

PHYSICS OF STRENGTH AND PLASTICITY

PACS numbers: 43.35.+d, 61.43.Dq, 62.20.fq, 64.70.pe, 81.40.Lm

Вплив ультразвукової кавітаційної обробки на мікромеханічні властивості аморфних стопів

Т. Л. Цареградська, І. В. Плющай, В. В. Козаченко,
А. М. Курилюк, С. Г. Розуван, О. І. Плющай*

*Київський національний університет імені Тараса Шевченка,
вул. Володимирська, 60,
01033 Київ, Україна*

**Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

Експериментально досліджено вплив ультразвукової кавітаційної обробки на мікромеханічні властивості аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$. Показано, що мікротвердість аморфного стопу після проведеної ультразвукової кавітаційної обробки інтенсивністю $(1\text{--}2) \text{ Вт/см}^2$ зменшується на $(10\text{--}28)\%$, що непрямым чином підтверджує факт зменшення частки кристалічної фази в стопі за рахунок зменшення розмірів вмерзених центрів кристалізації. Цей факт підтверджується дослідженнями морфології поверхні аморфного стопу, проведеними за допомогою атомного силового мікроскопу. Пластифікуючий вплив ультразвукової кавітаційної обробки на аморфний стоп можна пояснити розчиненням вмерзених центрів кристалізації в аморфній матриці.

Ключові слова: аморфний стоп, вмерзені центри кристалізації, ультразвукова кавітаційна обробка, мікротвердість.

Corresponding author: Inna Vyacheslavivna Plyushchay
E-mail: inna.plyushchay@gmail.com

*Taras Shevchenko National University of Kyiv,
60 Volodymyrska Str., 01033 Kyiv, Ukraine*
**G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of the N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

Citation: T. L. Tsaregradskaya, I. V. Plyushchay, V. V. Kozachenko, A. M. Kuryliuk, S. G. Rozouvan, and A. I. Plyushchay, Effect of Ultrasonic Cavitation Treatment on Micromechanical Properties of Amorphous Alloys, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **43**, No. 3: 329–337 (2021) (in Ukrainian), DOI: [10.15407/mfint.43.03.0329](https://doi.org/10.15407/mfint.43.03.0329).

Effect of ultrasonic cavitation treatment on micromechanical properties of $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ amorphous alloy is investigated experimentally. As shown, a microhardness of the amorphous alloy after ultrasonic cavitation treatment with intensity $(1-2) \text{ W/cm}^2$ is reduced by $(10-28)\%$, which indirectly confirms the fact that crystalline phase part in the alloy is reduced by reducing frozen-in crystallization centres size. This fact is confirmed by atomic force microscope studies of the amorphous alloy surface morphology. The plasticizing effect of ultrasonic cavitation treatment on the amorphous alloy can be explained by dissolution of frozen crystallization centres in an amorphous matrix.

Key words: amorphous alloy, frozen-in crystallization centres, ultrasonic cavitation treatment, microhardness.

(Отримано 19 червня 2020 р.; остаточн. варіант — 16 грудня 2020 р.)

1. ВСТУП

Аморфні металеві стопи, отримані методом надшвидкого гартування розтопу, мають унікальні фізичні властивості, що обумовлює їх широке практичне застосування. Питання про механізм деформації та утворення деформаційної структури в аморфних металевих stopах є одним з найважливіших при пошуку нових шляхів модифікування структури та властивостей таких матеріалів. Одним з ефективних способів інтенсивної пластичної деформації є метод, заснований на використанні енергії ультразвукових коливань. Вперше вплив ультразвукових коливань на зміну структури твердих тіл було виявлено при кристалізації металів і stopів з рідкого стану. Вплив ультразвукових коливань на розтоп дозволяє зменшити розмір кристалічних зерен, що утворюються, запобігти утворенню дендритної структури та істотно зменшити розкид зерен за розмірами. Інтенсивні ультразвукові хвилі є ефективним методом формування субструктури металів [1], до того ж на відміну від інших методів вони підвищують високотемпературну міцність без помітної зміни розмірів виробів. Ультразвукова дія впливає на утворення вторинних фаз та їх розподіл за об'ємом stopу, тобто дозволяє отримати більш однорідну структуру матеріалу, що істотно покращує як фізичні, так і механічні властивості stopів [2]. В якості об'єктів для ультразвукової механоактивації було випробувано велику кількість різних речовин: від металів (для отримання stopів різного складу шляхом механолегування) до мінералів. Чисельні дослідження показали, що ультразвукова обробка є більш технологічним і керованим процесом у порівнянні з обробкою в млинах або в камері Бріджмена [3]. В роботі [4] наведені результати дослідження впливу ультразвукової обробки на кінетику кристалізації аморфного stopу $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Si}_{25}$, які показали, що ультразвукова механоак-

тивація суттєво впливає на параметри кінетики кристалізації (температура початку інтенсивної кристалізації збільшується, ентальпія кристалізації зменшується). Авторами [5] встановлено ефект структурно-фазових змін в об'ємі аморфної стрічки FINEMET при ультразвуковій обробці, який пов'язано із посиленням атомної мобільності в процесі деформації, що призводить до утворення нанокристалів за дифузійним механізмом. В роботі [6] встановлена кореляція між змінами електричних, термодинамічних та механічних параметрів в аморфних стопах на основі Zr, що виникають під впливом циклічного ультразвукового навантаження високої частоти. Результати дослідження структурних змін стрічок аморфних стопів за допомогою динамічного механічного та одночасного термічного аналізу [7] свідчать, що вплив ультразвукової обробки на аморфні стопи збільшує кількість дефектів, що проявляється у збільшенні дифузійної рухливості атомів, що, зокрема, призводить до прискорення структурної релаксації та часткової кристалізації стопу. Прискорення дифузії відбувається за рахунок внутрішнього нагрівання матеріалу при поглинанні механічної енергії в процесі внутрішнього тертя [8]. Утворення та розповсюдження нанотріщин та розсувних шарів низької адгезії призводить до деградації механічних властивостей. В роботі [9] аморфний стоп на основі Zr спочатку попередньо обробляли за допомогою ультразвукової вібраційної мікрокомпресії при різних амплітудах і частотах, а потім зразки стискали до руйнування. Результати досліджень показали, що зі збільшенням амплітуди та частоти ультразвуку, модуль пружності зменшився, а також розподіл напружень став більш рівномірним, що пов'язано з підвищенням температури та збільшенням вільного об'єму зразків, викликаних ультразвуковою вібрацією [9]. В роботі [10] було досліджено вплив ультразвукової обробки на термічну стабільність та мікротвердість аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_{14}\text{Si}_{14}\text{B}_6$ та показано, що ультразвукова обробка розширює інтервал термічної стабільності стопу на (30–50) К, а пластифікуючий ефект складає 15%.

Загалом, аналіз публікацій показав, що вплив ультразвукової механоактивації на структуру та властивості аморфних металевих стопів є недостатньо вивченим. У зв'язку із цим дослідження впливу ультразвукової обробки на механічні властивості аморфних стопів є актуальною задачею.

2. МЕТОДИКА

Обробка зразків аморфних стопів здійснювалася в ультразвуковій ванні Ya Xun YX-3560, яка створює звуковий тиск і ефект кавітації під впливом ультразвуку та має два режими роботи за потужністю: 30 Вт і 50 Вт [10]. Схема ультразвукової кавітаційної обробки зраз-

ків аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ наведена на рис. 1. Ультразвукову механоактивацію аморфних стопів проводили за кімнатної температури, яка знаходиться нижче температур структурної релаксації матеріалу.

Зразки піддавались впливу ультразвукових коливань інтенсивністю 1 Вт/см^2 на частоті 20 кГц (режим 30 Вт) та 2 Вт/см^2 на частоті 40 кГц (режим 50 Вт). Тривалість ультразвукового впливу становила (1–100) хвилин.

У роботі використовувався метод вимірювання мікротвердості за Віккерсом, який ґрунтується на вимірі лінійної величини діагоналі відбитка, що утворюється при втискуванні алмазної пірамідки в досліджуваний матеріал під певним навантаженням. Прилад дозволяє вимірювати мікротвердість при втискуванні алмазної пірамідки з квадратною основою та кутом при вершині 136° між протилежними гранями. В результаті вимірювань визначається довжина діагоналі отриманого відбитка за допомогою окуляр-мікрометра. Тривалість витримки під навантаженням складає 10 с. При вимірах мікротвердості враховувалась можливість розкиду значень мікротвердості внаслідок впливу сусідніх структурних складових з іншою мікротвердістю. Виміри проводились 20 разів в однакових умовах, навантаження складало 30 г, а повторні виміри проводились в іншому місці структурної складової. Індентування виконували на блискучій стороні аморфної стрічки, яка не стикалася з обертовим барабаном при її виготовленні.

Дослідження морфології поверхні аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ були проведені за допомогою атомного силового мікроскопу (AFM) NT-MDT NTEGRA Prima Scanning Probe Microscope в напівконтактному режимі.

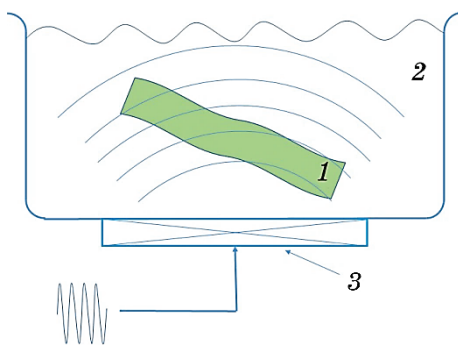


Рис. 1. Схема ультразвукової кавітаційної обробки зразків аморфного стопу (1 — зразок, 2 — H_2O , 3 — джерело УЗ).

Fig. 1. Scheme of ultrasonic cavitation treatment of amorphous alloy samples (1—sample, 2— H_2O , 3—ultrasound source).

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

В якості параметра порівняння механічних властивостей вихідного аморфного стопу та після дії ультразвукової кавітаційної обробки було використано значення мікротвердості. Мала товщина стрічки аморфних металевих стопів, які отримані методом спінінгування розтопу, ускладнюють дослідження механічних властивостей традиційними методами. Тому основним методом дослідження механічних властивостей аморфних стопів є метод вимірювання мікротвердості. В таблиці 1 наведено результати вимірів мікротвердості вихідного аморфного стопу та після ультразвукової кавітаційної обробки, проведеної за різних режимів.

На рисунку 2 наведена залежність відносної зміни мікротвердості від часу ультразвукової кавітаційної обробки (за різної інтенсивності).

Мікромеханічні властивості аморфних металевих стопів, індикатором яких виступає величина мікротвердості, під впливом ультразвукової кавітаційної обробки зазнають суттєвих змін, а саме, спо-

ТАБЛИЦЯ 1. Результати вимірів мікротвердості вихідного аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ та після ультразвукової кавітаційної обробки, проведеної за різних режимів.

TABLE 1. The results of microhardness measurements of initial amorphous $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ alloy and after ultrasonic cavitation treatment performed at different modes.

Режим та час ультразвукової кавітаційної обробки	H_V , ГПа	$(H_V - H_0)/H_0$, %
Вихідний зразок	10,16	
Інтенсивність ультразвукової кавітаційної обробки: 1 Вт/см ² , 20 кГц (30 Вт)		
1 хв	9,13	-10
4 хв	8,83	-13
20 хв	8,32	-18
40 хв	8,02	-21
100 хв	7,72	-24
Інтенсивність ультразвукової кавітаційної обробки: 2 Вт/см ² , 40 кГц (50 Вт)		
1 хв	8,48	-16
4 хв	8,33	-18
20 хв	7,82	-23
40 хв	7,62	-25
100 хв	7,31	-28

стерігається ефект пластифікації.

Експериментальні дослідження показали, що мікротвердість стопу після проведеної ультразвукової кавітаційної обробки зменшується на (10–28)%, що непрямым чином підтверджує факт зменшення частки кристалічної фази в стопі.

Отриманий результат узгоджується з результатами роботи [10], в якій було показано, що в результаті ультразвукової обробки аналогічного за складом стопу, але з іншим змістом компонентів, мікротвердість зменшується на 15%.

Результати досліджень морфології поверхні аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ проведені за допомогою атомного силового мікроскопу (AFM) NT-MDT NTEGRA Prima Scanning Probe Microscope в напівконтактному режимі наведено на рис. 3. З AFM топограм, приведених на рис. 3, видно, що поверхня вихідного аморфного стопу містить малі зерна з середнім діаметром близько 50 нм та більші формування з середніми розмірами близько 400 нм. Визначена середньоквадратична шорсткість поверхні при цьому не перевищувала 9 нм. Поверхня аморфного стопу після ультразвукової кавітаційної обробки кардинально змінюється.

Менші зерна зникають, а більші утворення стають рельєфнішими. Середньоквадратична шорсткість поверхні зростає до 45 нм. Це може свідчити про те, що менші зерна є вмероженими центрами кристалізації, які під дією ультразвукової кавітаційної обробки розчиняються в аморфній фазі.

Проаналізуємо можливі причини даного ефекту. Особливістю структури аморфних металевих стопів після швидкого гартування розтопу є наявність вмерожених центрів кристалізації, які по різ-

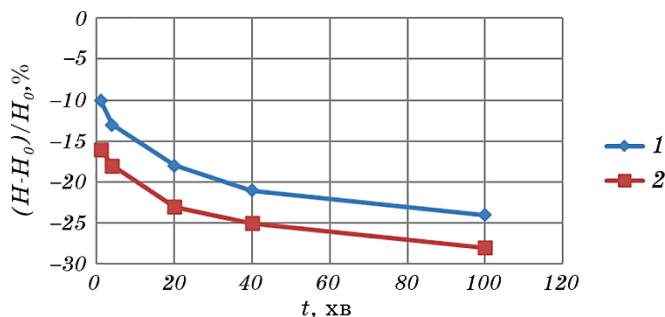


Рис. 2. Залежності відносної зміни мікротвердості від часу ультразвукової кавітаційної обробки: 1 — інтенсивність УЗО: 1 Вт/см²; 2 — інтенсивність УЗО: 2 Вт/см².

Fig. 2. The dependencies of relative change in microhardness on time of ultrasonic cavitation treatment: 1—ultrasonic intensity of 1 W/cm²; 2—ultrasonic intensity of 2 W/cm².

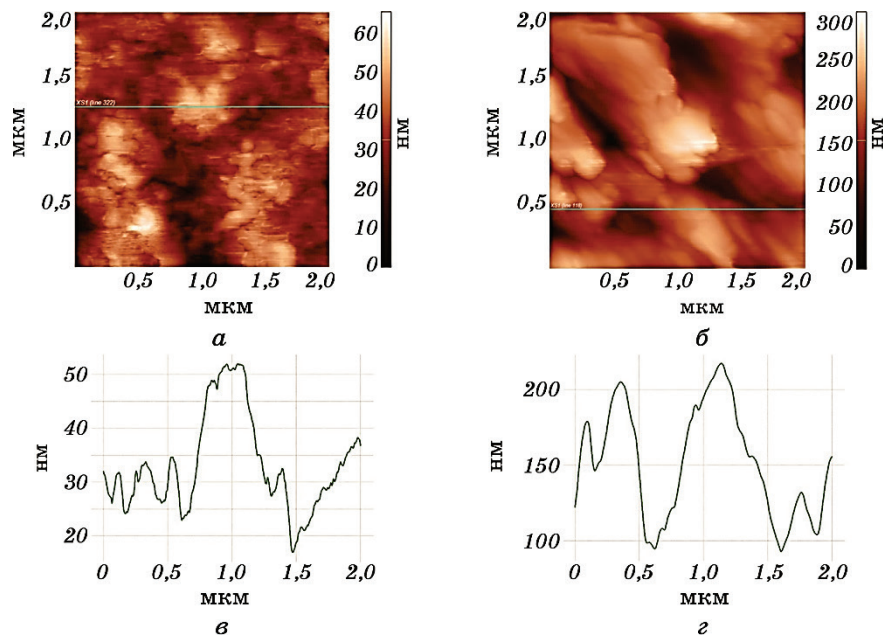


Рис. 3. Морфологія поверхні аморфного стопу: вихідний зразок (*а*); зразок після ультразвукової кавітаційної обробки (*б*); відповідні зрізи топограм (*а*) та (*б*) (*в*, *г*).

Fig. 3. The amorphous alloy surface morphology: initial sample (*a*); the sample after ultrasound (*б*); corresponding cross sections of topograms (*a*) and (*б*) (*в*, *г*).

ному можуть реагувати на зовнішні впливи [11]. Під дією ультразвукової кавітаційної обробки розмір вмерзених центрів кристалізації зменшується, а також відбувається їх розчинення в аморфній матриці, що може бути причиною зменшення мікротвердості стопу.

4. ВИСНОВКИ

Встановлено, що мікромеханічні властивості аморфного металевго стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$, індикатором яких виступає величина мікротвердості, під впливом ультразвукової кавітаційної обробки зазнають суттєвих змін, а саме, спостерігається ефект пластифікації: мікротвердість аморфного стопу після проведеної ультразвукової обробки зменшується на (10–28)%. Зменшення мікротвердості можна пояснити тим, що проведена ультразвукова кавітаційна обробка призводить до зменшення розмірів або розчинення вмерзених центрів кристалізації, внаслідок чого відбувається гомогенізація структури аморфного стопу. Цей факт підтверджується дослідженнями мор-

фології поверхні аморфного стопу $\text{Fe}_{76}\text{Ni}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$, проведеними за допомогою атомного силового мікроскопу. Поверхня аморфного стопу після ультразвукової обробки кардинально змінюється: менші зерна зникають, що свідчить про те, що в заморожені центри кристалізації під дією ультразвукової обробки розчиняються в аморфній фазі.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. И. Г. Полоцкий, *Взаимодействие несовершенств кристаллического строения с ультразвуковыми колебаниями в металлах. Металлы, электроны, решётка* (Ред. В. Н. Гриднев) (Киев: Наукова думка: 1975), с. 389.
2. D. L. Zhang, *Prog. Mater. Sci.*, **49**, Nos. 3–4: 537 (2004).
3. Feng Luo, Fei Sun, Kangsen Li, Feng Gong, Xiong Liang, Xiaoyu Wu, and Jiang Ma, *Mater. Res. Lett.*, **6**, No. 10: 545 (2018).
4. В. В. Непомнящая, В. В. Рубаник, *Вектор науки ТГУ*, **41**, № 3: 90 (2017).
5. М. А. Васильев, В. А. Тиньков, Ю. Н. Петров, С. М. Волошко, Г. Г. Галстян, В. Т. Черепин, А. С. Ходаковский, *Металлофиз. новейшие технол.*, **35**, № 5: 667 (2013).
6. S. O. Bakai, M. B. Lazareva, K. S. Bakai, O. I. Volchok, and V. M. Gorbatenko, *Problems of Atomic Science and Technology*, **101**, No. 1: 70 (2016).
7. V. L. Lahnenko, *Processes Casting*, No. 5: 50 (2009).
8. S. A. Bakai, A. A. Shcheretskiy, Ye. S. Bakai, O. I. Volchok, V. M. Gorbatenko, *Problems of Atomic Science and Technology*, **102**, No. 2: 78 (2016).
9. Fangping Liu, Xiao Liu, and Yan, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 2018 (SAMSE December 17–18, 2018, Shanghai, China)* **490**: 052017.
10. T. L. Tsaregradskaya, V. V. Kozachenko, A. M. Kuryliuk, O. V. Turkov, and G. V. Saenko, *Journal of Nano- and Electronic Physics*, **11**, No. 3: 03031-1 (2019).
11. V. I. Lysov, T. L. Tsaregradskaya, O. V. Turkov, and G. V. Saenko, *International Conference on Nanotechnology and Nanomaterials NANO 2017: Nanooptics, Nanophotonics, Nanostructures, and Their Applications*, p. 341.

REFERENCES

1. I. G. Polotskij, *Vzaimodeystvie Nesovershenstv Kristallicheskogo Stroeniya s Ultrazvukovymi Kolebaniyami v Metallakh. Metally, Elektrony, Reshetka* [Interaction of Imperfections of the Crystal Structure with Ultrasonic Vibrations in Metals. Metals, Electrons, Lattice] (Ed. V. N. Gridnev) (Kyiv: Naukova Dumka: 1975), p. 389 (in Russian).
2. D. L. Zhang, *Prog. Mater. Sci.*, **49**, Nos. 3–4: 537 (2004).
3. Feng Luo, Fei Sun, Kangsen Li, Feng Gong, Xiong Liang, Xiaoyu Wu, and Jiang Ma, *Mater. Res. Lett.*, **6**, No. 10: 545 (2018).
4. V. V. Niapomniashchaya and V. V. Rubanik, *Vektor Nauki TSU*, **41**, No. 3: 90 (2017) (in Russian).
5. M. A. Vasil'yev, V. A. Tin'kov, Yu. N. Petrov, S. M. Voloshko, G. G. Galstyan,

- V. T. Cherepin, and A. S. Khodakovskiy, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **35**, No. 5: 667 (2013) (in Ukrainian).
6. S. O. Bakai, M. B. Lazareva, K. S. Bakai, O. I. Volchok, and V. M. Gorbatenko, *Problems of Atomic Science and Technology*, **101**, No. 1: 70 (2016).
7. V. L. Lahnenko, *Processes Casting*, No. 5: 50 (2009).
8. S. A. Bakai, A. A. Shcheretskiy, Ye. S. Bakai, O. I. Volchok, V. M. Gorbatenko, *Problems of Atomic Science and Technology*, **102**, No. 2: 78 (2016).
9. Fangping Liu, Xiao Liu, and Yan, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 2018 (SAMSE December 17–18, 2018, Shanghai, China)* **490**: 052017.
10. T. L. Tsaregradskaya, V. V. Kozachenko, A. M. Kuryliuk, O. V. Turkov, and G. V. Saenko, *Journal of Nano- and Electronic Physics*, **11**, No. 3: 03031-1 (2019).
11. V. I. Lysov, T. L. Tsaregradskaya, O. V. Turkov, and G. V. Saenko, *International Conference on Nanotechnology and Nanomaterials NANO 2017: Nanooptics, Nanophotonics, Nanostructures, and Their Applications*, p. 341.