

## **Исследование влияния температуры на механическое поведение квазикристаллов системы Al—Cu—Fe методом индентирования**

Ю. В. Мильман, С. И. Чугунова, А. А. Голубенко,  
Н. А. Ефимов, А. В. Самелюк

*Методом индентирования в широком интервале температур получены кривые деформации икосаэдрического квазикристалла системы Al—Cu—Fe. Рассмотрены особенности фазового перехода при индентировании и изменение протяженности стадий деформационного упрочнения и разупрочнения в зависимости от температуры испытания.*

Полученные ранее данные [1—3] свидетельствуют о существенном различии механизмов пластической деформации икосаэдрических квазикристаллов (КК) и кристаллических материалов. Так, характерной особенностью квазикристаллов является наличие стадии разупрочнения на кривой деформации (резкое снижение деформирующего напряжения с ростом деформации выше некоторого критического значения при комнатной температуре).

Ранее было показано [4—6], что пластическая деформация в квазикристаллах при температурах выше  $0,7\text{--}0,8 T_{\text{пл}}$  происходит в результате движения и размножения дислокаций. Описание дислокаций и полей деформации в КК осуществляется проектированием кубической ячейки КК в 6-мерном пространстве в реальное физическое 3-мерное субпространство  $E_{\parallel}$  и в ортогональное, или перпендикулярное, субпространство  $E_{\perp}$ . Компоненты искажений  $\bar{\epsilon}_{\parallel}$ , параллельные направлениям в пространстве  $E_{\parallel}$ , называются фононными искажениями, искажения  $\bar{\epsilon}_{\perp}$  в субпространстве  $E_{\perp}$  — фазонными. Эти искажения приводят к дискретным смещениям атомов в физическом пространстве, которые вызывают локальный структурный и химический беспорядок. Таким дефектам нет аналога в кристаллических материалах.

В сложной решетке квазикристаллов энергия активации движения дислокаций весьма высока (порядка нескольких электронвольт [4]), в связи с чем квазикристаллы при низких температурах (Al—Cu—Fe ниже  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) не проявляют макропластичность. Однако при некоторых условиях испытаний (индентирование, трение) в квазикристаллах может проявляться значительная микропластичность, что, как показано авторами работы [2], обусловлено фазовым переходом в кристаллическую фазу в процессе деформации.

Цель настоящей работы — выполнить сравнительное исследование механического поведения икосаэдрического квазикристалла системы Al—Cu—Fe методом индентирования в различных температурных интервалах.

© Ю. В. Мильман, С. И. Чугунова, А. А. Голубенко, Н. А. Ефимов,  
А. В. Самелюк, 2009

## Материалы и методы исследования

Квазикристаллические образцы состава  $Al_{62,56}Cu_{25}Fe_{12}Sc_{0,44}$  получены плавкой в дуговой печи. В процессе приготовления слитка была достигнута скорость охлаждения порядка  $300\text{ }^{\circ}C/c$ . Из-за особенностей кристаллизации икосаэдрических квазикристаллов получить беспористый слиток состава  $Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$  оказалось невозможно. Дополнительное легирование Sc существенно снизило пористость слитка, что обеспечило возможность измерения твердости. Вероятно, в этом случае атомы Sc выполняли функцию “склеивающих” атомов между кластерами икосаэдрического квазикристалла состава  $Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$ . Термическую обработку полученного слитка осуществляли в вакуумной печи, фазовый состав слитков контролировали методом рентгеноструктурного анализа (дифрактометр ДАРТ-УМ1,  $CuK_{\alpha}$ -излучение).

Возможности определения механических свойств квазикристаллов при температуре ниже  $0,8T_{пл}$  традиционными методами существенно ограничены из-за хрупкого разрушения при напряжениях, близких, а в некоторых случаях и меньших предела текучести. Авторами разработана методика построения кривых деформации при локальном нагружении алмазным индентором [7], что позволило впервые получить кривые деформации при индентировании в широком интервале температур. Используя набор трехгранных пирамидальных инденторов с разными углами заточки, можно получать кривые деформации вплоть до общей деформации, равной 30%. Для оценки величины напряжения течения  $\sigma$  использовали соотношение Тейбора [8]

$$\sigma = HM/3,$$

где  $HM$  — твердость по Мейеру.

Индентирование проводили в интервале температур  $20\text{--}720\text{ }^{\circ}C$  в вакуумной установке ВИМ-1 (горячая твердость). Нагрев в рабочей камере осуществляли молибденовым ленточным нагревателем. Температуру измеряли платино-платинородиевой термопарой с использованием моста постоянного тока. Образцы находились в рабочей камере с уровнем вакуума  $0,013\text{ Па}$ . Данный уровень вакуума поддерживался в течение всего эксперимента для предотвращения окисления образцов.

Измерение отпечатков твердости, а также исследование зон деформации вокруг отпечатков проводили после охлаждения образцов на металлографическом микроскопе МИМ-10 с помощью цифровой камеры с последующей компьютерной обработкой информации.

Общая деформация  $\varepsilon_t$  при индентировании кристаллических и квазикристаллических материалов состоит из пластической  $\varepsilon_p$  и упругой деформаций  $\varepsilon_e$ :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_p + \varepsilon_e.$$

Для определения  $\varepsilon_p$  использовали соотношение [7]

$$\varepsilon_p = -\ln \sin \gamma_2,$$

где  $\gamma_2$  — угол между гранью пирамидального отпечатка твердости и осью нагружения. При этом всегда  $\gamma_2 > \gamma_1$  ( $\gamma_1$  — угол заточки индентора).

$$\operatorname{ctg} \gamma_2 = \operatorname{ctg} \gamma_1 - 1,77 \frac{HM}{E_{\text{ef}}},$$

где  $E_{\text{ef}}$  — эффективный модуль контактной пары индентор—образец;

$$\frac{1}{E_{\text{ef}}} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}.$$

Здесь  $E_1, E_2$  и  $\nu_1, \nu_2$  — модули Юнга и коэффициенты Пуассона материалов образца и индентора. Величину упругой деформации  $\varepsilon_e$  определяли из уравнения

$$\varepsilon_e = (1 - \nu_1 - 2\nu_1^2) \frac{HM}{E_1}.$$

Авторами в работе [9] предложено определять пластичность безразмерным параметром  $\delta_H$ , который равен доле пластической деформации в общей упругопластической деформации:

$$\delta_H = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_t} = \frac{\varepsilon_p}{\varepsilon_p + \varepsilon_e} = 1 - \frac{\varepsilon_e}{\varepsilon_t}.$$

Характеристика пластичности  $\delta_H$  соответствует физическому представлению о пластичности [10] и может быть определена любым методом механических испытаний. Значение  $\delta_H$  изменяется от 0 (для чисто упругого внедрения индентора) до 1 (для полностью пластической деформации). На практике эти крайние значения не наблюдаются и значения  $\delta_H$  находятся в интервале 0—1. Установлено, что существует критическое значение характеристики пластичности  $\delta_{H\text{кр}} \approx 0,9$ , при достижении которого появляется пластичность при стандартных механических испытаниях на изгиб и растяжение.

Следует отметить, что форма отпечатка твёрдости и степень пластической (или упругой) деформации под индентором для металлов и высокотвёрдых керамических материалов существенно отличаются. Для металлов угол  $\gamma_2$  между осью пирамидального отпечатка и его гранью слегка превышает соответствующий угол индентора  $\gamma_1$ . Упругая деформация не превышает 0,5% и основной вклад в общую деформацию вносит пластическая деформация. В то же время в керамических материалах угол  $\gamma_2$  намного больше угла  $\gamma_1$  и часть упругой деформации под индентором весьма значительна.

В зависимости от материала на кривых  $\sigma$ — $\varepsilon_t$  можно определять верхний и нижний пределы текучести, предел пропорциональности и другие механические характеристики.

### Результаты и их обсуждение

Полученный слиток икосаэдрического квазикристалла  $\text{Al}_{62,56}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}\text{Sc}_{0,44}$ , по данным рентгенофазового анализа, представлял собою систему четырех фаз: икосаэдрической квазикристаллической фазы  $\psi$ , кристаллической  $\beta$ -фазы на основе  $\text{AlFe}$ , имеющей кубическую ОЦК решетку; кристаллической  $\lambda$ -фазы на основе  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  с моноклинной решеткой и  $W$ -фазы с гексагональной кристаллической решеткой типа  $\text{ThMn}_{12}$ , содержащей около 8% (ат.)  $\text{Sc}$  (рис. 1, а). В результате вакуумного отжига при температуре 700 °С в течение 5 ч исследуемый материал был переведен в однофазное квазикристаллическое состояние (рис. 1, б).

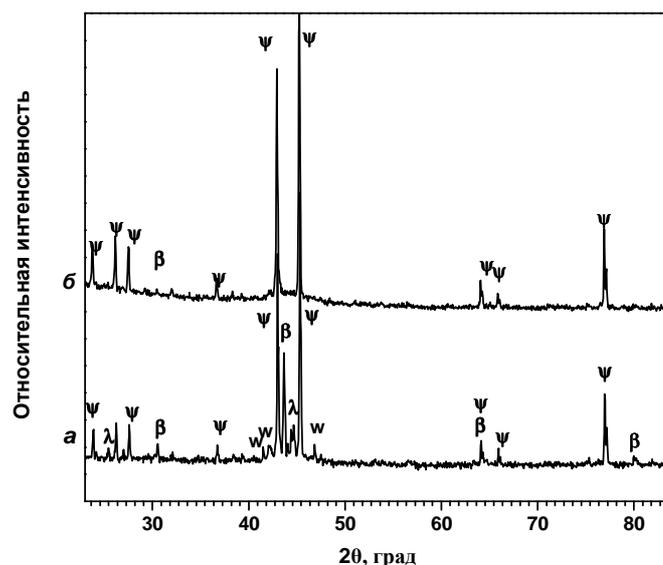
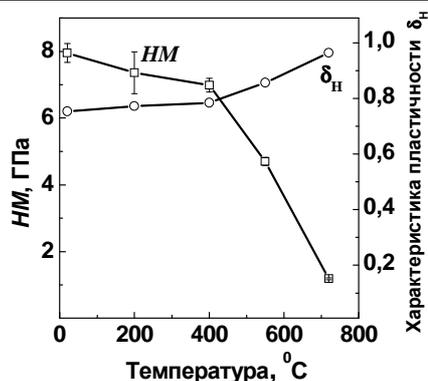


Рис. 1. Фрагменты дифрактограмм с поверхности слитка  $\text{Al}_{62,56}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}\text{Sc}_{0,44}$  в исходном состоянии (а) и после вакуумного отжига при температуре  $700\text{ }^\circ\text{C}$  в течение 5 ч (б).

Рис. 2. Температурная зависимость твердости  $HM$  и характеристики пластичности  $\delta_H$  слитка квазикристалла  $\text{Al}_{62,56}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}\text{Sc}_{0,44}$ .

Для такого однофазного малопористого материала была получена температурная зависимость твердости  $HM$  и характеристики пластичности  $\delta_H$  (рис. 2). На рис. 2 видно, что



микротвердость литого квазикристалла системы  $\text{Al—Cu—Fe}$  в интервале  $20\text{—}400\text{ }^\circ\text{C}$  слабо зависит от температуры и составляет  $7\text{—}8$  ГПа. Соответственно, величина  $\delta_H$  также меняется незначительно. Однако далее, с повышением температуры, микротвердость начинает снижаться и при  $720\text{ }^\circ\text{C}$  достигает  $1$  ГПа. На этом же участке наблюдается резкое повышение характеристики пластичности  $\delta_H$ . При комнатной температуре  $\delta_H \approx 0,75$ , что является типичным значением для квазикристаллов [1]. При  $720\text{ }^\circ\text{C}$   $\delta_H \approx 0,95$ . Как ранее было показано авторами, величина характеристики пластичности  $\delta_H \approx 0,9$  является критической, выше которой материал ведет себя как пластичный [9].

Таким образом, на кривой температурной зависимости микротвердости можно выделить два участка: 1 — изменение твердости незначительно ( $T < T_1$ ); 2 — резкое понижение твердости ( $T > T_1$ ) (рис. 3).

Тщательное изучение формы отпечатка индентора Виккерса показало, что формирование отпечатка твердости в квазикристаллических материалах в отличие от металлов имеет ряд специфических особенностей.

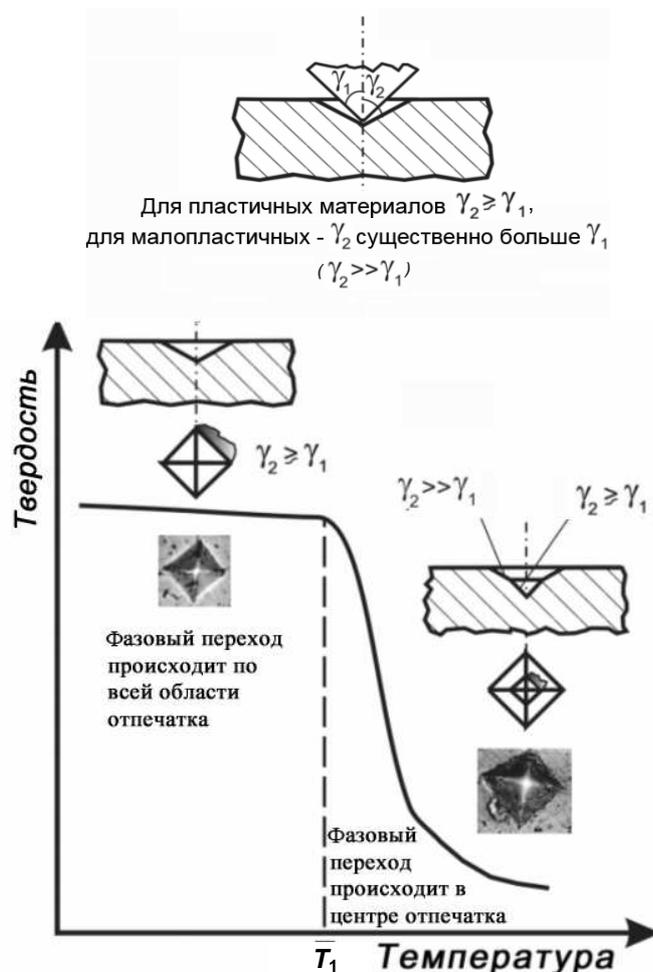


Рис. 3. Схема температурной зависимости твердости квазикристаллических материалов и фазовый переход при индентировании.

Так, на изображениях во вторичных электронах отпечатков индентора Виккерса при 200 °С (область  $T < T_1$ , рис. 4, а) выявлены тонкие слои материала, выдавленные в несколько стадий из-под индентора, что свидетельствует о существенном повышении пластичности материала в ходе индентирования. Такая пластификация, вызванная переходом квазикристаллической фазы в кристаллическую аппроксимантную, происходит при комнатной температуре по всей области отпечатка, поскольку отпечаток имеет форму правильной пирамиды с углом  $\gamma_2$ , незначительно превышающим угол  $\gamma_1$  ( $\gamma_2 \geq \gamma_1$ ). Выше температуры  $T_1$  фазовый переход наблюдается только в центре отпечатка, где имеет место наибольшая пластическая деформация (рис. 4, б). В этом случае отпечаток твердости состоит из двух частей с различными углами  $\gamma_2$  (рис. 3).

Для ряда температур в исследуемом температурном интервале методом индентирования были получены кривые деформации (рис. 5). На всех кривых можно выделить несколько участков. В интервале температур 20—400 °С при деформации, не превышающей  $\epsilon_t = 10\%$ , наблюдается

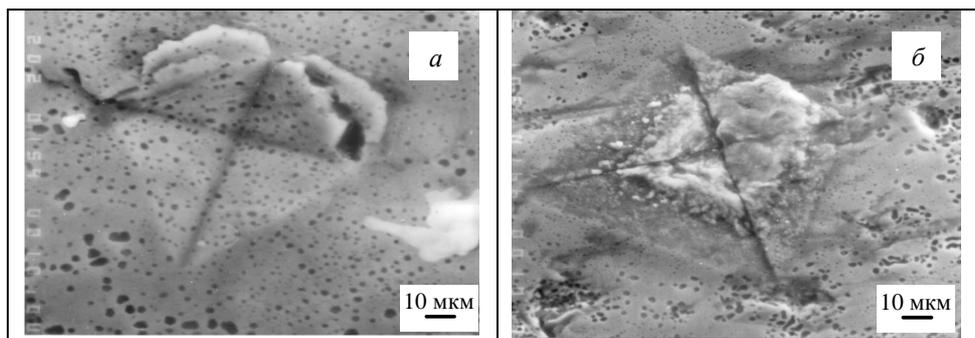
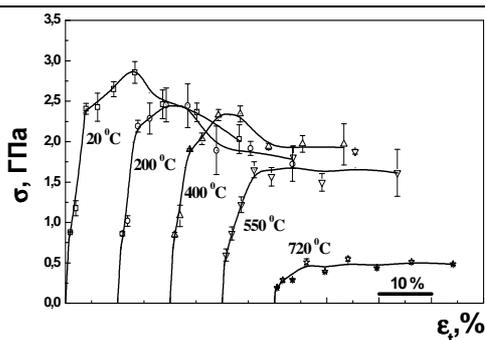


Рис. 4. СЭМ изображения отпечатков индентора Виккерса при температурах 200 (а) и 720 °С (б).

Рис. 5. Кривые деформации квазикристалла  $\text{Al}_{62,56}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}\text{Sc}_{0,44}$ , полученные методом индентирования при различных температурах.

деформационное упрочнение материала, затем наступает деформационное разупрочнение. При комнатной температуре



разупрочнение продолжается до  $\epsilon_t = 30\%$ . При температурах 200 и 400 °С с ростом  $\epsilon_t$ , после разупрочнения, в диапазоне деформации 15—30% напряжение остается постоянным. При температуре испытаний 550 °С деформационное упрочнение продолжается до  $\epsilon_t = 5\%$ , деформационного разупрочнения не происходит и напряжение остается постоянным до  $\epsilon_t = 30\%$ . При повышении температуры испытаний до 720 °С зависимость  $\sigma(\epsilon_t)$  приобретает вид, типичный для металлических материалов. Резкого разупрочнения, характерного для квазикристаллов при комнатной температуре, также не наблюдается. Таким образом, эффект деформационного разупрочнения квазикристалла системы Al—Cu—Fe уменьшается при повышении деформации от комнатной температуры до 720 °С. При комнатной температуре этот эффект максимален. Протяженность деформационного упрочнения в квазикристаллах системы Al—Cu—Fe также уменьшается с увеличением температуры. Изменение протяженности стадии деформационного упрочнения в зависимости от температуры приведено на рис. 6.

Разброс значений  $\sigma$  обусловлен хрупким разрушением, которое сопровождается образованием отпечатка, особенно в случае использования инденторов с острыми углами, то есть при деформации  $\epsilon_t = 10\%$ .

Кривые деформации, полученные методом индентирования при температурах ниже и равной  $T_1$  (включая комнатную), содержат область интенсивного разупрочнения, как и кривые деформации, полученные при испытаниях на сжатие при температурах 600—650 °С [4, 11]. Поэтому можно предположить, что пластическая деформация в икосаэдрических квазикристаллах при низких температурах осуществляется дислокационным механизмом, как и при повышенных температурах. Обработка кривых деформации показала, что с ростом температуры происходит гораздо более

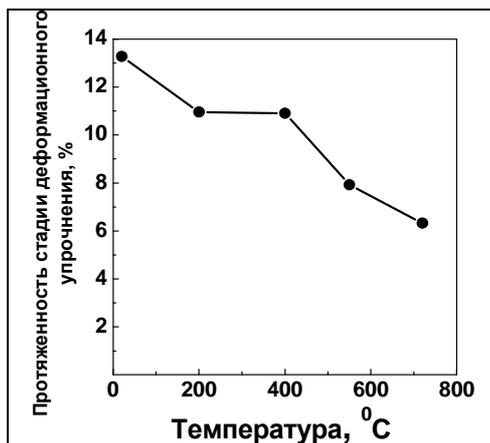


Рис. 6. Температурная зависимость протяженности стадии деформационного упрочнения (в % деформации).

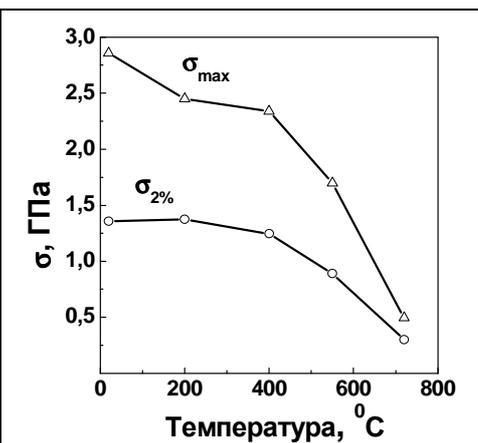


Рис. 7. Температурная зависимость напряжений  $\sigma_{\max}$  и  $\sigma_{2\%}$ .

значительное уменьшение максимального напряжения  $\sigma_{\max}$  по сравнению с  $\sigma_{2\%}$  (рис. 7).

Увеличение деформационного разупрочнения с понижением температуры можно объяснить уменьшением при этом скорости атомной диффузии и релаксации фазонных искажений, возникающих при движении дислокаций. При комнатной температуре диффузия затруднена максимально и воздействие фазонных дефектов на движение дислокаций наибольшее.

Таким образом, при помощи метода индентирования впервые получены кривые деформации  $\sigma$ — $\epsilon$ , для икосаэдрических квазикристаллов системы Al—Cu—Fe при температурах 200, 400 и 550 °C. В ранее опубликованных работах [5, 12] при этих температурах при испытаниях на сжатие кривые деформации не удавалось получить вследствие хрупкого разрушения квазикристалла Al—Cu—Fe. Характеристику пластичности  $\delta_H$ , определенную по результатам индентирования квазикристаллов, можно использовать для установления температуры перехода из хрупкого в пластичное состояние.

### Выводы

Изучены закономерности фазового перехода при индентировании и предложена схема, показывающая особенности фазового перехода при индентировании квазикристалла в широком диапазоне температур.

Впервые методом индентирования построены кривые деформации литого квазикристалла  $\text{Al}_{62,56}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}\text{Sc}_{0,44}$  в интервале температур 20—720 °C. Изучен характер их поведения. Сделано предположение о том, что низкотемпературная деформация происходит по такому же механизму термоактивационного движения дислокаций, как и высокотемпературная.

Показано, что эффект деформационного упрочнения в квазикристаллах увеличивается при понижении температуры деформации до комнатной. Такой эффект объяснен возрастанием влияния фазонных дефектов из-за существенного затруднения диффузии и релаксации фазонных искажений.

Авторы выражают благодарность канд. техн. наук Н. А. Крапивке за получение образцов для исследования.

1. Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Лоцко Д. В. и др. Изучение механических свойств квазикристаллической фазы Al—Cu—Fe методом индентирования // Докл. Академии наук. — 2000. — **373**, № 4. — С. 470—473.
2. Dub S. N., Milman Yu. V., Lotsko D. V., Belous A. N. The anomalous behavior of Al—Cu—Fe quasicrystal during nanoindentation // J. Mater. Sci. Lett. — 2001. — **20**, No. 10. — P. 1043—1045.
3. Fikar J., Bonneville J., Rabier J. et al. Quasicrystals—Preparation, Properties and Applications (MRS. Symp. Proc. 643) / Ed. by E. Belin-Ferre, P. A. Thiel, A. P. Thiel, A.-P. Tsai, and K. Urban (Mater. Res. Soc., Warrendale). — 2001. — K7.4.
4. Feuerbacher M., Metzmacher C., Wollgarten M. et al. The plasticity of icosahedral quasicrystals // Mater. Sci. & Eng. — 1997. — **A233**. — P. 103—110.
5. Giacometti E., Guyot P., Baluc N., Bonneville J. Plastic behavior of icosahedral Al—Cu—Fe quasicrystals: experiment and modeling // Ibid. — 2001. — **A319—321**. — P. 429—493.
6. Takeuchi S. Bulk mechanical properties of quasicrystals // Proc. of Quasicrystals, MRS Symposium. — MRS, Warrendale, PA, 1999. — **553**. — P. 283—294.
7. Milman Yu. V. New methods of micromechanical testing of materials by local loading with a rigid indenter // Advanced Materials Science: 21st Century / Ed. Cambridge Internat. Science Publ., 1998. — P. 638—659.
8. Tabor D. The Hardness of Metals. — Oxford: Clarendon Press, 1951. — 130 p.
9. Milman Yu. V., Galanov B. A., Chugunova S. I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement (overview No. 107) // Acta Metall. Mater. — 1993. — **41**, No. 9. — P. 2523—2532.
10. Физический энциклопедический словарь. — М.: Сов. энциклопедия, 1983. — Т. 4. — С. 592.
11. Takeuchi S. Physical properties of quasicrystals — an experimental review // Mater. Sci. Forum. — 1994. — **150&151**. — P. 35—52.
12. Bresson I., Gratias D. Plastic deformation in AlCuFe icosahedral phase // J. Non-Cryst. Solids. — 1993. — **153&154**. — P. 468—472.