

05;08

## **Наблюдение фотоакустической микроскопией влияния механической обработки на мартенситную структуру приповерхностного слоя монокристаллов сплава Cu–Al–Ni**

© А.Л. Глазов, К.Л. Муратиков, В.И. Николаев, С.А. Пульнев

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург  
E-mail: Glazov.holo@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 9 марта 2010 г.

Методами фотоакустической микроскопии исследованы приповерхностные слои монокристаллов на основе медных сплавов с эффектами памяти формы и сверхупругости. Показано, что фотоакустическая микроскопия в исследовании мартенситной структуры имеет ряд преимуществ по сравнению с оптической, поскольку выявление структуры возможно и без предварительной полировки поверхности образцов. Этот факт позволил установить влияние технологической обработки и связанных с ней напряжений на двойниковую структуру в этих кристаллах. Установлено, что чувствительность метода фотоакустической микроскопии позволяет наблюдать структурные преобразования уже на ранних стадиях образования мартенситной фазы.

Материалы с эффектом памяти формы (ЭПФ) обладают уникальными физическими свойствами [1], которые в последнее время находят широкое практическое применение при создании микроэлектромеханических систем [2,3], а также при разработке новых медицинских инструментов [4]. Наиболее важной особенностью проявления ЭПФ в монокристаллах Cu–Al–Ni является возможность получить полностью обратимую в широком температурном интервале деформацию, которая в ряде случаев составляет до 19.65% [5]. Деформация обусловлена как структурными переходами аустенит–мартенсит, так и переходами в мартенситной фазе. Причем сами переходы чувствительны к приложенному напряжению, в том числе и остаточным напряжениям, возникающим в результате механической обработки кристаллов. Актуальным является вопрос развития методик визуализации и наблюдения

развития мартенситных структур под действием внешних и внутренних напряжений [1].

В настоящее время для наблюдения мартенситной структуры в материалах с эффектом памяти формы чаще используются методы оптической и электронной микроскопии. В случае оптической микроскопии используется как обычное изображение и в отраженном [6,7], и в поляризованном свете [8,9]. Однако использование обоих из указанных подходов требует предварительной подготовки образцов, заключающейся прежде всего в полировке исследуемых поверхностей. При использовании обычной оптической микроскопии для увеличения контрастности получаемых изображений для идентификации фаз необходимо осуществлять последующее травление образца. При этом для достижения наибольшей контрастности одной из фаз могут применяться различные травители. В ряде случаев полученные оптические изображения дополнительно подвергаются дальнейшей цифровой обработке [6]. Необходимость проведения указанных операций сильно усложняет процедуру визуализации двойников, делает практически невозможным наблюдение реальной кинетики процесса развития мартенситной фазы. Поляризационная микроскопия не требует проведения подобных операций. При этом она способна обеспечить получение изображений различных фаз достаточно хорошего качества, но по-прежнему требует предварительной полировки исследуемых поверхностей [8,9].

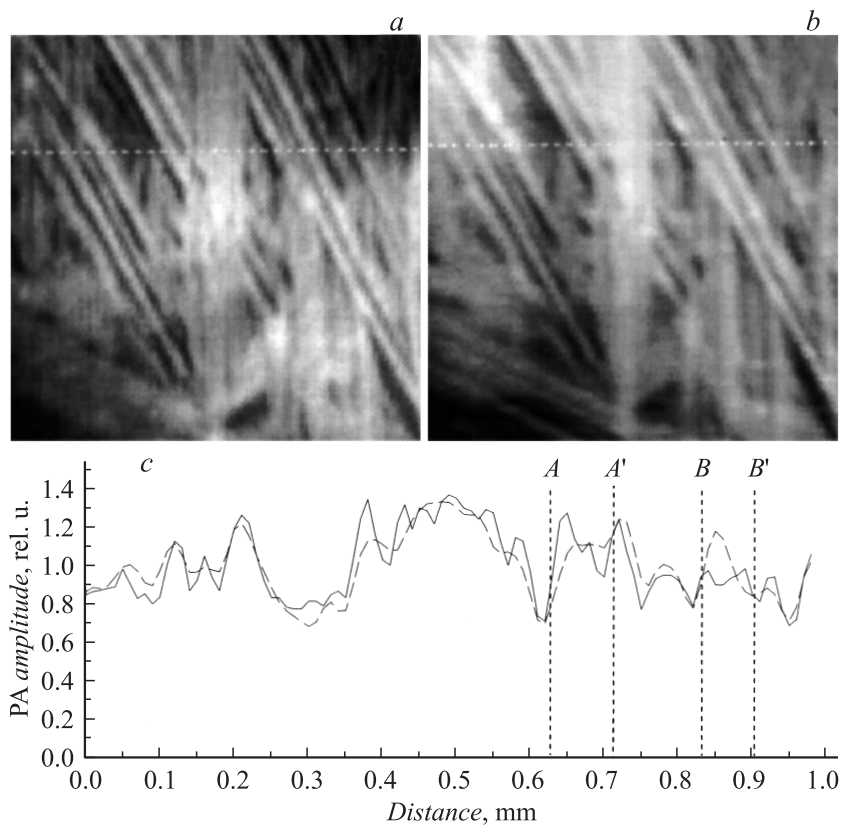
В настоящее время известно, что операции шлифовки и полировки материалов вносят достаточно сильные остаточные напряжения в приповерхностные слои, которые способны существенным образом повлиять на их структуру [10–12]. В связи с этим возникает вопрос о том, насколько сильно эти напряжения влияют на приповерхностную структуру доменов в материалах с эффектом памяти формы. Оптическая микроскопия не может дать ответ на этот вопрос, поскольку, как правило, с ее помощью не удается получить изображение доменной структуры образца в исходном состоянии. В отличие от оптической микроскопии фотоакустическая микроскопия не требует серьезной подготовки поверхностей исследуемых объектов. В связи с этим она позволяет проконтролировать состояние его приповерхностных слоев как в исходном состоянии, так и после полировки поверхности. В нашей предыдущей работе было показано, что фотоакустическая (ФА) микроскопия способна обеспечивать высокое пространственное разрешение и высокий контраст, который был достаточен для надежного наблюдения процессов появления и развития мартенситной фазы в

монокристаллах Cu–Al–Ni без какой-либо предварительной обработки их поверхностей [13].

Основная цель настоящей работы состояла в оценке влияния повреждаемого при механической полировке слоя на картину мартенситной структуры в приповерхностных слоях. Для изучения этого вопроса были подготовлены образцы из сплава Cu–Al–Ni двух составов. Материалом для исследования служили выращенные методом Степанова монокристаллы сплавов Cu–13.5 wt.% Al–4.0 wt.% Ni и Cu–14.2 wt.% Al–4.0 wt.% Ni в виде прутков с кристаллографической ориентацией вдоль [100]. Образцы подвергались предварительной термической обработке путем закалки с 950°C в воду при 20°C и стабилизации при 100°C в течение 1 h. Из полученных кристаллов вырезались электроискровым способом образцы 4.5 × 2.5 × 2.5 mm. В исходном состоянии исследуемая поверхность образцов была шероховатой. Качество поверхности не позволяло выявить двойниковую структуру методами оптической микроскопии. После ручной полировки алмазной пастой с размером зерен до 1 μm в течение нескольких минут она приобретала зеркальный блеск.

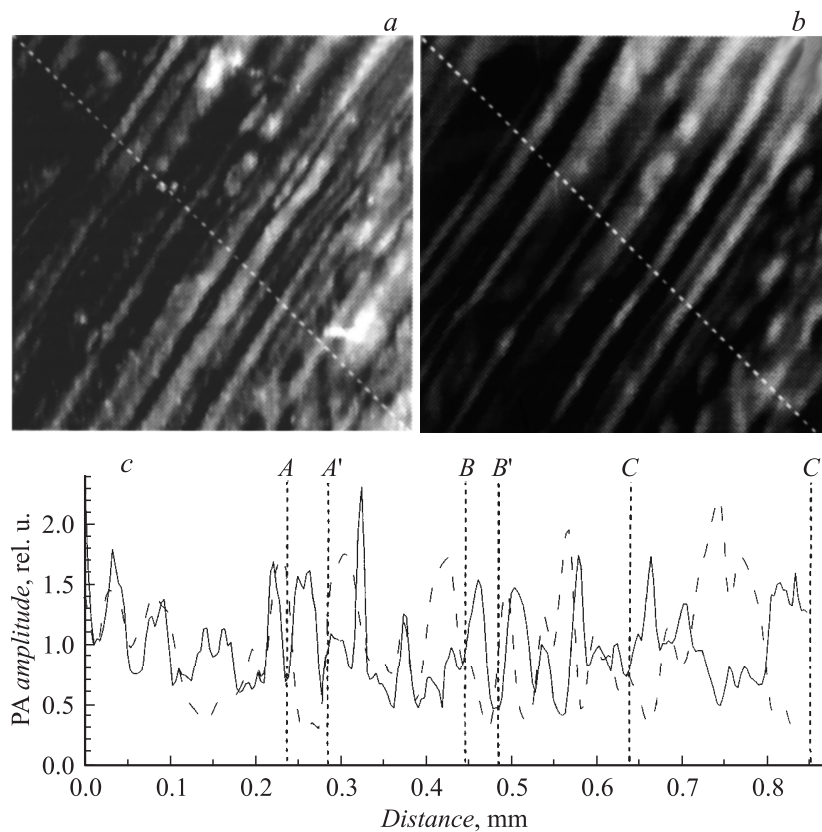
Для получения ФА-изображений была использована оригинальная установка. Модулируемое излучение аргонового лазера мощностью 1 W фокусировалось на поверхность образца в пятно с диаметром 2 μm. Мощность излучения на поверхности образца составляла около 50 mW, а частота 142 kHz, что соответствовало длине тепловой волны в образце около 15 μm. Формирование ФА-изображений осуществлялось путем перемещения образца с помощью автоматизированного двухкоординатного столика с минимальным шагом 2.5 μm. Таким образом, разрешающая способность полученных ФА-изображений для образцов из сплава Cu–Al–Ni была не хуже 15 μm. Необходимо отметить, что с учетом времени полировки и размера алмазных зерен толщина снятого при полировке слоя была существенно меньше длины тепловых волн в образцах. В связи с этим имеющийся до полировки образцов рельеф поверхности практически не мог сказываться на характеристиках получаемых ФА-изображений.

Примеры полученных ФА-изображений для обоих образцов представлены на рис. 1 и 2. Из полученных изображений видно, что полировка влияет на доменную структуру обоих образцов. Эти изменения не носят кардинального характера, но вместе с тем достаточно четко фиксируются. Следует отметить, что эти изменения проявляются



**Рис. 1.** ФА-изображение участка образца с памятью формы состава Cu–13.5 wt.% Al–4.0 wt.% Ni. Изображение образца: *a* — до полировки, *b* — после полировки. Сплошная белая линия — направление сечения. Размер изображения  $1 \times 1$  mm. *c* — распределение ФА-сигнала вдоль белой штриховой линии на изображениях. Сплошная линия — образец до полировки, штриховая — образец после полировки.

не только в амплитуде ФА-сигналов, но и в их фазах. Последнее обстоятельство свидетельствует о том, что изменения доменной структуры в сплавах Cu–Al–Ni происходят не только на поверхности, но и затрагивают подповерхностные слои материала. Для наглядности на рис. 1, *c* и 2, *c* приведены распределения амплитуды ФА-сигналов



**Рис. 2.** ФА-изображение участка образца с памятью формы состава Cu–14.2 wt.% Al–4.0 wt.% Ni. Изображение образца: *a* — до полировки, *b* — после полировки. Сплошная белая линия — направление сечения. Размер изображения  $0.5 \times 0.5$  mm. *c* — распределение ФА-сигнала вдоль белой штриховой линии на изображениях. Сплошная линия — образец до полировки, штриховая — образец после полировки.

вдоль направлений, отмеченных на рис. 1, *a* и 2, *a*. Из них видно, что полировка поверхностей образцов в первую очередь приводит к изменению амплитуд ФА-сигналов от различных доменов. Вместе с тем в некоторых областях происходит определенное смещение их поло-

жений относительно исходных, а в отдельных местах и определенная перестройка мартенситной структуры (см., например, области AA', BB' на рис. 1, с, 2, с и CC' на рис. 2, с). Анализ деформационных кривых исследованных образцов и полученных ФА-изображений показывает, что вводимые при полировке напряжения не превышали напряжения течения, которое для данных образцов составляло около 100 МПа. Подобные напряжения уже способны повлиять на мартенситную структуру образцов, но не приводят к их значительной перестройке.

Таким образом, полученные результаты показывают, что напряжения, вводимые при полировке образцов из сплава Cu–Al–Ni, способны изменять их мартенситную структуру. В связи с этим требуется определенная осторожность при ее использовании для изучения доменной структуры сплава Cu–Al–Ni оптическими методами.

В заключение авторы выражают благодарность РФФИ за поддержку данной работы в рамках проекта 06-02-17148.

## Список литературы

- [1] *Ооцука К., Симидзу К., Судзуки Ю.* Сплавы с эффектом памяти формы. М.: Металлургия, 1990. 224 с.
- [2] *Sutou Y., Otori T., Wong J.J., Kainuma R., Ishida K.* // Mater. Sci. Eng. A. 2004. V. 378. P. 278–282.
- [3] *Wei Z.G., Sandstrom R., Miazaki S.* // J. Mater. Sci. 1998. V. 33. P. 3763–3783.
- [4] *Feninat E.El., Laroche G., Fiset M., Mantovani D.* // Adv. Eng. Mater. 2002. V. 4. N 3. P. 91–104.
- [5] *Kannarpady G.K., Bhattacharyya A., Pulnev S., Vahhi I.* // J. of Alloys and Compounds. 2006. V. 425. N 1–2. P. 112–122.
- [6] *Castro M.L., Romero R.* // J. of Microscopy. 2004. V. 216. Pt. 1. P. 1–4.
- [7] *Kuo H.H., Wang W.H., Hsu Y.F., Huang C.A.* // Corrosion Science. 2006. V. 48. N 12. P. 4352–4364.
- [8] *Lopez G.A., Barrado M., San Juan J., No M.L.* // J. of Materials Engineering and Performance. 2009. V. 18. N 5–6. P. 459–462.
- [9] *Seiner H., Landa M.* // Phase Transitions. 2009. V. 82. N 11. P. 793–807.
- [10] *Шаренкова Н.В., Каминский В.В., Голубков А.В., Васильев Л.Н., Каменская Г.А.* // ФТТ. 2005. Т. 47. В. 4. С. 598–602.
- [11] *Глазов А.Л., Муратиков К.Л.* // ЖТФ. 2009. Т. 79. В. 3. С. 105–109.
- [12] *Muratikov K.L., Glazov A.L.* // J. Thermal Stresses. 2009. V. 32. P. 322–340.
- [13] *Муратиков К.Л., Глазов А.Л., Николаев В.И., Пульнев С.А.* // ЖТФ. 2006. Т. 76. В. 6. С. 130–133.