактировали с пластинами из нержавеющей стали. Непосредственно процесс отжига проводили в диапазоне температур 500 – 1023 К, лазерную обработку проводили на образцах отожженных при температурах 740-840 К [9, 10, 105, 106].

Обработанные образцы приклеивали на полимерную подложку (рисунок 2.1, б). Данную процедуру проводили в соответствии со следующим алгоритмом: на первом этапе жидкий раствор полимерного композита (при необходимости с затвердителем) наносили на металлическое основание определенной формы: высота 5 мм, ширина 25 мм, длина 35 мм (длина и ширина также могла быть 20×25 мм, 25×25 мм, 30×25 мм); на втором этапе на полимерный раствор сверху по центру помещали отожженный образец; на третьем этапе на композит устанавливали стекло с обезжиренной поверхностью и прижимали с усилием 5 Н; на четвертом этапе, после затвердевания композита, удаляли стекло.

При выборе материала подложки исходили из её механических свойств и адгезии к образцу [10, 106]. При застывании использованный полиэфирный композит обладает микротвердостью $\approx 3,6 \cdot 10^6$ Па, что ниже микротвердости использованных металлических сплавов. В большинстве экспериментов использовали композит (BodiFiber) 67/548/EEC: Index number: 601-026-00-0, styrene Xn R20; Xi R36/38, R10 Flam. Liq. 3, H226; Acute

Тох. 4, Н332; Skin Irrit. 2, Н315; EyeIrrit. 2, Н319 20-25%. В ряде случаев, для приготовления подложки использовали термостойкий материал $H_v \approx 190$ МПа (термостойкая подложка).

Для проведения лазерного нагрева применяли оптические квантовые генераторы: ELS-01, $\nu_{имп}$ до 50 Гц, $\lambda = 1064$ нм, $E_{имп}$ 50 – 100 мДж, $\tau \approx 15 – 20$ нс; LS 2137, $E_{имп} \approx 250$ мДж, $\lambda = 1064$ нм, $\tau \approx 15 – 17$ нс. Воздействовали на образцы сфокусированными импульсами с плотностью мощности от $4 \cdot 10^{12}$ Вт/м² до $4 \cdot 10^{14}$ Вт/м². Для исключения возможности оптического пробоя в воздухе, образец располагали над точкой фокусирования лазерного излучения. При воздействии на образец лазерными импульсами при неподвижном стенде, где крепили образец, получали округлую оплавленную область (рисунок 2.2, а), с четкими границами. Время экспозиции рассчитывается по формуле

$$t_{экс} = \frac{n}{\nu}, \quad (2.1)$$

где n – количество импульсов за время обработки, ν – частота следования лазерных импульсов.

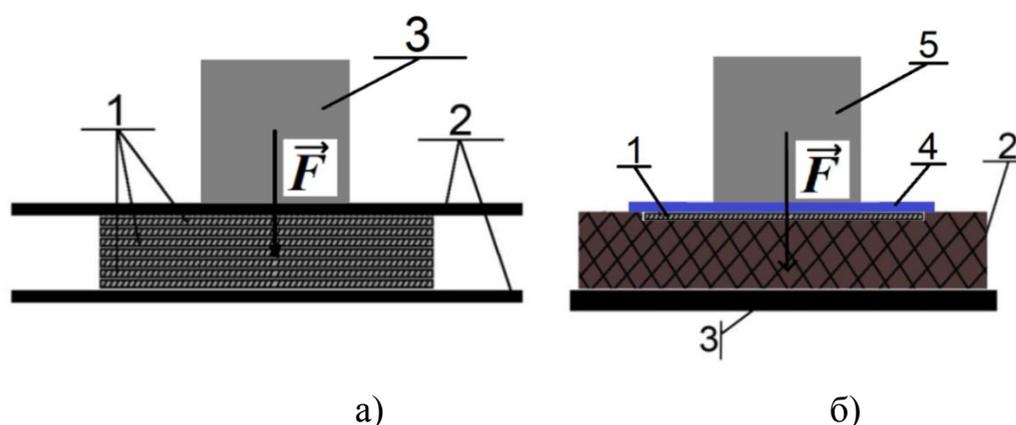


Рисунок 2.1 – Схема подготовки образцов: а) расположение образцов при печном отжиге: 1 – образцы, помещенные между пластинами из нержавеющей стали; 2 – пластины из нержавеющей стали; 3 – груз; б) схема нанесения образцов на подложку: 1 – образец; 2 – полиэфирный композит; 3 – металлическое основание; 4 – прижимающее стекло; 5 – груз

При движении станда с закрепленным образцом получали вытянутые оплавленные области. Скорость движения станда $\approx 10^{-2}$ м/с. Обработанные области формируются благодаря наложению округлых областей от единичных импульсов друг на друга (рисунок 2.2, б). Ширина данных областей ≈ 480 мкм, а расстояние между границами облученных областей лежит в диапазоне 55 – 65 мкм. Каждая округлая область образовывалась при единичном лазерном импульсе. Отсюда следует, что время экспозиции для полосы определяется по формуле: $t_{\text{экс}} = \frac{d}{v}$, где d – диаметр области облучения ($4,8 \cdot 10^{-4}$ м), v – скорость движения предметного столика ($v = 10^{-2}$ м/с) [10].

При возникновении оптического пробоя в воздухе образуется плазма над поверхностью, которая поглощает энергию лазерного излучения. Поэтому следует учитывать причины и особенности развития оптического пробоя в воздухе. При достижении пороговой плотности мощности основными факторами инициирования оптического пробоя будут являться мельчайшие пылинки, ионизированные атомы (при

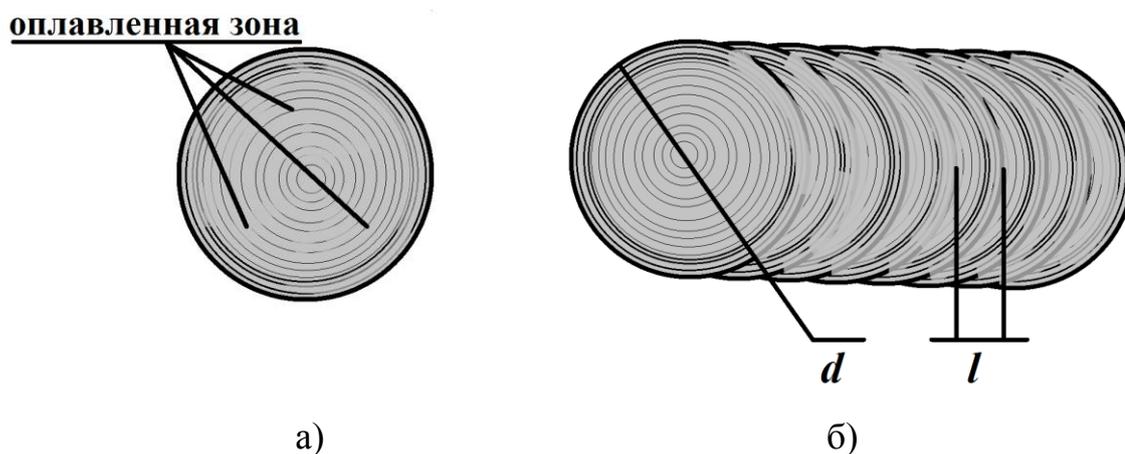


Рисунок 2.2 – Область обработки наносекундным лазерным импульсом: а) округлая зона воздействия с диаметром около 250 мкм, возникшая при действии 10 импульсов подряд на одну и ту же область неподвижного образца; б) полоса отжига, образованная при воздействии лазерного импульса на образец, движущийся со скоростью 10^{-2} м/с

достаточной плотности мощности) и пр. Все эти факторы влияют на разброс в форме оплавленной области, ее размеры, глубину проплавления и пр. Для исключения указанных выше нежелательных факторов лазерное излучение фокусировали в точке на расстояние 10 – 50 мм ниже поверхности образца (с учетом фокусного расстояния используемых линз) [98].

2.1.2. Методика рентгеноструктурного анализа

После отжига образцов проводили рентгеноструктурные исследования с целью уточнить структурное состояние материала и сопоставить полученные результаты с имеющими литературными данными по методике, описанной в [10, 107 – 110].

Исследование структурного состояния образцов выполняли на дифрактометре ДРОН-2, оснащенный рентгеновским координатным детектором РКД и гониометрической приставкой ГП-2. Использовалось монохроматизированное излучение $\text{Cr K}\alpha$ ($\lambda = 2,29 \cdot 10^{-10}$ м). Регистрация данных проводилась методом $\theta - 2\theta$. Рентгеноструктурные исследования проводили также на дифрактометре ДРОН-3. В приборе использовали рентгеновскую трубку БСВУ-27 с мишенью из меди (Cu).

В ряде литературных источников описывается формирование аморфной нанокристаллической структуры в результате распада первоначальной аморфной фазы [7, 8, 16, 35]. В работе [107] проведено исследование процесса формирования аморфно-нанокристаллической структуры при термической обработке сплава $\text{Co}_{71,66}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}\text{Si}_{17,09}$. В данной работе исследования проводили по методике, описанной в работах [10, 107, 109, 110]. Полученные рентгенограммы (рентгенограмма для образца, отожженного при 783 К, показана на рисунке 2.3) совпадают (в пределах точности измерений) с рентгенограммами, ранее полученными в работе [107].

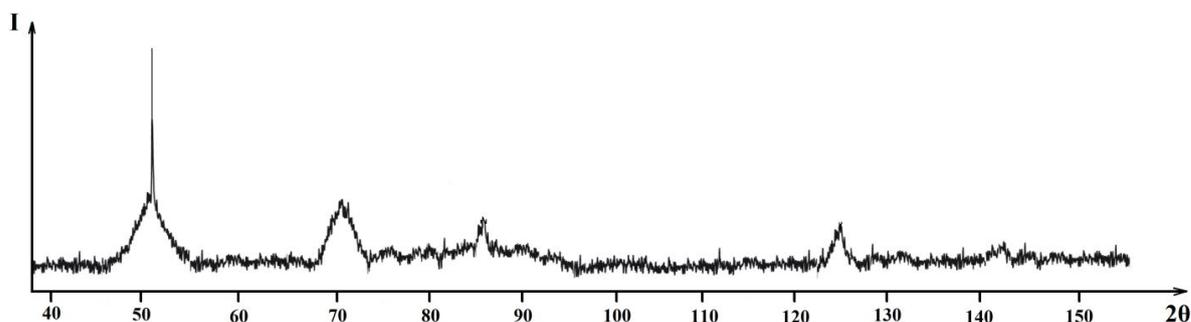


Рисунок 2.3 – Рентгенограмма аморфно-нанокристаллического металлических сплава, полученного отжигом аморфного сплава $\text{Co}_{71,66}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}\text{Si}_{17,09}$ при температуре 783 К

Это позволяет утверждать, что в результате термообработки образцов удалось получить аморфно-нанокристаллическую структуру, схожую с описанной в работе [107]

2.2. Анализ и экспериментальная апробация метода вдавливания пирамидки Виккерса для определения механических свойств лазерно-обработанных участков аморфно-нанокристаллических металлических сплавов

Изготовление, обработка и использование тонких лент аморфных и аморфно-нанокристаллических металлических сплавов обуславливают необходимость развития методик их механических испытаний.

В ряде случаев механические свойства АНМС удается выявлять традиционными методами механических испытаний [12, 111 – 114]. С другой стороны, достаточно часто приходится дорабатывать методики механических испытаний с учетом специфики тонких лент АНМС или разрабатывать новые методики механических испытаний [106, 115 – 120].

В данном параграфе проведен анализ результатов экспериментальной апробации ряда методов механических испытаний для случая тонких нанокристаллических образцов с локальными участками лазерной обра-

ботки. С учетом полученных результатов сделано заключение о возможности использования существующих методик и (или) требований по их усовершенствованию с учетом специфики используемых образцов.

Среди всех методик механических испытаний одна из наиболее распространенных – микроиндентирование с использованием пирамидки Виккерса. В работах [105, 106] отмечено, что микроиндентирование достаточно тонких образцов (микрометры – десятки микрометров) часто требует использования подложки, и при этом необходим учет ее вклада в получаемые результаты [10, 106]. При механическом испытании микроиндентированием необходимо учитывать соотношение между толщиной образца и диаметром отпечатка. Так, при микроиндентировании пирамидкой Виккерса предельно допустимая глубина вдавливания индентора не должна превышать 10% от толщины образца, что в свою очередь ведет за собой ограничение по применению данного метода при испытаниях тонких образцов. Расчет микротвердости H_v производится по формуле

$$H_v = \frac{1,854P}{d^2}, \quad (2.2)$$

$$d \geq h = \frac{l}{2tg(\frac{\alpha}{2})}, \quad (2.3)$$

где d – толщина образцов, h – глубина вдавливания индентора, l – диагональ отпечатка, α – угол при вершине пирамиды Виккерса, равный 136° , P – нагрузка на индентор. В работах [10, 105] установлены зависимости влияния различных подложек на получаемые результаты и рекомендован выбор подложек с определенными механическими свойствами.

В результате проведения серии экспериментов было установлено, что метод микроиндентирования на подложке может быть корректно использован для выявления микротвердости исследуемых образцов, в том числе вблизи областей лазерной обработки. Однако при использовании подложки необходимо исключить наличие пор под образцом или отслаивание образца от подложки при лазерной обработке.

В работе [9 – 11, 106] было отмечено, что при микроиндентировании тонких образцов на подложке следует контролировать качество поверхностного слоя подложки, особенно наличие в ней пор. Наличие пор в поверхностном слое подложки, а также отслаивание образца от подложки при лазерной обработке локальной области приводит к грубым ошибкам при определении микротвердости образца. Однако экспериментального исследования данного явления не было проведено. Кроме того, не были внесены соответствующие изменения и уточнения в методику определения микротвердости тонкого образца, размещенного на подложке.

Для проведения экспериментальных исследований были подготовлены образцы в соответствии с изложенной в параграфе 2.1 методикой. Для создания пор, пустот под образцом на поверхности подложки создавали углубления с размером от 10 до 300 мкм. В результате последующего нанесения образца между ним и подложкой оказывалась наполненная воздухом пора. Отслаивание образца от подложки (не являющейся термостойкой) также получали за счет длительного нагрева локального участка образца расфокусированным лазерным излучением.

В результате проведения экспериментальных исследований выявлены характерные микрокартины разрушения и деформирования образца, отслоившегося от подложки или расположенного над порой.

В результате индентирования пластичного образца аморфно-нанокристаллического сплава нагрузкой менее 0,5 Н в участке, расположенном над порой размером 30 – 100 микрометров, отпечаток, пригодный для анализа, не формируется. В случае увеличения нагрузки до 1,47 Н формируется характерный отпечаток от пирамидки, окруженный зоной деформирования (рисунок 2.4, а). При индентировании участка образца, размещенного над порой, отмечаем существенно меньший размер отпечатка и зоны деформирования. Вероятно, отпечаток формируется в том случае, если при прогибе образца достигается дно поры (рисунок 2.5).

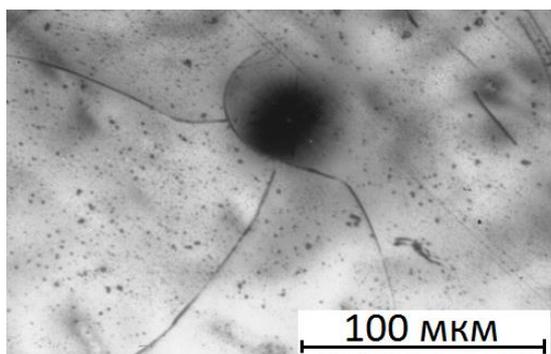


Рисунок 2.4

Рисунок 2.4 – Отпечаток от пирамидки Виккерса и зона деформирования возникающая при нагружении участка образца расположенного над порой. Рядом с областью нагружения сформировались трещины, в результате чего не произошло упругого восстановления (подъем на исходную высоту) композита, отпечаток расположен ниже исходного уровня

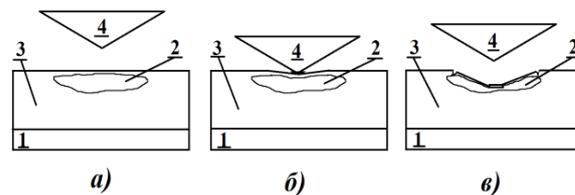


Рисунок 2.5

Рисунок 2.5 – Схема формирования разрушения: а) пора в подложке до нагружения; б) вдавливание индентора; в) разрушение образца; 1 – подложка; 2 – пора; 3 – образец; 4 – индентор

При этом возможно формирование системы трещин, в результате чего упругое восстановление композита после снятия нагрузки невозможно (рисунок 2.5, в). Данный вид микрокартин разрушения и деформирования характерен для образцов, отожженных в температурном интервале 673 – 783 К, при локальном нагружении нагрузкой 1 – 2 Н участка, расположенного над порой.

Если образец находится в охрупченном состоянии (температура отжига 823 К), то в результате локального нагружения пирамидкой формируется характерная микрокартина разрушения (трещины, формирующие систему вложенных квадратов). Однако при наличии под местом локального нагружения поры, резко меняется микрокартина разрушения (рисунок 2.6). Формируется система радиальных трещин, идущих из центра области нагружения, вокруг которых возникает одна кольцевая трещина (рисунок 2.5, а). В ряде случаев радиальные трещины формируются раньше, чем кольцевая (рисунок 2.6, б). В этом случае отдельные из ради-

альных трещин достигают длины в единицы миллиметров и могут соединяться с аналогичными разрушения или выходить на границу образца.

Были проведены эксперименты по формированию микроразрушений в областях лазерной термообработки с отслоившимся от подложки образцом. В случае локального нагружения нагрузками менее 0,5 Н, разрушения и деформирования не фиксировали. При увеличении нагрузки свыше 1 Н на хрупких образцах (температура отжига 823 К) фиксировали характерные разрушения (рисунок 2.7), с множеством отколотых участков и большими областями материала, опустившегося ниже уровня основного образца.

Таким образом, при определении микротвердости надо исключить наличие пор под исследуемым участком. Это можно сделать следующим образом. В том случае, если определяемое значение микротвердости значительно выше среднего значения, следует сделать контрольные нагружения (на расстоянии не больше чем 100 мкм от точки первоначального нагружения) с нагрузкой, значительно превосходящей первоначальную (1 – 4 Н).

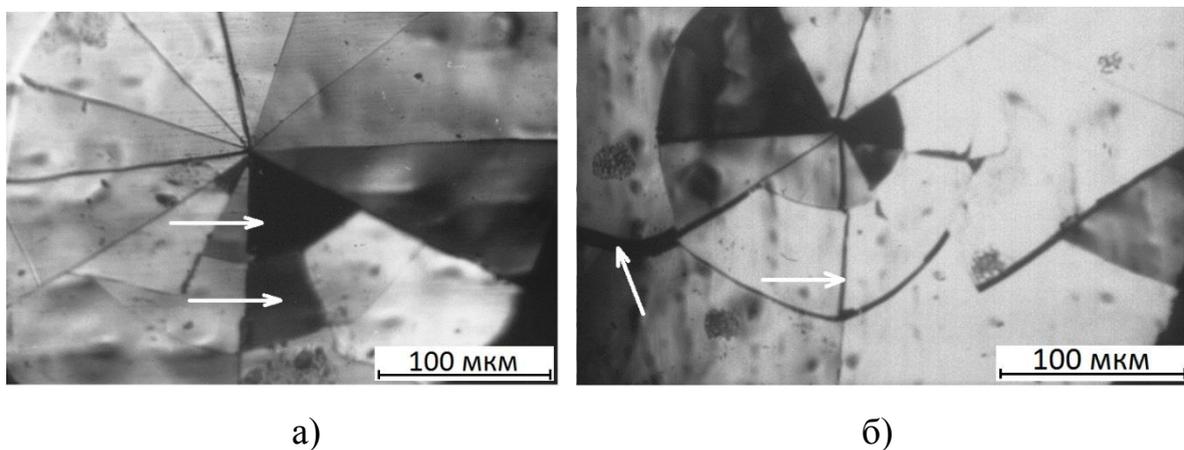
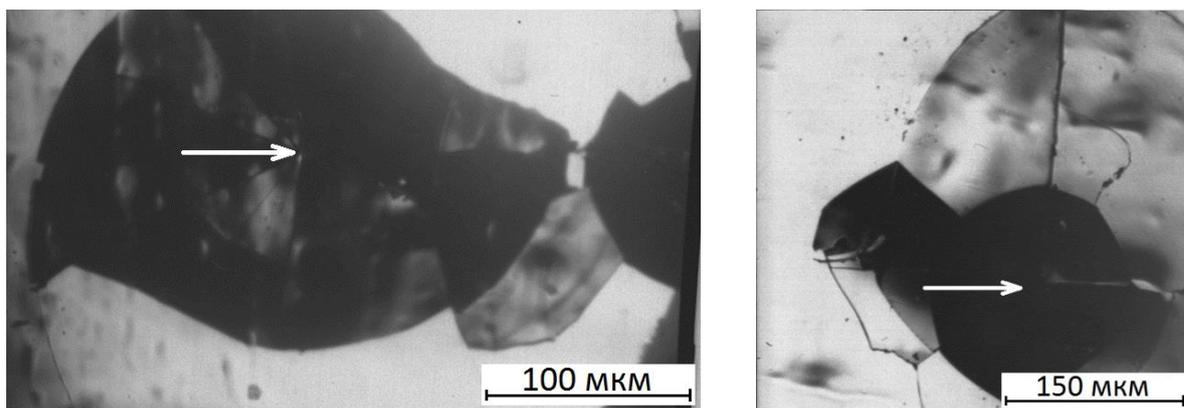


Рисунок 2.6 – Картина после вдавливания пирамидки Виккерса в образцы, подвергнутые отжигу при 823 К, нанесенные на подложку с искусственно созданными пустотами и подвергнутые локальному нагружению: а) стрелками показаны отколовшиеся участки образца, вдавленные в расположенную под образцом пору; б) стрелками показаны радиальные трещины, возникшие до формирования кольцевой трещины



а)

б)

Рисунок 2.7 – Характерные микрокартины разрушения, возникшие при индентировании участка образца, отслоившегося при локальном отжиге, расфокусированном лазерным излучением: а) стрелкой показан центр зоны локального нагружения с системой радиальных трещин; б) стрелкой показан центр зоны локального нагружения

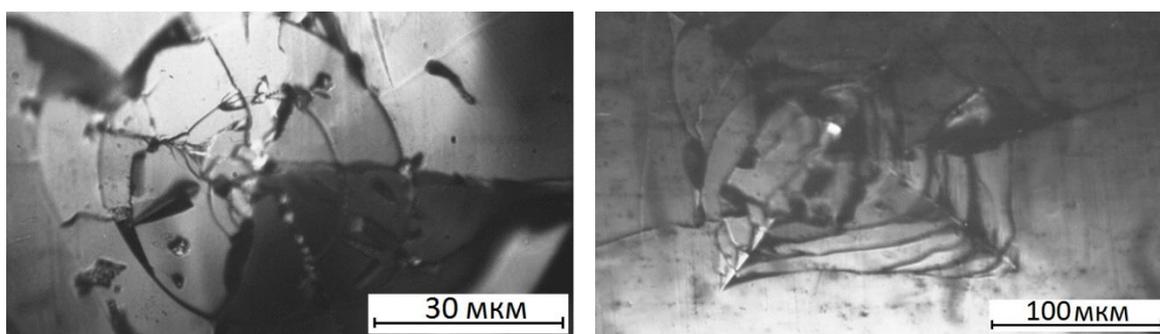
Если в области локального нагружения возникнет откол материала и сформируется микрокартина разрушения, схожая с показанной на рисунках 2.5 – 2.6, то результаты измерений следует исключить, так как высокое значение микротвердости (малый размер отпечатка от пирамидки Виккерса) связано с прогибом участка образца, расположенного над порой.

В работах [9 – 11, 105, 106] отмечено, что индентирование тонких лент аморфно-нанокристаллического металлического сплава, охрупченных после термической обработки на подложке нагрузками до $\approx 3 - 4$ Н, приводит к глубокому проникновению индентора в образец и вызывает образование трещин. Микрокартина разрушения и характер развития трещин зависит от воздействия индентора на поверхность образца, от величины упругих прогибов подложки и механических свойств материала. Заметим, что прогиб подложки тем больше, чем выше нагрузка на индентор (до 50 мкм), а остаточная деформация не превышает единиц микрометров. Некоторые трещины могут распространяться радиально в различные стороны от отпечатка, пересекаться с кольцевыми незамкнутыми трещинами. Возмож-

но формирование системы вложенных трещин, образующих фигуры, схожие с вложенными квадратами.

В работах [9 - 11] предложен метод определения механических характеристик аморфно-нанокристаллического сплава, основанный на анализе микрокартин разрушения (трещины, образующие систему вложенных квадратов), формирующихся при вдавливании пирамидки Вика. Данный метод защищен патентом, практически апробирован и показал свою эффективность.

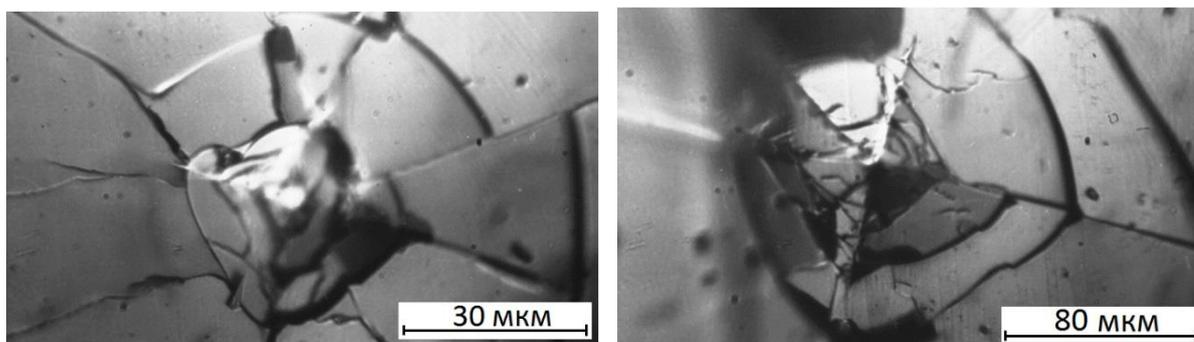
В данной работе предложенный метод также был апробирован и также показал свою эффективность. Однако в ряде случаев не удается определить вязкость микроразрушения из-за формирования системы магистральных трещин или густой сетки трещин, формирующей «крошево» из отколотых частей образца (рисунок 2.8). Кроме того, в ряде случаев формируются трещины в области соприкосновения ребер пирамидки Вика с образцом (рисунок 2.9), которые блокируют формирование трещин, ориентированных параллельно граням индентора, анализ расположения которых и позволяет выявить вязкость микроразрушения.



а)

б)

Рисунок 2.8 – Формирование «крошева» из отколотых участков материала в центре области нарушения, в результате чего нарушается формирование системы трещин, ориентированных параллельно граням индентора и образующих систему «вложенных квадратов»: а) сильное искажение «стандартной микрокартины»; б) умеренное искажение «стандартной микрокартины»



а)

б)

Рисунок 2.9 – Возникновение трещин в области контакта ребер пирамидки Виккерса с материалом изменяет распределение механических напряжений и блокирует формирование полноценной и пригодной для расчета вязкости микроразрушения системы трещин: а) искажение «стандартной микрокартины»; б) искажение «стандартной микрокартины» сопровождается «проседанием» части подложки

Отметим, что подобные разрушения наблюдаются на образцах, имеющих наиболее высокие значения микротвердости и представляющих особый интерес для данной работы. Таким образом, предложенная в работах [9 – 11, 105, 106] методика механических испытаний не может быть корректно использована для части наиболее хрупких материалов.

С учетом важности рассмотренной в работах [9 – 11] методики механических испытаний, целесообразно ее развитие и усовершенствование с учетом экспериментально выявленных недочетов.

2.3. Выявление вязкости микроразрушения в условиях локального нагружения сферическим индентором тонкого образца аморфно-нанокристаллического сплава на подложке

В параграфе 2.2 на основании критического анализа существующих методик механических испытаний, и особенно методики механических испытаний, основанной на выявлении вязкости микроразрушения при ло-

кальном нагружении хрупкого нанокристаллического образца, нанесенного на подложку пирамидкой Виккерса, были определены недостатки данной методики механических испытаний. В данном параграфе она использована в качестве прототипа при разработке новой методики механических испытаний.

Предложенная в данной работе методика механических испытаний относится к области исследования физических свойств металлов и сплавов, а именно, к анализу вязкости разрушения тонких плёнок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов после их перехода из одного состояния в другое в результате термической обработки, т. е. определению условий, при которых данные сплавы приобретают требуемые свойства, например, хрупкость, но сохраняют другие свои свойства, например, магнитные.

Известна методика определения механических характеристик аморфных лент при испытании на изгиб, заключающаяся в изгибании образца ленты аморфно-нанокристаллического металлического сплава до его разрушения [10, 118]. Данная методика наглядна и позволяет легко сравнивать образцы материалов, прошедших различную термическую обработку. Однако при исследовании аморфно-нанокристаллических материалов (имеющих в своём составе нанокристаллы) в ней обнаруживаются определённые недостатки.

Главным недостатком данного способа является то обстоятельство, что при печном отжиге данных материалов выше определенной температуры и при переходе части материала в нанокристаллическое состояние, происходит его охрупчивание [121], а измерения пластичности по упомянутому выше методу дают околонулевые значения, что делает невозможным исследование их свойств в заданном диапазоне температурного воздействия. Недостатками также являются невозможность исследования ло-

кальных неоднородных областей в образцах металлических плёнок и большой расход образцов и времени, необходимых для испытаний.

Известен также способ определения пластичности микроиндентированием на подложках. При использовании данного способа предварительно отождённый и охлаждённый до комнатной температуры образец исследуемого материала помещают на металлическую подложку, на которую со стороны исследуемого образца наносят слой полимерного композитного материала; закрепляют на ней, после чего воздействуют на исследуемый образец четырехгранной пирамидкой, например, пирамидкой Виккерса; подбирая усилие воздействия, скорость касания поверхности исследуемого материала пирамидкой и время воздействия на образец, таким образом, чтобы в месте воздействия (проникновения) пирамидки образовалась группа трещин в виде фигур, близких по форме к вложенным квадратам. При этом для определения коэффициента пластичности используют выражение

$$\varepsilon = (d - h) / h, \quad (2.4)$$

где h – толщина исследуемого образца, а d – диаметр приведенной полуокружности, достроенной по результатам измерения фигуры, образованной группой трещин после воздействия на образец четырехгранной пирамидкой. При этом возможно использование эмпирических коэффициентов, умножаемых на величину «ступени» отпечатка от индентора, т. е. на расстояние между соседними трещинами, образующими фигуру из вложенных квадратов [10].

Недостатком данного способа является относительно низкая точность расчёта коэффициента пластичности ε вследствие ошибок при определении приведенного диаметра полуокружности и эмпирических коэффициентов.

Наиболее близким к предлагаемому методу является способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, описанный в [122].

В данном методе для расчётов коэффициента пластичности используется ввод новых показателей и их усреднение, а именно для расчёта величины d в выражении (2.5) используется следующее выражение

$$d = 2 \cdot (l_{\text{сред}} + l_{\text{мин. сред}}), \quad (2.5)$$

где $l_{\text{сред}}$ мкм и $l_{\text{мин. сред}}$ мкм – это среднее и минимальное среднее расстояние между соседними трещинами соответствующих сторон фигуры, образованной трещинами в форме вложенных квадратов после воздействия на образец индентора.

При этом учитываются только те трещины, которые почти параллельны соответствующим сторонам квадрата и образуют характерную фигуру в виде вложенных квадратов. Расчёты $l_{\text{сред}}$ производят путём измерения всех расстояний между соседними трещинами во всех сторонах образованной ими фигуры, при необходимости достраивая незамкнутые квадраты до замкнутых. Аналогично рассчитываем $l_{\text{мин. сред}}$, но вместо всех расстояний между соседними трещинами берём только минимальные расстояния между соседними трещинами в каждой из сторон фигуры ими образованной.

Недостатком данного метода является то, что рёбра индентора являются концентраторами напряжения, что вносит искажения в формирование трещин в исследуемом образце. Кроме этого, трещины, возникающие из-за воздействия ребер, разрушают материал и блокируют развитие трещин, ориентированных параллельно граням индентора. Недостатком является и образование при indentации большого количества мелких отколов, которые не позволяют определить начальную ориентацию основных трещин из-за их сдвигов.

Отметим также, что, с терминологической точки зрения, использование термина «пластические характеристики» для предложенной характеристики материалов не совсем корректно.

Используя (косвенно) при расчёте коэффициента ε в формулах для «характеристики пластичности» понятия количества и длин микротрещин, образующихся в материалах, и учитывая, что появление трещин характеризуется, в основном, предельными характеристиками материала, а распространение трещин – поверхностной энергией разрушения и энергией деформации, включая пластические деформации в вершине трещины, коэффициент ε корректнее называть «параметром вязкости микроразрушения». Действительно, пластические свойства материалов связаны с остаточными деформациями после нагружения (скольжение дислокаций, двойникование и пр.).

В предлагаемом способе определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких плёнок из многокомпонентных АНМС, помещаемых на подложку, вместо использования пирамидки Виккерса используется стальной шарик, что позволяет исследовать даже самые хрупкие образцы металлических плёнок. Так как при исследовании образцов плёнок при помощи шарика имеет место два вида трещин, то систему координат для определения расстояний между ними строят исходя из их особенностей. Первый вид групп трещин, полученных после воздействия на образец индентора, образует фигуры в форме вложенных окружностей. Данная картина разрушения образца показана на рисунке 2.10, а, где 1 – это отпечаток от индентора, 2 – система замкнутых трещин, а 3 – незамкнутые трещины. Оси, по которым измеряются расстояния, имеют буквенные обозначения (A , B , C , D и т.д.), а расстояния обозначаются буквой « l » с соответствующим буквенным и цифровым символом (например, l_{d2}). В отличие от прототипа, с целью увеличения достоверности результатов

расчёта учитываются только те трещины, которые образуют относительно замкнутый круг и формируют характерную фигуру в виде вложенных окружностей. Расчёты $l_{сред}$ производят путём измерения всех расстояний между соседними трещинами образованной ими фигуры, при необходимости дополняя декартовую систему осей дополнительными осями (ось 4 на рисунке 2.10, а) и ориентируя оси на плоскости так, чтобы они проходили через наиболее характерные точки образованной системой трещин фигуры, т. е.

$$l_{сред} = ((l_{a1} + l_{a2} + \dots + l_{an1})/n_1 + (l_{b1} + l_{b2} + \dots + l_{bn2})/n_2 + \dots + (l_{k1} + l_{k2} + \dots + l_{kni})/n_i)/k. \quad (2.6)$$

Если трещина не замкнута, то её не достраивают и в расчётах учитывают только те трещины, которые пересекаются осями. Аналогично рассчитываем $l_{мин. сред}$, но вместо всех расстояний между соседними трещинами используем только минимальные расстояния между соседними трещинами.

Второй случай разрушения образцов состоит в появлении одной спиралевидной трещины. Для расчета $l_{сред}$ и $l_{мин. сред}$ производится измерение всех расстояний по выбранным направлениям между соседними витками спирали. При этом угол между осями устанавливается в зависимости от характера трещин и изменения величины расстояний между соседними витками, но не менее четырех осей. Пример построения системы координат и измерения расстояний показан на рисунке 2.10, б. Начало координат ориентируется по полюсу спирали (5) и точке пятна контакта индентора (1). Направления 0 градусов выбирается исходя из удобства произведения расчетов. После построения необходимо учитывать количество витков спирали вокруг полюса. Минимальное значение – один полный оборот или угловое значение 360° .

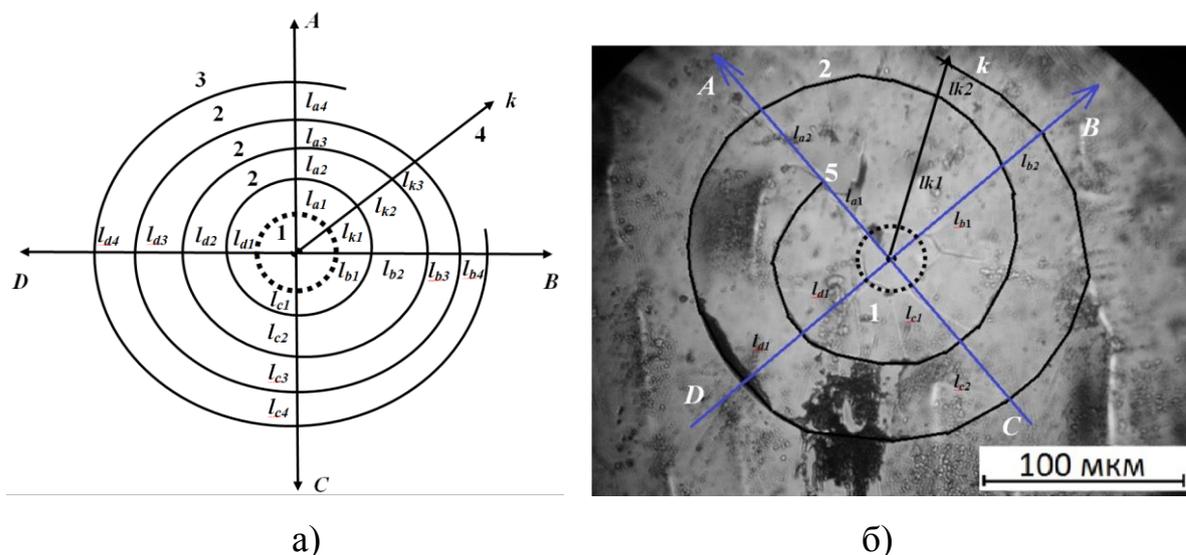


Рисунок 2.10 – Схемы разрушения при индентировании (индентор – шарик): а) картина вложенных окружностей; б) картина спиральных трещин

Безразмерный коэффициент вязкости микроразрушения хрупких тонких плёнок рассчитывается по формуле $\varepsilon = h / (d - h)$, где h – толщина образца, а d рассчитывается по формуле $d = 2 \cdot (l_{\text{сред}} + l_{\text{мин.сред}})$.

Способ может быть реализован, например, образцы хрупкой плёнки (например, из аморфного многокомпонентного металлического сплава: 83,7% Co + 3,7% Fe + 3,2% Cr + 9,4Si после отжига в печи при температурах от 740 К до 830 К, нагрев и охлаждение производят со скоростью порядка 10 К/мин; образцы выдерживают при заданной температуре 10 мин) размером 10×20 мм и толщиной 30 мкм. Для индентирования образцов применяют микротвердомер, например, ПТМ-3, с использованием стального шарика. Предварительно определяют микротвёрдость исследуемого образца, для чего производят его тестирование на микротвердоме в торец плёнки, закрепленной в эпоксидной смоле. В качестве подложки используются металлические пластины толщиной 3 мм, обеспечивающие достаточную жёсткость конструкции, например, пластины из алюминиевых сплавов. Пластины покрывают со стороны исследуемого образца полиэфирным композитом толщиной 2 мм. Микротвёрдость полиэфирного композита ≈ 1000 МПа, что составляет не более 10 % от микротвёрдости

исследуемого образца. Это позволяет индентору свободно внедряться в подложку, а механические свойства полиэфирного композита позволяют зафиксировать картину разрушений исследуемого образца плёнки. После фиксируют образец на пластине и выдерживают его до слипания (склеивания) с полиэфирной композицией. Наличие в исследуемых образцах аморфно-нанокристаллической структуры контролируется путём проведения рентгеноструктурного анализа. Для данного сплава установлено, что в интервале температур отжига от 740 К до 830 К существует аморфно-нанокристаллическая структура. При индентировании отожжённых образцов данного сплава стальным шариком (диаметром порядка 0,5 мм) происходит формирование характерной зоны трещин, образующей фигуры, близкие по форме к окружности. При этом не образуется крошева из отколотых участков материала (возникающих при использовании пирамидки (рисунок 2.8, 2.9)). Соответственно, при анализе микрокартин разрушения будет меньше грубых ошибок, связанных со случайным нахождением в области ребра и вершины пирамидки неоднородных дефектных областей, которые провоцируют появление макротрещин, блокирующих формирование трещин, образующих фигуры, схожие с вложенными квадратами (на основании которых рассчитывается коэффициент ε). Поэтому, результаты, полученные при использовании предлагаемого метода, точнее и лучше соответствуют физической сущности выявления вязкости микроразрушения тонких плёнок (табл. 2.1)

Предложенный метод не только регистрирует значительное изменение коэффициента вязкости микроразрушения в интервале температур отжига, где метод изгиба [9 – 11] даёт околонулевые значения, но и правильно отображает физическую сущность этих изменений, демонстрируя снижение коэффициента вязкости разрушения с ростом температуры отжига. Поэтому применение предлагаемого способа повышает точность измерений, их достоверность и позволяет исследовать даже самые хрупкие материалы [123 - 126].

Таблица 2.1 – Изменение коэффициента пластичности тонкой ленты аморфно-нанокристаллического материала при использовании метода на изгиб и методе локального нагружения сферическим индентором

Температура отжига, К	Коэффициент пластичности ε (относительные единицы) Определено методом на изгиб	Коэффициент пластичности ε (относительные единицы). Предлагаемый метод
766	0,025	8,9
770	0,023	5,5
780	0,022	3,5
800	0,021	2,96

Отметим, что при определении вязкости микроразрушения, также как и при определении микротвердости, необходимо контролировать качество подложки и исключить нахождение под местом локального нагружения пор и отслоений. Если под областью локального нагружения находится пора достаточного крупного размера (≥ 50 мкм в диаметре), то вместо системы концентрических окружностей (спиралевидной трещины) формируется характерный провал (рисунок 2.11, а). В случае, если локальное нагружение проведено вблизи границы образца (≤ 1 мм), то возможно отслоение, искажающее микрокартину разрушения (рисунок 2.11, б). Вместо системы вложенных квадратов (для случая, показанного на рисунке 2.11, б, использовали пирамидку Виккерса), формируются радиальные трещины и значительный отколотый и «просевший» участок материала.

Таким образом, применение рассмотренной в данном параграфе методики механических испытаний требует проведения дополнительных экспериментов, направленных на уточнение допустимых расстояний от области нагружения до границы образца.

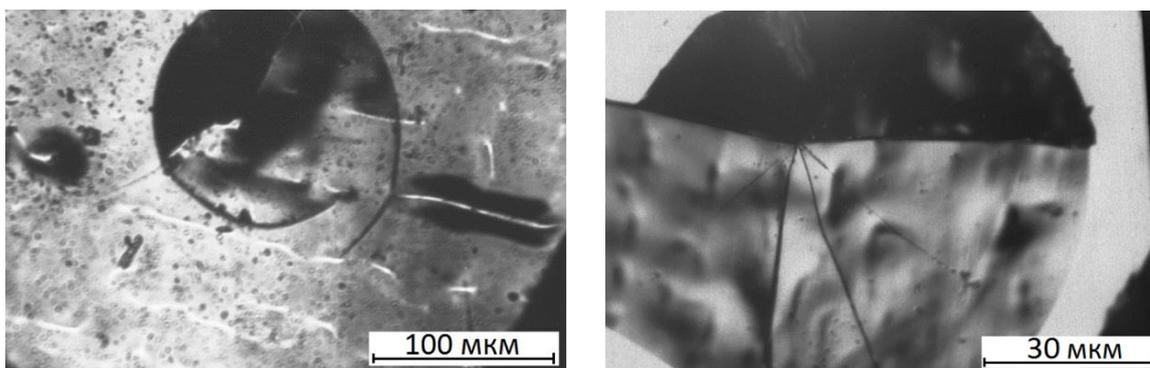


Рисунок 2.11 – Вид под микроскопом: а) формирование кольцевой трещины и продавливание образца (отжиг при 748 К) при нагружении (нагрузка 1,372 Н) участка образца, расположенного над порой; б) искажение микрокартины разрушения при локальном нагружении образца пирамидкой Виккерса (температура отжига 823 К) вблизи границы образца

2.4. Специфика использования и границы применимости методики выявления вязкости микроразрушения при испытании тонкой нанокристаллической пленки сферическим индентором

Существующее многообразие методик механических испытаний во многом связано с тем, что для каждой методики существуют свои оптимальные «образцы» и «условия» испытаний, когда удастся точно выявить механические свойства материала.

Рассмотренная в параграфе 2.3. методика механических испытаний позволяет выявлять механические свойства тонких лент АНМС, нанесенных на подложки с определенными механическими свойствами. Механические свойства выявляются за счет анализа микрокартины разрушения, формируемой спиралевидной трещиной или системой вложенных кольцевидных трещин. Вдавливание индентора должно инициировать разрушение, при этом наблюдается существенный упругий прогиб композита – «образец – подложка». Значительный упругий прогиб подложки может провоцировать отслоение образца от подложки. Отслоение образца от подложки будет наблюдаться в том случае, если локальное нагружение

производится вблизи границы образца или вблизи группы трещин, инициированных предыдущим испытанием [127].

Определение оптимальных расстояний до границы образца и трещин, инициированных предыдущим испытанием, затруднено по ряду причин. Во-первых, нагрузка на индентор, необходимая для инициирования системы трещин, зависит как от механических свойств (структурного состояния) образца, так и от свойств подложки. Во-вторых, невозможно использовать для подложки только один вид материала. В ряде случаев к подложке предъявляются дополнительные требования: высокая термостойкость, упругие свойства и пр. В-третьих, линейные размеры зоны разрушения, формирующиеся при вдавливании индентора, приходится подбирать экспериментально. Это связано с тем, что при чрезмерных нагрузках на индентор возможно формирование плотной сетки трещин и «крошева» из отколотых участков образца. В этом случае невозможен анализ микрокартины разрушения. Кроме того, при высоких нагрузках на индентор возможно формирование магистральных трещин. Надо отметить, что магистральные трещины, как правило, формируются при использовании в качестве индентора пирамидок Виккерса и Берковича [10]. Использование сферического индентора резко снижает вероятность формирования макротрещин. Однако, если нагружение производится вблизи края образца, возможен выход трещины на границу образца и формирование отколов. Если же расстояние между соседними точками локального нагружения незначительное, возможно объединение трещин, сформированных при нескольких нагружениях. В этом случае формируется значительная по размерам (единицы миллиметров) макрокартина разрушения. Помимо того, что при таких условиях снижается точность механических испытаний, растущая трещина может разрушить образец или вызвать откол большого участка материала.

Многообразие используемых подложек, образцов и размеров сферических инденторов приводит к тому, что трудно корректно и непротиворечиво описать требования к механическим свойствам образцов, под-

ложек, нагрузок и оптимальным расстояниям между областями нагружения. Перед проведением механических испытаний по методике, описанной в параграфе 2.3, целесообразно провести серию предварительных механических испытаний и выявить оптимальные расстояния от границы образца и соседних точек нагружения.

Были проведены экспериментальные исследования, направленные на выявление оптимальных и допустимых режимов механических испытаний. На основании полученных результатов предложен алгоритм проведения механических испытаний, направленный на определение условий, при которых следует использовать рассмотренную в параграфе 2.3 методику механических испытаний.

Размер образца должен быть не менее, чем 20×20 мм. Образец должен быть нанесен на подложку (возможные параметры подложек рассмотрены в параграфе 2.1) толщиной 2 – 5 мм. Рекомендуемые размеры подложки $30 \times 340 \times 5$ мм. Образец наносится на центр подложки. Подложка в свою очередь размещается на металлическом основании толщиной 2 – 5 мм.

На первом этапе экспериментального выявления оптимальных условий выявления вязкости микроразрушения следует определить оптимальный диапазон нагрузок на индентор.

В центральных областях образца, удаленных от края не менее чем на 8 мм, производится надавливание сферическим индентором с использованием микротвердомера (например, ПМТ-3). Рекомендуемые начальные нагрузки 0,2 Н. В случае, если использование данных нагрузок приводит к сильному растрескиванию, нагрузки следует снижать. Однако, как правило, при данных нагрузках трещины не формируются. В этом случае следует увеличивать нагрузки с шагом, например, 0,1 Н до тех пор, пока не будут формироваться микрокартины, аналогичные рассмотренным в параграфе 2.3. В том случае, если при нагрузках 4 – 10 Н формирование данных микрокартин разрушения не происходит, следует использовать

вместо сферического индентора пирамидки Виккерса и (или) Берковича и проводить испытания по методике, рассмотренной в [122, 125].

Описанные выше микрокартины разрушения, представляющие собой спиралевидную трещину или систему вложенных кольцевых трещин, можно назвать «стандартными микрокартинами разрушения». Для анализа необходимо, чтобы стандартные микрокартины разрушения формировались при однократном нагружении с вероятностью не менее 0,5. Желательно, не менее 0,9. Возможно, что увеличение нагрузки приводит к формированию не поддающейся анализу картины разрушения из-за образования множества беспорядочных отколов образца и роста системы радиальных трещин, блокирующей формирование спиралевидных и кольцевых трещин (рисунок 2.12).

Кроме того, возможно формирование макроскопической трещин/трещин или магистральных трещин (рисунок 2.13). Трещины, показанные на рисунке 2.13, более характерны для случая использования пирамидок Виккерса и (или) Берковича. Формирование таких трещин при использовании сферического индентора, как правило, связано с наличием пор и пустот в подложке (неудовлетворительное качество приготовления подложки). Все отмеченные случаи следует исключать из анализа. Следует стремиться к тому, чтобы минимизировать количество «некорректных» микрокартин разрушения.

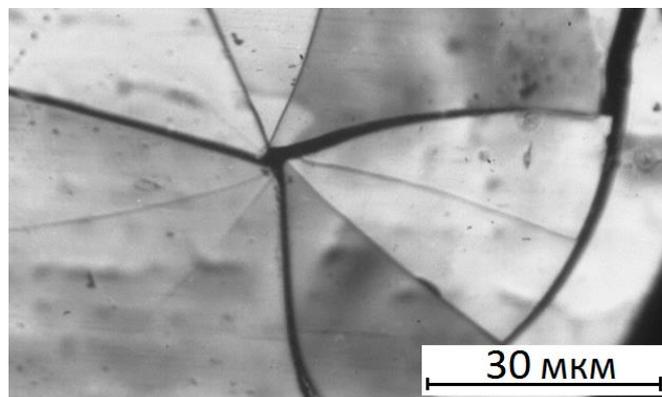


Рисунок 2.12 – При формировании радиальных трещин блокируется развитие спиралевидной трещины и системы вложенных кольцевых трещин

Таким образом, выбор оптимальной нагрузки на индентор лимитируется двумя факторами. С одной стороны, необходимо стремиться к тому, что вероятность формирования стандартной микрокартины разрушения возрастала, что достигается увеличением нагрузки на индентор. С другой стороны, при увеличении нагрузки на индентор возрастает вероятность искажения стандартной картины. Искажение стандартной картины почти всегда приводит к блокированию развития системы вложенных кольцевых трещин. Следовательно, следует избегать чрезмерного увеличения нагрузки. В качестве предельной нагрузки следует принимать такую нагрузку, при которой вероятность искажения стандартной микрокартины разрушения будет равна 0,5. Следовательно, это ситуация, когда вероятность формирования стандартной микрокартины разрушения 0,5 и вероятность ее искажения дополнительными трещинами также 0,5.

В этом случае следует стремиться к тому, чтобы максимальная вероятность формирования стандартных микрокартин разрушения наблюдалась при возможно меньшей нагрузке на индентор. В том случае, если этого не удастся достичь, следует заменить сферический индентор на индентор с меньшим радиусом, либо поменять используемую подложку. В том случае, если и в этом случае не удастся добиться стабильного получения стандартных микрокартин разрушения, следует использовать инденторы другой геометрической формы (пирамидки Виккерса или Берковича).

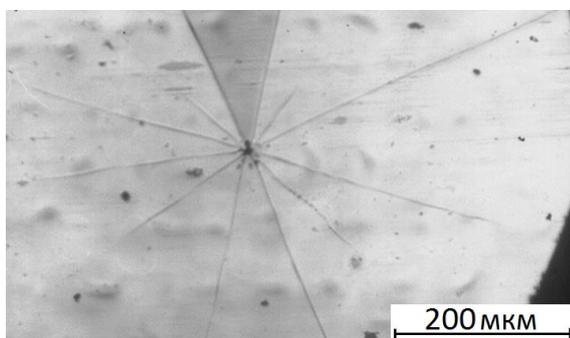


Рисунок 2.13 – Формирование радиальных макроскопических трещин при нагружении участка образца, расположенного над дефектным участком подложки (пора микроскопических размеров)

На втором этапе определения оптимальных условий эксперимента по выявлению вязкости микроразрушения следует определить минимальные расстояния до края образца и до трещин, инициированных локальным нагружением. Локальное нагружение сферическим индентором сопровождается значительным упругим прогибом композита – «образец – подложка». Ранее было показано, что величина упругого прогиба подложки может достигать нескольких десятком микрометров. В этих условиях при нагружении вблизи границы образца наблюдается отслаивание материала образца от подложки. При этом наблюдаются искажения формы спиралевидной трещины, расстояний между ее витками, а также количества и формы вложенных кольцевидных трещин. Минимальное расстояние до границы образца, на котором еще возможно корректное проведение механических испытаний, сильно зависит от свойств материала подложки. Экспериментально установлено, что расстояние, с которого можно начинать определение оптимальной удаленности точки локального нагружения от края образца, следует принимать в два миллиметра.

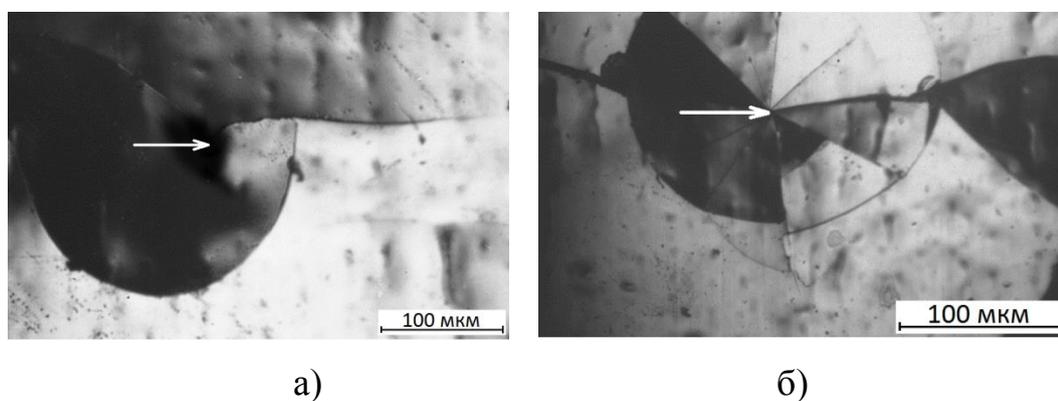


Рисунок 2.14 – Вид под микроскопом: а) Искажение «характерной картины микроразрушения» при локальном нагружении сферическим индентором вблизи края образца (450 мкм от края образца). Стрелкой показан центр нагружения; б) искажение картин микроразрушения (радиальные и кольцевые трещины вместо ориентированных параллельно граням индентора) при нагружении пирамидкой Виккерса (400 мкм от края образца)

Если расстояние до края образца (или разрушенных соседних областей) меньше 500 мкм, то нагружение с нагрузкой 4 Н вызывало значительные искажения микрокартин разрушения (рисунок 2.14).

На расстоянии в два миллиметра от края образца проводится серия локальных нагружений (минимально рекомендуемое количество нагружений – 10). Расстояние между соседними точками нагружения также принимаем в 2 мм.

Незначительное отслаивание образца от подложки при испытаниях допустимо и практически неизбежно для некоторых материалов подложек. Однако недопустимо наличие такого отслаивания на значительных (более 100 мкм) расстояниях от области нагружения, особенно, если отслаивание наблюдается на соседних областях разрушения, трещинах и границах образца.

Если при проведении локальных нагружений наблюдается отслаивание образца от подложки (наблюдаемое на границе образца), или наблюдается выход трещин на границу образца, или искажается форма спиралевидной (вложенных кольцевых) трещин, то расстояние от границы образца следует увеличить. При этом одновременно увеличиваем расстояние между соседними областями локального нагружения.

После определения оптимальной нагрузки, оптимального расстояния между соседними точками нагружения, границами образца и трещинами следует проводить механические испытания по методике, изложенной в параграфе 2.3. и защищенной патентом [125]. Отметим, что испытания данным методом можно проводить не только на аморфно-нанокристаллических металлических сплавах [127 – 130], но и на тонких и достаточно хрупких покрытиях, нанесенных на подложку (металлическое основание).

2.5. Выводы по второй главе

1. На основании критического анализа существующих методик выявления механических свойств и их экспериментальной апробации выявлены недостатки и лимитирующие факторы, ограничивающие или делающие невозможным применение методики выявления вязкости микроразрушения тонких и хрупких нанокристаллических металлических сплавов.

2. Разработана методика выявления вязкости микроразрушения при локальном нагружении тонкой и хрупкой ленты аморфно-нанокристаллического сплава, нанесенного на подложку сферическим индентором. Предложен алгоритм применения методики, который апробирован и защищен патентом на изобретение. Предложенная методика может быть использована при выявлении механических свойств тонких покрытий, нанесенных на подложку (металлическое основание).

3. Экспериментально установлены и описаны характерные микрокартины разрушения и деформирования тонких образцов аморфно-нанокристаллического металлического сплава при индентировании участков, расположенных над порами или локальными отслоениями от подложки. Показано, что наличие значительных пор или отслоение искажает результаты измерения микротвердости и вязкости микроразрушения. Определены требования к методике испытаний, при учете которых возможно определение микротвердости и вязкости микроразрушения.

4. Экспериментально выявлены условия корректного использования методики механических испытаний, направленных на выявление вязкости микроразрушения тонких хрупких образцов нанокристаллического металлического сплава на подложке при нагружении сферическим индентором. Предложен алгоритм определения оптимальных условий проведения механических испытаний: нагрузки на индентор, расстояние до границы образца и соседних участков локального нагружения.

ГЛАВА 3. ВЫЯВЛЕНИЕ СПЕЦИФИКИ ПРОГРЕВА ТОНКИХ ЛЕНТ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА ИМПУЛЬСАМИ НАНОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКЕ

На данном этапе развития лазерных технологий селективной обработки АНМС не всегда удастся подобрать такие режимы воздействия, при которых удастся оптимизировать комплекс эксплуатационных свойств материала и сохранить нанокристаллическое состояние.

Разработаны и применяются различные технические решения по обработке аморфных и нанокристаллических материалов. Но при реализации традиционных методов обработки могут быть утеряны полезные свойства таких материалов (например, магнитные) из-за изменений структуры материала. Для устранения данной проблемы возможно использование селективной лазерной обработки, которая позволяет управлять свойствами аморфных и аморфно-нанокристаллических сплавов без разрушения нанокристаллического состояния материала в целом [10].

Непосредственное воздействие на тонкую ленту аморфно-нанокристаллического сплава лазерным импульсом инициирует ряд сложных процессов, связанных со спецификой лазерного импульса и самого материала [131 – 133]. Так как механические свойства зависят от структуры материала, состояния дефектов (трещин, пор, концентраторов механических напряжений и пр.) и физических свойств поверхности [134 – 138], то повышение пластических свойств материала при сохранении высокой микротвердости возможно при залечивании (частичном залечивании) трещин или релаксации высоких механических напряжений [139 – 142]. На данный момент прямые экспериментальные исследования процесса релаксации механических напряжений и частичного залечивания дефектов при импульсном лазерном воздействии невозможны из-за малых размеров объектов (нано- и микрометры), высокой скорости протекания процессов

(десятки – сотни наносекунд), а также сложности сохранения начальных свойств материала при подготовке образцов. Поэтому допустимым решением может быть применение компьютерного моделирования, которое позволяет с известными упрощениями получить достоверную модель. В настоящее время возможно разработать модель (очевидно, с некоторыми упрощениями), описывающую процессы селективной лазерной обработки. Результаты компьютерного моделирования (предсказания модельных экспериментов) можно проверить экспериментально. Соответственно, при создании модели необходимо определить физические условия в тонкой ленте аморфно-нанокристаллического металлического сплава, подвергаемой лазерной обработке.

Таким образом, для достижения общей цели диссертационной работы в данной главе требуется решить следующие задачи:

1. Разработать компьютерную модель лазерного прогрева тонких лент аморфно-нанокристаллического металлического сплава.

2. Определить допустимый диапазон частоты лазерных импульсов и их количества, при которых как материал в зоне обработки, так и образец, в целом, сохраняет исходную структуру.

3. Предложить методику определения эффективных режимов селективной лазерной обработки образцов аморфно-нанокристаллического металлического сплава, при которой сохраняется исходная структура и существует возможность избирательного воздействия на дефектные области.

3.1. Методика избирательной лазерной обработки. Основные представления и допущения, использованные при компьютерном моделировании

Многие процессы, происходящие в металлических сплавах при лазерной обработке, достаточно хорошо изучены. Выявлены закономерности лазерного нагрева, абляции, плавления, плазмообразования и пр. В то же время многие явления, связанные, например, с частичной релаксацией механических напряжений в вершинах трещин при импульсной лазерной об-

работке, изучены недостаточно. В настоящее время прямое экспериментальное изучение таких процессов в тонкой ленте аморфно-нанокристаллического материала невозможно. Однако благодаря современным достижениям компьютерной техники появляется возможность исследования отдельных аспектов лазерно-стимулированных процессов на поверхности и в глубине наноструктурных материалов при помощи компьютерного моделирования. Часть полученных результатов может быть в дальнейшем проверена экспериментально.

При разработке компьютерной модели опирались на теоретические и экспериментальные результаты, полученные в работах [10, 97, 143 – 148]. При этом в модель предложенную Сафроновым И.С., были внесены изменения с целью учета плавления части материала при нагреве, изменения частоты импульсов, их количества и пр. Данные изменения не только уточняют основные положения модели, но и позволяют выявить оптимальные режимы лазерной обработки, при которых возможно селективное воздействие лазерного излучения на дефектные и неоднородные области в тонкой ленте аморфно-нанокристаллического металлического сплава. В работе [10] при компьютерном моделировании нагрева, вызванного воздействием на локальную область наносекундного импульса с высокой плотностью мощности, теплообменом с окружающей средой (атмосфера) пренебрегали. В данной работе, в отличие от работы [10], учтен теплообмен с окружающей средой (атмосферой и подложкой). В использованной в данной работе модели принимали расплавленную часть поверхности образца как постоянный контактный слой, без учета времени образования плазмы. В остальном компьютерное моделирование проводили на основе использованного в работах [10, 97] подхода.

Для реализации компьютерного моделирования процессов прогрева материала и воздействия ударной волны на дефектные области были написаны компьютерные программы, а кроме того, использовали свободное и условно свободное (shareware) программное обеспечение, с помощью ко-

торого создавали эскизный макет образца при сохранении всех физических величин (для наглядной демонстрации прогрева и распространения изотерм вглубь образца) [149]. Также при создании модели (эскизного макета) использовалось разделение процесса нагрева на две стадии. Первая включала в себя определение глубины проникновения расплавленного слоя. Далее эта часть использовалась в качестве источника тепла при прогреве всего образца. При этом получали изотермы и специфику их распространения по образцу от зоны воздействия лазерного облучения. При решении задачи численным методом использовали уравнение теплопроводности, а расчеты проводили на компьютерной технике в соответствии с использованным в [10] подходом. В качестве среды для моделирования была использована программа COMSOL Multiphysics. В данном программном комплексе были определены параметры модели (например, линейные размеры образца, основные свойства материала: плотность, теплоемкость, коэффициент теплоотдачи, и т.д.). Также определены граничные и начальные условия, в которых находится материал и окружающая среда, температура до и после обработки и изменение ее со временем.

Для построения модели использовали экспериментальные данные, полученные в ряде работ [9, 11, 105, 107, 150, 151]. Часть результатов модельного эксперимента была проверена (результаты приведены в четвертой главе) с использованием материалов и технологий, указанных в работах [10, 122], а также с использованием специально разработанных и запатентованных методов механических испытаний, указанных в главе 2 и в работах [125, 126].

Экспериментально установлено, что при оптическом пробое над поверхностью образца формируется плазма. С учетом принятых допущений можно не анализировать процесс нагрева верхнего слоя материала лазерным излучением. При составлении модели анализируем только процессы прогрева после расплавления поверхностного слоя материала и формирования плазменного факела. Данное упрощение существенно облегчает мо-

делирование и не приводит к сильным искажениям результатов [10]. Кроме того, пренебрегали существованием воздушных пор между образцом и подложкой.

Рассмотрим специфику прогрева аморфно-нанокристаллического сплава при воздействии лазерных импульсов с параметрами, указанными в параграфе 2.1 (установка ELS-01). При воздействии лазерного импульса в образце происходит кратковременное локальное повышение температуры. На образец также действует шоковое давление порядка 10^{10} Па [10]. Иницируемое плазмой давление распространяется в виде ударной волны вглубь образца. При этом ударная волна такой силы может порождать упругие и пластические деформации. Аморфно-нанокристаллические сплавы, используемые в данной работе, твердые и хрупкие. Экспериментально установлена возможность резкого возрастания коэффициента микропластичности после такой лазерной обработки [9 – 10].

В зависимости от условий лазерной обработки может реализоваться один из двух процессов: процесс распространении ударной волны в прогретом материале (первый вариант); распространение ударной волны в холодном материале с последующим прогревом (второй вариант). В первом случае ударная волна будет стимулировать процессы пластической деформации и релаксации напряжений вблизи концентраторов механических напряжений. Концентраторами напряжений могут выступать трещины и зародыши трещин, скопления дислокаций в кристаллитах (отдельные кристаллиты могут иметь размеры, значительно превосходящие средний размер), отдельные участки межзеренных областей и пр. Результатом будет не только релаксация механических напряжений, но и ряд других процессов, например, пластическая деформация, эволюция дислокационной структуры и пр. [152, 153].

Второй случай будет заключаться в прохождении ударной волны через непрогретый материал. В этом случае следует ожидать инициирование разрушений (деформации) в дефектных областях. При последующем про-

греве за счет пластической деформации возможна частичная релаксация механических напряжений.

Таким образом, температура материала при воздействии ударной волны и специфика изменения механических свойств будет определяться режимом лазерной обработки и может быть определена при проведении компьютерного моделирования.

3.2. Прогрев материала при воздействии серии из 15 лазерных импульсов

С использованием численных методов определена специфика прогрева и остывания образца тонкой пленки многокомпонентного аморфно-нанокристаллического металлического сплава при обработке серией лазерных импульсов длительностью 15 – 20 нсек.

Составленная модель необходима для оценки глубины прогрева образца в зависимости от времени обработки, количества импульсов и других факторов. Это особенно важно для класса наноструктурных многокомпонентных сплавов, так как они находятся в неравновесном состоянии, а учитывая их малую толщину (20 – 40 мкм), можно ожидать, что воздействие серии лазерных импульсов может запустить процесс структурных превращений. При составлении модели учитываются не только свойства материала, но и свойства подложки, на которой размещен образец. Для модели заданы начальные условия, которые основаны на литературных данных [10, 87 – 91, 97] и экспериментальных результатах (таблица 3.1).

В зависимости от режимов лазерного излучения и свойств поверхности металлического сплава, специфика нагрева будет различаться. В случае высокой плотности мощности лазерного излучения ($> 4 \cdot 10^8$ Вт/м²) поверхность сплава будет нагреваться, плавиться и (или) испаряться. При достаточной энергии импульса происходит формирование плазменного факела.

Таблица 3.1 – Основные параметры лазерной обработки

Время существования плазмы	$1,8 \cdot 10^{-7}$ с
Время импульса	$2 \cdot 10^{-8}$ с
Диаметр зоны воздействия (до формирования лазерной плазмы)	$25 \cdot 10^{-5}$ м
Размеры образца	$1.5 \cdot 10^{-3} \times 2.5 \cdot 10^{-3} \times 0.03 \cdot 10^{-3}$ м
Площадь облучения лазером	$1.8 \cdot 10^{-7}$ м ²
Температура нагрева образца	3000 К

Для случая формирования лазерной плазмы на фронте импульса основной вклад в прогрев материала вносит лазерная плазма. Плазма экранирует образец от излучения лазера, и уже под действием лазерной плазмы будет происходить плавление и испарение материала. В этом случае будет формироваться расплавленный слой материала и прогреваться вся толщина образца до подложки с низкой теплопроводностью.

Рассмотрим возможность упрощения компьютерной модели. Будем считать, что нагрев образца осуществляется только лазерной плазмой, причем на поверхности существует расплавленный слой материала. Эти представления позволяют существенно упростить компьютерную модель прогрева и охлаждения образца. Учитывая, что на данном этапе для анализа экспериментальных результатов требуется получение качественной картины прогрева и охлаждения образца, такое упрощение модели представляется допустимым. При разработке модели учитываются характеристики материала образца и подложки. Учитывали также влияние окружающей среды, с которой происходит теплообмен.

Ранее было экспериментально установлено, что плотность мощности лазерных импульсов достаточна для формирования плазменного факела и ударной волны с шоковым давлением $\approx 10^{10}$ Па. Однако из-за малого

размера области воздействия ($\approx 4,8 \cdot 10^{-4}$ м) и сравнительно небольшой энергии не происходит формирования магистральных трещин [9 – 10]. Возможны разрушения в нано- и микромасштабных областях. Причем, сопутствующий и (или) последующий прогрев будет способствовать релаксации механических напряжений и переводу дефектов (дефектных областей с высокими механическими напряжениями) в неопасное состояние.

Ранее в работе [10] экспериментально было установлено, что воздействие серии лазерных импульсов (10 импульсов) с частотой 25 Гц приводит к более значительным улучшениям механических свойств материала, чем при воздействии одного импульса. Отметим, что при идентичных режимах лазерной обработки изменение свойств материала зависит от температуры предварительного отжига и, соответственно, от его структуры.

Таким образом, увеличение количества импульсов способствовало улучшению механических свойств материала, который оставался наноструктурным. Дальнейшее увеличение частоты следования импульсов (или их количества) может привести как к положительным, так и нежелательным эффектам. При этом необходимо контролировать условие избирательности воздействия лазерного излучения. Недопустим перегрев материала, при котором из-за процессов кристаллизации разрушается аморфно-нанокристаллическая структура (одно из требований к селективной лазерной обработке).

Поверхность образца нагревается до температур плавления (или близких к плавлению). Однако за счет малого времени (микросекунды) пребывания материала при таких температурах и высоких скоростях охлаждения (сравнимых со скоростью охлаждения данного сплава при аморфизации) структура материала в целом не меняется.

Возможно, что при увеличении частоты следования импульсов возрастает температура и время нахождения материала при высокой темпера-

туре. Определенное кратковременное повышение температуры может иметь положительный эффект, связанный с тем, что облегчается пластическое деформирование, существенное при частичном залечивании микротрещин и релаксации механических напряжений. Однако длительное нахождение при высокой температуре будет приводить к рекристаллизации, росту и объединению кристаллов и разрушению нанокристаллического состояния. В этом случае воздействие лазерного излучения уже нельзя назвать селективным, будет потеряно существенное преимущество данного способа обработки сплава, связанное с сохранением исходной нанокристаллической структуры.

Вероятно, для данного сплава и заданных параметров лазерных импульсов существует оптимальный диапазон частот импульсов и энергий, при которых будет наблюдаться избирательность воздействия и будет возможна оптимизация механических свойств без потери наноструктурного состояния и полезных характеристик.

Методом компьютерного моделирования определим верхнюю границу частоты лазерных импульсов для серии из 15 импульсов, при которой теряется избирательность воздействия и разрушается нанокристаллическая структура. В данном параграфе рассмотрен прогрев материала в области воздействия лазерной плазмы для серии из 15 лазерных импульсов (характеристики импульсов указаны в параграфе 2.1), следующих с частотой 200 Гц.

На рисунке 3.1 показано распределение изотерм через 5 мсек после окончания воздействия импульса. Это момент времени перед началом воздействия следующего импульса. Из анализа рисунков следует, что происходит очень быстрый прогрев материала как в поверхностных слоях, так и на границе «образец – подложка». В таблице 3.2 приведены основные данные по распределению изотерм.

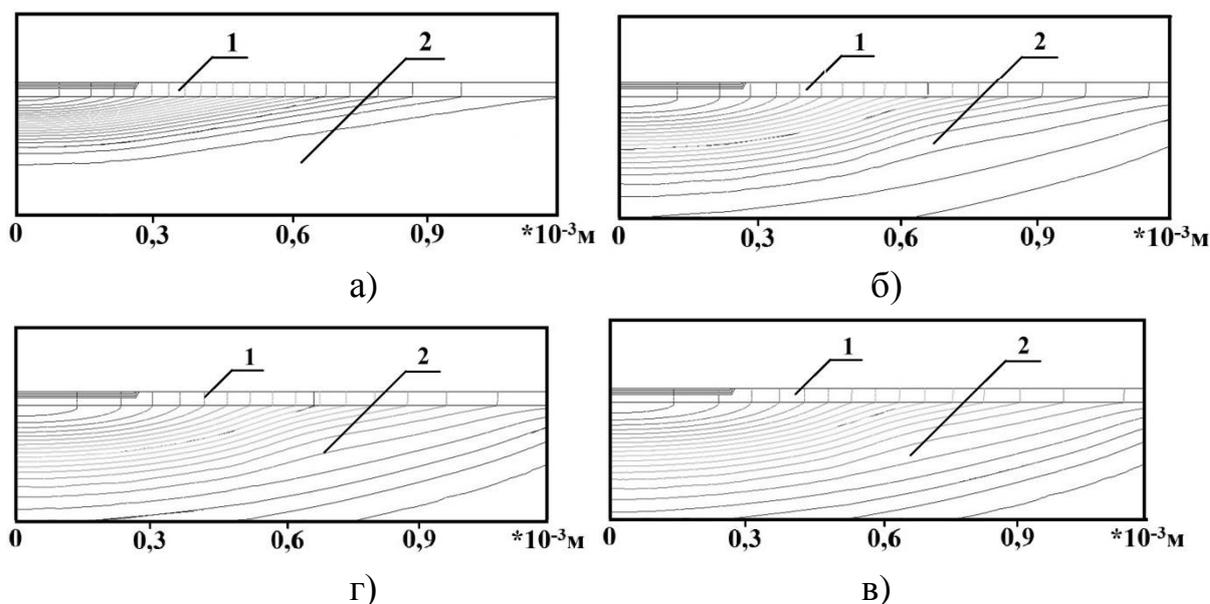


Рисунок 3.1 – Распределение изотерм после окончания воздействия импульса в образце в зависимости от номера: а) после первого импульса; б) после пятого; в) десятого

Из данных таблицы 3.2. видно, что происходит быстрый нагрев не только материала под областью воздействия лазерного импульса, но и всего образца. Следовательно, при создании матрицы облученных областей по методике, предложенной в [10], следует учитывать взаимовлияние тепловых полей от соседних областей обработки.

Достаточно быстро растет температура на границе «образец – подложка» (рисунок 3.2). После 15 – го импульса температура на границе с подложкой достигает 800 К, что критично для материала даже термостойких подложек и может вызывать отслоение образца от подложки. Обсудим рисунок 3.2 подробнее. При рассмотрении прогрева выделим слои с усредненной температурой. Данное усреднение несколько искажает реальную картину прогрева, но позволяет упростить анализ изотерм. После пятого импульса на глубине до 4 мкм материал образца расплавлен (≈ 1600 К). Вторая зона от 4 до 9 мкм прогрета до 1300 К. Третья зона от 9 до 13 мкм – температура нагрева 1000 К. При столь высоких температурах и достаточном времени нахождения в нагретом состоянии будут запущены процессы рекристаллизации и разрушения наноструктурного состояния.

Таблица 3.2 – Распределение температуры в образце, облученном серийой лазерных импульсов

Номер импульса	Средняя температура образец/подложка	Радиальные расстояния от центра области облучения для разных изотерм, определенных на глубине 15 мкм (центральная часть образца), $\cdot 10^{-3} \text{ м}$					
		350К	400К	450К	500К	550К	600К
1	439	0,57	0,3	–	–	–	–
2	523	0,77	0,56	0,38	–	–	–
3	584	0,94	0,69	0,58	0,43	0,31	–
4	625	1,01	0,84	0,65	0,62	0,41	0,32
5	651	1,05	0,93	0,7	0,68	0,48	0,35
6	668	1,15	0,98	0,72	0,69	0,53	0,36
7	684	1,25	1,07	0,87	0,7	0,54	0,43
8	701	–	1,25	0,89	0,73	0,55	0,44
9	714	–	–	0,96	0,74	0,59	0,47
10	729	–	–	1,11	0,83	0,65	0,51
11	743	–	–	1,25	0,91	0,71	0,56
12	752	–	–	–	0,93	0,78	0,59
13	761	–	–	–	1,03	0,79	0,62
14	769	–	–	–	1,17	0,86	0,64
15	779	–	–	–	1,25	0,88	0,65

После 15 импульса на глубине до 9 мкм расплав или температура, близкая к расплаву. На глубине до 13 мкм температура материала 1300 К, оставшаяся часть образца прогревается до 780 К.

Таким образом, при частоте следования импульсов в 200 Гц очень быстро происходит нагрев образца. Температура на глубине до ≈ 10 мкм (треть образца) достигает температуры плавления. Оставшаяся часть

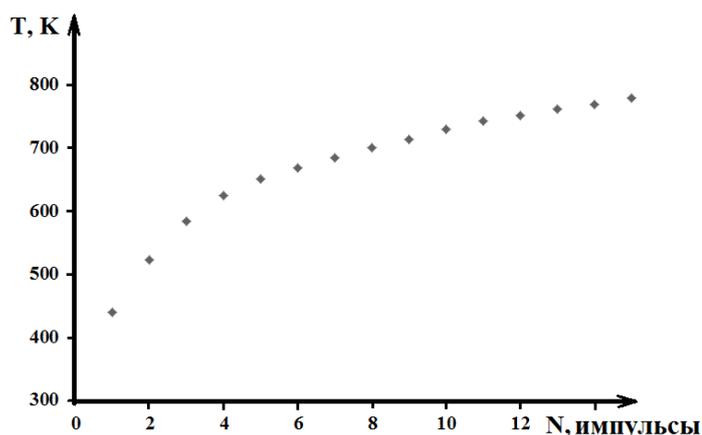


Рисунок 3.2 – Среднее значение температуры на границе «образец – подложка» (под областью оплавления) в зависимости от номера импульса

образца нагревается до температур, приводящих к разрушению наноструктурного состояния при достаточном времени нагрева. Такой режим лазерной обработки неизбежно теряет отмеченные выше уникальные возможности селективного воздействия на локальные области с сохранением наноструктурного состояния образца в целом.

Верхняя треть материала в зоне облучения после прекращения обработки будет остывать. Расплав может или кристаллизоваться (при медленном охлаждении) или стать аморфным при сверхбыстром охлаждении [80, 154, 155]. С учетом прогрева подложки и образца в целом происходит медленное остывание, приводящее к кристаллизации материала. В этом случае верхний слой материала в зоне обработки потеряет практически все уникальные свойства нанокристаллического материала, так как материал на глубине до 10 мкм нагревается до температур, запускающих процессы рекристаллизации, что приводит к разрушению наноструктурного состояния, а значительный прогрев остального материала и подложки не дает быстро остыть расплаву.

В работах [157 – 158] обсуждались механизмы релаксации механических напряжений и перевода трещин в неопасное состояние. В верхней части образца (до 10 мкм), в зоне расплава, этот механизм работать не будет. В остальной части образца предложенный механизм также потеряет свою эффективность из-за активизации процесса рекристаллизации.

Эффект будет усиливаться при обработке матрицы областей на образце по предложенному в [10] механизму (создание «сетки» из лазернообработанных участков).

Следовательно, увеличение частоты следования импульсов до 200 Гц и воздействия серии из 15 импульсов будет приводить к принципиально другому тепловому режиму, при котором неизбежно разрушается наноструктурное состояние в значительной части образца и теряется избирательность лазерной обработки.

Таким образом, методом компьютерного моделирования определено распределение температур в образце при облучении тонкой ленты (30 мкм) аморфно-нанокристаллического металлического сплава серией из лазерных импульсов. Предложена методология оценки режимов лазерной обработки, при которой сохраняется/пропадает эффект селективного воздействия на отдельные дефектные области.

Фактически при частоте 200 Гц, эффект избирательности лазерной обработки пропадает при количестве импульсов, большем чем 8 – 12. При такой частоте, возможно, проводить лазерную обработку массивных образцов небольшими сериями импульсов (меньше 8 импульсов). Однако столь высокая частота может привести к локальному или общему перегреву образца. На практике обработка материала может потребовать воздействия серии из большего количества импульсов. В этом случае необходимо снижение частоты. В следующем параграфе рассмотрены особенности прогрева материала, облучаемого серией из 10 лазерных импульсов с частотой 20 Гц.

3.3. Специфика прогрева материала, облучаемого серией из 10 лазерных импульсов с частотой 20 Гц

Воздействие лазерных импульсов с частотой 200 Гц (параграфы 2.1, 3.2) приводит к чрезмерному нагреву материала уже после 8 – 12 импульсов. В то же время, увеличение количества импульсов способствует

повышению пластических свойств нанокристаллического материала. В случае сохранения нанокристаллической структуры, повышение пластических свойств не сопровождается значительным снижением микротвёрдости. Необходимо определить частоту лазерных импульсов, при которой не происходит перегрева материала и разрушения аморфно-нанокристаллической структуры.

На рисунке 3.3 показаны изотермические линии прогрева образца, полученные в ходе расчетов. С увеличением времени обработки зоны повышенных температур проникают вглубь образца. На рисунке 3.3 показаны изотермы прогрева образца через 5 мкс после образования плазменного факела. Поверхность образца нагрета до 1300 К. Нижняя изотерма достигает наибольшей глубины в $1,8 \cdot 10^{-6}$ м под центральной частью области облучения. Температура нижней отмеченной на рисунке изотермы достигает 650 К.

Дальнейшее изменение характера расположения изотерм показано на рисунке 3.3, в – г. Все распределения изотерм на рисунке 3.3 соответствуют прогреву образца после прекращения подвода энергии, так как лазерная плазма существует ≈ 200 нсек. Глубина расположения нижней изотермы $6 \cdot 10^{-7}$ м, что примерно соответствует 0,2 толщины образца. Температура нижней изотермы 650 К. Этой температуры, по многочисленным экспериментальным и расчетным данным, достаточно как для инициирования процессов структурной релаксации (в аморфном материале), так и для запуска процессов кристаллизации/рекристаллизации. Хотя для их реализации требуется не только высокая температура, но и достаточное время. Последний аспект обсужден в следующей части работы. Видно, что на глубине $2,3 \cdot 10^{-5}$ м температура прогрева уже недостаточная для запуска механизмов структурной релаксации рекристаллизации [159]. Пластическое деформирование также оказывается сильно затрудненным, что проверялось экспериментально при индентировании образцов при температурах 350 – 370 К.

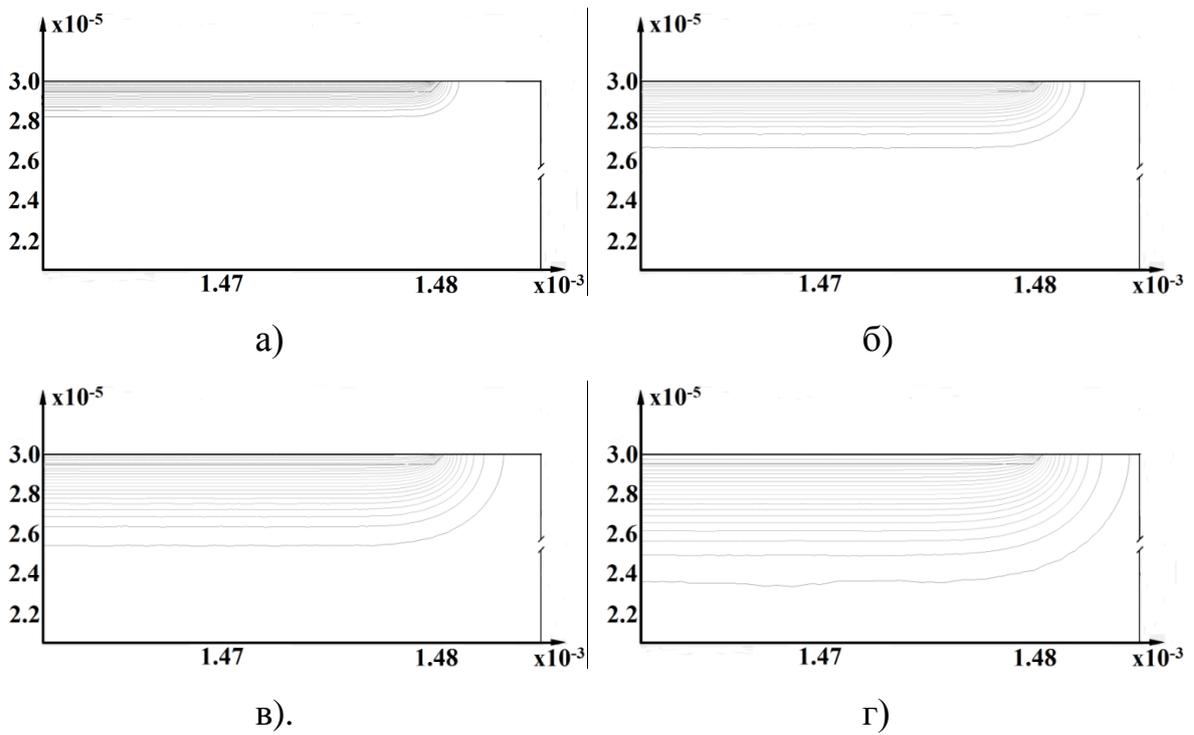


Рисунок 3.3 – Распределение температур в зависимости от времени при обработке образца: а) через 1 мкс; б) через 5 мкс (нижняя изотерма достигает глубины $2,7 \cdot 10^{-6}$ м при температуре в 650 К); в) через 10 мкс; г) через 50 мкс. Рисунок 3.4 приведен с большим увеличением и указанием температур изотерм и соответствующих интервалов на рисунке 3.3.

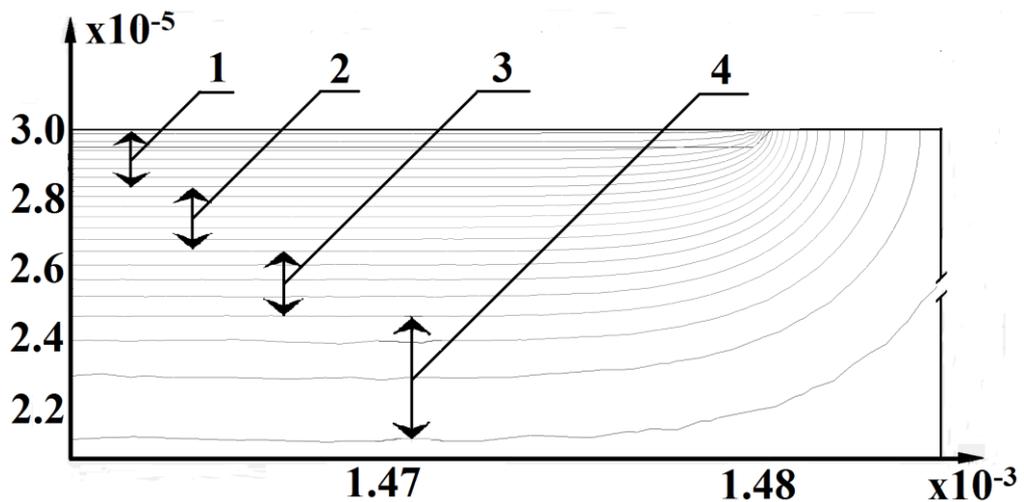


Рисунок 3.4 – Распределение температур в образце. Стрелками выделены зоны со следующими средними температурами: 1 – 1150К; 2 – 925К; 3 – 650К; 4 – 375К (0,05 мсек после начала нагрева)

Расчеты показывают среднее значение скорости прогрева – 0,006м/с, в то время как скорость распространения ударной волны ≈ 5500 м/с. Следовательно, при однократном импульсе реализуется первый механизм (обсуждено в параграфе 3.1) упрочнения материала. Результаты обработки различаются при воздействии одного импульса и при воздействии серии лазерных импульсов, так как образец успевает прогреться. В таблицах 3.3 и 3.4 показаны изменения температуры прогрева, полученные при моделировании.

Полученные результаты находят экспериментальное подтверждение. В частности, при использованных режимах лазерной обработки наблюдается повышение пластичности и микротвердости. Наибольший интерес имеют случаи одновременного возрастания микротвердости в 1,5 – 2 раза и 2 – 3 кратного возрастания пластичности (коэффициента вязкости микро-разрушения) [158, 159].

Таблица 3.3 – Глубина прогрева образца в зависимости от номера импульса. Второй столбец - глубина расположения изотермы 1150 К, третий – 925 К, четвертый – 650 К

Номер импульса	Средняя глубина нагрева, $\cdot 10^{-5}$ м		
	при $t = 1150$ К	при $t = 925$ К	при $t = 650$ К
1	0,095	0,216	0,296
2	0,101	0,254	0,378
3	0,121	0,269	0,465
4	0,143	0,332	0,549
5	0,154	0,377	0,636
6	0,162	0,423	0,723
7	0,178	0,461	0,811
8	0,196	0,513	0,903
9	0,214	0,558	0,998
10	0,233	0,599	1,087

Таблица 3.4 – Особенность остывания образца в зависимости от количества импульсов

Номер им- пульса	Средняя температура «образец – подложка», К				
	0,1 мс	1 мс	10 мс	25 мс	40 мс
1	355	336	310	305	304
2	359	341	324	317	309
3	363	358	337	329	315
4	367	359	339	336	321
5	375	364	348	344	328
6	379	373	359	351	332
7	381	378	364	358	336
8	383	379	367	361	339
9	391	386	372	365	347
10	398	391	379	367	353

На рисунке 3.5 показаны изотермы остывающего образца. Из полученных данных, очевидно, следует, что температура нагрева в центре образца и на границе с подложкой при облучении серией из 10 импульсов не достигает значений, достаточных для рекристаллизации или активации процессов пластической деформации. В то же время практически в три раза с $0,215 \cdot 10^{-5}$ м до $0,599 \cdot 10^{-5}$ м возрастает глубина прогрева до температур активации процессов рекристаллизации.

В таблице 3.5 показаны особенности прогрева образца и границы между образцом и подложкой при облучении серией из 10 лазерных импульсов. В результате облучения подъем температуры в центральных частях образца, а также на границе с подложкой оказывается недостаточным для инициирования процессов рекристаллизации. Глубина прогрева материала до температур, «опасных» для стабильности нанокристаллической структуры, возрастает до $\approx 0,6 \cdot 10^{-5}$ м. Однако, время нахождения мате-

риала при этих температурах менее 0,1 мс. При данных условиях возможно протекание процессов рекристаллизации, но за 0,1 мс нанокристаллическая структура «в целом» не может быть разрушена, для этого требуется существенно большее время [7, 10].

Изменение состояния дефектных областей, как было показано в параграфе 3.1, может быть обусловлено одним из двух конкурирующих процессов: 1) распространение ударной волны в прогретом и пластичном материале; 2) распространение ударной волны в холодном и хрупком материале с последующим прогревом. В первом случае при распространении ударной волны в прогретом материале будет стимулироваться пластическая деформация и релаксация механических напряжений в областях, содержащих концентраторы механических напряжений и зародыши разрушения.

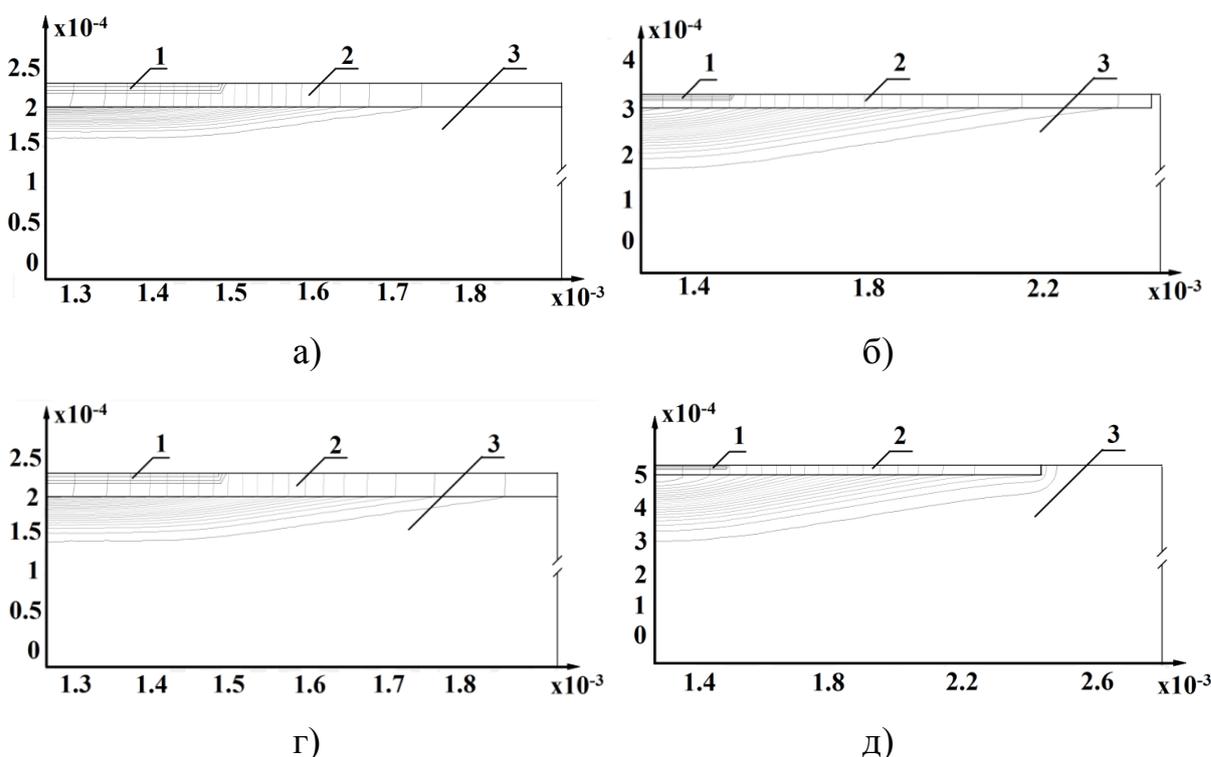


Рисунок 3.5 – Распределение температур после обработки материала (остывание): а) 0,05 мс; б) 0,1 мс; в) 2,5 мс; г) 25 мс; 1 – зона образования расплава; 2 – образец; 3 – подложка

Таблица 3.5 – Прогрев образца, облученного серией лазерных импульсов

Номер импульса	Средняя глубина прогрева до температур $t_1, t_2, t_3, \cdot 10^{-5}$ м			Средняя температура на границе «образец – подложка» после окончания лазерного импульса, К				
	$t_1 = 1150$	$t_2 = 925$	$t_3 = 650$	0,1 мс	1 мс	10мс	25мс	40 мс
1	0,095	0,216	0,296	355	336	310	305	304
2	0,101	0,254	0,378	359	341	324	317	309
3	0,121	0,269	0,465	363	358	337	329	315
4	0,143	0,332	0,549	367	359	339	336	321
5	0,154	0,377	0,636	375	364	348	344	328
6	0,162	0,423	0,723	379	373	359	351	332
7	0,178	0,461	0,811	381	378	364	358	336
8	0,196	0,513	0,903	383	379	367	361	339
9	0,214	0,558	0,998	391	386	372	365	347
10	0,233	0,599	1,087	398	391	379	367	353

Второй случай связан с прохождением ударной волны в холодном и хрупком материале. В этом случае механизм преимущественного воздействия лазерной плазмы на нанокристаллический металлический сплав связан с провоцированием разрушений в дефектных областях с их последующим переводом в неопасное состояние за счет релаксации механических напряжений при пластическом деформировании прогретого материала. В обоих случаях будет наблюдаться повышение пластических свойств при сохранении высокой микротвердости, связанной с особенностями нанокристаллического состояния образцов, которое не разрушается при указанных режимах лазерной обработки. При данном режиме обработки удастся сохранить исходную аморфно-нанокристаллическую структуру в целом за счет малой толщины расплава, высоких скоростей нагрева и охла-

ждения образца, а также сравнительно небольшого времени пребывания материала при высоких температурах.

Воздействие серии лазерных импульсов создает условия для создания упрочненного слоя толщиной 6 – 10 мкм, что существенно для наноструктурных лент толщиной 30 мкм. Результаты моделирования находят косвенные подтверждения при экспериментальном выявлении микротвердости и вязкости микроразрушения лазерно-обработанных образцов [158, 159]. Следовательно, предложенная компьютерная модель в целом адекватно отражает протекающие в материале физические процессы, что подтверждается результатами экспериментов.

Таким образом, воздействие лазерных импульсов с частотой 20 Гц позволяет увеличить количество импульсов лазерного излучения, при которых не разрушается аморфно-нанокристаллическая структура. В следующем параграфе рассмотрены особенности прогрева материала при дальнейшем снижении частоты воздействия импульсов.

3.4. Селективная лазерная обработка при низкой частоте лазерных импульсов, не вызывающих нагрев объема материала до температур кристаллизации

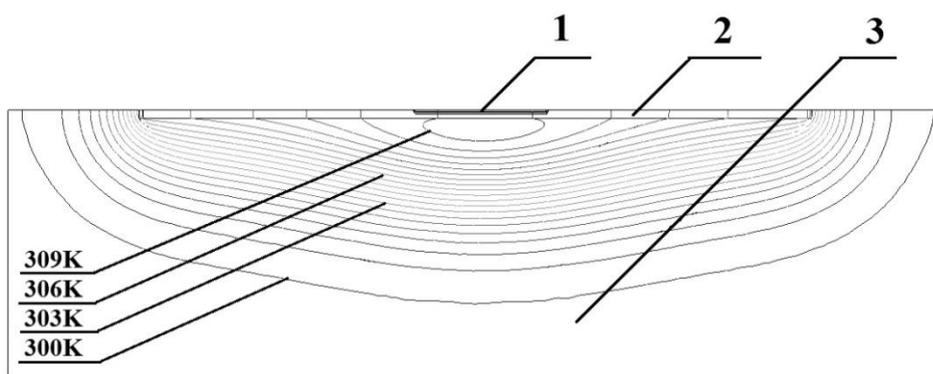
В параграфах 3.2 и 3.3 рассмотрена специфика селективной лазерной обработки при частотах 200 и 20 Гц. Показано, что при частоте 200 Гц говорить о селективной лазерной обработке можно только в том случае, если одна область подвергается воздействию серии из 8, максимум из 12 импульсов. При большем количестве импульсов в результате нагрева материала до температуры кристаллизации начинается разрушение нанокристаллической структуры. В этом случае уже нельзя говорить о селективном воздействии. Температурной обработке подвергается весь образец, и во всем объеме материала меняется структура и свойства. В параграфе 3.2 и 3.3 отмечено, что селективная лазерная обработка достигается не только за счет теплового воздействия, но и за счет воздействия ударной волны.

В этом смысле, режимы селективной лазерной обработки, рассмотренные в параграфах 3.2 и 3.3, отличаются локализацией воздействия, объемом материала с измененной структурой, скоростью обработки, спецификой воздействия на трещины и дефекты в размягченном материале. Следовательно, рассмотрены два случая: воздействие импульсов с высокой частотой, быстро приводящее к перегреву (параграф 3.2); воздействие импульсов с частотой 20 Гц, позволяющей обработать материал достаточной большой серией импульсов (параграф 3.3) с неизбежной потерей локализации из-за постепенного прогрева образца. Целесообразно выявить специфику лазерного нагрева при обработке с частотой 10 Гц, когда за счет теплоотвода не происходит нагрев значительного объема материала до температур рекристаллизации. Данные модельные эксперименты необходимо сопоставить с представлениями о механизмах релаксации механических напряжений и проверить экспериментально.

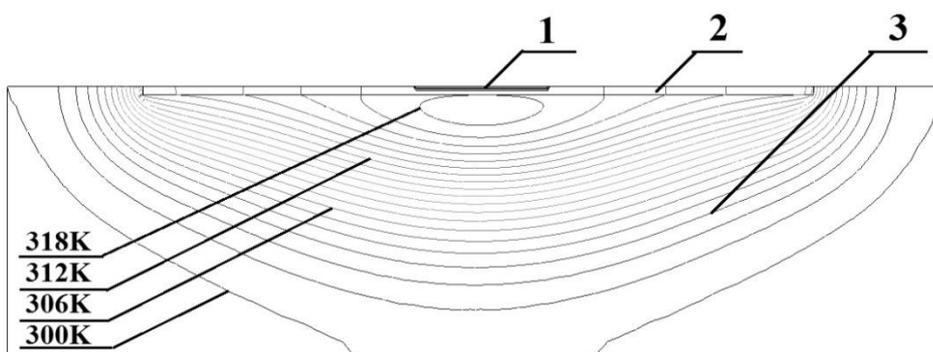
Основные положения модели соответствуют рассмотренным в параграфах 3.1. и 3.2. Частота воздействия лазерных импульсов 10 Гц. В данном случае были уменьшены размеры образца. Это было сделано в следующих целях: рассмотреть специфику прогрева образцов с малыми геометрическими размерами; если не происходит перегрева малого образца, то тем более не будет происходить перегрева массивного образца.

На рисунке 3.6, а показано распределение температур в образце через 100 мсек после первого импульса (перед началом второго импульса). Цифрой 1 показана зона расплава, цифрой 2 – образец, 3 – подложка.

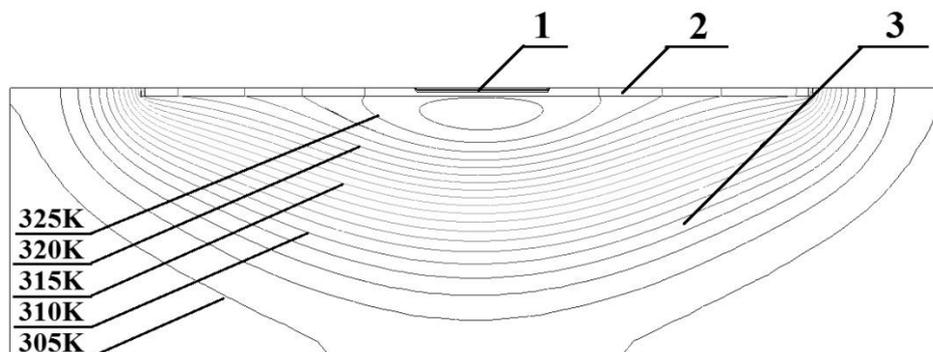
Температура образца в участке, равноудаленном от расплава и границы – 310 К, температура наиболее удаленных участков образца – 305 К. Распределение изотерм после третьего импульса показано на рисунке 3.6, б. Температура в участках образца, равноудаленных от расплава и границы – 316 К, температура наиболее удаленных участков образца – 312 К. Распределение изотерм после десятого импульса показано на рисунке 3.6, в.



а)



б)



в)

Рисунок 3.6 – Распределение изотерм в объеме образца при воздействии серии импульсов: 1 – расплавленная зона; 2 – образец; 3 – подложка

Температура образца в участке, равноудаленном от расплава и границы – 324 К, температура наиболее удаленных участков образца – 319 К. В результате воздействия лазерных импульсов с частотой 10 Гц не происходит прогрева основной части материала до температур, при которых возможны процессы рекристаллизации/кристаллизации. Таким образом, при частоте воздействия лазерных импульсов, равных 10 Гц, возможно

проводить обработку образца сколь угодно большим количеством лазерных импульсов. Очевидно, что на практике количество импульсов все же будет ограничено, по крайней мере, из-за испарения материала. Однако количество облучений одной области может составить (в зависимости от толщины образца) десятки и сотни.

При этом возникает необходимость теоретического и экспериментального исследования аспектов, связанных с механическими характеристиками материала и с переводом дефектов в неопасное состояние при увеличении количества импульсов до нескольких десятков.

С другой стороны, необходимо определить, будет ли приводить увеличение количества лазерных импульсов к дальнейшей оптимизации механических свойств за счет повышения качества селективной лазерной обработки. Данным исследованиям посвящена следующая глава.

3.5. Моделирование прогрева металлического образца при лазерной сварке

Важной областью применения лазерной техники в металлургии является лазерная сварка. Целесообразно рассмотреть возможности компьютерного моделирования прогрева материала при лазерной сварке, уточнить физические процессы при лазерной сварке, рассмотреть возможность дополнительной селективной лазерной обработки поверхности сварного соединения.

Существуют различные методики сварки металлов. Перспективной и динамично развивающейся технологией является лазерная сварка [154, 155, 160]. К ее преимуществам можно отнести бесконтактность, возможность обработки сложных геометрических поверхностей, возможность варьирования размеров области воздействия. Можно достигнуть сверхвысоких скоростей нагрева и охлаждения, а также высокой степени локализации воздействия. Однако несмотря на несколько десятилетий использования лазерных технологий сварки, существует большой потенциал разви-

тия и совершенствования технологий лазерной обработки материалов. Следует реализовать специфические возможности лазерной обработки, связанные с возможностью управления структурой и свойствами поверхности [80, 161], в том числе за счет избирательного воздействия и заблаговременного подбора режимов обработки и контроля над процессом сварки. Для решения задачи по подбору режимов обработки необходимо проведение компьютерного моделирования для определения особенностей прогрева.

В данном параграфе поставлены следующие цели: компьютерное моделирование специфики нагрева и охлаждения при лазерной сварке стали X19H6Г9АМ2; верификация теоретических результатов за счет сопоставления результатов моделирования и экспериментальных данных; обсуждение возможности селективной лазерной обработки сварного соединения.

Компьютерная модель лазерной сварки создавалась на основе модели лазерного нагрева тонких пленок аморфно – нанокристаллических металлических сплавов [156, 158]. В ходе разработки компьютерной модели использовали физические характеристики стали X19H6Г9АМ2: $T_{пл} = 1710 \text{ К}$ – температура плавления, $T_{сол} = 1650 \text{ К}$ – температура начала плавления, плотность стали $\rho = 7815 \pm 20 \text{ кг/м}^3$. Коэффициент термического расширения (в интервале 20-1200°С) $\alpha_T = (36 \pm 1) \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$. Теплоемкость $C_p = 590 \pm 20 \text{ Дж/кг}\cdot\text{К}$. Температуропроводность в интервале 25 – 100°С – $12 \text{ мм}^2/\text{с}$.

В модель были заложены следующие геометрические параметры образцов: линейные размеры образца (стальной лист): 3,0×125×250 мм, включая специальную форму в области стыка образцов для облегчения последующей сварки (рисунок 3.7). Для того чтобы получаемые в модели данные могли быть использованы на стальных листах с линейными размерами 3,0×1250×2500 мм (ГОСТ 19904 – 90) в модели предусмотрена возможность определять теплоотвод от границ образцов.

В качестве источника излучения принят оптический квантовый генератор – волоконный лазер фирмы IPG мощностью 2,2 кВт. Указанная мощность лазера используется в модели как выходная мощность. Для защиты от окружающей среды используется газ – аргон. Диаметр луча 0,3 мм, фокусное расстояние линзы 200 мм, но фокус приподнят над обрабатываемой поверхностью на 3 мм. Лазерная обработка проводится в два этапа: обработка верхнего и нижнего стыка. Площади воздействия лазерного пучка – $0,071 \cdot 10^{-6} \text{ м}^2$. Длина шва 125 мм, скорость обработки 1,9 м/мин, соответственно, время одного прохода шва составляет 3,91 с, отсюда время обработки облучаемого лазером участка стыка – 0,01 с.

Разработанная модель дает возможность рассчитать распределение температур внутри свариваемого металла с учетом мощности поглощаемого излучения, свойств самого материала, геометрических характеристик обрабатываемого образца и технологических параметров: скорости движения лазерного пучка, облучаемой площади, наличия засыпки - стружки. Результаты эксперимента по свариванию стали с указанными выше параметрами показали удовлетворительную свариваемость стальных образцов.

Для корректной интерпретации процессов, проходящих в образце, необходимо оценить особенности прогрева материала. На рисунке 3.7 показан прогрев образца (рисунок 3.7). Рассматривается поперечное сечение свариваемого шва. Также учитывается узкая полоска стружки, используемая для увеличения площади контакта. В модели это отражено в виде специальной области в зоне расплава (рисунок 3.7). Считали, что материал переходит в предплавильное состояние при достижении материалом температуры 1500 К.

Важным аспектом сваривания образца будем считать глубину прогрева (рисунок 3.8). Для анализа результатов моделирования необходимо определить среднюю температуру вблизи свариваемого шва (область с диаметром 6 мм); глубину проникновения изотермы, имеющей температуру солидус (температура плавления всех легких компонентов расплава);

глубину проникновения изотермы с температурой 1650 К; глубину проникновения изотермы с температурой 1300 К; глубину проникновения изотермы с температурой 1500 К (переход от γ к δ , данный процесс может иметь специфику при быстрых процессах нагрева и охлаждения, а также в условиях воздействия термических напряжений); глубину проникновения изотермы с температурой 1710 К – температура плавления данной стали.

В результате моделирования получены распределения изотерм, показанные на рисунках 3.7 и 3.8. На рисунке 3.7 изображена схема обрабатываемого образца в поперечном разрезе (сварной шов) с распределением изотерм. В зависимости от глубины проникновения определённых изотерм можно определить и оценить зону расплавления и размягчения материала.

Облучаемая зона сварного стыка имеет ширину 300 мкм. При этом зона сварного шва ожидаемо получается больше и составляет от 370 до 780 мкм, в зависимости от глубины, на которой был проведен замер. В целом это коррелирует с распределением изотерм (рисунок 3.9). Рассмотрены особенности распределения изотерм в образце в следующие моменты времени: 0,001 с, 0,0025 с, 0,005 с, 0,0075 с, 0,01 с. Отметим, что 0,01 с – это полное время нагрева выбранной области лазерным излучением.

Анализируя выбранные изотермы (таблица 3.6), можно отметить, что при сварке стали изотерма, соответствующая температуре 1500 К, достигает глубины $0,7 - 0,9 \cdot 10^{-3}$ м., что является примерно половиной глубины сварного стыка. При обработке с противоположной стороны стыка появляется возможность полной сварки образца.

Результаты моделирования должны сильно зависеть от начальных условий, которые определяются характеристиками лазерного излучения: длиной волны, особенностями импульса (для импульсных лазеров), распределением интенсивности по площади пучка, а также характеристиками области расплава на поверхности материала.

Практическим критерием достаточности времени нагрева для сваривания стали часто служит оплавление поверхности. В данной работе приведены распределения температур при таком режиме нагрева, когда на поверхности достигается температура плавления 1710 К. Однако в момент достижения указанной температуры внутренние слои образца прогреты недостаточно для формирования качественного сварного соединения (рисунок 3.8), таблица 3.7.

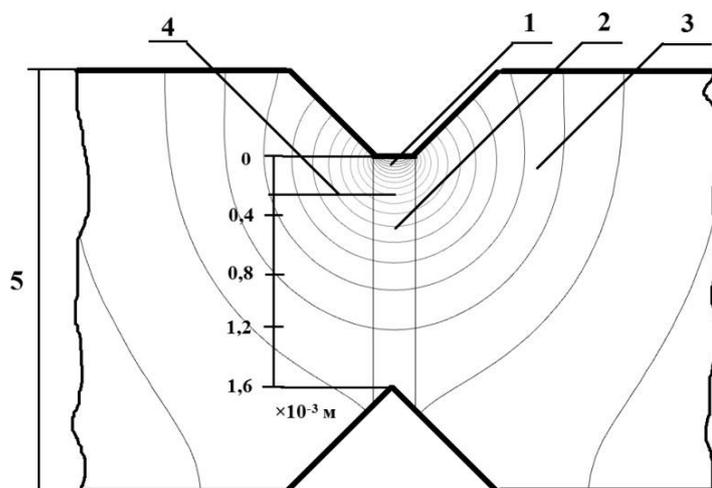
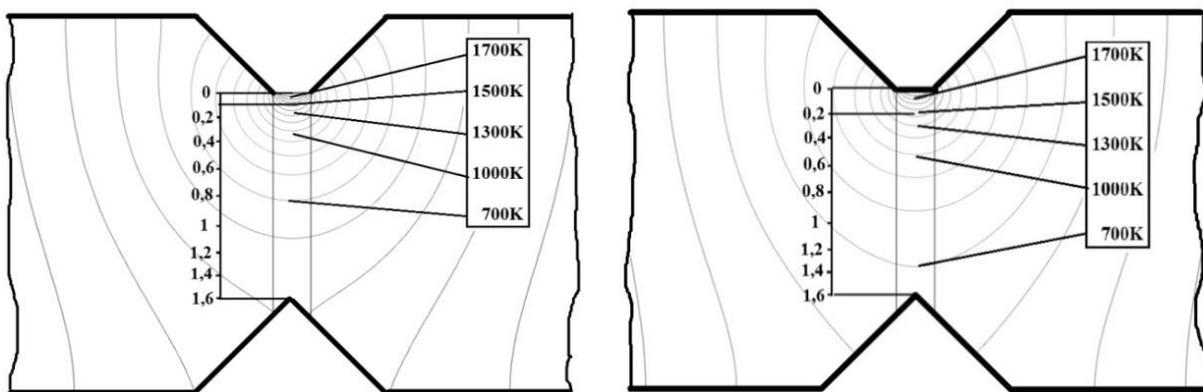


Рисунок 3.7 – Распределение изотерм в образце: 1 – зона расплава; 2 – зона свариваемого шва; 3 – образец; 4 – глубина проникновения изотермы 1500 К; 5 – толщина образца



а)

б)

Рисунок 3.8 – Распределение изотерм при однократной обработке лазерным излучением одной зоны: а) через 0,005 с после начала импульса; б) через 0,01 с.

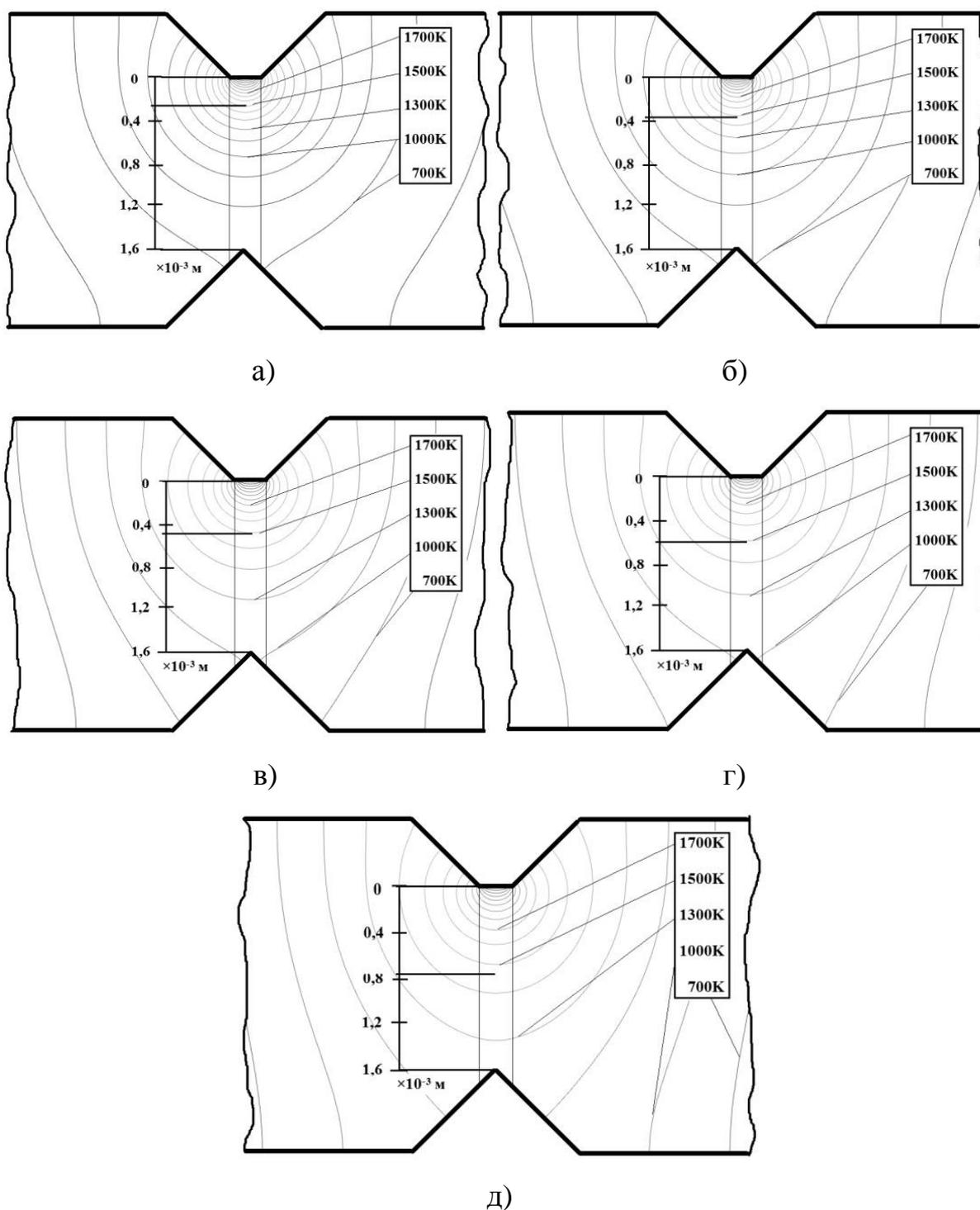


Рисунок 3.9 – Распределение изотерм: а) через 0,001 с; б) через 0,0025 с; в) через 0,005 с; г) через 0,0075 с; д) через 0,01 с.

На рисунке 3.10 приведено распределение температур в образце через 0,01 с, для случая нагрева поверхности до 1710 К. Так как на практике толщина свариваемых листов может достигать 13 мм, то целесообразно рассмотреть особенности прогрева образцов толщиной 13 мм.

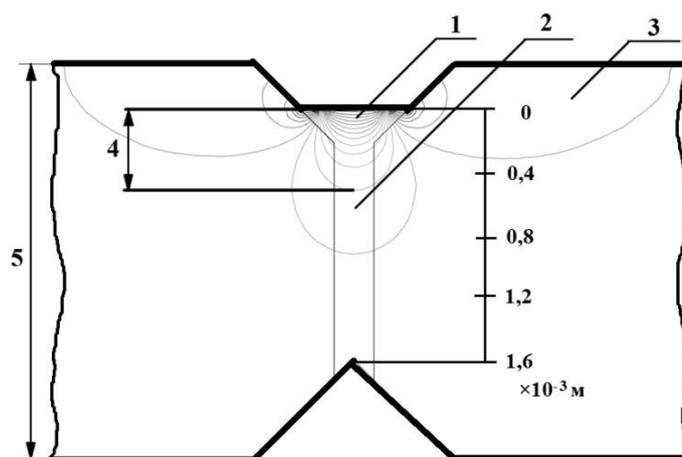


Рисунок 3.10 – Распределение изотерм в образце через 0,1 с после начала обработки: 1 – зона расплава; 2 – зона сварного стыка, прогреваемая до 1300 К; 3 – образец; 4 – глубина проникновения изотермы 1650 К; 5 – толщина образца равная 3 мм.

Таблица 3.6 – Распределение изотерм по глубине образца в зависимости от времени

Время, с	0,001	0,0025	0,005	0,0075	0,01
Изотермы, К	Глубина, $\cdot 10^{-3}$ м				
1700	0,21	0,22	0,23	0,27	0,34
1500	0,35	0,38	0,49	0,59	0,78
1300	0,39	0,52	0,81	1,15	1,34
1000	0,76	1,21	1,60	1,60	1,60
500	1,60	1,60	1,60	1,60	1,60

При сохранении условий лазерного сваривания: скорость прохода 1,9 м/мин, выходная мощность 2,2 кВт, необходимый прогрев не достигается без предварительного подогрева образца (таблица 3.7). Учитывая, что сваривание происходит при условии проникновения изотермы 1500 К до 0,5 глубины образца, можно сделать вывод о необходимости предварительного прогрева свариваемого участка образца до температур ≈ 1300 К. Данный подогрев также может быть выполнен лазерным излучением при подготовке образца к сварке.

Таблица 3.7 – Динамики прогрева образца при температуре расплава на поверхности 1710 К

Время, с	0,005	0,01
Изотермы, К	Глубина, $\cdot 10^{-3}$ м	
1700	0,04	0,07
1500	0,11	0,21
1300	0,23	0,43
1000	0,41	0,56
500	1,60	1,60

Эффективность и удобство использования лазера при сварке очевидны. Существует возможность регулирования подаваемой энергии в широком диапазоне, что позволяет производить сварку широкого спектра материалов и получать высококачественные сварные соединения. Существующие методы управления лазерным лучом позволяют достигать труднодоступных мест и участков. Выявление специфики теплового режима имеет огромное значение. Длительное пребывание обрабатываемого материала или его части при высоких температурах может запускать процессы изменения структурного состояния. На структурное состояние материала большое влияние оказывает скорость охлаждения. При высоких скоростях охлаждения возможна закалка материала, лазерная аморфизация поверхности. Особенность лазерного излучения позволяет подбирать и комбинировать различные тепловые режимы, добиваясь оптимальных условий обработки и избирательного воздействия излучения на материал.

В результате лазерной сварки при данном температурном режиме следует ожидать получение сварного шва с необходимыми механическими характеристиками. Однако использование лазера для реализации «традиционной сварки» не позволяет полностью использовать потенциал лазерного излучения. Известно, что в сварных швах и их окрестностях могут формироваться поля механических напряжений, кроме того, по сварным швам могут протекать коррозионные процессы. Существует возможность

повышения качества сварного соединения за счет использования дополнительной лазерной обработки. В случае аморфизации поверхности лазерным излучением, возможно повысить ее коррозионную стойкость. Дополнительная лазерная обработка материала позволяет существенно повысить комплекс механических свойств поверхности. Селективная лазерная обработка достаточно эффективна только для поверхностного слоя материала [158, 159], однако она может быть эффективно использована, если требуется сформировать особо прочный и коррозионно-стойкий тонкий поверхностный слой.

Результаты компьютерного моделирования согласуются с теоретически ожидаемыми результатами и верифицированы экспериментальными результатами [161]. Таким образом, предложенная модель может быть использована при выявлении специфики лазерного нагрева стальных образцов. С учетом распределения температур, поверхностного плавления, двухсторонней обработки и других факторов, можно считать, что качественное сваривание стали X19H6Г9AM2 происходит при условии проникновения изотермы 1500 К не менее чем на половину толщины образца.

Температурный режим лазерно-обрабатываемого образца в целом схож с температурным режимом металлических образцов, свариваемых по традиционной технологии. Однако использование лазера для реализации «традиционной сварки» не позволяет полностью использовать потенциал лазерного излучения. Существует возможность повышения качества сварного соединения за счет дополнительной селективной лазерной обработки тонкого поверхностного слоя сварного шва.

В зависимости от толщины свариваемого стыка, может быть необходим предварительный подогрев образца. Например, при скорости прохода 1,9 м/мин и выходной мощности лазера 2,2 кВт, необходим предварительный подогрев до 1300 К материала вблизи сварного соединения. В начале обработки такой подогрев может быть выполнен за счет лазерного разогрева материала расфокусированным излучением. Во время обработки, при

небольших размерах образца, материал может прогреваться за счет перераспределения энергии от области сварного соединения.

3.6. Выводы по третьей главе

1. Обработка тонких образцов аморфно-нанокристаллического металлического сплава серией импульсов лазерного излучения длительностью 15 – 20 нсек с плотностью мощности $1 - 9 \cdot 10^{13}$ Вт/м² обеспечивает условия сохранения исходной наноструктуры при избирательном воздействии на отдельные дефектные области.

2. Методом компьютерного моделирования определена толщина расплава, скорости нагрева и охлаждения образца, а также время пребывания материала при высоких температурах. Рассмотрена специфика воздействия высокого давления, при температурах 500 – 1000 К, на трещины и концентраторы механических напряжений. Обсуждён механизм преимущественного воздействия лазерной плазмы на поверхностный слой нанокристаллического металлического сплава, связанный с провоцированием разрушений в дефектных областях с последующей релаксацией механических напряжений при пластическом деформировании прогретого материала.

3. Воздействие серии из 10 – 20 лазерных импульсов с частотами 10 – 20 Гц создает условия для упрочнения слоя толщиной 6 – 7 мкм, что позволяет существенно упрочнить наноструктурные ленты толщиной 30 мкм. Результаты моделирования согласуются с проанализированными в первой главе экспериментальными данными по изменению микротвердости и пластичности образцов после лазерной обработки.

4. С учетом распределения температур, поверхностного плавления, двухсторонней обработки и других факторов, можно считать, что качественное сваривание стали X19H6Г9AM2 происходит при условии проникновения изотермы 1500 К не менее чем на половину толщины образца. Использование лазера для реализации «традиционной сварки» не позволяет полностью использовать потенциал лазерного излучения. Существует возможность повышения качества сварного соединения за счет дополнительной селективной лазерной обработки поверхности материала.

ГЛАВА 4. ЛАЗЕРНОЕ УПРАВЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ ЛОКАЛЬНЫХ УЧАСТКОВ ТОНКОЙ ЛЕНТЫ АМОРФО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА

Лазерное формирование механических свойств тонких лент АНМС имеет преимущество перед многими другими методами обработки благодаря возможности сохранения исходной нанокристаллической структуры. Ранее было показано, что лазерной обработкой удается существенно повысить (в два – три раза) пластические свойства тонких образцов наноструктурного металлического сплава с сохранением высокой микротвердости и наноструктурного состояния [9, 10]. Эффективность импульсной лазерной обработки повышается в случае воздействия на обрабатываемую область серии лазерных импульсов. Однако такое воздействие способно привести к разрушению нанокристаллической структуры. В третьей главе на основе компьютерного моделирования определены допустимые и оптимальные условия лазерной обработки. Экспериментальное исследование механических свойств лазерно-обработанных образцов с использованием стандартных и специально разработанных методик (вторая глава) механических испытаний позволяет выявить специфику изменения механических характеристик, косвенно верифицировать данные компьютерного моделирования и уточнить оптимальные режимы обработки.

В отсутствие достоверных представлений о специфике нанокристаллической структуры многокомпонентных металлических сплавов, получаемых методом контролируемой кристаллизации, полноценное «физическое моделирование» пока не удастся, однако возможно проведение феноменологического/эвристического моделирования. Хотя возможности такого моделирования ограничены, они могут подтвердить или опровергнуть пред-

лагаемые представления о влиянии лазерного воздействия на неоднородные области в поверхностном слое нанокристаллического материала. Дальнейшая экспериментальная проверка результатов моделирования позволяет сформулировать дополнительные требования к режимам лазерной обработки.

Таким образом, для достижения общей цели работы в данной главе необходимо решить следующие задачи:

1. Провести экспериментальное исследование специфики изменения микротвердости локальных лазернообработанных участков тонкой ленты аморфно-нанокристаллического металлического сплава.
2. Выполнить компьютерное моделирование процесса воздействия лазерного излучения на неоднородные дефектные области.
3. Экспериментально определить особенности изменения вязкости микроразрушения, в том числе с использованием разработанной во второй главе методики механических испытаний.

4.1. Моделирование процессов перевода дефектных областей в неопасное состояние при воздействии лазерных импульсов, вызывающих прогрев материала и формирующих ударную волну

В результате воздействия наносекундного лазерного импульса с высокой плотностью мощности на тонкую ленту аморфно-нанокристаллического металлического сплава активируется ряд сложных процессов, особенность протекания которых обусловлена как спецификой самого материала, так и характеристиками лазерного излучения и формирующейся лазерной плазмы [7 – 10, 16, 92, 93]. Известно, что комплекс механических свойств материала определяется его структурой и состоянием дефектов. За счет перевода микротрещин в неопасное состояние (например, релаксация механических напряжений в их вершинах) возможно по-

вышение пластичности материала при сохранении высокой микротвердости [10, 162, 163].

В настоящее время, несмотря на развитие экспериментальной техники, невозможно прямое экспериментальное изучение явления релаксации механических напряжений в вершинах трещин, находящихся в поверхностном слое аморфно-нанокристаллических металлических сплавов под действием наносекундных лазерных импульсов. Возможно только косвенное экспериментальное исследование, исследование методами компьютерного моделирования и пр. Следует отметить, что удачная компьютерная модель может быть построена с существенными упрощениями, а часть результатов моделирования может быть проверена экспериментально.

Таким образом, в данном параграфе поставлена задача выявления методом компьютерного моделирования (эвристическая модель) специфики перехода трещины в АНМС в неопасное состояние с учетом рельефа их поверхности и угла раскрытия в условиях обработки материала наносекундными лазерными импульсами. Для решения поставленной задачи были составлены две модели и две компьютерные программы.

4.1.1. Моделирование вероятности частичного залечивания трещин от угла раскрытия при их вершине

Одна из причин одновременного возрастания микротвердости и пластичности АНМС, подвергнутого импульсной лазерной обработке, связана с релаксацией механических напряжений при вершине трещин. Данный процесс сопровождается процессами пластического деформирования при их вершинах, приводящих к закруглению вершины трещины и, возможно, к уменьшению их размеров. Трещина может рассматриваться как зародыш разрушения. Вершина трещины может являться концентратором механических напряжений. Очевидно, что релаксация механических напряжений

в вершине трещин, а также частичное залечивание трещин будет способствовать повышению механической прочности образца.

В случае воздействия серии лазерных импульсов поверхность материала прогревается, а одновременное воздействие шокового давления $\approx 10^{10}$ Па вызывает сжатие материала и стимулирует процессы пластического деформирования.

В настоящее время установлено, что поры и трещины в аморфно-нанокристаллических материалах имеют специфику, отличающую их от трещин в кристаллических материалах [36, 62, 65]. Поверхность трещины в аморфно-нанокристаллическом материале может иметь сложный рельеф. Вершины трещин могут иметь различные углы раскрытия.

С использованием компьютерного моделирования оценим вероятность перехода трещины в неопасное состояние в зависимости от угла раскрытия при вершине и особенностей рельефа поверхностей. Выделим ключевые положения компьютерной модели. Пусть особенности рельефа поверхности трещины будут определяться случайным образом (генератор случайных/псевдослучайных чисел). В качестве критерия перехода трещины в неопасное состояние (при значительном пластическом деформировании прогретого материала снижаются механические напряжения) примем сближение берегов трещины в результате воздействия шокового давления до их контакта. Под действием высокого давления прогретые поверхности трещины (расположенные параллельно поверхности образца) сближаются. Поверхность трещины в наноструктурном материале может иметь сложный рельеф. Как следствие, для сближения поверхностей трещины необходимо совершить работу на пластическое деформирование/выдавливание материала из неоднородностей рельефа поверхностей трещины.

Для моделирования данного процесса разработана специальная программа [9, 10], модернизированную версию которой и использовали в данной работе. Программа основана на следующем алгоритме:

1. Вводится произвольный угол раскрытия трещины.
2. Задаются две матрицы точек, моделирующие две поверхности трещины. Размер матрицы можно варьировать от 5000×5000 до 300×300 (по умолчанию 1000×1000). Учитывая, что размер межатомного расстояния составляет примерно 2 \AA (0,2 нм), получаем, что матрица точек 1000×1000 , может соответствовать трещине с размером $\approx 200 \times 200$ нм. Следовательно, для случая аморфно-нанокристаллических металлических сплавов данный размер трещины согласуется с реальными размерами трещин.

3. Генератор случайных/псевдослучайных чисел задает количество неоднородностей рельефа на первой N_{max1} и второй N_{max2} поверхностях трещины. Далее генератор случайных/псевдослучайных чисел задает координаты центров локальных неоднородностей рельефа на первой и второй поверхностях трещины $plx1[i]$, $ply1[i]$, $plx2[i]$, $ply2[i]$. Затем генератор случайных/псевдослучайных чисел задает площадь каждой неоднородности, занимаемой на поверхности трещины (проекция на поверхность трещины).

4. Выполняем подсчет площади, занимаемой неоднородностями, на поверхности трещины (сумма проекций неоднородностей на поверхность трещины):

$$S_{sum} = \sum_{i=1}^{N_{max1}} S_i + \sum_{i=1}^{N_{max2}} S_i, \quad (4.1)$$

где N_{max1} и N_{max2} – количество неоднородностей рельефа на первой и второй поверхностях трещины, S_i – площадь поверхности i – ый неоднородности.

5. Общее количество неоднородностей на поверхности трещины определяем следующим образом:

$$N = F_1(N_{max1}, N_{ms1}) + F_2(N_{max2}, N_{ms2}), \quad (4.2)$$

где N_{max1} и N_{max2} - количество неоднородностей рельефа на первой и второй поверхностях трещины, а N_{ms1} и N_{ms2} количество неоднородностей рельефа

на первой и второй поверхностях трещины которые получают при уточнении количества неоднородностей из условия, что суммарная площадь проекций неоднородностей на поверхность трещины не превышала площадь поверхности трещины. F_1 и F_2 – функции, определяющие случайным образом (с возможностью определять наиболее вероятный диапазон площадей неоднородностей) количество неоднородностей, при этом их суммарное количество неоднородностей не нарушает N_{ms1} и N_{ms2} .

6. Генератором случайных/псевдослучайных чисел определяем характер неоднородности (выпуклый или вогнутый участок): $V > 0$; $V < 0$. Далее необходимо вычислить объем материала, который должен подвергнуться значительной пластической деформации в случае смыкания поверхностей трещины.

Для этого необходимо определить высоту неоднородностей h . Очевидно, что максимальная высота неоднородности определяется близостью к вершине трещины. Следовательно, допустимая высота каждой неоднородности должна быть определена генератором случайных/псевдослучайных чисел, причем высота может меняться от нуля до расстояния между поверхностью трещины и биссектрисой угла раскрытия трещины. Далее вычисляем объем материала, который будет вытеснен при смыкании поверхностей трещины.

$$V_{sum} \leq \sum_{i=1}^n S_i * h_i * k, \quad (4.3)$$

где S_i – площадь неоднородности, h_i – высота неоднородности, k – коэффициент, связанный с формой неоднородности.

7. Определяем массу вещества в неоднородностях

$$M_{sum} \leq V_{sum} * \rho, \quad (4.4)$$

где V_{sum} – объем неоднородностей, ρ – средняя плотность вещества в неоднородностях.

8. Определяем поверхность неоднородностей с использованием генератора случайных чисел

$$S_{cr_sum} = f(S_{sum}). \quad (4.5)$$

Очевидно, что энергия, необходимая для смыкания поверхностей трещины, зависит от объема неоднородностей, подвергающихся значительной деформации, а также от площади их поверхности и особенностей расположения. В первом приближении можно принять, что требуемая для залечивания трещины энергия пропорциональна объему материала неоднородностей. На основании данных, полученных при проведении компьютерного моделирования, построен график вероятности смыкания поверхностей трещины в зависимости от угла при вершине трещины. Было проведено две серии модельных экспериментов с разными начальными условиями. В первом случае вероятность смыкания поверхностей трещин (перевода их в неопасное состояние) равна 0,5. Исследованы два случая для угла раскрытия, равного: 1) 6°; 2) 17°. Каждой точке, приведенной на рисунке 4.1, соответствует 1000 модельных экспериментов.

На основании полученных результатов можно сделать заключение, что трещины с малым углом раскрытия при вершине переходят в неопасное состояние. В то же время состояние трещины с большим углом раскрытия не меняется. При этом вероятность изменения их состояния отлична от нуля. На основании полученных результатов можно сделать ряд выводов. В частности, при воздействии на тонкую пленку шокового давления, рельеф поверхности трещины может меняться. В этом случае воздействие на образец серии лазерных импульсов способствует повышению вероятности перехода трещины в неопасное состояние.

Полученные результаты демонстрируют возможности управления механическими свойствами различных наноструктурных материалов. Одна из причин одновременного возрастания микротвердости и пластичности аморфно-нанокристаллического сплава после лазерной обработки связана

с переходом трещин в неопасное состояние (или недопущение формирования трещины в дефектном участке) под действием лазерных импульсов. Релаксация механических напряжений в вершине трещин будет способствовать повышению механической прочности материала. Вероятность перехода трещин в неопасное состояние выше для трещин с малым углом раскрытия. Это особенно важно, так как в вершине таких трещин возможно формирование высоких механических напряжений [164].

При обработке консолидированного наноструктурного материала вероятность перехода трещин в неопасное состояние резко снижается при увеличении угла их раскрытия. Однако вероятность перехода трещин в неопасное состояние должна возрасти при обработке материала серией лазерных импульсов. Это связано как с возможной эволюцией рельефа поверхностей трещин, особенно вблизи вершины, так и с некоторым прогревом материала, активизирующим процессы пластического деформирования.

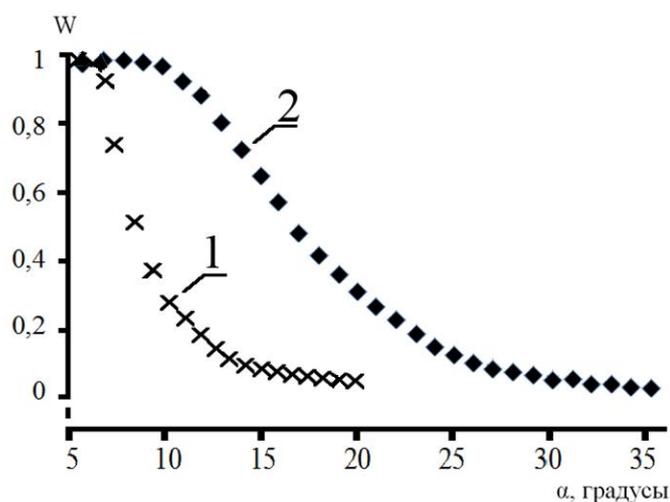


Рисунок 4.1 – Зависимость вероятности перехода трещины в неопасное состояние (W) от угла раскрытия их вершин (α). При проведении компьютерного моделирования принимали, что вероятность перехода трещины в неопасное состояние равна 0,5 для случая, когда угол раскрытия равен: 1 – 6°; 2 – 17°

4.1.2. Зависимости вероятности перехода трещины в неопасное состояние от угла раскрытия при вершине и от количества импульсов

В случае перевода дефектных областей, расположенных на поверхности и (или) в объеме образца, в неопасное состояние следует ожидать значительное повышение его пластических свойств материала. Перевод дефектных областей в неопасное состояние и залечивание трещин исследовали во многих материалах [10, 165 – 167]. Как правило, рассматривали залечивание трещин под действием температуры и давления. В этих условиях возможно полное или частичное залечивание трещин в металлах, щелочно-галоидных кристаллах и других материалах. Очевидно, что при достаточном давлении и предплавильных температурах происходит размягчение материала, релаксация механических напряжений. Залечивание трещин может быть полным и частичным. В реальных физических условиях идеальное залечивание трещин невозможно. На месте бывшей трещины всегда остаются какие-то дефекты, например, в случае щелочно-галоидных кристаллов – это повышенная плотность дислокаций [168, 169]. Но в любом случае, после «полного» или частичного залечивания трещин наблюдается повышение прочности. Под частичным залечиванием понимаем закругление вершины трещины; снижение высоких механических напряжений в ее вершине; снижение плотности дефектов в окрестности трещины; уменьшение длины трещины; возникновение локальных контактов между поверхностями трещины.

Перевод дефектной области в неопасное состояние возможен в прогревом АНМС под действием шокового давления. Для оптимизации данного процесса необходимо выявить основные закономерности воздействия волны сжатия ($\approx 10^{10}$ Па) на дефектную область. После этого станет возможным формулирование требований к параметрам лазерной обработки.

Определим основные положения модели. В аморфно-нанокристаллических металлических сплавах, получаемых контролируе-

мой кристаллизацией из аморфного состояния, возможно появление высоких механических напряжений. О форме трещин в таких материалах можно судить как по фотографиям, выполненным с использованием оптических и электронных микроскопов, так и по данным компьютерного моделирования. К настоящему времени установлено, что поверхности таких трещин могут быть неровные, а сама трещина может иметь сложную форму [10]. В том случае, если трещина имеет сравнительно простую геометрическую форму и расположена параллельно поверхности, то при воздействии на нее ударной волны (особенно в прогретом материале) возможен ее перевод в неопасное состояние. В трещинах может находиться газ, в результате чего полное залечивание трещин будет невозможно. Будем считать, что перевод дефектной области в неопасное состояние произошел в том случае, если ликвидированы концентраторы механических напряжений. Предложенная модель относится, прежде всего, к тем дефектам, которые параллельны поверхности образца.

Для моделирования залечивания трещин разработаны специальные программы [10], модернизированную версию которых использовали в данной работе. Программа рассчитывает вероятность перевода дефектной области в неопасное состояние по формуле

$$E = N_l \cdot V(f_1, f_2, f_3) \cdot k_l(T), \quad (4.6)$$

где N_l – количество областей возвышающихся над поверхностью трещины; V – совокупный объем неоднородностей, который зависит от распределения неоднородностей по поверхности трещины (f_1), их площади (f_2) и высоты (f_3), k_l – пластические свойства материала, зависящие от температуры образца в окрестности дефектной области.

Практическая реализация расчета по формуле (4.6) реализована в следующем алгоритме:

1. Определяются (фиксированные) размеры образца, подвергаемого воздействию лазерной плазмы.

2. Определяется количество импульсов лазерного излучения, воздействующих на образец.

3. Определяются коэффициенты, связанные с пластическими свойствами материала, в том числе подвергаемого нагреву.

4. Произвольным образом вводят значение угла (раскрытия) трещины.

5. Подбираются две матрицы различного размера (от 100×100 до 2000×2000) для моделирования трещины (поверхности). Сопоставляя межатомное расстояние (0,2 нм) с матрицей, получаем, что трещина размером $\approx 200 \times 200 \text{ мм}^2$ соответствует матрице точек размером 1000×1000 . Значит данный размер матрицы согласуется с реальными размерами трещины.

6. При помощи генератора случайных (псевдослучайных) чисел заполняются две матрицы N_{max1} и N_{max2} , которые моделируют две поверхности трещины. Генератор случайных чисел задает координаты центров неоднородностей рельефа на обеих сторонах трещины $csx11[i]$, $csy11[i]$, $sxx21[i]$, $sxy22[i]$.

7. С использованием генератора случайных чисел программа задает площадь каждой неоднородности на поверхности трещины.

8. Для расчета площади неоднородности на поверхности трещины используем формулу

$$S_{sum} = \sum_{i=1}^{N_{max1}} S_i + \sum_{i=1}^{N_{max2}} S_i, \quad (4.7)$$

где N_{max1} и N_{max2} - количество неоднородностей рельефа на первой и второй поверхностях трещины, S_i - площадь поверхности i - ый неоднородности.

9. В связи с тем, что площадь неоднородностей задается случайным образом, программа контролирует суммарно допустимую площадь неоднородностей, которая не должна превышать площадь поверхности трещины и (или) определенный процент от площади поверхности трещины

$$0,5S_{sum} \leq \sum_{i=1}^{N_{max}} S_i. \quad (4.8)$$

Если условие, определяемое формулой (4.8), не выполняется, то уменьшается количество неоднородностей.

10. Затем определяем сумму неоднородностей на поверхностях трещины:

$$N_{\text{но}} = \min(N_{\text{max1}}, N_{\text{ms1}}) + \min(N_{\text{max2}}, N_{\text{ms2}}), \quad (4.9)$$

где N_{max1} и N_{max2} – это количество неоднородностей рельефа, заданных генератором случайных чисел на поверхностях трещины.

11. С использованием генератора случайных чисел определяем высоту неоднородностей h . Высота неоднородностей не может превышать расстояние между трещинами. В данном случае в качестве максимальной высоты неоднородностей задается половина расстояния между поверхностями трещины. Для этого с использованием генератора случайных чисел задается значение в диапазоне от нуля до биссектрисы угла раскрытия трещины.

12. Определяется объем материала, который вытесняется в процессе залечивания трещины:

$$V_{\text{sum}} \leq \sum_{i=1}^n S_i \cdot h_i \cdot k, \quad (4.10)$$

где S_i – площадь неоднородности, h_i – высота неоднородности, k – коэффициент, связанный с формой неоднородности.

13. При определении объема материала, который вытесняется при залечивании трещины, делаем поправку на температуру нагрева образца. Кроме того, при облучении серией лазерных импульсов поверхность материала может плавиться.

14. Учитываем изменение пластических свойств материала при повышении температуры образца.

15. Получаем безразмерные величины, которые пропорциональны энергии, необходимой для залечивания трещины. Каждый модельный эксперимент включает моделирование залечивания тысячи трещин. С использованием полученных данных строим зависимость вероятности залечивания трещин от количества импульсов в серии.

В ходе разработки программы использовали данные, полученные экспериментально, а также теоретически при расчете специфики прогрева образца, облучаемого серией лазерных импульсов.

На рисунке 4.2 показаны зависимости вероятности перевода трещины в неопасное состояние от угла раскрытия и от количества импульсов. При построении графиков (и проведении моделирования) было принято, что вероятность данного процесса для трещины с углом раскрытия 5° при однократном облучении равна 0,5. Зависимость № 1 построена для одного импульса при изменении угла раскрытия трещины. При данных условиях обработки перевод трещин в неопасное состояние эффективно только для трещины с углом $1 - 3^\circ$. Зависимость № 2 построена для 5 импульсов. Эффективность обработки резко возрастает для трещин с углом раскрытия до 5° . Третья зависимость соответствует 10 импульсам и показывает эффективность обработки трещин с углом раскрытия до $8 - 9^\circ$. На рисунке 3 показаны зависимости вероятности перевода трещин в неопасное состояние при увеличении количества импульсов до 12 (зависимость № 1) и 15 (зависимость № 2).

Из анализа полученных зависимостей следует, что с увеличением количества импульсов вероятность перевода трещин в неопасное состояние резко возрастает. Это связано с рядом факторов: облегчается пластическое деформирование при прогреве материала; возрастает вероятность релаксации напряжений и закруглений вершины трещины при повторном сжатии; испаряется поверхностный трещиноватый слой материала; часть материала в поверхностном слое образца плавится. Для серии из 10 лазерных импульсов вероятность перевода дефектной области в неопасное состояние приближается к 100% для трещин с углом раскрытия менее 7° . Для серии из 12 и 15 лазерных импульсов для угла раскрытия 12° переходит в неопасное состояние соответственно 65% и 82% дефектных областей.

Можно предположить, что уже при серии из 10 – 12 импульсов эффективность перевода дефектных областей и трещин в неопасное состояние фактически перестает расти (если пренебречь исчезновением трещин в расплавленном слое материала). Удастся устранить все опасные дефекты и

трещины с малым углом раскрытия, ориентированные параллельно поверхности образца (в условиях моделирование не учитываем наличие газа в дефектных областях). На практике количество дефектов может несколько возрасти после резкого охлаждения материала и возникновения механических напряжений.

Полученные зависимости свидетельствуют о неэффективности проведения селективной лазерной обработки слишком большими сериями импульсов. С одной стороны, при этом достигается «насыщение» и количество устраненных концентраторов напряжений и дефектов практически перестает возрастать. С другой стороны, данный механизм воздействия не влияет на трещины со слишком большими углами раскрытия, а также ориентированные под значительными углами к поверхности образца. Кроме того, с увеличением количества импульсов в серии значительная часть материала плавится, а в остальной проходят процессы кристаллизации/рекристаллизации, и назвать такое воздействие селективным уже нельзя [159].

Полученные результаты находят косвенное экспериментальное подтверждение. В частности, при обработке серией лазерных импульсов аморфно-нанокристаллического металлического сплава 82К3ХСР отмечено двух-трехкратное возрастание пластических свойств материала при сохранении высокой микротвердости. При увеличении серии лазерных импульсов до 12 – 15 наблюдается формирование оплавленного слоя, а в остальном материале, по данным рентгеноструктурного анализа, начинаются процессы рекристаллизации, что в целом подтверждает результаты компьютерного моделирования.

Таким образом, определены зависимости вероятности перевода трещин в неопасное состояние (трещины в поверхностном слое материала, ориентированные параллельно поверхности) от угла их раскрытия и количества импульсов. Показано, что с увеличением количества импульсов вероятность данного процесса возрастает.

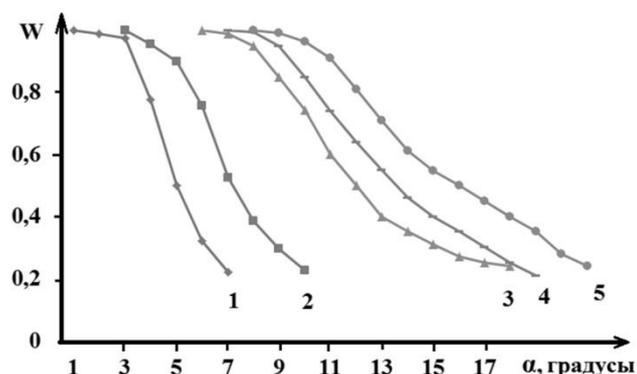


Рисунок 4.2 – Зависимости вероятности перехода в неопасное состояние трещин с различными углами раскрытия при обработке разными количествами импульсов: 1 – при однократном лазерном импульсе; 2 – при 5 импульсах; 3 – при 10 импульсах; 4 – при 12 импульсах; 5 – при 15 импульсах

Однако при увеличении количества импульсов в серии сверх 12 – 15 эффективность данного процесса для трещин с углами раскрытия менее 10° существенно не возрастает, одновременно возрастает доля расплавленного и рекристаллизовавшегося материала (рисунок 4.3). Лазерная обработка теряет свою селективность.

Предложенный алгоритм для компьютерного моделирования позволяет определять оптимальные параметры лазерной обработки, при которых залечивание трещин происходит селективно, т. е., не меняя структуру и свойства остального материала.

4.2. Изменения вязкости микроразрушения на локальных участках нанокристаллического металлического сплава, подвергнутого обработке серией лазерных импульсов

Аморфно-нанокристаллический сплав 82К3ХСР имеет сложный химический состав, а многообразие кристаллических решеток нанокристаллов не всегда позволяет их идентифицировать при рентгеноструктурном анализе [107, 170]. Проблемы расшифровки рентгенограмм касаются не только сплава 82К3ХСР, но и других многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов [7]. В настоящее время неиз-

вестен химический состав межзеренной прослойки и многих кристаллитов. Неизвестна кристаллическая решетка кристаллитов, так как рентгеноструктурный анализ только лишь позволяет сделать предположения о структуре многокомпонентного сплава.

В работе [107] была сделана попытка анализа метастабильных фаз, формирующихся в сплаве 82К3ХСР при изотермическом отжиге. Идентифицировать метастабильные фазы не удалось, так как существует слишком много кристаллических структур, которые могут (в совокупности) давать фиксируемые рентгенограммы. Удалось сделать только качественный анализ фазового состава. Рентгенограммы свидетельствуют о наличии структур, схожих со структурами гексагонального кобальта, кубического кобальта, Co_2Si , VCo_2 , V_7Co_{13} и пр. Таким образом, в настоящее время невозможно строгое решение задачи компьютерного моделирования перевода трещин в неопасное состояние из-за слишком большого количества неизвестных факторов.

Таким образом, феноменологический подход к моделированию, использованный в параграфе 4.1, является вынужденным, а его результаты, так же как и результаты моделирования, полученные в третьей главе, нуждаются в экспериментальной верификации. В связи с тем, что в третьей главе при разработке модели использовали некоторые упрощения, то при планировании экспериментов, направленных на проверку предсказаний модели, был сформулирован ряд требований к проведению экспериментов.

В параграфе 3.4 компьютерным моделированием показано, что при воздействии лазерных импульсов с частотой 10 Гц не происходит прогрева материала до температур, при которых возможен запуск процессов рекристаллизации/кристаллизации (очевидно, за исключением поверхностного слоя толщиной несколько микрометров). Следовательно, при частоте воздействия лазерных импульсов, равной 10 Гц, можно проводить обработку образца достаточно большим количеством лазерных импульсов (в качестве

лимитирующего фактора рассматривается испарение материала). В п параграфе 3.2 показано, что увеличение частоты до 200 Гц и количества импульсов до 15 будет приводить к принципиально другому тепловому режиму, нагреву образца до температур, при которых начинаются процессы кристаллизации/рекристаллизации. При этом неизбежно разрушается наноструктурное состояние в значительной части образца и теряется избирательность лазерной обработки. В связи с тем, что использованная модель имела ряд допущений, при проведении эксперимента использовали частоту импульсов не 10 Гц (как в при моделировании), а 7 Гц.

Используемая в работе лазерная установка не позволяет обрабатывать материал с частотой более 50 Гц. Однако для того, чтобы при частоте 50 Гц реализовать тепловой режим, схожий с тепловым режимом, реализующимся при частоте 200 Гц, можно увеличить площадь облучения с одновременным использованием лазерных импульсов с максимальной мощностью (100 мДж).

В результате обработки образца, отожженного при температуре 845 К серией из 30 лазерных импульсов с частотой 7 Г, были получены следующие результаты: вязкость микроразрушения ε , определяемая в центре области обработки, определенная по методике, предложенной во второй главе, возрастает с 1,15 до 2. Микротвердость снижается с 14 ГПа до 12 ГПа и далее остается неизменной (рисунок 4.3, а, б).

В случае перегрева образца, вызванного воздействием серии лазерных импульсов, следует ожидать падения микротвердости вследствие рекристаллизации и разрушения нанокристаллического состояния. Экспериментально установлено, что в случае облучения одной области серией 30 импульсов с частотой 50 Гц и максимальной энергией (100 мДж) вязкость микроразрушения возрастает с 1,15 до 6, а микротвердость снижается с 14 до 6,5 ГПа (рисунок 4.4, а, б).

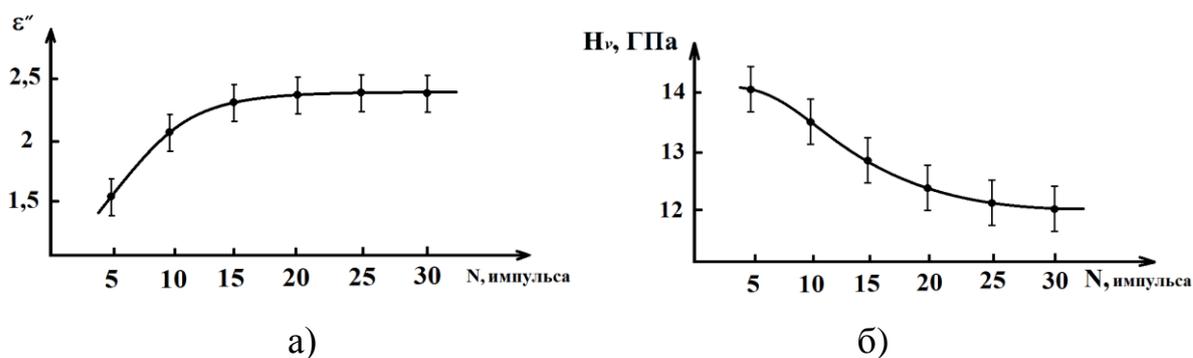


Рисунок 4.3 – Изменение механических характеристик образца, подвергнутого обработке серией лазерных импульсов с частотой 7 Гц. Наблюдается «оптимизация» механических характеристик: возрастание вязкости микроразрушения (а) при незначительном снижении микротвердости (б)

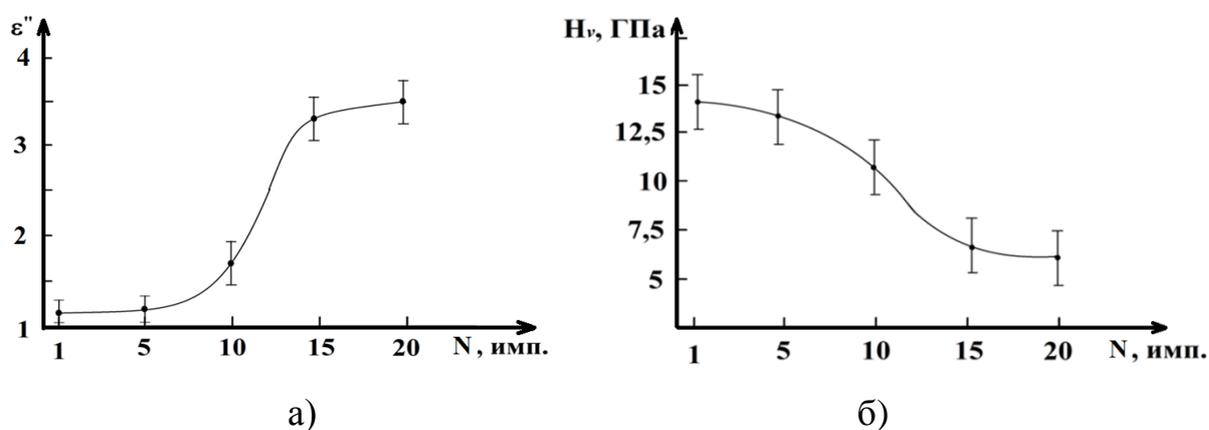


Рисунок 4.4 – Рост вязкости микроразрушения (а) сопровождается резким снижением микротвердости (б) после лазерной обработки

В том случае, если феноменологическая модель, рассмотренная в параграфе 4.1, адекватно отражает происходящие в материале процессы, то повышение вязкости микроразрушения при воздействии на материал серии импульсов с частотой 7 Гц обусловлено переводом части дефектных областей в неопасное состояние и релаксацией механических напряжений. Значительного повышения температуры образца не происходит, как следствие, материал должен оставаться нанокристаллическим, а лазерное воздействие можно считать селективным. С другой стороны, после воздействия 15 – 20 импульсов дальнейших (существенных) изменений механических свойств не наблюдается. Это может быть связано с тем, что обработка в результате воздействия 20 импульсов уже затронула все те дефект-

ные области, которые могли изменить свое состояние при данных условиях воздействия (давление, температура).

Воздействие серии лазерных импульсов с частотой 50 Гц приводит к чрезмерному перегреву материала. Именно этим можно объяснить падение микротвердости – материал, по-видимому, уже не является нанокристаллическим. Вязкость микроразрушения возрастает, однако из-за сильного снижения микротвердости изменение комплекса свойств нельзя считать оптимальным, вероятно, разрушено и нанокристаллическое состояние. При таком режиме обработки не удастся повысить пластические свойства при сохранении высокой микротвердости, а вероятный запуск процессов рекристаллизации не позволяет считать такую лазерную обработку селективной.

Таким образом, экспериментальные данные в целом подтверждают результаты компьютерного моделирования, выполненного в третьей и четвертой главах.

4.3. Изменение механических свойств лазерно-обработанных участков аморфно-нанокристаллических образцов

В данном параграфе приведены результаты экспериментального определения оптимальных режимов лазерной обработки аморфно-нанокристаллического металлического сплава на основе выводов полученных при обсуждении результатов компьютерного моделирования. Округлую область материала подвергали воздействию серии из 25 лазерных импульсов с частотой 15 Гц, диаметр зоны обработки 300 мкм. Образец был предварительно отожжен при температуре 830 К.

При использованных режимах лазерной обработки наблюдается одновременное повышение пластичности и коэффициента вязкости микроразрушения (подробно обсуждение данного коэффициента и методики его измерения приведены в [125]). Наибольший интерес имеют случаи одновременного возрастания микротвердости коэффициента вязкости микроразрушения (рисунок 4.5).

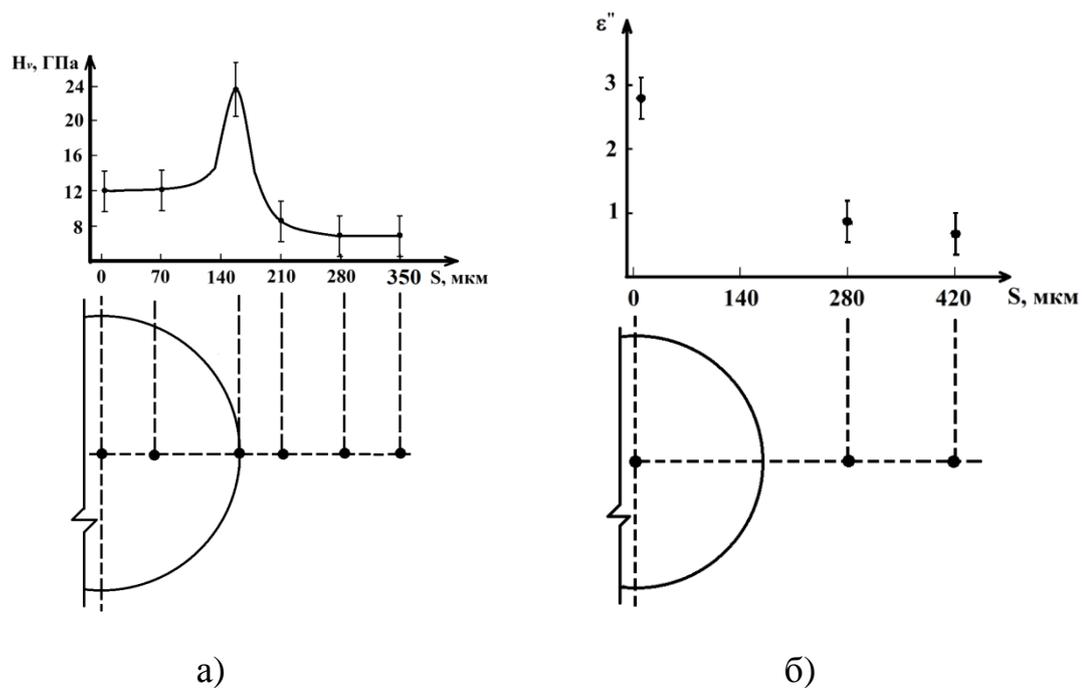


Рисунок 4.5 – а) Изменение микротвердости в зависимости от расстояния до центра округлой зоны лазерного облучения. Максимальное значение микротвердости наблюдается на границе области облучения; б) Изменение коэффициента вязкости микроразрушения

Изменение микротвердости зависит от расстояния до центра области облучения. Значительное возрастание микротвердости на границе зоны облучения связано с несколькими факторами. Происходит формирование наплава из расплавленного материала, вытесняемого из центра области облучения. Это приводит к увеличению толщины образца и формированию композитной структуры из твердого и хрупкого основания с пластичным покрытием. В результате существенно возрастает микротвердость.

Одновременное возрастание микротвердости и вязкости микроразрушения наблюдается и в центральных областях зоны обработки. Оно не может быть связано с увеличением толщины образца и формированием композита. Одновременное возрастание микротвердости и вязкости микроразрушения может быть обусловлено релаксацией механических напряжений и частичным залечиванием дефектов.

4.4. Выводы по четвертой главе

1. Селективность воздействия лазерного излучения на дефектные области аморфно-нанокристаллического металлического сплава теряется при перегреве последнего. Перегрев происходит при чрезмерном увеличении частоты (энергии) импульсов и/или площади облучаемой поверхности. Длительный перегрев может вызвать разрушение аморфно-нанокристаллического состояния. Наблюдаемый экспериментально рост вязкости микроразрушения при снижении микротвердости свидетельствует о том, что при таких режимах обработки не удаётся получить оптимальное соотношение механических свойств – сочетание высокой микротвердости и высокой вязкости микроразрушения.

2. Использование низкой частоты импульсов (5 – 10 Гц) позволяет повысить вязкость микроразрушения при незначительном снижении микротвёрдости. Указанный режим обработки позволяет сохранить избирательность воздействия лазерного излучения на материал, однако не удается значительно повысить пластические свойства материала.

3. Причины одновременного возрастания микротвёрдости и пластичности аморфно-нанокристаллического сплава после лазерной обработки: 1) перевод дефектных областей под действием лазерных импульсов в неопасное состояние; 2) релаксация механических напряжений в вершине трещин.

Вероятность перевода в неопасное состояние выше для наиболее опасных трещин с малым углом раскрытия, и, следовательно, высокими механическими напряжениями в вершине.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Экспериментально подтверждено избирательное воздействие лазерного нагрева на поверхность аморфно-нанокристаллического материала, приводящее к повышению вязкости микроразрушения при сохранении исходной структуры. Методом компьютерного моделирования показано, что при импульсном лазерном нагреве имеет место совместное воздействие механических напряжений и повышения температуры, приводящее к уменьшению остроты микротрещин и, следовательно, снижению уровня концентрации механических напряжений в их вершинах.

2. Разработана и апробирована методика измерения вязкости микроразрушения хрупких материалов и покрытий (как металлических, так и полимерных) путем анализа картин микроразрушения материала при вдавлении сферического индентора, которая позволяет исследовать вязкость микроразрушения более хрупких материалов, чем применяемая методика, основанная на локальном нагружении пирамидкой Виккерса. Экспериментально определены требования, при учете которых возможно определение микротвердости и вязкости микроразрушения, в частности, при индентировании участков, расположенных вблизи пор или локальных отслоений образца от подложки.

3. Экспериментально установлены закономерности изменения микротвердости и вязкости микроразрушения аморфно-нанокристаллического металлического сплава при воздействии серии лазерных импульсов. Установлены условия обработки, при которых рост вязкости микроразрушения при селективной лазерной обработке сочетается с сохранением высокого уровня микротвердости. Например, при плотности мощности $4 \cdot 10^8$ Вт/м²; толщине образца 30 мкм и частоте следования импульсов 20 – 25 Гц для нанокристаллического сплава $\text{Co}_{71,66} \text{B}_{4,73} \text{Fe}_{3,38} \text{Cr}_{3,14} \text{Si}_{17,09}$ оптимальное количество импульсов равно 12–13.

4. Показано, что факторами, определяющими вероятность перевода трещин (ориентированных параллельно поверхности) в неопасное состояние, являются углы их раскрытия, параметры лазерного импульса, а также количество и частота следования лазерных импульсов.

5. Определены оптимальные режимы лазерной обработки тонких лент аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, при которых сохраняется наноструктурное состояние материала. Определен тепловой режим образцов при различной частоте обрабатываемых импульсов, а также определено эффективное количество импульсов при заданной плотности мощности лазера, при котором происходит равномерный прогрев образца.

6. Обнаружено, что с увеличением количества импульсов при частоте, выше критической, вероятность перехода трещин в неопасное состояние резко возрастает, но возрастает и опасность неконтролируемой потери аморфно-нанокристаллического состояния – т. е. потери селективности лазерной обработки. При низкой частоте следования импульсов увеличение количества импульсов и времени обработки существенно не влияет на параметры трещин.

7. Разработанная методика компьютерного моделирования была использована при выявлении специфики лазерного нагрева при сварке стальных образцов марки X19H6Г9АМ2, полученные результаты согласуются и подтверждаются экспериментами.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Овидько, И. А.** Теории роста зерен и методы его подавления в нанокристаллических и поликристаллических материалах / И. А. Овидько // Институт проблем машиноведения РАН. – Санкт-Петербург. – 2009. – № 8. – С. 174 – 199.
2. **Манохин, А. И.** Аморфные сплавы / А. И. Манохин, Б. С. Митин, В. А. Васильев, А. В. Ревякин // *Металлургия*. – 1984. – 160 с.
3. **Фельц, А.** Аморфные и стеклообразные неорганические твердые тела / А. Фельц // *Мир*. – 1986. – 558 с.
4. **Фетисов, Г. В.** Синхротронное излучение. Методы исследования структуры веществ / Г. В. Фетисов // *Физматлит*. – 2007. – 672 с.
5. **Васильев, Д. М.** Дифракционные методы исследования структур / Д. М. Васильев // *Металлургия*. – 1977. – 248 с.
6. **Глезер, А. М.** Механическое поведение аморфных сплавов / А. М. Глезер, И. Е. Пермякова, В. Е. Громов, В. В. Коваленко // Изд-во СибГИУ. – Новокузнецк. – 2006. – 416 с.
7. **Абросимова, Г. Е.** Эволюция структуры аморфных сплавов / Г. Е. Абросимова // *Успехи физических наук*. – 2011. – Т. 181, № 12. – С. 1265 – 1281.
8. **The formation** of nanocrystalline structure in amorphous Fe-Si-B alloy by severe plastic deformation / G. E. Abrosimova, A. S. Aronin, S. V. Dobatkin et. al. // *Journal of Metastable and nanocrystalline Materials*. – 2005. – V. 24–25. – P. 69 – 72.
9. **Ушаков, И. В.** Влияние лазерной обработки на микротвердость и особенности разрушения тонких лент аморфно-нанокристаллического металлического сплава / И. В. Ушаков, И.С. Сафронов // *Физика и химия обработки материалов*. – 2013. – № 2. – С. 11 – 15.
10. **Сафронов, И. С.** Выявление механизмов формирования механических свойств тонкой ленты металлического сплава при импульсной

лазерной обработке: диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук / И. С. Сафронов. – Великий Новгород, 2013. – 190 с.

11. **Ушаков, И. В.** Механические испытания тонких лент металлического стекла инденторами различной геометрической формы / И. В. Ушаков, В. М. Поликарпов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2007. – Т. 69, № 7. – С. 43 – 47.

12. **Зайченко, С. Г.** Методика определения механических характеристик аморфных лент при испытании на изгиб / С. Г. Зайченко, В. Т. Борисов, В. В. Минин // Заводская лаборатория. – 1989. – Т. 55, № 5. – С. 76 – 79.

13. **Розенберг, С. Э.** Дефекты структуры диффузионно упрочненных изделий: монография / С. Э. Розенберг, А. А. Сусин. // Беларусь. наука. – Минск. – 1997. – 224 с.

14. **Механические** свойства аморфных металлических сплавов / Д. Ю. Федотов, В. А. Федоров, Т. Н. Плужников и др. // Вестник Тамбовского государственного университета. – Тамбов. – 2012. – Т. 17, № 1. – С. 139 – 143.

15. **Большаков, В. И.** Структурная теория упрочнения конструкционных сталей и других материалов: монография / В. И. Большаков, Л. И. Тушинский // Днепропетровск: Изд-во Свидлер – 2010. – 482 с.

16. **Глезер, А.М.** Аморфно-нанокристаллические сплавы / А.М. Глезер, Н.А. Шурыгина // М.: Физматлит. – 2013. – 452 с.

17. **Лихачев, В. А.** Принципы организации аморфных структур / В. А. Лихачев, В. Е. Шудегов. – СПб.: Изд-во Санкт-Петербургского государственного университета, 1999. – 228 с.

18. **Золотухин, И. В.** Аморфные металлические сплавы / И. В. Золотухин, Ю. Е. Калинин // Успехи физических наук. – 1990. – Т. 160, № 9. – С. 75 – 110.

19. **Вьюгов, П. Н.** Металлические стекла / П. Н. Вьюгов, А. Е. Дмитренко // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (14). – Харьков. – 2004. – С. 185 – 191.
20. **Люборский, Ф. Е.** Аморфные металлические сплавы / Ф. Е. Люборский // Metallurgia. – 1987. – 583 с.
21. **Андриевский, Р. А.** Наноструктурные материалы / Р. А. Андриевский, А. В. Рагуля // Академия. – 2005. – 192 с.
22. **Петров, А. Л.** Структура и свойства неупорядоченных твердых тел / А. Л. Петров, А. А. Гаврилюк, С. М. Зубрицкий. – Иркутск: Иркутский государственный университет. – 2004. – 70 с.
23. **Маранц, А. В.** Получение покрытий методом холодного напыления с последующей лазерной обработкой / А. В. Маранц, А. А. Сова, В. К. Нарва, И. Ю. Смуров // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. – № 8. – С. 21 – 28.
24. **Гочжун, Цао** Наноструктуры и наноматериалы. Синтез, свойства и применение / Цао Гочжун, Ин Ван. - М.: Научный мир, 2012. - 515 с.
25. **Алымов, М. И.** Порошковая металлургия нанокристаллических материалов: монография / М. И. Алымов; отв. ред. Ю. К. Ковнеристый // Наука (ИМЕТ РАН им. А. А. Байкова). – 2007. – 168 с.
26. **Попов, В. А.** Нанопорошки в производстве композитов / В. А. Попов, А. Г. Кобелев, В. Н. Чернышев. – М.: Интермет Инжиниринг, 2007. – 336 с.
27. **Андриевский, Р. А.** Прочность наноструктур / Р. А. Андриевский, А. М. Глезер // Успехи физических наук. – 2009. – Т. 179, № 4. – С. 337 – 358.
28. **Исследование** тонкой структуры для аморфных сплавов системы Fe–Si–В на начальных стадиях кристаллизации / Е. Н. Власова, Н. Б. Дьяконова, И. В. Лясоцкий и др. // ФММ. – 1998. – Т. 85., № 4. – С. 129.
29. **Бетехтин, В. И.** Пористость и механические свойства твердых тел / В. И. Бетехтин // Вестник Тамбовского государственного универси-

тета. Серия: естественные и технические науки. – 1998. – Т. 3. Вып. 3. – С. 209 – 210.

30. **Голубок, Д. С.** Структурные изменения в аморфном сплаве $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_2\text{Si}_{14}\text{B}_7$ после облучения нейтронами / Д. С. Голубок // Тезисы докладов XIV Международной научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов 2007». – Москва. – 2007. – С. 55 – 57.

31. **Структурная** релаксация и релаксация напряжений в металлических стеклах / Г. А. Дзюба, И. В. Золотухин; А. Т. Косилов, В. А. Хоник // Физика твердого тела. – 1991. – Т. 33, № 11. – С. 3393 – 3399:

32. **Bernal, J. D.** The structure of liquids / J. D. Bernal // Sci. Amer. – 1960. – V. 203. – P. 124 – 132.

33. **Кобелев, Н. П.** Исследование необратимой структурной релаксации в объемном металлическом стекле Pd-Cu-Ni-P / Н. П. Кобелев, Е. Л. Колыванов, В. А. Хоник // Физика твердого тела. – 2006. – Т. 48, Вып. 3. – С. 389 – 395.

34. **Покатилов, В. С.** Ближний атомный порядок в аморфных сплавах Fe-B / В. С. Покатилов // Металлофизика. – 1983. – Т. 5, № 6. – С. 96 – 100.

35. **Образование** и структура нанокристаллов в массивном металлическом стекле $\text{Zr}_{50}\text{Ti}_{16}\text{Cu}_{15}\text{Ni}_{19}$ / Г. Е. Абросимова, А. С. Аронин Д. В. Матвеев, В. В. Молоканов // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46, Вып. 12. – С. 2119 – 2123.

36. **Огородников, В. В.** Деформация и разрушение сферических нанокристаллов ОЦК металлов при всестороннем растяжении / В. В. Огородников // Материалы XX Всероссийской конференции по численным методам решения задач теории упругости и пластичности. – Кемерово. – 2007. – С. 7-22.

37. **Гуткин, М. Ю.** Физическая механика деформируемых наноструктур / М. Ю. Гуткин, И. А. Овидько. – СПб.: Янус, 2003. – 194 с.

38. **Лясоцкий, И. В.** Новые метастабильные фазы, обнаруженные при кристаллизации аморфных сплавов на основе Fe–В, Р / И. В. Лясоцкий, Д. Л. Дьяконов, Н. Б. Дьяконова // ДАН. – 1992. – Т. 324, № 4. – С. 794 – 800.
39. **Андриевский, Р. А.** Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. II. Механические и физические свойства / Р. А. Андриевский, А. М. Глезер // Физика металлов и металловедение. – 2000. – Т. 89, № 1. – С. 91 – 112.
40. **Структура** и механические свойства покрытий на основе карбонитрида при агнетронном напылении в условиях ионнолучевой обработки / В. П. Сергеев, М. В. Федорищева, А. В. Воронов, О. В. Сергеев // Перспективные материалы. – 2005. – № 5. – С. 72 – 77.
41. **Поздняков В. А.** Особенности механического поведения наноструктурных материалов, полученных кристаллизацией аморфных сплавов / В. А. Поздняков. – М.: Материаловедение. – 2003. – № 2. – С. 32 – 38.
42. **Ван-Флек, Л.** Теоретическое и прикладное материаловедение / Л. Ван-Флек. – М.: Атомиздат, 1975. – 472 с.
43. **Овидько, И. А.** Дефекты в конденсированных средах: стеклах, кристаллах, квазикристаллах, жидких кристаллах, магнетиках, сверхтекучих жидкостях / И. А. Овидько. – М.: Знание, 1991. – 247 с.
44. **Начальные** стадии распада аморфной фазы в массивном металлическом стекле Cr–Cu–Ti / Г. Е. Абросимова, А. С. Аронин, А. Ф. Гуров и др. // Физика твердого тела. – 1999. – Т. 41, № 7. – С. 1129 – 1133.
45. **Роль** диффузно-контролируемых процессов в формировании структуры и свойств металлических наноматериалов / Ю. Р. Колобов, А. Г. Липницкий, М. Б. Иванов, Е. В. Голосов // Композиты и наноструктуры. – Черноголовка. – 2009. – № 2. – С. 5 – 24.
46. **Соотношение** Холла – Петча в нано- и микрокристаллических металлах, полученных методами интенсивного пластического деформирования / А. В. Нохрин, В. Н. Чувильдеев, В. И. Копылов и др. // Вестник

Нижегородского государственного университета. – Нижний Новгород. – 2010. – № 5 (2). – С. 142 – 146.

47. **Определение** механических свойств аморфных сплавов Fe–Ni–P / А. П. Семин, А. М. Глезер, В. В. Коваленко и др. // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2003. – Т. 8, № 4. – С. 577 – 579.

48. **Золотаревский, В. С.** Механические свойства металлов / В. С. Золотаревский // Издательство МИСиС. – 1998. – 400 с.

49. **Формирование** структуры и механических свойств конструкционной стали при холодной пластической деформации методом радиальнойковки / А. С. Перцев, Д. О. Панов, Ю. Н. Симонов, А. И. Смирнов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2014. – № 1. – С. 32 – 38.

50. **Прусаков, Б. А.** Проблемы материалов в XXI веке (обзор) / Б. А. Прусаков // Металловедение и термообработка металлов. – 2001. – № 1. – С. 3 – 5.

51. **Исследование** влияния структурно-фазовых изменений при интенсивной пластической деформации и термической обработки на свойства сталей / Н. Д. Петрова, П. П. Петров, А. А. Платонов и др. – Тольятти: Изд-во ТГУ, 2007. – С. 363 – 365.

52. **Влияние** термической и термомеханической обработок на структуру и свойства конструкционных азотсодержащих сталей / Л. М. Капуткина, В. Г. Прокошкина, А. Г. Свяжин и др. // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. – Москва. – 2009. – № 9. – С. 12 – 16.

53. **Гуткин, М. Ю.** Дефекты и механизмы пластичности в наноструктурных и металлических материалах / М. Ю. Гуткин, И. А. Овидько. – СПб.: Изд-во Логос, 2001. – 178 с.

54. **Херман, М.** Полупроводниковые сверхрешетки: Пер. с англ. / М. Херман. – М.: Мир, 1989. 240 с.

55. **Силин, А. П.** Полупроводниковые сверхрешетки / А. П. Силин // Успехи физических наук. – 1985. Т. 147, Вып. 3. С. 485 – 521.
56. **Гратиа, Д.** Квазикристаллы / Д. Гратиа // Успехи физических наук. – 1988. Т. 156, Вып. 2. С. 347 – 364.
57. **Мадисон, А. Е.** Симметрия квазикристаллов / А. Е. Мадисон // Физика твердого тела. – 2013. Т. 55, Вып. 4. С. 784 – 796.
58. **Вскилов, Ю. Х.** Квазикристаллы / Ю. Х. Вскилов, М. А. Черников // Успехи физических наук. – 2010. Т. 180, Вып. 6. С. 561 – 586.
59. **Петров, Ю. В.** Релаксационный механизм пластического деформирования и его обоснование на примере явления зуба текучести в нитевидных кристаллах / Ю. В. Петров, И. Н. Бородин // Физика твердого тела. – 2015. Т. 57, Вып. 2. – 336 – 341.
60. **Надгорный, Э. М.** Нитевидные кристаллы с прочностью, близкой к теоретической / Э. М. Надгорный, Ю. М. Осипьян, М. Д. Перкас, В. М. Розенберг // Успехи физических наук. – 1959. Т. LXVII, Вып. 4. – С. 625 – 662.
61. **Бережкова, Г. В.** Нитевидные кристаллы / Г. В. Бережкова. – М.: Наука, 1969. 158 с.
62. **Котречко, С. А.** Особенности пластической деформации нанокристаллов молибдена / С. А. Котречко, А. В. Филатов, А. В. Овсянников // Металлофизика и новейшие технологии. – 2004. – Т. 26, № 11. – С. 1475 – 1481.
63. **Глезер, А. М.** Пластическая деформация нанокристаллических материалов / А. М. Глезер // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2006. – № 2. – С. 39 – 43.
64. **Гуткин, М. Ю.** Предел текучести и пластическая деформация нанокристаллических материалов / М. Ю. Гуткин, И. А. Овидько // Успехи механики. – 2003. – Т. 2, № 1. – С. 68 – 125.
65. **Головнева, Е. И.** Исследование механических свойств и динамического разрушения бездефектных нанокристаллов: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.02.03 / Е. И. Головнева. – Новосибирск. – 2003. – 192 с.

66. **Михайлов, Б.П.** Плавление, аморфизация и рекристаллизация $(\text{Bi,Pb})_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+\delta}$, содержащего наноразмерные добавки карбидов, нитридов и оксидов / Б.П. Михайлов, В.Н. Кукин // Фазовые переходы, упорядоченное состояние и новые материалы. – 2008. – № 12. – С. 23 – 28.

67. **Влияние** температурной обработки на скорость звука и упругие модули в объемном металлическом стекле Zr-Cu-Ni-Al-Ti / Г. Е. Абросимова, Н. П. Кобелев, Е. Л. Колыванов, В. А. Хоник // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46, Вып. 10. – С. 1797 – 1800.

68. **Федоров, В. А.** Влияние отжига на кинетику процессов охрупчивания аморфных сплавов / В. А. Федоров, А. В. Яковлев, А. Н. Капустин // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2008. – № 8 (638). – С. 39 – 41.

69. **Изменение** упругих характеристик объемного Zr-Cu-Ni-Al-Ti при термической обработке / Г. Е. Абросимова, Н. П. Кобелев, Е. Л. Колыванов и др. // Физика твердого тела. – 2006. – Т. 48, Вып. 11. – С. 1970 – 1973.

70. **Влияние** отжига на избыточный свободный объем и прочность аморфных сплавов / В. И. Бетехтин, Е. Л. Елиханданов, А. Т. Кадомцев и др. // Физика твердого тела. – 2000. – Т. 42, Вып. 8.1. – С. 1420 – 1424.

71. **Зайченко, С. Г.** Влияние поверхностной кристаллизации на напряженное состояние в лентах аморфных металлических сплавов на основе железа / С. Г. Зайченко, В. М. Качалов // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1994. – № 3. – С. 119 – 126.

72. **Бетехтин, В. И.** Врожденная субмикropористость и кристаллизация аморфных сплавов / В. И. Бетехтин, А. Г. Кадомцев, О. В. Толочко // Физика твердого тела. – 2001. – Т. 43, Вып. 10. – С. 1815 – 1820.

73. **Леонтьев, П. А.** Лазерная поверхностная обработка металлов и сплавов / П. А. Леонтьев, М. Г. Хан, Н. Т. Чекалова. // Металлургия. – 1986. – 142 с.

74. **Яковлев, Е. Б.** Взаимодействие лазерного излучения с веществом (силовая оптика) / Е. Б. Яковлев, Г. Д. Шандыбина. СПб.: ГУ ИТМО. – 2011. – Ч. 2. – 184 с.

75. **Модификация** конструкционных материалов импульсными плазменными потоками / А. Н. Бандура, И. Е. Гаркуша, О. В. Бырка, В. А. Махлай // Взаимодействие излучений с твердым телом: 9-ая Международная конференция. – Минск. – 2011. – С. 186 – 188.

76. **Григорьянц, А. Г.** Основы лазерной обработки материалов / А. Г. Григорьянц. – М.: Машиностроение, 1989. – 304 с.

77. **Карпуша, В. Д.** Взаимосвязь оптических свойств при поверхностных слоях и объемных характеристик аморфных сплавов / В. Д. Карпуша, У. С. Щвец // Физика твердого тела. – 2007. – Т. 49, Вып. 3. – С. 465–466.

78. **Смирнов, М. А.** Лазерный нагрев / М. А. Смирнов, В. М. Счастливец, Л. Г. Журавлев // Основы термической обработки стали. – Екатеринбург. – 1999. – С. 376 – 385.

79. **Макаров, Г. Н.** Применение лазеров в нанотехнологии: получение наночастиц и наноструктур методами лазерной абляции и лазерной нанолитографии / Г. Н. Макаров // Успехи физических наук. – 2013. – Т. 183. – С. 675 – 719.

80. **Лазерный** нагрев и структура стали / В. Д. Садовский, В. М. Счастливец, Т. И. Табачникова, И. Л. Яковлева. – УрО АН СССР. – Свердловск. – 1989. – 100 с.

81. **Анисимов, С. И.** Избранные задачи теории лазерной абляции / С. И. Анисимов, Б. С. Лукьянчук // Успехи физических наук. – 2002. – Т. 172, № 3. – С. 301 – 333.

82. **Нарва, В. К.** Изучение процесса лазерной наплавки порошковых смесей «сталь–карбид титана» на стальную подложку / В. К. Нарва, А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрина. – Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2012. – № 4. – С. 25 – 32.

83. **Laser** post – treatment effect on intermetallic compound formation in cold spray multicomponent coatings / A. Marants, I. Kovaleva, A. Sova, I. Smurov // Proceedings of 26th conference on surface modification technology. – Lyon. France. – June 20th – 22th. 2012. – P. 26 – 27.

84. **Новиченко, Д. Ю.** Лазерная аддитивная технология изготовления покрытий и деталей из композиционного материала / Д. Ю. Новиченко, А. Г. Григорьянц, И. Ю. Смуров // Известия ВУЗов. Машиностроение. – 2011. – № 7. – С. 12 – 24.

85. **Сравнение** свойств материалов сталь – TiC, полученных методами лазерных технологий и порошковой металлургии / А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрин, И. А. Ядройцев и др. // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2013. – № 1. – С. 22 – 26.

86. **Коротеев, Н.И.** Физика мощного лазерного излучения / Н. И. Коротеев, И. Л. Шумай. – М.: Наука, 1991. 312 с.

87. **Григорьянц, А. Г.** Технические процессы лазерной обработки / А. Г. Григорьянц, И. Н. Шиганов, А. И. Мисюров. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана. – 2006. – 664 с.

88. **Григорьянц, А.Г.** Основы лазерной обработки материалов / А.Г. Григорьянц. - М.: Машиностроение, 1989. - 304 с.

89. **Делоне, Н.Б.** Взаимодействие лазерного излучения с веществом: учебное руководство / Н.Б. Делоне. - М.: Наука, 1989. - 280 с.

90. **Действие** излучения большой мощности на металлы / С. И. Анисимов, Я. А. Имас, Г. С. Романов, Ю. В. Ходыко. – М.: Наука, 1970. – 272 с.

91. **Веденов, А. А.** Физические процессы при лазерной обработке материалов / А. А. Веденов, Г. Г. Гладуш. – М.: Энергоатомиздат, 1985. – 311 с.

92. **Ананьин, О.Б.** Лазерная плазма. Физика и применение / О.Б. Ананьин, Ю.В. Афанасьев, Ю.А. Быковский, О.Н. Крохин. - М.: МИФИ, 2003. - 400 с.

93. **Фортов, В. Е.** Физика неидеальной плазмы / В. Е. Фортов, А. Г. Храпак, И. Т. Якубов. – М.: Физматлит, 2004. – 528 с.

94. **Галенко, П.К.** Высокоскоростная кристаллизация конструкционной стали при лазерной обработке поверхности / П. К. Галенко, Е. В. Харанжевский, Д. А. Данилов // Журнал технической физики. – 2002. Т. 72, № 5. С. 48-55.

95. **Нарва, В. К.** Лазерная наплавка материалов карбид титана–сталь на стальную подложку / В. К. Нарва, А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрин // Материалы и покрытия в экстремальных условиях: материалы докладов 7-й Международной конференции. – Кацивели. – 2012. – С. 107.

96. **Яковлев, А. В.** Влияние теплового и лазерного воздействия на механические свойства аморфных металлических сплавов / А. В. Яковлев, А. Н. Капустин, В. А. Федоров // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2007. – № 1. – С. 66 – 71.

97. **Ивочкин, А. Ю.** Околокритические состояния и фазовые переходы, индуцированные лазерным излучением наносекундной длительности на поверхности металлов, механически нагруженной слоем прозрачного диэлектрика: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.21 / А. Ю. Ивочкин. – Москва, 2010. – 117 с.

98. **Бахарев, М. С.** Структура и прочность материалов при лазерных воздействиях / М. С. Бахарев, Л. И. Миркин, С. А. Шестериков, М. А. Юмашева. М.: Изд-во МГУ. – 1988. 224 с.

99. **Силин В. П.** Поглощение излучения турбулентной лазерной плазмой / В. П. Силин // Успехи физических наук. – 1985. Т. 145, С. 225 – 253.

100. **Маранц, А. В.** Разработка и исследование процессов лазерной обработки композиционных материалов сталь СПН14А7М5-TiC: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06 / А. В. Маранц. – Москва, 2013. – 120 с.

101. **Нарва, В. К.** Получение функционально – градиентных покрытий на основе титана методом лазерной наплавки / В. К. Нарва, А. В. Маранц // 6-я Международная конференция «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий». – Большая Ялта. – 2010. – С. 114.

102. **Лазерная** обработка спеченной порошковой стали СПН14А7М5 / А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрина, И. А. Ядройцева, В. К. Нарва и др. // Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2013. – № 2. – С. 19 – 25.

103. **Нарва, В. К.** Термическая обработка композиционных материалов сталь-TiC, полученных методом лазерной наплавки / В. К. Нарва, А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрина. // Известия ВУЗов: Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2013. – № 3. – С. 3 – 7.

104. **Лазерная** обработка поверхности спеченных образцов стали СПН14А7М5 / А. В. Маранц, Ж. А. Сентюрина, И. А. Ядройцева, В. К. Нарва и др. // Международная конференция «Порошковая металлургия: ее сегодня и завтра». – Киев. – 2012. – С. 49.

105. **Ушаков, И. В.** Методика определения коэффициента вязкости микро разрушения тонких хрупких образцов нанокристаллических металлических сплавов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГУ им. Г. Р. Державина. – 2016. – № 2. – С. 171 – 174.

106. **Ушаков, И. В.** Особенности деформирования и разрушения аморфных металлических сплавов, подвергнутых локальному нагружению инденторами различной геометрической формы / И. В. Ушаков, В. М. Поликарпов. – СПб.: XVI Петербургские чтения по проблемам прочности: тезисы докладов. – 2006. – С. 105.

107. **Revealing** of qualitative correlation between mechanical properties and structure of amorphous-nanocrystalline metallic alloy 82K3XCP by microindentation on substrates and X-ray powder diffraction / А. Е. Kalabushkin,

I. V. Ushakov, V. M. Polikarpov, Y. F. Titovets // Proceedings of the international society for optical engineering. - 2007. V. 6597. – P. 65970P1-65970P6.

108. **Горелик, С. С.** Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. – М.: «МИСиС», 2002. – 360 с.

109. **Нахмансон, М. С.** Диагностика состава материалов рентген-дифракционными и спектральными методами / М. С. Нахмансон, В. Г. Фекличев. – Л.: Машиностроение, 1990. – 356 с.

110. **Русаков, А. А.** Рентгенография металлов / А. А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. 480 с.

111. **Гудков, А. А.** Стандартизация методов определения твердости металлов // Технология металлов. – 2004. – № 3. – С. 35 – 39.

112. **Тимощук, Л. Т.** Механические испытания материалов / Л. Т. Тимощук. – М.: Металлургия, 1971. – 234 с.

113. **Матюнин, В. М.** Методы твердости в диагностике материалов. Состояние, проблемы, перспективы / В. М. Матюнин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2004. – Т. 70, №6. – С. 37 – 42.

114. **Булычев, С. И.** Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора / С. И. Булычев, В. П. Алехин. – М.: Машиностроение, 1990. – 224 с.

115. **Шутин, А. М.** Особенности измерения микротвердости тонких ленточных образцов из аморфных сплавов / А. М. Шутин, Л. А. Королев // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 1988. – Т. 54, № 8. – С. 81 – 83.

116. **Исследование** методом локального деформирования особенностей пластической деформации аморфного сплава Fe–Cr–Mo–V–B–Si / М. Н. Верещагин, В. Г. Шепелевич, О. М. Остриков, С. Н. Цыбранкова // Кристаллография. – 2002. – Т. 47, № 4. – С. 691 – 696.

117. **Исследование** механических свойств металлических стекол в условиях нестационарной ползучести / Д. Ю. Федотов, В. А. Федоров,

Т. Н. Плужникова и др. // Вестник Тамбовского государственного университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2013. – Т. 18., № 1. – С. 151 – 155.

118. **Фёдоров, В. А.** Сравнительный анализ изменения пластичности отожженного металлического стекла U – методом и методом микроиндентирования / В. А. Фёдоров, И. В. Ушаков, И. Е. Пермякова // Материаловедение. – 2003. – № 8. – С. 21 – 24.

119. **Семин, А. М.** Определение механических свойств металлов по характеристикам твердости / А. М. Семин. – М.: Современный гуманитарный университет, 2000. – 152 с.

120. **Трунов, М. Л.** Исследование время зависимого механического поведения материалов при испытаниях на нанотвердость / М. Л. Трунов, В. С. Биланич, С. Н. Дуб // Журнал технической физики. – 2007. – Т. 77, № 10. – С. 56 – 62.

121. **Глезер, А. М.** Структурные причины отпускной хрупкости аморфных сплавов типа металл - металлоид / А. М. Глезер, Б. В. Молотиллов, О. Л. Утевская // ФММ. – 1984. – Т. 58, Вып. 5. – С. 991 – 1000.

122. **Патент** на изобретение 2494039 С1 Российской Федерации. Способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / Ушаков И.В., Сафронов И.С., патентообладатель ФГБОУ ВПО «МГГУ». – 2013.

123. **Ушаков, И. В.** Механические свойства многокомпонентного аморфного металлического сплава отожженного в остаточной среде аргона и обработанного импульсным лазерным излучением / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // I-я Всерос. заочн. научно – практ. конф. «Новые технологии в промышленности и сельском хозяйстве». Сборник материалов. – Бийск. – 2012. – С. 77 – 80.

124. **Ушаков, И. В.** Методы выявления вязкости разрушения тонких аморфных и наноструктурных лент из магнитомягких сплавов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Междунар. конф. «Актуальные проблемы энергосбере-

жения и энергоэффективности в технических системах». Тез. докл. – Тамбов. – 2014. – С. 335–336.

125. **Патент** на изобретение № 2561788, С1 Российская Федерация. Способ определения коэффициента вязкости микро разрушения тонких плёнок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / Ушаков И. В., Батомункуев А. Ю.; патентообладатель НИТУ «МИСиС». – 2015 г.

126. **Ушаков, И. В.** Экспериментальное определение коэффициента вязкости микро разрушения тонких плёнок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов методом локального нагружения / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГТУ. – 2016. – № 1. – С. 68 – 72.

127. **Пермякова, И.Е.** Эволюция механических свойств и особенности кристаллизации металлического стекла системы Co-Fe-Cr-Si, подвергнутого термической обработке: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Пермякова Инга Евгеньевна. Белгород, 2004. – 140 с.

128. **Яковлев, А.В.** Закономерности изменения свойств аморфных металлических сплавов на основе Co, Pd, Zr в условиях изохронного отжига и локального лазерного воздействия: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Яковлев Алексей Владимирович. Тамбов, 2010. – 168 с.

129. **Глезер, А. М.** Трещиностойкость и пластичность аморфных сплавов при микроиндентировании / А. М. Глезер, И. Е. Пермякова, В. А. Федоров // Известия РАН: Серия физическая. – 2006. – Т. 70, №9. – С. 1396 – 1400.

130. **Ушаков, И. В.** Выявление механических свойств тонких лент аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // VI Междунар. конф. «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Сборник материалов. – Москва. – 2015. – С. 333–334.

131. **Особенности** кристаллизации аморфных металлических сплавов системы Fe–Si–В под влиянием импульсных лазерных нагревов / В. В. Гиржон, А. В. Смоляков, Т. С. Ястребова, Л. М. Шейко // Физика металлов и металловедение. – 2002. – Т. 93, № 1. – С. 64 – 69.

132. **Степанова, Е. А.** Влияние лазерной обработки на магнитные свойства аморфного металлического сплава Fe–В–Si–С / Е. А. Степанова, А. С. Смышляев, П. Е. Маркин // Физика металлов и металловедение. – 1997. – Т. 84, № 2. – С. 54 – 63.

133. **Мирзоев, Ф. Х.** Лазерное управление процессами в твердом теле / Ф. Х. Мирзоев, В. Я. Панченко, Л. А. Шелепин // Успехи физических наук. – 1996. Т. 166, № 1. С. 3 – 32.

134. **Колобов, Ю. Р.** Диффузионно-контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов / Ю. Р. Колобов. – Новосибирск: Наука, 1998. – 184 с.

135. **Глезер, А. М.** Исследование механизмов деформируемости прецизионных сплавов в аморфном и квазиаморфном состояниях / А. М. Глезер // Отчет ЦНИИЧМ по теме 33 – 80. – Москва. – 1981. – 40 с.

136. **Кинетические** особенности деформации твердых тел в нано- и микрообъемах / Ю. И. Головин, С. Н. Дуб, В. И. Иволгин и др. // Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47, Вып. 6. – С. 961 – 973.

137. **Valiev, R. Z.** Plastic deformation of alloys with submicro-grained structure / R. Z. Valiev, N. A. Krasilnikov, N. K. Tsenev // Materials Science Engineering A. – 1991. – V. 137. – P. 35 – 40.

138. **Поздняков, В. А.** Внутренние напряжения разных структурно-масштабных уровней в аморфных металлических сплавах / В. А. Поздняков // Известия РАН. Серия физическая. – 2001. – Т. 65, № 10. – С.1459 – 1464.

139. **Ушаков, И. В.** Компьютерное моделирование процесса залечивания трещин под действием лазерных импульсов: Тез. докл. / И. В. Уша-

ков, А. Ю. Батомункуев // XIII Международный семинар «Структурные основы модифицирования материалов». – Обнинск. – 2015. – С. 113 – 115.

140. **Батомункуев, А. Ю.** Моделирование процесса залечивания поверхностных трещин в наноструктурном материале при импульсной лазерной обработке / А. Ю. Батомункуев, И. В. Ушаков // XIX Междунар. конф. «Физика прочности и пластичности материалов». Тез. докл. – Самара. – 2015. – С. 225–226.

141. **Плужникова, Т.Н.** Самозалечивание микротрещин в ионных кристаллах и его стимулирование воздействием электромагнитного излучения видимого и рентгеновского диапазонов длин волн: дис. ... канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / Плужникова Татьяна Николаевна. – Белгород, 2000. - 141 с.

142. **Петров, А. И.** Начальная стадия процесса залечивания пор и трещин в поликристаллических металлах в условиях всестороннего сжатия / А. И. Петров, М. В. Разуваева // Физика твердого тела. – 2005. – Т. 45, № 5. – С. 880 – 885.

143. **Белашенко, Д. К.** Компьютерное моделирование жидкостей и аморфных веществ / Д. К. Белашенко // ИД МИСиС. – 2005. – 408 с.

144. **Егоров, В. И.** Применение ЭВМ для решения задач теплопроводности: учебное пособие / В. И. Егоров. – СПбГУ ИТМО, 2006. – 77 с.

145. **Владимиров, В. С.** Уравнения математической физики / В. С. Владимиров, В. В. Жаринов. – М.: Физматлит, 2004. – 400 с.

146. **Волков, Н. Б.** Моделирование генерации металлических нанопорошков при электронно-лучевом нагреве / Н. Б. Волков, Е. Л. Фенько, А. П. Яловец // Вестник Челябинского университета. – 2009. – № 25, Вып. 6. – С. 34 – 42.

147. **Сметанников, А. С.** Численное моделирование динамики интенсивных импульсных воздействий на вещество / А. С. Сметанников. – Минск: АНК «ИТМО им. А. В. Лыкова» НАНБ, – 2007. – С. 287 – 291.

148. **Иванников, Е. В.** Компьютерное моделирование термической и химико-термической обработки / Е. В. Иванников, Д. И. Горбунов, И. П. Горбунов. – Липецк: Изд-во ЛГТУ. – 2002. – 80 с.

149. **Свидетельство** о государственной регистрации программы для ЭВМ № 18735 Российская Федерация. Автоматизированная система обработки экспериментальных данных и определения статистических характеристик разрушения, формирующегося в условиях локального нагружения тонких плёнок аморфно-нано-кристаллических металлических сплавов «STATISTIK_CR» / Ушаков И. В., Батомункуев А. Ю.; заявитель и патентообладатель НИТУ «МИСиС». – 2016 г.

150. **Ушаков, И. В.** Особенности механических свойств локальной области лазерной обработки аморфного металлического сплава отожженного в остаточной среде аргона: Тез. докл. / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Междунар. семинара МНТ-ХП «Структурные основы модифицирования материалов». – Обнинск. – 2013. – С. 107 – 109.

151. **Ушаков, И. В.** Закономерности эволюции механических свойств многокомпонентного аморфного металлического сплава отожженного в остаточной среде аргона и подвергнутого воздействию серии лазерных импульсов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Всерос. молодеж. науч. школа «Химия и технология полимерных и композиционных материалов». Сборник материалов. – Москва. – 2012. – С. 300.

152. **Ушаков, И. В.** Моделирование физических процессов в тонком поверхностном слое аморфно-нанокристаллических металлических сплавов при селективной лазерной обработке / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // LVII Междунар. конф. «Актуальные проблемы прочности». Сборник тезисов. – Севастополь. – 2016. – С. 69 – 71.

153. **Ушаков, И. В.** Моделирование особенностей влияния импульсного лазерного излучения на залечивание трещин в наноструктурных материалах / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Науч. чтения им. чл.-корр. РАН

И. А. Одинга. ИМЕТ РАН. Сборник материалов. – Москва. – 2014. – С. 306 – 308.

154. **Рыкалин, Н. Н.** Лазерная обработка материалов / Н. Н. Рыкалин, А. А. Углов, А. Н. Кокора. – М.: Машиностроение, 1975. 296 с.

155. **Рыкалин, Н. Н.** Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов / Н. Н. Рыкалин, А. А. Углов, И. В. Зуев, А. Н. Кокора. – М.: Машиностроение, 1985. 296 с.

156. **Ушаков, И. В.** Компьютерное моделирование специфики заживления трещин в нанокристаллическом металлическом сплаве под действием наносекундных лазерных импульсов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГТУ. – 2014. – Т. 20, № 2. – С. 356 – 364.

157. **Ушаков, И. В.** Компьютерное моделирование воздействия на наноструктурные материалы наносекундных лазерных импульсов для заживления поверхностных трещин: Тез. докл. / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // XXIII Уральская школа металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов». – Тольятти. – 2016. – С. 74 – 75.

158. **Ушаков, И. В.** Моделирование физических процессов в поверхностных слоях наноструктурного многокомпонентного металлического сплава инициированных лазерной плазмой / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГТУ. – 2016. – т. 22, № 2. – С.156 – 159.

159. **Ушаков, И. В.** Моделирование процессов, инициированных лазерной плазмой в поверхностных слоях многокомпонентного аморфно-нанокристаллического металлического сплава / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Физика и химия обработки материалов. – 2016. – № 5. – С. 17 – 22.

160. **Грезев, А.Н.** Разработка физико-технологических основ лазерной сварки конструкционных сталей мощными СО₂-лазерами: дис. ... докт. техн. наук: 05.03.06 / Грезев Анатолий Николаевич. Шатура, 2006. – 383 с.

161. **Ушаков, И. В.** Компьютерное моделирование специфики прогрева при лазерной двухсторонней сварке стали X19H6Г9АМ2 / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГТУ. – 2016. – № 3. – С. 38 – 56.
162. **Финкель, В. М.** Портрет трещины / В. М. Финкель. – М.: Металлургия, 1980. – 160 с.
163. **Финкель, В. М.** Физика разрушения, рост трещин в твердых телах. – М.: Изд-во Металлургия, 1970. – 376 с.
164. **Ушаков, И. В.** Моделирование комплекса процессов протекающих в поверхностных слоях наноструктурного многокомпонентного металлического сплава под действием лазерных импульсов / И. В. Ушаков, А. Ю. Батомункуев // Вестник ТГУ им. Г. Р. Державина. – Тамбов. – 2016. – № 1. – С. 57 – 61.
165. **Лариков, Л. Н.** Залечивание дефектов в металлах / Л. Н. Лариков. – Киев: Наук. думка, 1980. – 280 с.
166. **Иванов, В. П.** Залечивание трещин в щелочно-галлоидных кристаллах ионным током / В. П. Иванов, Л. Г. Карыев, В. А. Федоров // Кристаллография. – 1995. – Т. 40, № 1. С. 117 – 121.
167. **Мацевитый, В. М.** О залечивании дефектов в металлах при пластической деформации (аналитический обзор) / В. М. Мацевитый, К. В. Вакуленко, И. Б. Казак // Проблемы машиностроения. – 2012. Т. 15, № 1. С. 66 – 76.
168. **Федоров, В. А.** Залечивание трещин, остановившихся при несимметричном сколе в щелочногаллоидных кристаллах и кальците / В. А. Федоров, Т. Н. Плужникова, Ю. И. Тялин // Физика твердого тела. – 2000. Т. 42, № 4. С. 685 – 687.
169. **Тялин, Ю. И.** Дислокационная пластичность в вершине самозалечившихся трещин / Ю. И. Тялин, В. А. Федоров, Т. Н. Плужникова, В. А. Куранова // Вестник Тамбовского государственного университета. – 1999. Т. 4, № 1. С. 23 – 27.

170. **Цыбуля, С. В.** Рентгеноструктурный анализ нанокристаллов: развитие методов и структура метастабильных состояний в оксидах металлов нестехиометрического состава: дис. ... д-ра физ.-мат. наук: 02.00.04 / Цыбуля Сергей Николаевич. – Новосибирск, 2004. – 337 с.

**Патент. Способ определения коэффициента пластичности тонких
плёнок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических
металлических сплавов**

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2561788

**СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ВЯЗКОСТИ
МИКРОРАЗРУШЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК ИЗ
МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ АМОРФНО-
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
СПЛАВОВ (ВАРИАНТЫ)**

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" (RU)*

Автор(ы): *с.м. на обороте*

Заявка № 2014124459

Приоритет изобретения **17 июня 2014 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **05 августа 2015 г.**

Срок действия патента истекает **17 июня 2034 г.**

*Заместитель руководителя Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Л.Л. Кирий



Автор(ы): *Ушаков Иван Владимирович (RU), Батомункуев
Амагалан Юрьевич (RU)*

RU 2561788 C1



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21)(22) Заявка: 2014124459/28, 17.06.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.06.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.06.2014

(45) Опубликовано: 10.09.2015 Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2494039 C1 27.09.2013 . SU 1146577
A1 23.03.1985 . RU 96113153 A 10.10.1998 . WO
2009009595 A2 15.01.2009

Адрес для переписки:

119049, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,
4, МИСиС, Отдел защиты интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Ушаков Иван Владимирович (RU),
Батомункуев Амагалан Юрьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Национальный исследовательский
технологический университет "МИСиС"
(RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ВЯЗКОСТИ МИКРОРАЗРУШЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК ИЗ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ (ВАРИАНТЫ)

(57) Формула изобретения

1. Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок, включающий изготовление образцов тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, предварительно подвергнутых печному отжигу и охлажденных до комнатной температуры, закрепление их на подложке из полимерного композитного материала, который в свою очередь нанесен на металлическую пластину, исследование механических свойств образцов путем вдавливания в образец индентора с такими значениями нагрузки, скорости и времени воздействия на образец, которые позволяют спровоцировать появление группы трещин, расчет коэффициента вязкости микроразрушения исследуемого образца по формуле $\epsilon = h/(d-h)$, где h - толщина образца, а d рассчитывается по формуле $d = 2(l_{\text{сред}} + l_{\text{мин. сред}})$, где $l_{\text{сред}}$ - среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, а $l_{\text{мин. сред}}$ - минимальное среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в тех же группах, измеряемое по осям декартовой системы координат, в которой точкой пересечения осей является место внедрения индентора в образец, отличающийся тем, что в качестве индентора используют стальной шарик, при расчете d учитывают только те кольцевые трещины, которые образуют замкнутые окружности или дуги окружности, которые составляют не менее 270° , и образуют фигуру в виде вложенных окружностей или дуг окружностей,

Стр.: 1

RU 2 561 788 C1

RU 2 561 788 C1

при этом расчеты $l_{\text{сред}}$ и $l_{\text{мин. сред}}$ производят путем измерения всех расстояний между соседними трещинами образованной ими фигуры, при необходимости дополняя декартовую систему координат дополнительными осями с началом в месте пересечения основных осей и ориентируя дополнительные оси на плоскости так, чтобы они проходили через наиболее характерные точки образованной системой трещин фигуры.

2. Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок, включающий изготовление образцов тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, предварительно подвергнутых печному отжигу и охлажденных до комнатной температуры, закрепление их на подложке из полимерного композитного материала, который в свою очередь нанесен на металлическую пластину, исследование механических свойств образцов путем вдавливания в образец индентора с такими значениями нагрузки, скорости и времени воздействия на образец, которые позволяют спровоцировать появление группы трещин, расчет коэффициента вязкости микроразрушения исследуемого образца по формуле $\epsilon = h/(d-h)$, где h - толщина образца, а d рассчитывается по формуле $d = 2(l_{\text{сред}} + l_{\text{мин. сред}})$, где $l_{\text{сред}}$ - среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, а $l_{\text{мин. сред}}$ - минимальное среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в тех же группах, измеряемое по осям декартовой системы координат, в которой точкой пересечения осей является место внедрения индентора в образец, отличающийся тем, что в качестве индентора используют стальной шарик, при расчете d учитывают образованную при индентировании трещину, которая имеет форму спирали, расчет $l_{\text{сред}}$ и $l_{\text{мин. сред}}$ производится путем измерения всех расстояний по выбранным направлениям между соседними витками спирали, при этом направления устанавливают в зависимости от характера трещин и изменения величины расстояний между соседними витками, но не менее 4-х направлений, при этом в расчет принимаются только те трещины, которые хотя бы дважды пересекают одну из осей.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014124459/28, 17.06.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.06.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.06.2014

(45) Опубликовано: 10.09.2015 Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2494039 C1 27.09.2013 . SU 1146577
A1 23.03.1985 . RU 96113153 A 10.10.1998 . WO
2009009595 A2 15.01.2009

Адрес для переписки:

119049, Москва, ГСП-1, В-49, Ленинский пр-кт,
4, МИСиС, Отдел защиты интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Ушаков Иван Владимирович (RU),
Батомункуев Амагалан Юрьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования
"Национальный исследовательский
технологический университет "МИСиС"
(RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ВЯЗКОСТИ МИКРОРАЗРУШЕНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК ИЗ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ (ВАРИАНТЫ)

(57) Реферат:

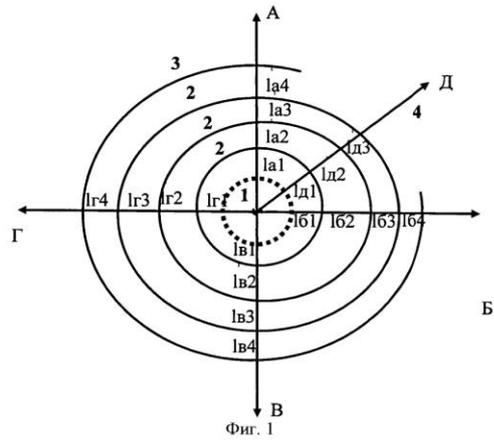
Изобретение относится к области исследования физических свойств металлов и сплавов, а именно к анализу вязкости разрушения тонких пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов (АНКМС) после их перехода из одного состояния в другое, в результате термической обработки, то есть определению условий, при которых данные сплавы приобретают требуемые свойства. Сущность: изготавливают образцы тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, предварительно подвергнутых печному отжигу и охлажденных до комнатной температуры, закрепляют их на подложке из полимерного композитного материала, который в свою очередь нанесен на металлическую пластину.

Исследуют механических свойств образцов путем вдавливания в образец индентора, представляющего собой стальной шарик, с такими значениями нагрузки, скорости и времени воздействия на образец, которые позволяют спровоцировать появление группы трещин. Коэффициент вязкости микроразрушения рассчитывают с учетом либо только тех кольцевых трещин, которые образуют замкнутые окружности или дуги окружности, которые составляют не менее 270°, и образуют фигуру в виде вложенных окружностей или дуг окружностей, либо трещины, имеющей форму спирали. Технический результат: повышение точности измерений, их достоверности, а также возможность исследовать даже самые хрупкие материалы. 2 н.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл.

RU 2 561 788 C1

RU 2 561 788 C1

RU 2561788 C1



Стр.: 2

RU 2561788 C1

RUSSIAN FEDERATION



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 561 788** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
B82Y 35/00 (2011.01)
G01N 3/42 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2014124459/28, 17.06.2014

(24) Effective date for property rights:
17.06.2014

Priority:

(22) Date of filing: 17.06.2014

(45) Date of publication: 10.09.2015 Bull. № 25

Mail address:

119049, Moskva, GSP-1, V-49, Leninskij pr-kt, 4,
MISiS, Otdel zashchity intellektual'noj sobstvennosti

(72) Inventor(s):

Ushakov Ivan Vladimirovich (RU),
Batomunkuev Amagalan Jur'evich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Natsional'nyj
issledovatel'skij tekhnologicheskij universitet
"MISiS" (RU)

(54) **METHOD OF DETERMINATION OF COEFFICIENT OF VISCOSITY OF MICRODESTRUCTION OF THIN FILMS FROM MULTICOMPONENT AMORPHOUS AND NANOCRYSTAL METAL ALLOYS (VERSIONS)**

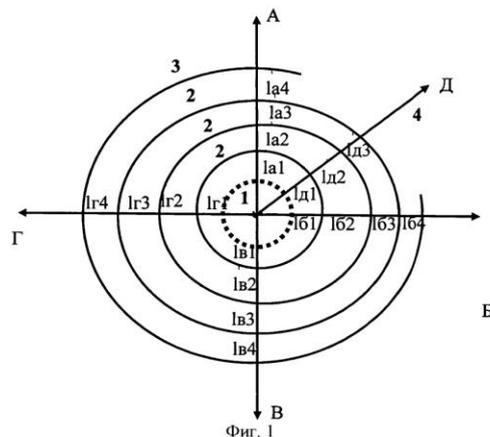
(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: samples of thin films are made from multicomponent amorphous and nanocrystal metal alloys, which have been pre-annealed and cooled down to room temperature, then they are fixed on the substrate from polymeric composite material which in turn is applied on the metal plate. The mechanical properties of samples are studied by indentation into the sample of the indenter which is a steel ball with such values of load, speed and time of impact on the sample which allow to induce a group of cracks. The coefficient of viscosity of microdestruction is estimated in view of either only those ring cracks which form closed circles or circle arches which amount not less than 270°, and form a figure in the form of the enclosed circles or circle arches, or the cracks with spiral shape.

EFFECT: improvement of accuracy of measurements, their reliability, possibility to study even

the most fragile materials.
2 cl, 2 dwg, 1 tbl



RU 2 561 788 C1

RU 2 561 788 C1

Изобретение относится к области исследования физических свойств металлов и сплавов, а именно к анализу вязкости разрушения тонких пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов (АНКМС) после их перехода из одного состояния в другое в результате термической обработки, то есть определению 5 условий, при которых данные сплавы приобретают требуемые свойства, например хрупкость, но сохраняют другие свои свойства, например магнитные.

Известна методика определения механических характеристик аморфных лент при испытании на изгиб, заключающаяся в изгибании образца ленты АНКМС до его разрушения [«Металлы. Методы испытания на изгиб» ГОСТ 14019-80 (СТ СЭВ 474- 10 38, ИСО 7438-85)]. Данная методика наглядна и позволяет легко сравнивать образцы материалов, прошедших различную термическую обработку. Однако, при исследовании аморфно-нанокристаллических материалов (имеющих в своем составе нанокристаллы), в ней проявляются определенные недостатки.

Главным недостатком данного способа является то обстоятельство, что при печном 15 отжиге данных материалов выше определенной температуры (температуры отпускной хрупкости) и при переходе части материала в нанокристаллическое состояние происходит его охрупчивание, а измерения пластичности, по упомянутому выше методу, дают околонулевые значения, что делает невозможным исследование их свойств в заданном диапазоне температурного воздействия. Недостатком также является 20 невозможность исследования локальных неоднородных областей в образцах металлических пленок и большой расход образцов и времени, необходимых для испытаний.

Известен также способ определения пластичности микроиндентированием на подложках. При использовании данного способа предварительно отожженный и 25 охлажденный до комнатной температуры образец исследуемого материала помещают на металлическую подложку, на которую со стороны исследуемого образца наносится слой полимерного композитного материала; закрепляют на ней, после чего воздействуют на исследуемый образец четырехгранной пирамидкой, например пирамидкой Викерса; подбирая усилие воздействия, скорость касания поверхности исследуемого материала 30 пирамидкой и время воздействия на образец таким образом, чтобы в месте воздействия (проникновения) пирамидки образовалась группа трещин в виде фигур, близких по форме к вложенным квадратам. При этом для определения коэффициента пластичности используют выражение:

$$35 \quad \epsilon = (d-h)/h, \quad (1)$$

где h - толщина исследуемого образца, d - диаметр приведенной полуокружности, 40 достроенной по результатам измерения фигуры, образованной группой трещин после воздействия на образец четырехгранной пирамидкой. Также возможно использование эмпирических коэффициентов, умножаемых на величину «ступени» отпечатка от индентора, то есть на расстояние между соседними трещинами, образующими фигуру из вложенных квадратов. [Ушаков И.В., Федоров В.А., Пермякова И.Е. / Определение пластичности металлического стекла микроиндентированием на подложках // М.: Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2003 г. Том 69, №7. С. 43-47.]

Недостатком данного способа является относительно низкая точность расчета 45 коэффициента пластичности S вследствие ошибок при определении приведенного диаметра полуокружности и эмпирических коэффициентов.

Наиболее близким к предлагаемому методу является способ определения пластических характеристик пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических

металлических сплавов, взятый нами в качестве прототипа. [Патент №2494039, С1 Российская Федерация, МКП G01N 3/42, B82Y 32/00. Способ определения коэффициента пластичности тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов / Ушаков И.В., Сафронов И.С.; заявитель и патентообладатель ФГБОУ ВПО «МГГУ». - №2012116406/28; заявлено 24.04.2012; опубликовано 27.09.2013.]

В данном методе для расчетов коэффициента пластичности используется ввод новых показателей и их усреднение, а именно для расчета величины d в выражении (1) используется следующее выражение:

$$d=2(l_{\text{сред}} + l_{\text{мин.сред}}) \quad (2)$$

где $l_{\text{сред}}$ мкм и $l_{\text{мин.сред}}$ мкм - это среднее и минимальное среднее расстояния между соседними трещинами соответствующих сторон фигуры, образованной трещинами в форме вложенных квадратов после воздействия на образец индентора. При этом учитываются только те трещины, которые относительно параллельны соответствующим сторонам квадрата и образуют характерную фигуру в виде вложенных квадратов. Расчеты $l_{\text{сред}}$ производят путем измерения всех расстояний между соседними трещинами во всех сторонах образованной ими фигуры, при необходимости достраивая незамкнутые квадраты до замкнутых. Аналогично рассчитываем $l_{\text{мин.сред}}$, но вместо всех расстояний между соседними трещинами берем только минимальные расстояния между соседними трещинами в каждой из сторон фигуры ими образованной.

Недостатком данного метода являются то, что ребра индентора являются концентраторами напряжения, что вносит искажения в формирование трещин в исследуемом образце. Также возникающие из-за воздействия ребер трещины разрушения материала блокируют развитие трещин ориентированных параллельно граням индентора. Недостатком, также, является образование при индентировании большого количества мелких отколов, которые не позволяют определить начальную ориентацию основных трещин из-за их сдвигов.

Отметим также, что с терминологической точки зрения использование термина «пластических характеристик» для предложенной характеристики материалов не совсем корректно.

Используя (косвенно) при расчете коэффициента δ в формулах для «характеристики пластичности», понятия количества и длин микротрещин, образующихся в материалах, и учитывая, что появление трещин характеризуется, в основном, предельными характеристиками материала, а распространение трещин - поверхностной энергией разрушения и энергией деформации, включая пластические деформации в вершине трещины, коэффициент δ корректнее называть «параметром вязкости микроразрушения». Действительно, пластические свойства материалов связаны с остаточными деформациями после нагружения (скольжение дислокации, двойникование и пр.).

Техническим результатом, представленного изобретения, является создание способа исследования механических свойств тонких пленок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, который позволяет увеличить точность измерения коэффициента вязкости микроразрушения путем исключения возможности формирования магистральных микротрещин, разрушающих образец. Отмеченный технический результат является первым следствием использования в качестве индентора стального шарика, а не пирамидки, вдавливание которой из-за концентраторов механических напряжений в области вершины и ребер пирамидки способно

инициировать в локальных неоднородных областях макротрещины, которые могут приводить к исключению результатов измерения и формирования макротрещин.

Таким образом, в предлагаемом способе определяется коэффициент вязкости микроразрушения тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, помещаемых на подложку, вместо использования пирамидки Викерса используется стальной шарик, что позволяет исследовать даже самые хрупкие образцы металлических пленок. Так как при исследовании образцов пленок при помощи шарика имеет место два вида трещин, то систему координат для определения расстояний между ними строят исходя из их особенностей. Возможно формирование двух характерных микрокартин разрушения, на основе анализа которых определяется коэффициент вязкости микроразрушения.

По первому варианту характерная микрокартина разрушения состоит из групп кольцевых трещин, которые образуют замкнутые окружности или группы дуг окружностей. При расчете учитываем только те кольцевые трещины, которые образуют замкнутые окружности или дуги окружности, которые составляют не менее 270°. Данная картина разрушения образца показана на фигуре 1, где 1 - это отпечаток от индентора, 2 - система замкнутых трещин, а 3 - незамкнутые трещины. Оси, по которым замеряются расстояния, имеют буквенные обозначения (А, Б, В, Г и т.д.), а расстояния обозначаются буквой «l» с соответствующими буквенным и цифровым символами (например, lв2). В отличие от прототипа, с целью увеличения достоверности результатов расчета учитываются только те трещины, которые образуют относительно замкнутый круг и формируют характерную фигуру в виде вложенных окружностей. Расчеты $I_{\text{сред}}$ производят путем измерения всех расстояний между соседними трещинами образованной ими фигуры, при необходимости дополняя декартовую систему осей дополнительными осями (ось 4 на фигуре 1) и ориентируя оси на плоскости так, чтобы они проходили через наиболее характерные точки образованной системой трещин фигуры, то есть:

$$I_{\text{сред}} = ((l_{a1} + l_{a2} + \dots + l_{an})/n + (l_{b1} + l_{b2} + \dots + l_{bn})/n + (l_{c1} + l_{c2} + \dots + l_{cn})/n + (l_{d1} + l_{d2} + \dots + l_{dn})/n) / 4; \quad (3)$$

В случае если трещина не замкнута, то ее не достраивают и в расчетах учитывают только те трещины, которые пересекаются осями. Аналогично рассчитываем $I_{\text{мин. сред}}$, но вместо всех расстояний между соседними трещинами используем только минимальные расстояния между соседними трещинами.

По второму варианту характерная микрокартина разрушения состоит из одной спиралевидной трещины. Для расчета $I_{\text{сред}}$ и $I_{\text{мин. сред}}$ производится измерение всех расстояний по выбранным направлениям между соседними витками спирали. При этом угол между осями устанавливается в зависимости от характера трещин и изменения величины расстояний между соседними витками, но проводится не менее 4-х осей. Пример построения системы координат и измерения расстояний показан на фигуре 2. Начало координат ориентируется по полюсу спирали 5 и точке пятна контакта индентора 1. Направление 0 градусов выбирается исходя из удобства произведения расчетов. После построения необходимо учитывать количество витков спирали вокруг полюса. Минимальное значение - 1 полный оборот или угловое значение 360 градусов.

Способ может быть реализован следующим образом. Образец пленки аморфного многокомпонентного металлического сплава в составе: 83,7% Co + 3,7% Fe + 3,2% Cr + 9,4Si размером 10×20 мм и толщиной 30 мкм отжигают в печи при температурах от 740 К до 830 К. Нагрев и охлаждение производят со скоростью порядка 10 К/мин. Образцы выдерживают при заданной температуре 10 мин. Для индентирования образцов

применяют микротвердомер, например ПТМ-3, с использованием стального шарика. Предварительно определяют микротвердость исследуемого образца, для чего производят его тестирование на микротвердомере в торец пленки, закрепленной в эпоксидной смоле. В качестве подложки используются металлические пластины толщиной 3 мм, обеспечивающие достаточную жесткость конструкции, например пластины из алюминевых сплавов. Пластины покрывают со стороны исследуемого образца полиэфирным композитом толщиной 2 мм. Микротвердость полиэфирного композита ≈ 1000 МПа, что составляет не более 10% от микротвердости исследуемого образца. Это позволяет индентору свободно внедряться в подложку, а механические свойства полиэфирного композита позволяют зафиксировать картину разрушений исследуемого образца пленки. После фиксируют образец на пластине и выдерживают его до слипания (склеивания) с полиэфирной композицией. Наличие в исследуемых образцах аморфно-нанокристаллической структуры контролируется путем проведения рентгеноструктурного анализа, например, на дифрактометре ДРОН-2. Для данного сплава установлено, что в интервале температур отжига от 740 К до 830 К существует аморфно-нанокристаллическая структура. При индентировании отожженных образцов данного сплава стальным шариком (диаметром порядка 0,5 мм) выявлено, что в температурном интервале от 740 К до 830 К происходит формирование характерной зоны трещин, образующих фигуры, близкие к форме окружности.

Результаты испытаний образцов пленок выше указанного сплава проведены методами: «на изгиб», на подложке с помощью пирамидки Викерса и на подложке с использованием шарика (предлагаемый метод), показаны в таблице 1.

Сравнение результатов			
Температура отжига, К	Коэффициент пластичности ϵ (относительные единицы). Определено методом на изгиб	Коэффициент пластичности ϵ (относительные единицы). Определено индентированием пирамидкой Викерса	Коэффициент вязкости микроразрушения ϵ (относительные единицы). Определено индентированием шариком
766	0,025	11,4	8,9
770	0,023	8,2	5,5
780	0,022	4,3	3,5
800	0,021	3,2	2,96

Значения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, рассчитанные на основе данных, полученных при использовании в качестве индентора стального шарика, имеют меньший доверительный интервал. Это свидетельствует о меньшем количестве грубых ошибок, связанных со случайным нахождением в области ребра и вершины пирамидки неоднородных дефектных областей, которые провоцируют появление макротрещин. Макротрещины блокируют формирование трещин, образующих фигуры, схожие с вложенными квадратами (на основании которых рассчитывается коэффициент ϵ). Поэтому результаты, полученные при использовании предлагаемого метода, точнее и лучше соответствуют физической сущности выявления вязкости микроразрушения тонких пленок. Предложенный метод не только регистрирует значительное изменение коэффициента вязкости микроразрушения в интервале температур отжига, где метод изгиба [Ушаков И.В., Федоров В.А., Пермякова И.Е. / Определение пластичности металлического стекла микроиндентированием на подложках // М.: Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2003 г. Том 69, №7. С. 43-47] дает околонулевые значения, но и правильно отображает физическую сущность этих изменений, демонстрируя снижение коэффициента вязкости разрушения с ростом

температуры отжига. Поэтому применение предлагаемого способа повышает точность измерений, их достоверность и позволяет исследовать даже самые хрупкие материалы.

Формула изобретения

- 5 1. Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок, включающий изготовление образцов тонких пленок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов, предварительно подвергнутых печному отжигу и охлажденных до комнатной температуры, закрепление их на подложке из полимерного композитного материала, который в свою очередь нанесен на
- 10 металлическую пластину, исследование механических свойств образцов путем вдавливания в образец индентора с такими значениями нагрузки, скорости и времени воздействия на образец, которые позволяют спровоцировать появление группы трещин, расчет коэффициента вязкости микроразрушения исследуемого образца по формуле $\epsilon = h/(d-h)$, где h - толщина образца, а d рассчитывается по формуле $d = 2(l_{\text{сред}} + l_{\text{мин. сред}})$,
- 15 где $l_{\text{сред}}$ - среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, а $l_{\text{мин. сред}}$ - минимальное среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в тех же группах, измеряемое по осям декартовой системы координат, в которой точкой пересечения осей является место внедрения индентора в образец, отличающийся тем, что в качестве индентора
- 20 используют стальной шарик, при расчете d учитывают только те кольцевые трещины, которые образуют замкнутые окружности или дуги окружности, которые составляют не менее 270° , и образуют фигуру в виде вложенных окружностей или дуг окружностей, при этом расчеты $l_{\text{сред}}$ и $l_{\text{мин. сред}}$ производят путем измерения всех расстояний между
- 25 соседними трещинами образованной ими фигуры, при необходимости дополняя декартовую систему координат дополнительными осями с началом в месте пересечения основных осей и ориентируя дополнительные оси на плоскости так, чтобы они проходили через наиболее характерные точки образованной системой трещин фигуры.
2. Способ определения коэффициента вязкости микроразрушения тонких пленок, включающий изготовление образцов тонких пленок из многокомпонентных аморфно-
- 30 нанокристаллических металлических сплавов, предварительно подвергнутых печному отжигу и охлажденных до комнатной температуры, закрепление их на подложке из полимерного композитного материала, который в свою очередь нанесен на металлическую пластину, исследование механических свойств образцов путем
- 35 вдавливания в образец индентора с такими значениями нагрузки, скорости и времени воздействия на образец, которые позволяют спровоцировать появление группы трещин, расчет коэффициента вязкости микроразрушения исследуемого образца по формуле $\epsilon = h/(d-h)$, где h - толщина образца, а d рассчитывается по формуле $d = 2(l_{\text{сред}} + l_{\text{мин. сред}})$,
- 40 где $l_{\text{сред}}$ - среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в группе трещин, образованных в образце после испытания, а $l_{\text{мин. сред}}$ - минимальное среднее расстояние между двумя параллельными трещинами в тех же группах, измеряемое по осям декартовой системы координат, в которой точкой пересечения осей является место внедрения индентора в образец, отличающийся тем, что в качестве индентора
- 45 используют стальной шарик, при расчете d учитывают образованную при индентировании трещину, которая имеет форму спирали, расчет $l_{\text{сред}}$ и $l_{\text{мин. сред}}$ производится путем измерения всех расстояний по выбранным направлениям между соседними витками спирали, при этом направления устанавливают в зависимости от характера трещин и изменения величины расстояний между соседними витками, но не

менее 4-х направлений, при этом в расчет принимаются только те трещины, которые хотя бы дважды пересекают одну из осей.

5

10

15

20

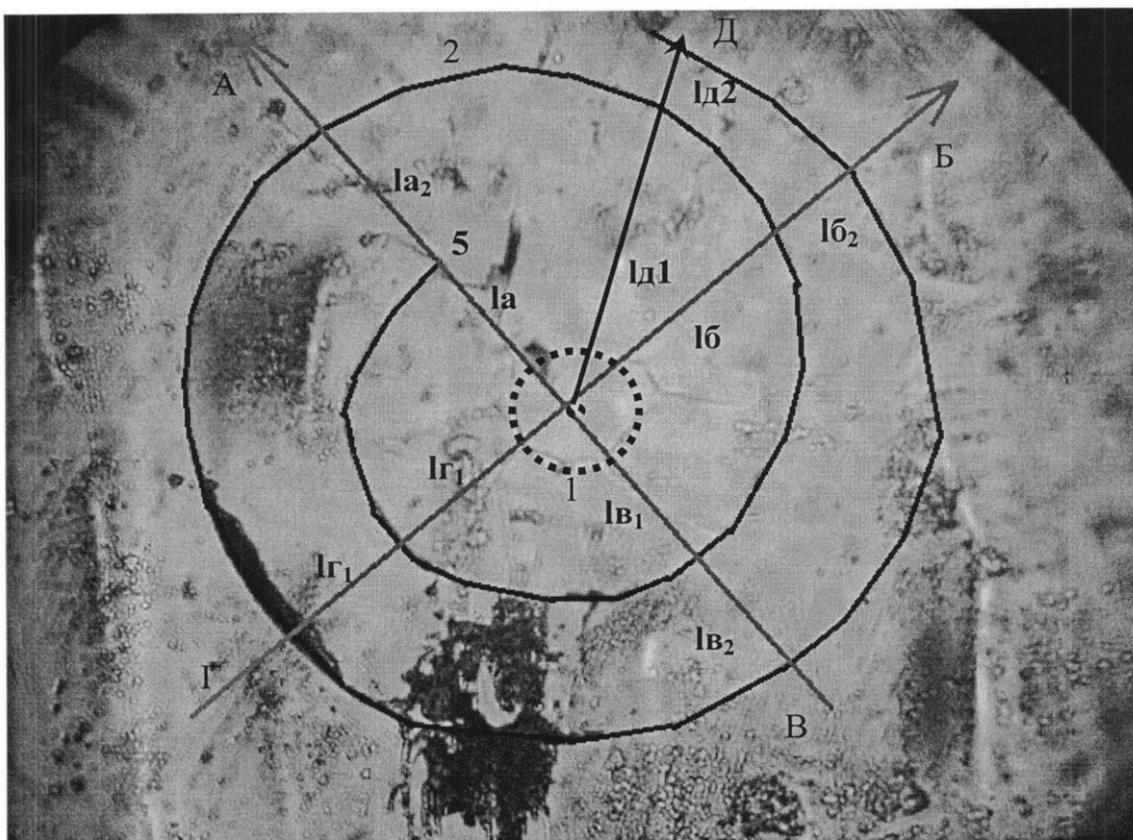
25

30

35

40

45



Фиг. 2

**Свидетельство о гос. регистрации программы для ЭВМ
и текст компьютерной программы
«Компьютерное моделирование неоднородностей рельефа
поверхностей трещин в наноструктурном материале
«COMP_SIM_RELIEF_SURFACE_CRACKS»»**

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(РОСПАТЕНТ)**

Бережковская наб., 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП-3, 125993. Телефон (8-499) 240-60-15. Факс (8-495) 531-63-18

На № 1296-04-238 от 14.03.2016

Наш № 2016Э03440

*При переписке следует ссылаться на наш №
и сообщать дату получения
настоящей корреспонденции от 24.05.2016*

119991,
Москва,
Ленинский пр-кт, 4,
НИТУ «МИСиС», Отдел защиты
интеллектуальной собственности



**УВЕДОМЛЕНИЕ
о государственной регистрации**

Ставим Вас в известность о том, что программа для ЭВМ: Программа для моделирования рельефа трещин и расчета энергии, необходимой для их лазерного залечивания «ST-CR-HEALING»

(21) по заявке № 2016612820/69

(22) Дата поступления заявки 30.03.2016

(7 1) Заявитель(и) федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (RU)

внесена в Реестр программ для ЭВМ, регистрационный № 2016615444 от 24.05.2016

Приложение: свидетельство о государственной регистрации на 1 л. в 1 экз.

Руководитель

Ивлиев Г.П.

Вишнякова Л.А. (499)240-33-42

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2016615444

**Программа для моделирования рельефа трещин и расчета энергии, необходимой для их лазерного заживления
«ST-CR-HEALING»**

Правообладатель: *федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (RU)*

Авторы: *Ушаков Иван Владимирович (RU),
Батомункеев Амагалан Юрьевич (RU)*



Заявка № **2016612820**

Дата поступления **30 марта 2016 г.**

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ **24 мая 2016 г.**

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Г.П. Ислюев

REM program las-cr-healing	impr[6,2]=625
DIM impr(16,6)	impr[6,3]=475
impr[1,1]=625	impr[6,4]=400
impr[1,2]=300	impr[6,5]=355
impr[1,3]=300	impr[7,1]=1125
impr[1,4]=300	impr[7,2]=700
impr[1,5]=300	impr[7,3]=525
impr[2,1]=775	impr[7,4]=435
impr[2,2]=375	impr[7,5]=370
impr[2,3]=325	impr[8,1]=1150
impr[2,4]=300	impr[8,2]=775
impr[2,5]=300	impr[8,3]=575
impr[3,1]=925	impr[8,4]=475
impr[3,2]=425	impr[8,5]=380
impr[3,3]=350	impr[9,1]=1175
impr[3,4]=320	impr[9,2]=825
impr[3,5]=300	impr[9,3]=625
impr[4,1]=975	impr[9,4]=525
impr[4,2]=475	impr[9,5]=400
impr[4,3]=400	impr[10,1]=1175
impr[4,4]=340	impr[10,2]=870
impr[4,5]=310	impr[10,3]=675
impr[5,1]=1000	impr[10,4]=560
impr[5,2]=575	impr[10,5]=425
impr[5,3]=425	impr[11,1]=1180
impr[5,4]=375	impr[11,2]=875
impr[5,5]=325	impr[11,3]=700
impr[6,1]=1050	impr[11,4]=600

```

impr[11,5]=450
impr[12,1]=1180
impr[12,2]=880
impr[12,3]=725
impr[12,4]=625
impr[12,5]=475
impr[13,1]=1185
impr[13,2]=885
impr[13,3]=750
impr[13,4]=660
impr[13,5]=500
impr[14,1]=1190
impr[14,2]=895
impr[14,3]=785
impr[14,4]=680
impr[14,5]=525
impr[15,1]=1195
impr[15,2]=910
impr[15,3]=805
impr[15,4]=700
impr[15,5]=555
DIM rpl1(100, 2)
DIM rpl2(100, 2)
DIM csx1(100)
DIM csy1(100)
DIM csx2(100)
DIM csy2(100)
DIM v15(1000)
DIM v16(1000)
v14=0

```

```

cls
PRINT "Modelling of nanocracks
healing after laser impulse"
PRINT "Enter number of impulses:
from 1 to 15"
INPUT nimp
PRINT "Enter coefficient for plastical
deformation: from 1 to 100"
INPUT cplas
cplas=1+cplas/30
PRINT "Enter angle of tip of the
crack"
INPUT angle
angle=angle/2
angle=(angle*3.14)/180
for d=1 to nimp
for j=0 to 999
print "number of step"
print j
gosub mainpart
v13=v11+v12
v15[j]=v13
print "General volume of
heterogenous areas on two surfaces
of crack"
print v15[j]
print "General energy required for
deformation"
a1=v15[j]/5

```

```

v16[j]=(a1*300/impr[d,2])/cplas+(a1*
300/impr[d,3])/cplas+(a1*300/impr[d,
4])/cplas+(a1*300/impr[d,5])/cplas
if impr[d,1]<1150 then
v16[j]=v16[j]+(a1*300/impr[d,1])/cpla
s
end if
if d>1 then
v16[j]=v16[j]-v16[j]*0.01*d
end if
v14=v14+v13
v11=0
v12=0
v13=0
i=0
next j
gosub ppart
gosub npart
v11=0
v12=0
v13=0
v14=0
hf=0
npoint1=0
npoint2=0
for i=0 to 99
csx1[i]=0
csy1[i]=0
csx2[i]=0
csy2[i]=0

```

```

next i
s1=0
i=0
for t=0 to 999
v15[t]=0
next t
next d
end
ppart:
for i=0 to 999
for n=0 to 998
if v15[n]>v15[n+1] then
hf=v15[n]
v15[n]=v15[n+1]
v15[n+1]=hf
end if
next n
next i
for i=0 to 999
v15[i]=int(v15[i])
NEXT i
v14=int(v14)
a$=string(v14)
i=0
return
npart:
v14=0
PRINT "Input name of the file for
new data saving"
INPUT fd$

```

```

OPEN fd$
for i=0 to 999
for n=0 to 998
if v16[n]>v16[n+1] then
hf=v16[n]
v16[n]=v16[n+1]
v16[n+1]=hf
end if
next n
next i
for i=0 to 999
v14=v14+v16[i]
v16[i]=int(v16[i])
a$=string(v16[i])
WRITELINE a$
NEXT i
v14=int(v14)
a$=string(v14)
WRITELINE a$
PRINT "The new data were saved
successfully in the file with name
"+fd$
CLOSE
Print "All volumes is equal"
Print v14
i=0
return
mainpart:
npoint1=int(rand*100)
npoint2=int(rand*100)

```

```

for i=0 to 99
csx1[i]=int(rand*1000)
csy1[i]=int(rand*1000)
csx2[i]=int(rand*1000)
csy2[i]=int(rand*1000)
next i
s1=0
i=0
while s1<1000000
r=int(rand*200)
rpl1[i,0]=r
rpl1[i,1]=3.14*r*r
s1=s1+rpl1[i,1]
i=i+1
end while
nm1=i
s2=0
i=0
while s2<1000000
r=int(rand*200)
rpl2[i,0]=r
rpl2[i,1]=3.14*r*r
s2=s2+rpl2[i,1]
i=i+1
end while
nm2=i
if nm1>npoint1 then
nm1=npoint1
end if
if nm2>npoint2 then

```

```

nm2=npoint2
end if
v11=0
if nm1<>0 then
for i=0 to nm1-1
vr=int(rand*100)
if vr>50 then
if i<=100 then
vr=rand*70
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>100 and i<=200 then
vr=rand*170
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>200 and i<=300 then
vr=rand*270
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>300 and i<=400 then
vr=rand*370
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>400 and i<=500 then
vr=rand*470
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>500 and i<=600 then
vr=rand*570
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)

```

```

end if
if i>600 and i<=700 then
vr=rand*670
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>700 and i<=800 then
vr=rand*770
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>800 and i<=900 then
vr=rand*870
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>900 and i<=1000 then
vr=rand*970
v11=v11+rpl1[i,1]*vr*sin(angle)
end if
end if
v11=abs(v11)
next i
end if
if nm2<>0 then
v12=0
for i=0 to nm2-1
vr=int(rand*100)
if vr>50 then
if i<=100 then
vr=rand*70
v12=v12+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if

```

```

if i>100 and i<=200 then
vr=rand*170
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>200 and i<=300 then
vr=rand*270
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>300 and i<=400 then
vr=rand*370
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>400 and i<=500 then
vr=rand*470
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>500 and i<=600 then
vr=rand*570
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>600 and i<=700 then

```

```

vr=rand*670
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>700 and i<=800 then
vr=rand*770
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>800 and i<=900 then
vr=rand*870
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
if i>900 and i<=1000 then
vr=rand*970
vl2=vl2+rpl2[i,1]*vr*sin(angle)
end if
end if
vl2=abs(vl2)
next i
end if
return

```

Акт об использовании результатов научных исследований



УТВЕРЖДАЮ

Директор по производству

Григорьев И.Е.

11 августа 2016 г.

АКТ

об использовании результатов научных исследований аспиранта
кафедры физики НИТУ «МИСиС» Батомункуева Амагалана Юрьевича

При выполнении научных исследований А.Ю. Батомункуевым были установлены закономерности деформирования и разрушения тонких (≈ 30 мкм) лент аморфно-нанокристаллических сплавов. В ходе изучения механических свойств образцов А.Ю. Батомункуевым разработан способ экспериментального определения коэффициента вязкости микро разрушения тонких плёнок из многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов при локальном нагружении сферическим индентором.

В диссертационной работе А.Ю. Батомункуевым были проведены эксперименты с образцами тонких лент аморфно-нанокристаллических сплавов толщиной 30 мкм, что соизмеримо с функциональными покрытиями, выпускаемыми на ПАО «Пигмент». Так же используемые аморфные материалы, схожи, по ряду физических характеристик с продукцией завода, что дает возможность использования полученных в диссертационной работе результатов для выявления вязкости микро разрушения тонких пленок. Полученные А.Ю. Батомункуевым результаты были использованы в НИР центральной лаборатории ПАО «Пигмент» для оценки методов механических испытаний, позволяющих выявлять механические свойства, а именно адгезию антикоррозионных комплексных лакокрасочных покрытий наносимых на стальные поверхности с различной механической обработкой (зашкуренные, отдробеструенные и без обработки), а также характер их разрушения под действием нагрузок (вязкость микро разрушения, адгезионный отрыв, когезионный разрыв).
Использованные методы определения:

- нормальный отрыв (адгезия на отрыв) ГОСТ 32299-2013 (ISO 4624:2002)
- адгезия по методу сдвига (адгезия на сдвиг) ГОСТ 15140-78
- (адгезия на изгиб) ГОСТ 6806-73

- выявление вязкости микро разрушения (Ушаков И.В., Батомункуев А.Ю. Экспериментальное определение коэффициента вязкости микро разрушения тонких плёнок многокомпонентных аморфно-нанокристаллических металлических сплавов методом локального нагружения / Вестник Тамбовского государственного технического университета. 2016 г. Т. 22. № 1. С. 142-149.)

Использование результатов исследования обеспечило практический контроль качества защитных покрытий, наносимых на металлические поверхности.

Акт об использовании находится в ПАО «Пигмент».

Начальник центральной лаборатории



Лозенкова Л.И.

Начальник лаборатории ЛКМ



Лебеденко А.О.