# Неустойчивое пластическое течение в сплаве AI–3% Mg в процессе непрерывного наноиндентирования

© Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, М.А. Лебедкин\*

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, 392622 Тамбов, Россия \* Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: golovin@tsu.tmb.ru

#### (Поступила в Редакцию 15 августа 2001 г. В окончательной редакции 12 октября 2001 г.)

Методами динамического наноиндентирования исследованы неустойчивые моды пластического течения сплава Al-3% Mg в микро- и субмикрообъемах. Установлено, что в зависимости от скорости нагружения и размеров деформированной области реализуются различные режимы неустойчивой пластической деформации. По мере деформирования нерегулярная кривая деформации (соответствующая случайному процессу) обнаруживает квазипериодическое поведение с характерной амплитудой колебаний твердости.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 01-02-16573 и № 01-02-16641) и Министерства образования РФ (грант в области естественных наук, шифр Е00-3.4-123).

В отличие от чисто упругой пластическая деформация в кристаллических телах всегда неоднородна в пространстве и неравномерна во времени в силу своей дискретной природы на атомарном уровне. Характер и величина макроскопических эффектов, обусловленных этой фундаментальной дискретностью, определяются главным образом микроскопическими механизмами элементарных актов пластичности и степенью их кооперативности. Регистрируемые макроскопические проявления неустойчивости механического поведения образца также существенно зависят от его геометрии, условий нагружения, чувствительности и разрешающей сопосбности используемой аппаратуры.

В настоящее время лучше всего изучены закономерности и природа неустойчивости необратимой деформации в макрообразцах при одноосном сжатии или растяжении: эффект Савара, проявляющийся в виде скачков деформации в мягкой испытательной машине (известен с 1837 г.), и эффект Портевена-Ле Шателье, вызывающий скачки нагрузки в жесткой испытательной машине (исследуется с начала XX века) [1-12]. Выявлено несколько основных механизмов необратимой микроскопической механической неустойчивости: 1) динамическое старение в процессе деформирования, обусловленное взаимодействием движущихся дислокаций с подвижными атомами примеси; 2) образование и развитие локализованных полос сдвига и скольжения, двойников, сбросов и др.; 3) фазовые переходы, индуцированные деформацией; 4) зарождение и рост пор, трещин и т.п.

При изучении процессов неустойчивости деформации обычно выделяют два аспекта: а) динамику отдельного изолированного события; b) статистические и корреляционные закономерности большого количества таких событий. Как в том, так и в другом случае для корректного анализа динамики процесса необходимы методика и аппаратура, обеспечивающие высокое пространственное и временное разрешение, которого непросто добиться в стандартных испытательных устройствах. В настоящей работе приняты специальные меры для увеличения пространственно-временно́го разрешения, пропускной способности и емкости памяти регистрирующей аппаратуры.

В связи с резко возросшим в последнее десятилетие интересом к нелинейным диссипативным системам и процессам самоорганизации в них неустойчивость деформации стали также рассматривать с позиций теории динамических систем [2,11,12], что позволило существенно улучшить понимание природы механических свойств материалов. Помимо фундаментальных причин интереса к этой проблеме имеются и прагматические, поскольку характер пластического течения (стабильный или неустойчивый), степень скоррелированности отдельных скачкообразных событий, их амплитуда и частота существенно влияют на усилия деформирования, микрогеометрию (степень шероховатости) поверхности изделия и склонность к разрушению при обработке давлением многих практически важных материалов.

Другая группа причин, обусловливающих интерес к коллективным явлениям в системе дефектов при деформировании, связана с освоением наномасштабного уровня в физическом материаловедении и нанотехнологиях, что требует учета специфики поведения материалов в субмикронных объемах. Хорошо известно, что постоянство механических свойств имеет место в ограниченном диапазоне масштабов образца и скоростей деформации, так что поведение материалов в нанообъемах, как правило, не может быть выведено из данных, полученных на макрообразцах. В связи с этим основной целью работы было изучение закономерностей деформирования сплава Al–3 wt.% Mg (при локальном деформировании малыми нагрузками —  $10^{-3}$ –10 N), поведение которого в макрообъемах (в частности, условия перехода от равномерной к скачкообразной моде течения, характер и статистические характеристики массива скачков) хорошо изучено на макрообразцах [2–12].

Для того чтобы при необходимости можно было локализовать зону деформации до нескольких nm и вместе с тем непрерывно регистрировать нагрузку и деформацию, была выбрана технология наноиндентирования. Этот метод позволяет исследовать тонкие детали динамики деформирования как на уровне отдельных скачков деформации, так и для всего статистического ансамбля множества скачков. Однако коммерческие нанотестеры, обладающие обычно очень высоким разрешением по глубине (до 0.1 nm в лучших образцах), имеют слишком низкое временное разрешение для корректного исследования быстропротекающих процессов в зоне деформации.

В относительно узком диапазоне нагрузок и скоростей нагружения исследование кинетики локального деформирования сплавов Al проведено в работах [13,14], где был обнаружен переход от устойчивого режима к неустойчивому при достижении некоторых критических значений глубины погружения индентора h. Однако следует учесть, что с ростом h падает и относительная скорость деформации *і*. Это следует из выражения  $\dot{\varepsilon} = dh/hdt$ , которое обычно используют для оценки среднего значения  $\dot{\varepsilon}$  под индентором [15,16]. Ввиду этого необходимо понять, что в действительности влияет на переход от одной моды деформации к другой: масштабный фактор, скоростной или некоторая их комбинация? Невысокое временное разрешение аппаратуры, использованной в [13,14], не позволило авторам наблюдать тонкие детали в быстрых скачках и классифицировать их. Наконец, в этих работах не анализировались форма и статистика скачков, что не дает возможности судить о механизмах, причинах и степени их корреляции на разных этапах локального деформирования.

Задача настоящей работы состояла в экспериментальном исследовании и обсуждении этих вопросов.

## Методика и экспериментальная техника

Основные принципы и методы исследования материалов при непрерывном локальном деформировании (nanoindentation или depth-sensing testing в англоязычной литературе) неоднократно описывались (см., например, [17–25]). Однако для исследования быстропротекающих динамических явлений потребовалось некоторое усовершенствование этих методик с целью увеличения временно́го разрешения.

Особенностью нашей установки является горизонтальное расположение подвижного штока, что позволило уменьшить массу и, следовательно, инерционность

Физика твердого тела, 2002, том 44, вып. 7

подвижных частей. Шток был смонтирован на упругом подвесе, обеспечивавшем поступательное движение без трения. Суммарная жесткость подвеса составляла  $10^{-4}$  N/ $\mu$ m, что позволяло реализовывать "мягкую" схему нагружения, более чувствительную к скачкам деформации, чем "жесткая". На одном конце штока был закреплен стандартный алмазный индентор Берковича, а в средней части — емкостный датчик смещения. Нагружение осуществлялось магнитоэлектрическим приводом, в котором подвижная катушка с током взаимодействовала с неподвижным постоянным кольцевым магнитом. Изменяя амплитуду, длительность и форму тока в катушке, которые задавались компьютером, можно было варьировать параметры импульса нагрузки, прикладываемой к индентору.

Сигнал с датчиков силы и смещения подавали на десятиразрядный аналого-цифровой преобразователь с последующей обработкой на персональном компьютере. Описанные выше методика и установка обеспечивали измерение динамики процесса микро- и наноиндентирования в диапазоне нагрузок P от 1 до 300 mN, глубин погружения h от единиц nm до  $10\mu$ m и времен от сотен  $\mu$ s до сотен секунд. Максимальное разрешение установки при этом составляло: по глубине — 1 nm, по силе — 0.1 mN, по времени —  $50\mu$ s. Для проведения измерений при больших нагрузках использовалась специальная приставка, позволяющая получить при индентировании силу с максимальным значением  $P_m$  до 15 N при разрешении по глубине 20 nm.

Все эксперименты были проведены в условиях индентирования линейно нарастающей во времени силой  $P = \mu t$ . Варьирование времени нагружения  $\tau$  от 5 до 200 s и максимальной величины усилия внедрения  $P_m$ в пределах от 10 mN до 15 N позволяло менять скорость нарастания силы  $\mu$  более чем на четыре порядка величины в диапазоне от 0.1 до 1500 mN/s.

Образцы сплава Al–3% Mg вырезались в виде параллелепипедов размером  $3 \times 5 \times 40$  mm электроискровой резкой из промышленного листового проката. Боковые поверхности шлифовались на пасте с размером зерна  $5 \,\mu$ m для удаления слоя толщиной  $50-100 \,\mu$ m. Затем в течение 2 h проводился отжиг при температуре  $450^{\circ}$ C с последующей закалкой в воде, что давало размер зерна  $200-250 \,\mu$ m. Окончательная обработка поверхности образцов проводилась электрополировкой.

### 2. Результаты

В процессе экспериментального исследования накоплено свыше 1000 файлов, содержащих первичную информацию о парных функциях P(t) и h(t), по которым впоследствии строились другие зависимости, в частности P-h-диаграммы (рис. 1). Из всей совокупности полученных данных следует, что типичными являются три режима течения, характеризующиеся 1) плавным (с точностью до шумов установки), 2) нерегулярным



**Рис. 1.** Типичная P-h-диаграмма, полученная при индентировании сплава Al-3% Mg при линейном нарастании силы со скоростью  $\mu = 12.5$  mN/s. Максимальное значение силы  $P_m = 2.5$  N. На вставках приведены типичные кинетические кривые погружения инденторов в координатах глубинавремя: a — начальная стадия внедрения, когда происходит смена плавного режима деформирования на скачкообразный; b — промежуточная стадия, когда происходит замещение скачкообразной нерегулярной моды течения на регулярную ступенчатую; c — заключительная стадия регулярного ступенчатого роста h.

скачкообразным и 3) упорядоченным ступенчатым ростом h во времени (см. соответственно вставки a-c на рис. 1). В предельных случаях (при очень низких или очень высоких скоростях нагружения) могли реализовываться не все три, а один или два типа кинетических кривых. В обычных условиях наблюдалась последовательная смена режима течения от первого типа ко второму, а затем к третьему, что можно связать со сменой физически различающихся этапов погружения индентора. Эти переходы могли протекать резко или постепенно, путем конкурентного замещения одного типа поведения другим (вставка b на рис. 1), что вызывало изменение хода всех других зависимостей, построенных по первичным данным (рис. 2–6).

Поскольку быстрые вариации величин  $h, \dot{h}, \dot{\varepsilon}$  и др. имели место на фоне их глобального изменения по мере погружения индентора, в дальнейшем будем различать их мгновенные значения и усредненные на интервале, охватывающем несколько локальных вариаций. Последние обозначены буквами, заключенными в треугольные скобки. В отличие от стадии нерегулярных скачков во всех скоростных режимах, приводящих к деформированию упорядоченными ступеньками, наблюдался линейный рост глубины скачков  $\Delta h$  с увеличением  $\langle h \rangle$  (рис. 2), что означает неизменность отношения  $\Delta \sigma / \langle \sigma \rangle = \Delta H / \langle H \rangle$  при фиксированном значении  $\mu$  (здесь  $\sigma = H = 0.0379P(t)/h^2(t)$  — среднее контактное напряжение на поверхности отпечатка, равное твердости *H* по Мейеру). При изменении  $\mu$  на четыре порядка величины  $\Delta H/\langle H \rangle$  менялось меньше чем в 2 раза. Упорядоченный режим возникал при достижении некоторой критической глубины погружения  $h_c$ , которая



**Рис. 2.** Зависимость амплитуды скачков  $\Delta h$  от глубины  $\langle h \rangle$  для нерегулярных (1) и регулярных (2) скачков неустойчивой пластической деформации ( $P_m = 250$  mN,  $\mu = 1.25$  mN/s).



**Рис. 3.** Зависимость критической глубины отпечатка  $h_c$ , после достижения которой устанавливается режим формирования регулярных скачков, от скорости нарастания силы  $\mu$ .



**Рис. 4.** Зависимость значения твердости H от глубины погружения  $h. P_m = 2.5 \text{ N}, \mu = 12.5 \text{ mN/s}.$ 



**Рис. 5.** Зависимость линейной скорости погружения индентора от времени t(a) и от текущей глубины отпечатка h(b).

также слабо зависела от скорости роста нагрузки на инденторе  $\mu$  (рис. 3). Зависимость  $\langle P \rangle = f \langle h \rangle$  становилась при этом близкой к квадратичной, вследствие чего сглаженное значение твердости  $\langle H \rangle$  практически переставало зависеть от  $\langle h \rangle$  (рис. 4).

В отличие от одноосного сжатия или растяжения в жесткой машине типа Instron при наноиндентировании  $\langle \dot{h} \rangle \neq \text{const}$  и  $\langle \dot{\varepsilon} \rangle \neq \text{const}$ . В процессе погружения они уменьшаются ( $\langle \dot{h} \rangle$  слабо,  $\langle \dot{\varepsilon} \rangle$  сильно), испытывая, так же как и другие переменные, осцилляции около средних (на данном этапе) значений. Из рис.5 и 6 следует, что на зависимостях  $\dot{h}(t)$ ,  $\dot{h}(\langle h \rangle)$  и  $\dot{\varepsilon}$  ( $\langle h \rangle$ ) также можно выделить три участка: с гладким ходом (с точностью до шумов установки), нерегулярным скачкообразным и упорядоченными квазипериодическими вариациями. В связи с этим кроме очевидного влияния масштабного фактора необходимо установить и роль скоростного. Из рис. 6



**Рис. 6.** Зависимость скорости относительной деформации  $\dot{\varepsilon}$  от текущей глубины отпечатка h в области смены режимов пластического течения при разных скоростях нарастания силы  $\mu$ .  $\mu$ , mN/s: I - 125, 2 - 50, 3 - 12.5. Максимальная нагрузка одинакова для всех случаев:  $P_m = 2.5$  N.

следует, что для перехода в режим упорядоченных скачков необходимо выполнение двух связанных условий:  $\langle h \rangle > h_c$  и  $\langle \dot{\varepsilon} \rangle < \dot{\varepsilon}_c$ .

## 3. Обсуждение результатов

Наличие в общем случае трех стадий в кинетике погружения очевидно означает смену условий и механизмов пластического течения по мере роста  $\langle h \rangle$  и одновременного падения ( і ). Ввиду отсутствия скачков, надежно превышающих по величине уровень шума в канале измерения глубины при малых h, трудно с определенностью ответить на вопрос о том, имеют ли место скачки в самом начале погружения. В установках с лучшей виброзащищенностью, чем в использованной в данной работе, резкие изменения h наблюдались при  $h \approx 5-10\,\mathrm{nm}$  и малой скорости нагружения даже в таких пластичных материалах, как Al, Cu [26,27]. При этом в фазе замедления роста h зависимость P(h)была близка к чисто упругой в соответствии с законом Герца  $P \sim h^{3/2}$  [26,27], а во время скачка h величина Р оставалась практически неизменной, т.е. материал деформировался без упрочнения, как ньютоновская жидкость. Авторы [26,27] связывают генерацию таких скачков амплитудой  $\Delta h \sim 10-20 \,\mathrm{nm}$  с зарождением и эволюцией малых дислокационных скоплений или линий скольжения, содержащих  $\Delta h/b \approx 10^2$  дислокаций (где **b** — вектор Бюргерса), что представляется вполне обоснованным. Не исключено, что и в нашем случае в сплаве Al-3% Mg такие скачки имели место при малых h, но были замаскированы или разрежены и измельчены вибрациями установки до уровня, сопоставимого с уровнем шума.

При h > 50-200 nm (в зависимости от величины  $\mu$ ) амплитуда скачков становилась значительно выше уровня шума, что позволяло надежно идентифицировать скачки и анализировать их параметры. Разумеется, это не снимает принципиального вопроса о роли шумов в



**Рис. 7.** Фазовый портрет процесса погружения индентора для всего цикла внедрения (стрелка указывает направление изменения H с увеличением текущей глубины h). На вставке приведена часть фазовой траектории из пяти последовательных пульсаций на стадии регулярных скачков; сплошной линией показана реконструкция N-образной зависимости твердости H от скорости относительной деформации  $\dot{\varepsilon}$ .

динамике потенциально неустойчивой системы, склонной к скачкообразной релаксации метастабильных состояний. Быстродействие нашей установки позволило определить реальную длительность фронта подобных скачков: при h > 100 nm она составляла  $t_f = 10^{-4} - 10^{-3}$  s. В совокупности с глубиной скачка  $\Delta h = 10 - 100$  nm это дает оценку средней скорости дислокаций в скоплениях  $\Delta h/t_f \approx 10^{-4}$  m/s, что согласуется с обычными представлениями о подвижности дислокаций вблизи предела текучести. Подчеркнем, что найденная величина  $t_f$  является физической характеристикой процесса деформирования данного материала, а не отражением переходных процессов в механике или электронике наноиндентометра, длительность которых была меньше  $t_f$ .

Как уже упоминалось, переход к стадии упорядоченных скачков сопровождался изменениями различных параметров деформирования. В частности, отдельный скачок становился более плавным, скорость на фронте уменьшалась, а на плато увеличивалась (вставка *c* на рис. 1). Амплитуда скачков, нормируемая на текущие значения  $\langle h \rangle$ , становилась при этом близкой к постоянной. Эти особенности свидетельствуют о том, что изменился механизм неустойчивости.

Отметим, что это не обязательно должно быть обусловлено изменением условий движения отдельных дислокаций. Изменение вида кинетических кривых погружения индентора может быть связано с изменением характера коллективных процессов в их системе. Например, в условиях одноосной деформации проявления эффекта Портевена–Ле Шателье очень разнообразны и, в частности, как и в данной работе, нерегулярные скачкообразные кривые сменяются квазипериодическими при уменьшении скорости деформации. Динамический анализ показал, что при одноосной деформации эта тенденция связана с переходом между динамическими режимами детерминированного хаоса и самоорганизующейся критичности [28].

Как известно, в сплавах Al-Mg существует диапазон *ċ*, в котором скоростная зависимость напряжений течения имеет отрицательный наклон [4,8,11], что создает предпосылки для возникновения автоколебательного процесса. Микроскопическая причина такого поведения заключается в деформированном старении — блокировании скользящих дислокаций примесными атомами [1,4–12] в определенном диапазоне скоростей движущихся дислокаций. Динамические и статистические характеристики ступенек несут информацию о подвижности примесных атомов и дислокаций, о корреляционных связях между ними и являются предметом следующей статьи. Как видно из рис. 7, развитие неустойчивостей для процесса нагружения в целом напоминает случайный процесс. Однако на стадии регулярных скачков фазовая траектория приобретает вид, характерный для нелинейных периодических колебаний (вставка на рис. 7), дающий возможность реконструировать *N*-образную кривую скоростной чувствительности твердости раздо меньше, чем для нерегулярных, и согласуется по порядкам величин с диапазоном *і* неустойчивости течения, приведенным в [10] для макрообразцов, деформируемых одноосным сжатием. Очевидно, лучшего совпадения трудно ожидать, поскольку конкретная форма экспериментальной петли зависит не только от свойств материала, но и от схемы нагружения, геометрии образца и инерционных свойств испытательной машины. Действительно, регистрируемые скорости *с* являются в любом случае заниженными, так как они отнесены схемой испытаний и методом расчета ко всей нагруженной области (в наноиндентировании) или ко всему образцу (при одноосном испытании). Ясно, что чем больше отличается локально деформируемый объем материала (например, в голове дислокационного скопления) от объема образца, тем сильнее усредняется величина  $\dot{\varepsilon}$ , тем больше она отличается от локального значения  $\dot{\varepsilon}_{\rm loc}$ , определяющего положение "рабочей точки" на скоростной зависимости. С этой точки зрения нанотестер, безусловно, обеспечивает бо́льшую локальность, т.е. приближенность измеряемой величины *ċ* к *ċ*<sub>loc</sub>, чем при испытаниях в машине типа Instron, а также (ввиду меньшей массы подвижных частей) меньшие искажения временных характеристик скачка.

Приведенные выше результаты и обсуждение не оставляют сомнений в том, что регулярные скачки являются результатом деформационного старения и могут считаться проявлением эффекта Портевена–Ле Шателье в условиях непрерывного индентирования (или Савара, поскольку использованный нанотестер является "мягкой" испытательной машиной).

Таким образом, в настоящей работе показано, что в условиях непрерывного наноиндентирования (или микроконтактного взаимодействия) в сплаве A1–3% Мg могут развиваться два вида неустойчивости пластического деформирования, контролируемые разными механизмами. При переходе от неупорядоченного скачкообразного деформирования к упорядоченному, возникающему при выполнении двух взаимосвязанных условий:  $\langle h \rangle > h_c$  и  $\langle \dot{\varepsilon} \rangle < \dot{\varepsilon}_c$ , нормированные глубина скачков  $\Delta h / \langle h \rangle$  и твердость  $\Delta H / \langle H \rangle$  приобретают постоянные значения, слабо зависящие от скорости внедрения, что соответствует появлению на фазовой диаграмме повторяющихся предельных циклов.

## Список литературы

- М.А. Штремель. Прочность сплавов. Ч. II. Деформация. МИСИС, М. (1997). 556 с.
- [2] Г.А. Малыгин. УФН 169, 9, 979 (1999).
- [3] B.J. Brindley, P.J. Worthington. Met. Rev. 15, 101 (1970).
- [4] P. Penning. Acta Met. 20, 1169 (1972).
- [5] L.P. Kubin, Y. Estrin. Acta Met. 33, 397 (1985).
- [6] Y. Estrin, P.L. Kubin. Acta Met. 34, 12, 2455 (1986).

- [7] K. Chihab, Y. Estrin, L.P. Kubin, J. Vergnol. Scripta Met. 21, 203 (1987).
- [8] L.P. Kubin, K. Chihab, Y. Estrin. Acta Met. 36, 10, 2707 (1988).
- [9] L.P. Kubin, Y. Estrin. Acta Met. Mater. 38, 5, 697 (1990).
- [10] J. Balic, P. Lukac. Acta Met. Mater. 41, 5, 1447 (1993).
- [11] М.А. Лебёдкин, Л.Р. Дунин-Барковский. ЖЭТФ 113, 5, 1816 (1998).
- [12] M. Lebyodkin, Y. Brechet, Y. Estrin, L. Kubin. Acta Mater. 44, 11, 4531 (1996).
- [13] G. Berges, N.Q. Chinh, A. Juhash, J. Lendvai. J. Mater. Res. 13, 6, 1411 (1998).
- [14] G. Berges, N.Q. Chinh, A. Juhash, J. Lendvai. Acta Mater. 46, 6, 2029 (1998).
- [15] С.И. Булычев, В.П. Алехин. Испытание материалов непрерывным вдавливанием интентора. Машиностроение, М. (1990). 224 с.
- [16] P. Grau, G. Berg, H. Meinhard, S. Mosch. J. Am. Cer. Soc. 81, 1557 (1998).
- [17] J.B. Pethica, R. Hutchings, W.C. Oliver. Phil. Mag. A48, 4, 593 (1983).
- [18] M.F. Doerner, W.D. Nix. J. Mater. Res. 1, 4, 601 (1986).
- [19] D.L. Joslin, W.C. Oliver. J. Mater. Res. 5, 1, 123 (1990).
- [20] G.M. Pharr, W.C. Oliver, F.R. Brotzen. J. Mater. Res. 7, 3, 613 (1992).
- [21] W.C. Oliver, G.M. Pharr. J. Mater. Res. 7, 6, 1564 (1992).
- [22] T.F. Page, W.C. Oliver, C.J. McHargue. J. Mater. Res. 7, 450 (1992).
- [23] B.N. Lucas, W.C. Oliver. Mat. Res. Soc. Proc. 358, 645 (1995).
- [24] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. Письма в ЖТФ **23**, 15 (1997).
- [25] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. ЖТФ 70, 5, 82 (2000).
- [26] S. Suresh, T.-G. Nieh, B.W. Choi. Scripta Mater. 41, 9, 951 (1999).
- [27] A. Gouldstone, H.-J. Koh, K.-Y. Zeng, A.E. Giannakopoulos, S. Suresh. Acta Mater. 48, 2277 (2000).
- [28] M. Bharathi, M. Lebyodkin, G. Ananthakhrishna, C. Fressengeas, L.P. Kubin. Submitted to Phys. Rev. Lett.