

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Хрипливец Ирина Андреевна

ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ОБЪЕМНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
СТЕКЛАХ НА ОСНОВЕ Zr ПРИ КРУЧЕНИИ ПОД ВЫСОКИМ
КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Специальность 2.6.17
Материаловедение

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель
к.т.н. Горшенков Михаил Владимирович

Москва, 2024

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

В процессе мегапластической деформации (МПД) в материалах происходит радикальное изменение структуры. В частности, наблюдаются необычные фазовые превращения исходно кристаллических сплавов в аморфное состояние и, наоборот, исходно аморфных сплавов – в кристаллическое состояние [1]. Природа и закономерности этих превращений, а также их влияние на практически важные свойства выяснены далеко не полностью. Именно этот аспект проблемы воздействия МПД на структуру и свойства металлических материалов является основой для глубоко изучения.

Аморфные сплавы на основе металлических компонентов демонстрируют уникальную способность реализовать пластическую деформацию под воздействием внешних механических напряжений [2]. Особый интерес вызывает поведение объёмных металлических стекол при больших пластических деформациях, которые существенно влияют на структурные характеристики и физико-механические свойства. При температурах ниже $0.8 T_k$ (T_k -температура кристаллизации) пластическое течение в аморфных сплавах осуществляется сильно локализованными полосами сдвига (ПС), являющихся по существу подобием дислокационной моды пластической деформации применительно к идеальному упруго-пластичному твёрдому телу [3]. Показано, что ПС характеризуются очень высокой степенью локализации пластического сдвига (толщина ПС составляет порядка 30-70 нм [4]). Надежно установлено, что внутри областей ПС аморфное состояние обладает более низкими значениями плотности [4], степени ближнего упорядочения [5] и модуля Юнга [6]. Дальнейшие исследования [7]-[8], включая *in situ* наблюдения в колонне высоковольтного электронного микроскопа, показали, что по аналогии с дислокационным течением в кристаллах при очень низких (криогенных)

температурах [9], ПС в аморфных сплавах образуют на поверхности деформированных образцов систему ступенек сдвигового происхождения.

К сожалению, некоторые основополагающие проблемы, связанные с ПС, остаются пока нерешенными [10]-[11]. В частности, полностью отсутствует информация о том, насколько переход от обычной макроскопической деформации к большим мегапластическим деформациям (МПД) аморфных сплавов методом КВД влияет на основные характеристики ПС и на характер распределения пластических сдвигов по объему деформируемых цилиндрических образцов.

Цель работы

Целью данной работы является изучение физико-механических свойств объемных металлических стекол на основе Zr-Cu-Nb-Ni-Al-Ti под воздействием больших пластических деформаций в камере Бриджмена.

Для достижения этой цели поставлены следующие задачи:

1. Изучить основные характеристики полос сдвига, формирующихся при КВД при различных величинах пластических деформациях в камере Бриджмена;
2. Исследовать склонность к пластическому течению в объемном аморфном сплаве $Zr_{60}Cu_{18,5}Nb_2Ni_{7,5}Al_{10}Ti_2$ в зависимости от величины пластической деформации;
3. Проанализировать влияние температуры деформации в камере Бриджмена (293 и 77 K) на структуру и свойства.

Научная новизна

1. Определен характер распределения основных характеристик полос сдвига по объему дискообразных образцов массивного аморфного сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ при КВД в камере Бриджмена, с помощью детального статистического анализа;

2. Определены важнейшие структурные параметры ПС, такие как $e_{\text{пс}}$ – мощность ПС и $V_{\text{пс}}$ – объемная плотность ПС, которые в полной мере могут строго и однозначно описывать основные закономерности процесса пластической деформации аморфных сплавов с помощью ПС в качестве элементарного носителя пластического течения по аналогии с дислокационным течением для кристаллов;

3. Показано, что кручение при высоком давлении (КВД) способствует проявлению трех стадий изменения склонности к пластическому течению в зависимости от числа полных оборотов подвижного бойка камеры Бриджмена;

4. Изучено влияние температуры (273 и 77 К) на основные характеристики полос сдвига при КВД в сплаве $\text{Zr}_{60}\text{Cu}_{18,5}\text{Nb}_2\text{Ni}_{7,5}\text{Al}_{10}\text{Ti}_2$.

Практическая значимость

1. Разработана методика, которая позволяет изучать и количественно оценивать характеристики ПС в объёмных аморфных сплавах после пластической деформации в камере Бриджмена при различных температурах ($T = 273$ и 77 К) с помощью оптического профилометра;

2. Обнаружено, что при кручении при высоком давлении в сплаве $\text{Zr}_{60}\text{Cu}_{18,5}\text{Nb}_2\text{Ni}_{7,5}\text{Al}_{10}\text{Ti}_2$ формируется система скольжения, которая представляет собой две взаимно перпендикулярные «кристаллографические» ступеньки полос сдвига, расположенные под углом $\varphi = 45^\circ$ и 135° к горизонтальной кромке шлифа.

Положения, выносимые на защиту

1. Анализ кристаллогеометрии и мощности полос сдвига в аморфном сплаве методом профилометрии после воздействия КВД при различных температурах;

2. Влияние кручения под высоким давлением на склонность к пластическому течению в массивных аморфных сплавах на основе Zr.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены:

- На X-ой Международной школе, посвященной 10-летию лаборатории «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» «Физическое материаловедение». Хрипливец И.А. Влияние прокатки и кручения под высоким давлением в камере Бриджмена на количественные характеристики полос сдвига в аморфном сплаве на основе Zr. Тольятти, 2021.
- На Девятой международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов». Хрипливец И.А. Влияние способа и величины пластических деформаций на количественные характеристики полос сдвига. Москва, 2021.
- На VII Всероссийской конференции по наноматериалам. Хрипливец И.А., Глезер А.М., Сундеев Р.В. «Формирование полос сдвига в объемном аморфном сплаве на основе циркония в результате воздействия кручения под высоким давлением» Москва, 2020.
- На XI Международной конференции ФППК-2020. Хрипливец И.А., Глезер А.М. «Морфология полос сдвига в объемном аморфном сплаве на основе Zr в результате воздействия кручения под высоким давлением». Черноголовка, 2020.
- На Восьмой международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов» Глезер А.М., Сундеев Р.В., Хрипливец И.А. «Исследование влияния кручения под высоким давлением в массивных аморфных сплавах на основе Zr на склонность к пластическому течению» Москва, 2019.
- На X-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» ПРОСТ 2020/2021. Хрипливец И.А., Глезер А.М., Сундеев Р.В. Пластическое течение в объемных аморфных сплавах на основе циркония, Москва, 2021.

Публикации

Результаты исследования изложены в 4-х рецензируемых печатных изданиях, входящих в перечень ВАК.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 5 глав, библиографического списка из 96 источников. Работа изложена на 109 страницах машинного текста, содержит 64 иллюстрации, 4 таблицы, 7 формул.

Достоверность научных результатов

Достоверность научных результатов подтверждается использованием современных методик исследования, аттестованных измерительных установок и приборов, а также применением статистической обработки экспериментальных данных.

ОСНОВНОЕ ПОЛОЖЕНИЕ РАБОТЫ

В первой главе приведены имеющиеся на данный момент сведения об основных процессах формирования полос сдвига в аморфных сплавах. Рассмотрены основные проблемы деформационного поведения металлических стекол. Рассмотрен процесс деформационный кристаллизации и аморфизации в процессе мегапластической деформации. По обзору литературы сделаны следующие выводы:

1. Объёмные металлические стекла на основе Zr являются перспективными материалами благодаря сочетанию ряду уникальных свойств, они обладают плотной структурой с высокой степенью ближнего и среднего порядков и высокой прочностью;

2. Низкая пластичность объемных металлических стекол, является недостатком, ограничивающим широкое использование объемных металлических стекол;

3. В ОМС сплавах есть возможность получения в них при влиянии пластических деформаций нанокристаллической структуры, что способствует увеличению пластичности. Однако, получить такое состояние в этих сплавах затруднительно;

4. Формирование полос сдвига контролируют текучесть и пластичность почти во всех металлических стеклах при комнатной температуре;

5. Основные параметры полос (высота, объемная плотность) тесно связаны с параметрами обработки (величина деформации, температура, давление, состав сплава).

Во второй главе описаны материалы и методики на основании поставленных задач. В данной работе исследовался сплав $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$, полученный путем сплавления в вакуумной дуговой печи шихтовых материалов чистотой не менее 99,9 %. Из слитков были изготовлены аморфные пластины (ширина 1 см, толщина 2,5 мм, длина 5 см) в результате быстрого охлаждения расплава на вращающемся медном диске. На рисунке 1 приведены данные исходной структуры аморфного сплава на основе Zr полученные методом рентгеноструктурного анализа (РСА), с помощью дифрактометра ДРОН–3М в излучении $CoK\alpha$. На рисунке 1 показано, что исходная структура сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ представляет полностью аморфную фазу.

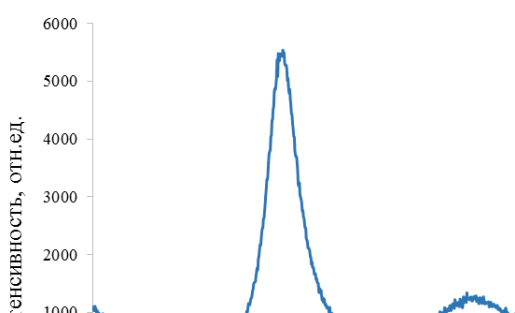


Рисунок 1 – Рентгенограмма исходной структуры аморфного сплава состава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$

Для проведения деформационных экспериментов из аморфных пластин подготовили два вида образцов в связи с задачами работы. В первом случае

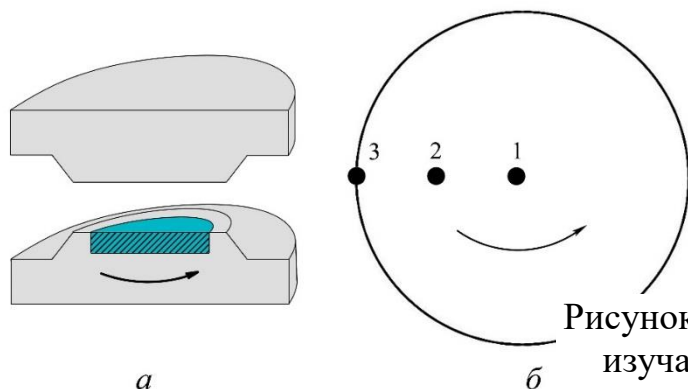
изготовили тонкие плоскопараллельные образцы, толщиной $(0,70 \pm 0,05)$ мм и диаметром 6 мм из сплава состава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$. В эксперименте использовали метод КВД с незакрепленным образцом. Число оборотов в камере Бриджмена составляло $n = 1, 2, 3, 4, 5, 6$. Диаметр плоскости твёрдосплавной вставки подвижной наковальни, составлял $(8 \pm 0,5)$ мм.

Во втором, изготовили диски толщиной $(0,70 \pm 0,05)$ мм и диаметром 8,8 мм, которые были разрезаны пополам по диаметру. Торцевая поверхность среза тщательно шлифовалась и полировалась. После этого на две подготовленные торцевые поверхности образца наносился защитный лак. Обе половинки образца помещали в камеру Бриджмена, нижняя наковальня, которой имела углубление диаметром 8,8 мм и высотой $(0,55 \pm 0,05)$ мм, как показано на рисунке 2. В данном случае использовался метод КВД с закрепленным образцом, т.к. этом методе практически не наблюдается течение материала при приложении нагрузки. Эксперименты проводили только при приложении давления, а также при дополнительном кручении при $n = 1/64$ ($e = 0,7$), $1/32$ ($e = 1,3$) и $1/8$ ($e = 2,6$), где n – число полных оборотов подвижной наковальни камеры Бриджмена; e – истинная деформация, определяемая с помощью соотношения:

$$e = \ln\left(1 + \left(\frac{\psi \cdot R}{H}\right)^2\right)^{0,5} + \ln\left(\frac{H_0}{H}\right), \quad (1)$$

R и H – соответственно радиус и высота дискообразного образца;

ψ – угол поворота подвижного бойка камеры Бриджмена относительно неподвижного.



Во всех двух случаях давление при КВД в камере Бриджмена составляло 6 ГПа, а период вращения

Рисунок 2 – Торцевая поверхность образца, где изучались ступеньки скольжения (а), зоны изучения ступенек скольжения (б). Схемы, демонстрирующие деформационные эксперименты в камере Бриджмена

твёрдосплавной вставки подвижной наковальни около 1 мин.

Кроме того, образцы аморфного сплава того же состава в виде ленты толщиной 40 мкм подвергали многократной прокатке. Ленты аморфного сплава предварительно помещались между двумя стальными листами толщиной 1 мм. Степень обжатия аморфного сплава при прокатке составила 35 % ($e = 0,4$).

Изучение поверхности сплава после КВД в камере Бриджмена, а также после индентирования проводилось с использованием метода оптической профилометрии на профилометре WYKO NT 1100, в режиме вертикальной сканирующей интерферометрии (VSI). Данная методика позволяет изучить пластичность и проследить эволюцию формирования полос сдвига на поверхности сплава после кручения при высоком давлении в камере Бриджмена. Разрешающая способность профилометра в режиме VSI составляла 0,1 нм.

Дизайн ступенек на полированной поверхности образцов исследовался также с помощью световой микроскопии (микроскоп Micromet 5101). Количество измерений при оценке параметров ступенек ПС составило не менее 100 для каждого режима деформации и для выбранной зоны образца для изучения ступенек скольжения. Основные характеристики ПС анализировались с торцевого среза в трех областях дискообразных образцов после кручения в камере Бриджмена (рисунок 2б). Если рассматривать фронтальную поверхность образца в виде идеального круга, то эти области находились в геометрическом центре круга (область 1), на середине радиуса круга (область 2) и на краю образца на периметре круга (область 3).

В третьей главе приведены данные рентгеноструктурного анализа для сплава до и после КВД. Также рассмотрено влияние КВД на структурные и механические свойства объемного аморфного сплава.

На рисунке 3 представлены рентгенограммы сплава состава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ после деформации. На полученных рентгенограммах

после КВД невозможно произвести идентификацию возможных выделяющихся фаз, скорее всего, объемная доля кристаллов не превышает 0,1.

С помощью измерения микротвердости фиксировали механические свойства сплава. Среднюю величину микротвердости вычисляли по результатам 20 измерений. На рисунке 5 показана зависимость микротвердости (HV) для аморфного сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ от числа оборотов подвижной наковальни в камере Бриджмена. Основной прирост микротвердости происходит при деформации в один оборот, и после двух оборотов зависимость выходит на насыщение и остается на постоянном уровне.

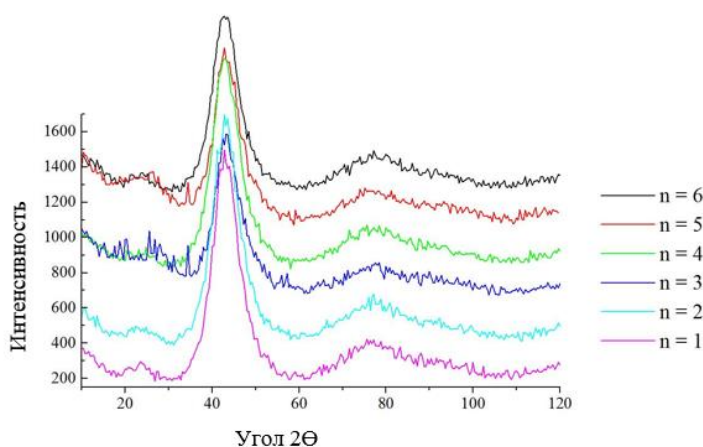


Рисунок 3 – Рентгенограмма сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ после деформации в камере Бриджмена

На рисунке 4 приведены данные дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Полученная термограмма (скорость нагрева 10К/мин) для сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ имеет четыре максимума. Максимумы пиков наблюдаются при ~ 441 , ~ 463 , ~ 478 , ~ 523 °С. Такой характер термограммы предполагает, что на первой стадии кристаллизация идет по первичному механизму (этому превращению отвечает первый экзотермический пик), а затем из оставшейся аморфной матрицы состава, изменившегося во время первичной кристаллизации выделяются другие кристаллические фазы.

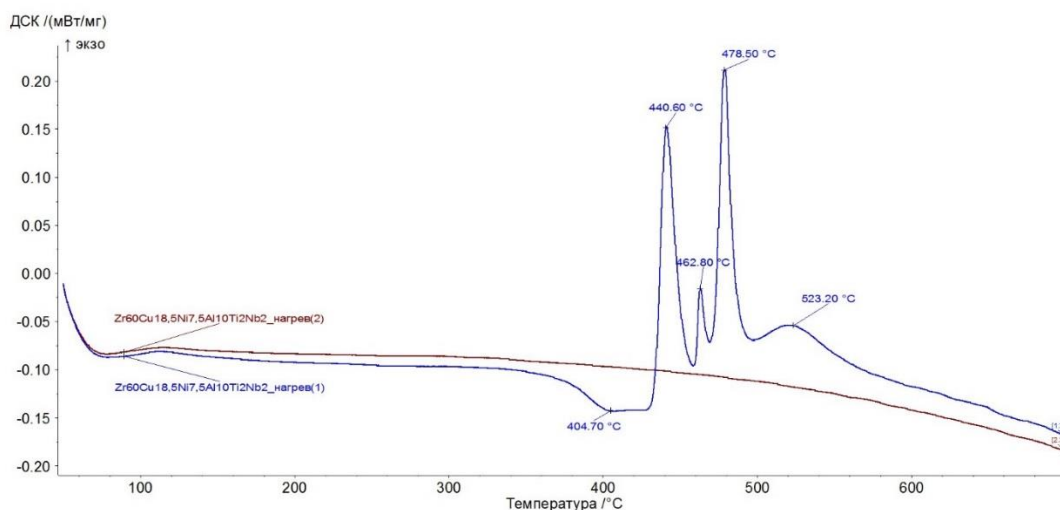


Рисунок 4 – Данные ДСК для аморфного сплава на основе Zr

Была проведена термическая обработка части аморфных образцов в вакуумной печи ВС-3-16, с выдержкой 30 мин, при температурах, соответствующих четырем максимумам на кривой ДСК. Отжиг приводит почти к двукратному увеличению микротвердости в сравнении с исходным образцом, а также к сильному охрупчиванию материала (рисунок 6). Данный рост микротвердости осуществляется за счет процесса кристаллизации сплава, что подтверждается данными ДСК.

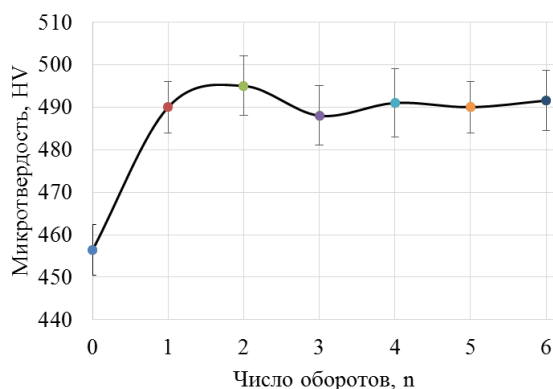


Рисунок 5 – Зависимость микротвердости сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ от числа оборотов подвижной наковальни Бриджмена

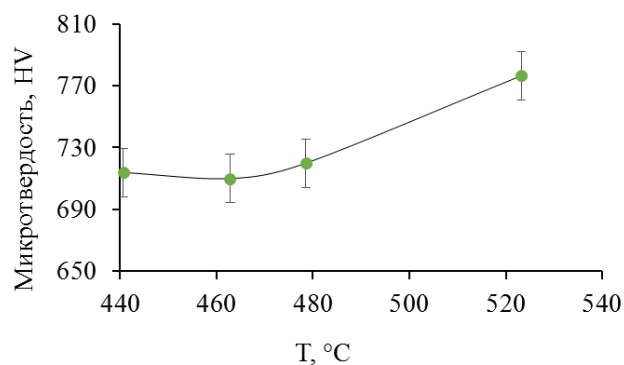


Рисунок 6 – Зависимость микротвердости сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ от температуры отжига

В четвертой главе рассмотрены процессы пластификации аморфного сплава после КВД. Пластичность является важнейшей характеристикой металлов, по которой оценивается их способность претерпевать значительную пластическую деформацию перед разрушением. Благодаря этому свойству металлы поддаются ковке, прокатке, вытягиванию. Благодаря пластичности в металле происходит перераспределение локальных напряжений по всему объему материала, что уменьшает опасность разрушения. На пластичность металлов, как и на величину твердости, большое влияние оказывают скорость деформации, вид кристаллической решетки и компоненты примесей, что подтверждается значительным отличием пластичности металлов с примесями от чистых металлов. Характеристика пластичности δ , определяемая из измерений микротвердости, является эффективным методом оценки пластичности различных кристаллических и некристаллических материалов в широком температурном интервале. При разработке новых высокопрочных материалов необходимо стремиться к оптимальному сочетанию твердости и пластичности δ .

Для оценки пластичности аморфных сплавов после КВД использовался метод измерения относительной высоты «короны» с помощью оптической

профилометрии. Эта методика позволяет определить, как глубину отпечатка, так и высоту «короны» после микроиндентирования. В данной работе общее увеличение оптического изображения составило 100х. Съемка поверхности проводилась в режиме вертикальной сканирующей интерферометрии (VSI) с предварительной калибровкой прибора. Для калибровки использовался стеклянный образец, на поверхности которого имелась ступенька известной величины. Разрешающая способность профилометра в зависимости от метода съемки составляла от 0,1 нм до 0,1 мкм.

На рисунке 7 представлено типичное пространственное изображение отпечатка после микроиндентирования (а) и его профиль (б), полученные с помощью профилометра. Хорошо видны навалы у основания отпечатка. Поскольку высота навалов h в некоторых случаях оказалась слегка асимметричной, мы определяли значение h в четырех точках на пересечении «короны» с двумя взаимно перпендикулярными плоскостями (проекции этих плоскостей на поверхности шлифа AA^I и BB^I на рисунке 6(а). Таким образом, для каждого отпечатка мы получали усредненное по четырем точкам значение навалов $h_{\text{ср}}$. После этого проводилось усреднение $h_{\text{ср}}$ по 10 отпечаткам, расположенным на середине радиуса дискообразного образца после пластической деформации в камере Бриджмена.

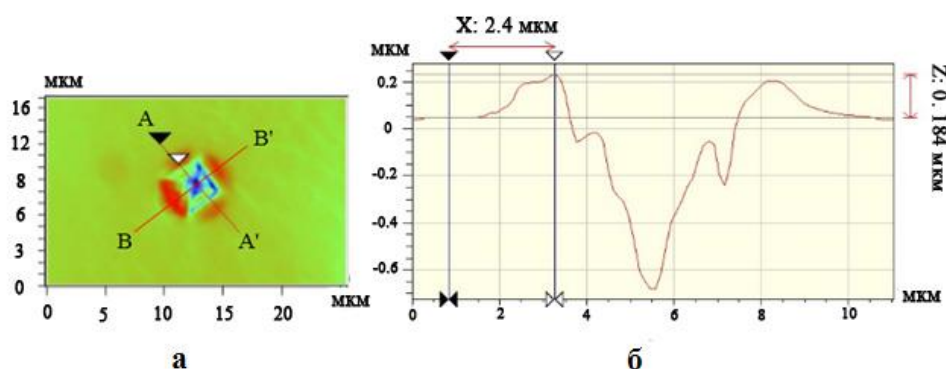


Рисунок 7 – Типичное пространственное изображение отпечатка после микроиндентирования (а) и его профиль (б)

Для оценки пластичности аморфных сплава после деформации использовался метод измерения относительной высоты навалов или короны согласно формуле:

$$\delta_{\text{cp}} = \left(\frac{h}{d}\right) \cdot 100\%, \quad (2)$$

где h – высота навала, мкм;

d – глубина отпечатка, мкм.

Выражение (2) учитывает то обстоятельство, что величина пластической деформации у отпечатка распределяется между собственно отпечатком и «коронкой». Для наиболее корректного определения пластичности, проведена корректировка значения h_{cp} , сведя его к постоянному значению HV в виде формулы:

$$\Delta_h = \delta_h [1 - (\Delta HV / HV_0)] \quad (3)$$

где δ_h – параметр пластичности при различных значениях HV ;

Δ_h – параметр пластичности приведенный к постоянному значению.

Далее на рисунке 8 представлена зависимость значений микротвердости, и параметров пластичности δ_h и Δ_h от величины деформации n в камере Бриджмена. Наблюдается заметное возрастание значения HV при $n = 1$ и постоянство HV при $n \geq 1$. Что касается параметров пластичности δ_h и Δ_h согласно формуле 3, они близки по своим значениям. Небольшое различие ($\delta_h > \Delta_h$) связано с ростом HV под воздействием пластической деформации. Однако в любом случае можно наблюдать тенденцию к повышению пластичности при $n \leq 2$, постоянство повышенной пластичности при $2 < n < 5$ и резкое ее снижение при $n > 5$. Причем при n не более 2 происходит рост пластичности на 35-50 %.

Исследование методом микроиндентирования и с помощью измерения относительной высоты навалов подтверждает эффект возрастания пластичности в аморфных сплавах. Однако вместе с тем предсказывает и возможное резкое снижение пластичности при более высоких значениях КВД. Интересным является то обстоятельство, что по аналогии с КВД повышение пластичности наблюдается и при термоциклировании. В работе был произведен расчет пластичности для сплава, который подвергался 110 циклам термоциклирования от плюс 100 °С до жидкого азота. В таблице 1 показано сравнение сплава после термоциклирования с исходным состоянием. Как видно, из таблицы 1 после 110 циклов термоциклирования от плюс 100 °С до

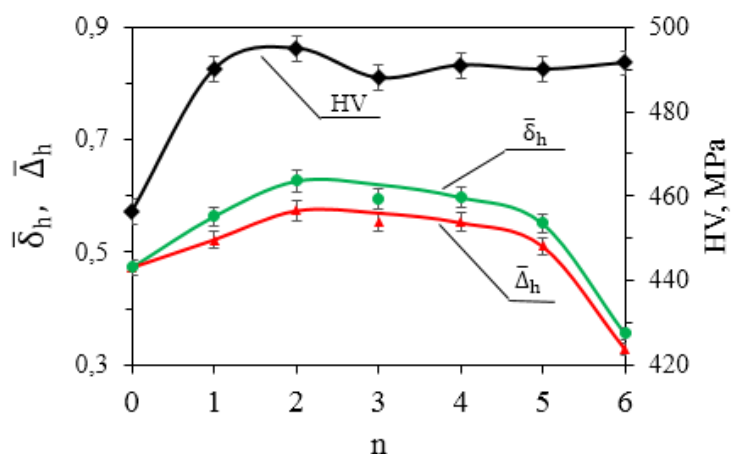


Рисунок 8 – Зависимость значений микротвердости и параметров от величины деформации n в камере Бриджмена при комнатной температуре

жидкого азота, сплав на основе циркония пластичен.

Можно предполагать, что различное влияние МПД на пластичность аморфных сплавов при малых, средних и больших величинах n в процессе КВД связано с различным влиянием МПД на структуру аморфного состояния. При $n < 2$ происходит разрушение

топологического и композиционного ближнего порядка, существующего в исходном состоянии до МПД [12] и, следовательно, облегчаются условия реализации вязко-упругого течения при воздействии индентора. При значительных КВД ($n > 5$) заметную роль начинают играть процессы локального установления ближнего и/или дальнего кристаллического порядка под действием локального адиабатического повышения температуры в полосах сдвига, которое наблюдается при существенных КВД-обработках [13].

Таблица 1 – Значения пластичности для сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ до и после термоциклирования

Образец	$\delta_{ср}$, %
$Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$	47,28
После термоциклирования	36,17

Склонность к пластическому течению материалов существенным образом зависит от схемы напряженного состояния в процессе приложения внешней нагрузки. Наши измерения относительной высоты «короны» у основания отпечатка при микроиндентировании по Виккерсу, очевидно, отражают специфику пластического течения в условиях существенных деформаций в процессе внедрения индентора Виккерса. Вместе с тем, полученные нами результаты подтверждают эффект возрастания пластичности аморфных сплавов после n не более 4. Однако вместе с тем они предсказывают возможное резкое снижение пластичности при достаточно больших значениях КВД (n более 4-5). Природа повышения пластичности после многократных актов термоциклирования, по-видимому, полностью совпадают по своей природе с эффектом «выздоровливания», который подробно описан в работе [14].

Выводы по четвертой главе

1. Изучена склонность к пластическому течению в объемном аморфном сплаве $Zr_{60}Cu_{18,5}Nb_2Ni_{7,5}Al_{10}Ti_2$ в зависимости от степени предварительной пластической деформации КВД при комнатной температуре методом микроиндентирования по Виккерсу и прецизионного измерения относительной высоты «короны» у основания отпечатка;

2. Установлено, что в изученном сплаве наблюдается три стадии изменения склонности к пластическому течению в зависимости числа полных оборотов в камере Бриджмена (повышение пластичности при $n \leq 2$,

постоянство повышенной пластичности при $2 < n < 5$ и резкое ее снижение при $n > 5$);

3. Высказано предположение, что трехстадийный характер изменения склонности к пластическому течению обусловлен циклическим характером эволюции ближнего порядка в процессе КВД: разрушением ближнего порядка при n не более 2 и резким восстановлением ближнего и даже дальнего атомного порядка при n не менее 5. Эффект повышения пластичности при термоциклировании связан с эффектом «выздоровливания», который описан в работе [14].

В пятой главе проведен анализ кристаллогеометрии и мощности полос сдвига методом профилометрии после влияния прокатки и кручения при высоком давлении. А также исследован характер распределения полос сдвига по объему образца аморфного сплава на основе Zr при комнатной и при температуре жидкого азота.

На рисунке 9 представлены изображения ступенек скольжения в образцах изученного сплава после КВД при комнатной температуре, соответствующие воздействию только квазигидростатического давления без кручения (а) и КВД при $n = 1/64$ (б). На рисунке 9а наблюдается две системы ступенек полос сдвига. Первая система ступенек (СС-I) представляет собой грубые волнистые линии почти параллельные горизонтальной кромке шлифа. Вторая система ступенек (СС-II) соответствует двум взаимно перпендикулярным тонким «кристаллографическим» ступенькам полос сдвига, расположенным под углом $\varphi = 45^0$ и 135^0 к горизонтальной кромке шлифа. Природа сформировавшихся ступенек полосы сдвига на рисунке 9а связана с возникновением сжимающих напряжений под воздействием высокого давления, которые привели к эффекту одноосного сжатия ($e = 0,2$). При КВД ($n = 1/64$) система ступенек СС-I не претерпевает ни качественных, ни количественных изменений, а система ступенек СС-II становится явно доминирующей (рисунок 9б) и вносит основной вклад в дислокационно-подобное скольжение. После холодной

прокатки в плоскости ленты видны ступеньки полос сдвига, расположенные почти перпендикулярно направлению прокатки (рисунок 9в).

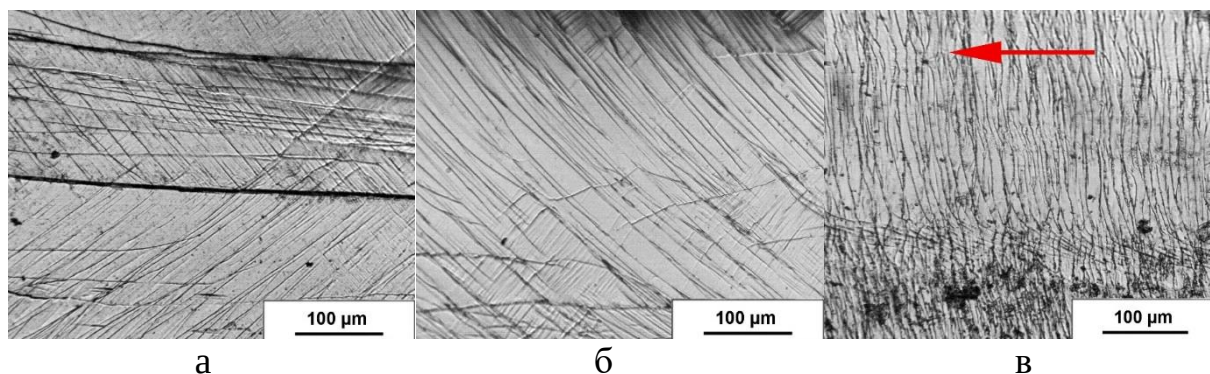


Рисунок 9 – Панорамные картины ступенек ПС после КВД при $n = 0$ (а); $n = 1/64$ (б) и после прокатки с обжатием 35 % (в); стрелкой показано направление прокатки. Световая микроскопия

На рисунке 10 представлены профилограммы с поверхности образцов до и после деформационных воздействий, а также измеренные с их помощью распределения по размерам высоты ступенек h и расстояния между соседними ступеньками r . Обратное значение параметра r по существу характеризует объемную плотность полос сдвига V ($r \sim V^{-1}$). На профилограммах исходного образца до деформации каких-либо ступенек, практически не наблюдается (рисунок 10а). В случае воздействия только высокого давления (рисунок 10б) и КВД (рисунок 10в-г) количество ступенек типа СС-1 остается постоянным при различных режимах обработки, а для ступенек типа СС-II наблюдается заметный рост значения h . На рисунке 10в отмечено, что сдвиги, реализуемые в ПС, могут иметь противоположные знаки, при этом число ПС типа «+» и ПС типа «-» примерно одинаково. Наличие ПС с противоположным направлением сдвига существенно повышает степень аккомодации дальнотействующих полей напряжений и способствует более высокой пластичности аморфных сплавов.

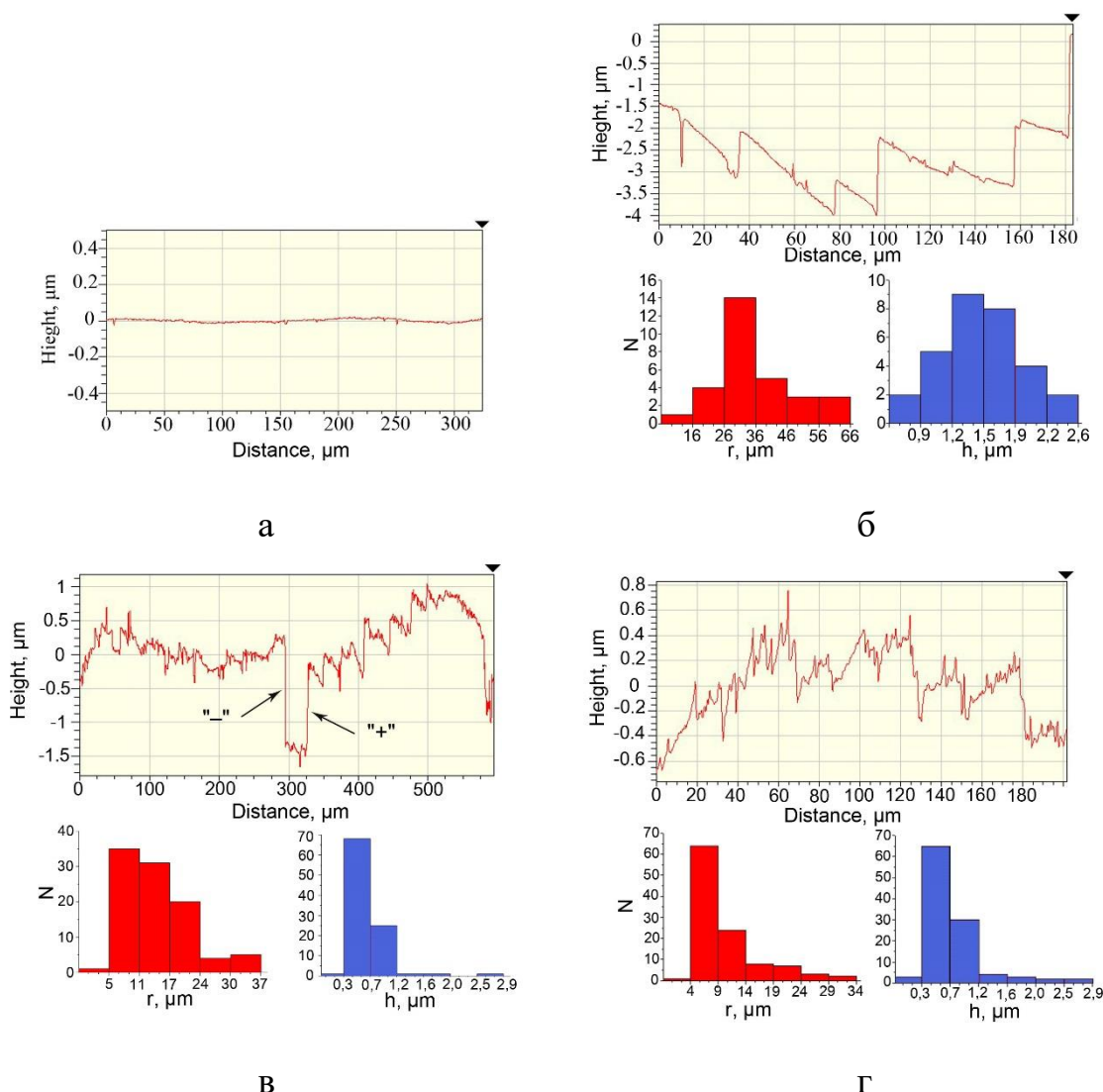


Рисунок 10 – Профилограммы и гистограммы значений r (красные) и значений h (синие) для исходного состояния (а), для КВД при $n = 0$ (б), $n = 1/64$ (в); $n = 1/32$ (г). Стрелками указаны полосы сдвига с положительным (+) и отрицательным (-) направлением сдвига

На рисунках 11 и 12 представлены зависимости среднего и наиболее вероятного значения (моды) параметров h и r для ступенек полос сдвига, сформировавшихся при холодной прокатке в сравнении со ступеньками полос сдвига, сформировавшимися при возрастающем значении e для КВД в камере Бриджмена. Наблюдается очевидная тенденция к росту значений h по мере возрастания e (рисунке 12). Однако для значений r тенденция к некоторому снижению (к росту объемной плотности полос сдвига) наблюдается только для деформаций в режиме КВД. Для образцов после прокатки при малой

деформации ($e = 0,4$) получена аномально высокая плотность полос сдвига ($r = 2$ мкм) (рисунке 11). Характер распределения основных характеристик полос сдвига претерпевает определенные изменения по мере роста значения n при КВД. При $n = 1/64$ распределение параметра h является относительно узким (0,3- 1,2 мкм). По мере роста n распределение заметно расширяется в сторону больших значений, достигая интервала 0,3-2,6 мкм. Максимальное значение h_{max} , которое было зафиксировано для системы ступенек СС-II, составляет 2,9 мкм.

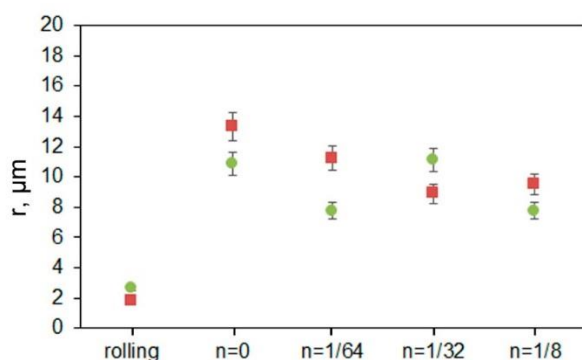


Рисунок 11 – Зависимости средних значений (■) и значений мод (●) для параметров ПС r в случае прокатки и КВД (для различных значений n)

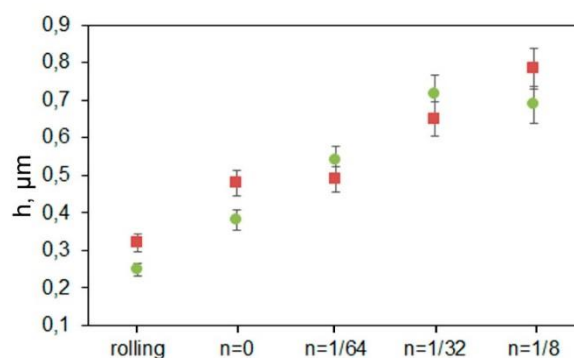


Рисунок 12 – Зависимости средних значений (■) и значений мод (●) для параметров ПС h в случае прокатки и КВД (для различных значений n)

Обнаруженные ступеньки, безусловно, являются следствием локальных дислокационно подобных сдвигов. В зависимости от характера пластического течения полосы сдвига могут быть количественно описаны с помощью различных структурных параметров. Важнейшим из них является мощность полос сдвига, которая определяется высотой ступеньки в области выхода полосы сдвига на поверхность образца, отнесенной к толщине полосы сдвига. Мощность полос сдвига можно описать величиной истинной деформации внутри полосы сдвига с помощью выражения:

$$e_{\text{ПС}} = \ln (h/t), \quad (4)$$

где t – толщина полосы сдвига;

h – высота ступеньки полосы сдвига.

Различные системы полос сдвига, наблюдавшиеся нами при сжатии (воздействие только давления), при КВД и при прокатке, имеют, как видно, различную мощность. Если предположить в соответствии с многочисленными экспериментами [2]-[4], что $t \approx 50$ нм, то максимальное значение деформации внутри полосы сдвига $e_{\text{ПС}}$ в соответствии с формулой (4) находится в интервале 4,0-4,2 мкм. Это значение очень близко к тому, которое реализуется при КВД в камере Бриджмена при $n \approx 1/4$ для геометрических размеров образца, использованных в нашем эксперименте.

Также по полученным гистограммам распределения основных характеристик полос сдвига (мощность и объемная плотность) в различных зонах дискообразных образцов (геометрический центр – зона 1, середина радиуса – зона 2 и край – зона 3) на торцевых поверхностях представлены зависимости среднего и наиболее вероятного значения (моды) параметров r (рисунок 13) и h (рисунок 14) для ступенек ПС, сформировавшихся только при воздействии квазигидростатического давления (а) в сравнении со ступеньками ПС, сформировавшимися при возрастающем значении e для КВД (б-г) в камере Бриджмена.

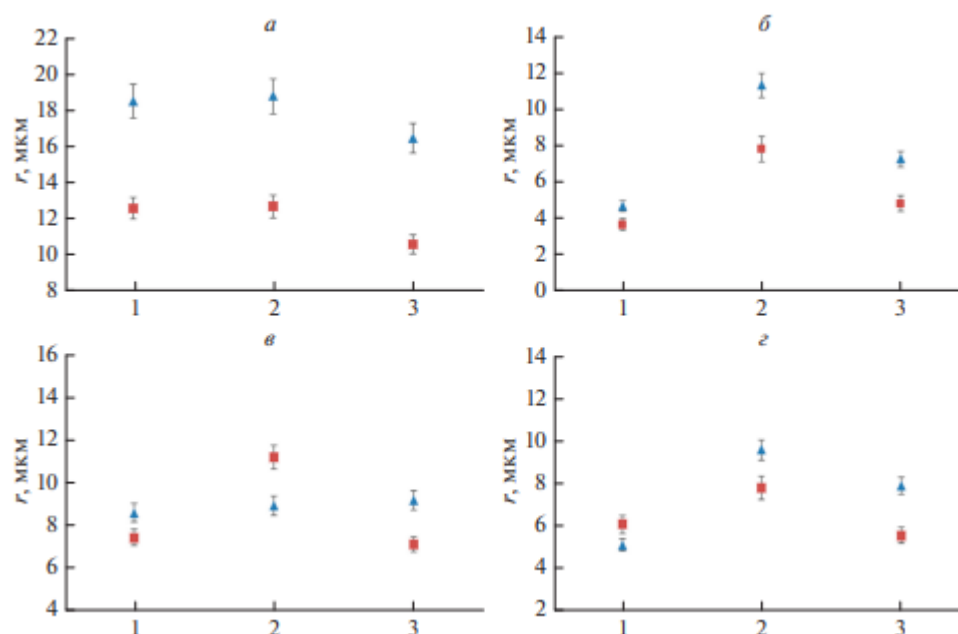


Рисунок 13 – Зависимости средних значений (■) и значений моды (▲) для параметра r при КВД; $n = 0$ (а), $n = 1/64$ (б), $n = 1/32$ (в), $n = 1/8$ (г); 1, 2 и 3 - зоны наблюдения ПС.

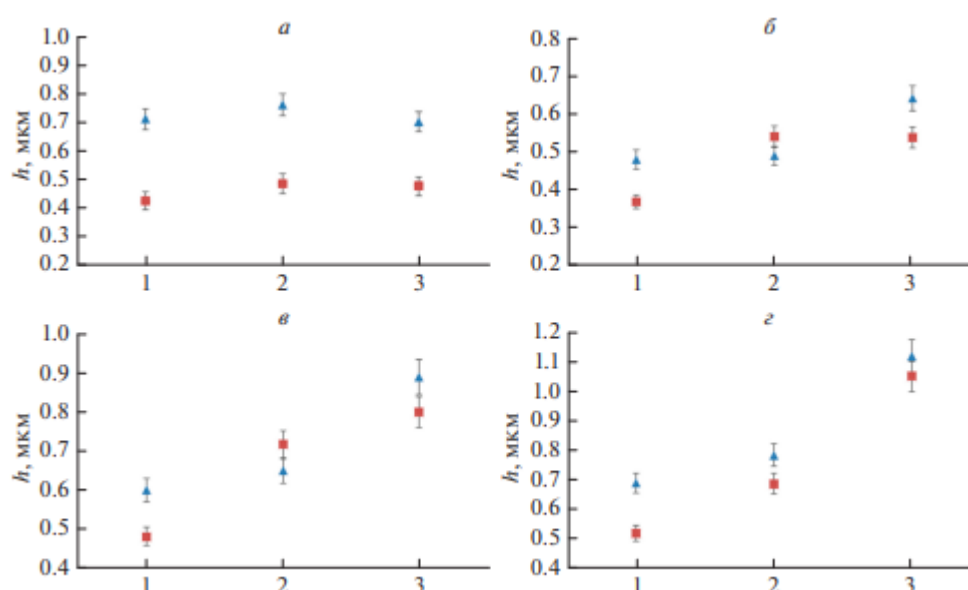


Рисунок 14– Зависимости средних значений (■) и значений моды (▲) для параметра h при КВД; $n = 0$ (а), $n = 1/64$ (б), $n = 1/32$ (в), $n = 1/8$ (г); 1, 2 и 3 - зоны наблюдения ПС.

Можно с уверенностью констатировать (рисунок 13а и 14а), что значения плотности и мощности ПС, сформировавшихся при одноосном сжатии без

кручения, практически не зависят от характера расположения анализируемой зоны (1,2 и 3) дискообразных образцов. Можно отметить, лишь значимое, но несущественное возрастание плотности ПС в краевых зонах 3. Несколько иной характер зависимости основных характеристик ПС от расположения локальной зоны анализируемых образцов имеет место в случае КВД. Минимальное значение $V_{ПС}$ закономерно наблюдается при всех значениях n в зоне 2, расположенной на середине радиуса дискообразного образца (рисунке 13б-г). Значение параметра $e_{ПС}$ монотонно возрастает со скоростью, зависящей от величины деформации n от зоны геометрического центра образца 1 к зоне на середине радиуса образца 2 и далее к краевой зоне 3 (рисунке 14б-г).

Исследование характера распределения полос сдвига при низких температурах показало, что в зоне 2 (середина радиуса), имеются значительные изменения в зависимостях среднего и наиболее вероятного значения моды для параметра h при КВД. Что касается одноосного сжатия, параметр h практически не изменился. КВД при температуре 77 К приводит к уменьшению параметра h в 2 раза относительно эксперимента при комнатной температуре (рисунок 15). Механизм деформации аморфных сплавов имеет довольно сильное влияние температуры на напряжения течения. Процесс деформации при низких температурах, видимо, замедляет процесс выхода полосы сдвига на поверхность.

На рисунке 16 показаны зависимости среднего и наиболее вероятного значения моды для параметра r . Деформация кручением ($n = 1/64, 1/32$ и $1/8$) при жидком азоте приводит к увеличению среднего расстояния между полосами сдвига в $\approx 1,5$ раза, в сравнении с экспериментом при комнатной температуре. Как нами говорилось ранее, обратное значение параметра r по существу характеризует объемную плотность полос сдвига V ($r \sim V^{-1}$). Следовательно, КВД при температуре жидкого азота приводит к уменьшению объемной плотности V полос сдвига.

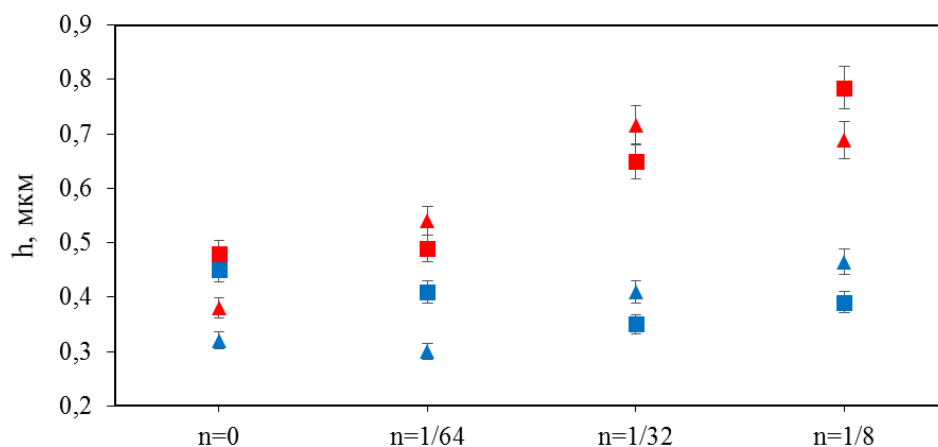


Рисунок 15 – Зависимости среднего(■) и наиболее вероятного значения моды (▲) для параметра h в зоне 2 (середина радиуса), при температуре 77 К (синие) и 293 К(красные)

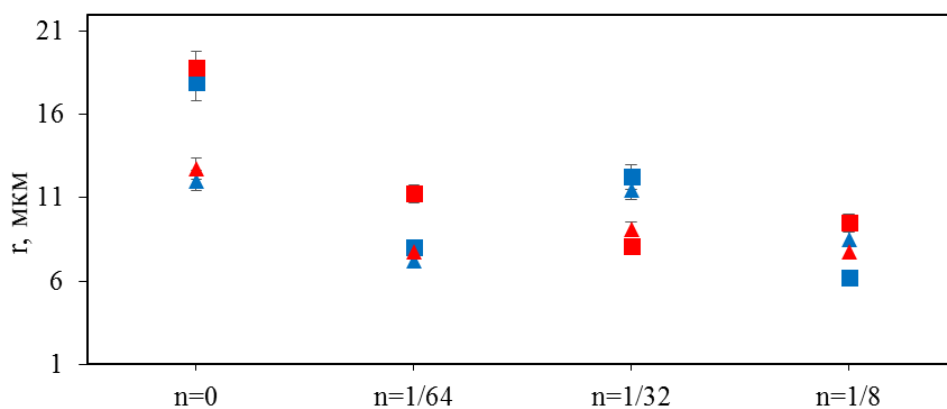


Рисунок 16 – Зависимости среднего(■) и наиболее вероятного значения моды (▲) для параметра r в зоне 2 (середина радиуса), при температуре 77 К (синие) и 293 К(красные).

Сам характер распространения полос сдвига во всех трех зонах (центр, середина, край) образца при различных температурах не меняется. Однако, в зоне 1 при $T = 77$ К в отличии от той же зоны в образце при $T = 293$ К, практически не наблюдается второй системы скольжения ПС (рисунок 17).

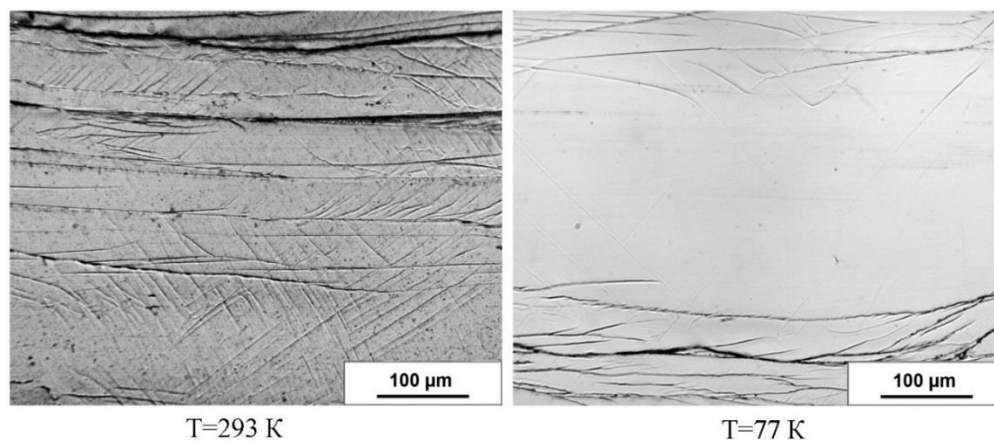


Рисунок 17 – Картина ступенек полос сдвига после КВД при $n = 0$ в зоне наблюдения 1, при различных температурах.

Выводы

1. Изучена склонность к пластическому течению в объемном аморфном сплаве $Zr_{60}Cu_{18,5}Nb_2Ni_{7,5}Al_{10}Ti_2$ в зависимости от числа полных оборотов в камере Бриджмена.
2. Установлено, что в изученном сплаве наблюдается три стадии изменения склонности к пластическому течению в зависимости от значения n (числа полных оборотов подвижного бойка камеры Бриджмена). При n не более 2 происходит рост показателя пластичности на 35-50 %. При n в интервале от 2 до 4 повышенная пластичность сохраняется без изменений, при n не менее 5 происходит резкое падение пластичности до значений более низких, чем в исходном состоянии.
3. На основании детального статистического анализа определен характер распределения основных характеристик ПС по объему дискообразных образцов массивного аморфного сплава $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ при кручении под высоким квазигидростатическим давлением в камере Бриджмена.
4. Установлено, что основными характеристиками ПС являются: мощность ПС, зависящая от высоты ступеньки на поверхности деформированного образца и от толщины ПС, а также объемная плотность ПС,

обратно пропорциональная при определенных геометрических допущениях расстоянию между соседними ПС.

5. Установлено, что при приложении только гидростатического давления без кручения в различных зонах дискообразного образца (геометрический центр – зона 1, середина радиуса – зона 2 и край – зона 3) на торцевых поверхностях формируются грубые волнистые ступеньки скольжения, почти параллельные горизонтальной кромке шлифа. Гистограммы распределения мощности и объемной плотности ПС практически одинаковы для трех различных зон дискообразных образцов и близки к гауссовому распределению.

6. Обнаружено, что при реализации КВД с варьируемым значением величины деформации ($n = 1/64$; $1/32$ и $1/8$) формируется система скольжения, которая представляет собой две взаимно перпендикулярные «кристаллографические» ступеньки ПС, расположенные под углом $\varphi = 45^\circ$ и 135° к горизонтальной кромке шлифа. Гистограммы распределения мощности и объемной плотности ПС носят исключительно логнормальный характер и качественно тождественны для различных зон анализа образца и для различных величин КВД деформации.

7. В случае КВД деформации наблюдается зависимость характеристик ПС от специфики зоны анализа деформации. Максимальное значение среднего расстояния между соседними ПС и соответствующей моды (минимальное значение $V_{ПС}$) наблюдается при всех значениях n в зоне 2. Значение средней высоты ступенек и соответствующей моды для ПС (мощности ПС $e_{ПС}$) монотонно возрастает со скоростью, зависящей от величины деформации n , от зоны 1 к зоне 2 и далее к зоне 3. Максимальное значение отдельных ступенек было зафиксировано при $n = 1/8$ в зоне 3 дискообразного образца ($h_{\max} = 4,1$ мкм.), что соответствует мощности ПС, равной $e_{ПС} = 5,4-5,6$.

Основные результаты работы представлены в публикациях

- Glezer A.M., Khriplivets I.A., Sundeev R.V., Louzguine-Luzgin D.V. Quantitative characteristics of shear bands formed upon deformation in bulk amorphous Zr-based alloy // Materials Letters. – 2020. – V. 281. – P. 1-5.
- Glezer A.M., Louzguine-Luzgin D.V., Khriplivets, I.A., Sundeev R.V. Effect of high-pressure torsion on the tendency to plastic flow in bulk amorphous alloys based on Zr // Materials Letters. – 2019. – V. 256. – P. 1-3.
- Хрипливец И. А., Глезер А. М., Сундеев Р. В. и др. Характер распределения полос сдвига по объему образца аморфного сплава на основе Zr при кручении под давлением в камере Бриджмена // Известия РАН. Серия физическая. – 2021. – Т. 85, №7. – С. 1001-1009.
- Khriplivets I.A. The influence of rolling and high-pressure torsion in the Bridgman chamber on the quantitative characteristics of shear bands in an amorphous Zr-based alloy // Frontier Materials & Technologies. – 2021. – V. 2. – P. 67-74.

Список использованных источников

1. Glezer A.M., Sundeev R.V., Shalimova A.V. Phase transformations “amorphization ↔ crystallization” in metallic materials induced by severe plastic deformation // Review on Advanced Materials Science. – 2018. – V. 54. – P. 93-105.
2. Люборский Ф.Е., Дэвис Х.А., Либерман Х.Х. Аморфные металлические сплавы. Москва: Металлургия, 1987. – 584 с.
3. Zhang Q.S., Zhang W., Xie G.Q., Louzguine-Luzgin D.V., Inoue A. Stable flowing of localized shear bands in soft bulk metallic glasses // Acta Materialia. – 2010. – V. 58. – P. 904-909.
4. Donovan P.E., Stobbs W.M. The structure of shear bands in metallic glasses // Acta Metallurgica. – 1981. – V. 29. – P. 1419-1436.

5. Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. Plastic deformation of nanostructured materials. Boca Raton: CRC Press, Taylor&Francis Group, 2017. 320 p.
6. Abrosimova G., Aronin A., Fokin D., Orlova N., Postnova E. The decrease of Young's modulus in shear bands of amorphous Al₈₇Ni₈La₅ alloy after deformation / Materials Letters. – 2019. – V. 252. – P. 114–116.
7. Glezer A.M., Plotnikova M.R., Sundeev R.V., Shurygina N.A. Self-blocking of shear bands and the delocalization of plastic flows in amorphous alloys upon megaplastic deformation // Bulletin of the Russian Academy of Sciences Physics. – 2013. – V. 77. – P.1391-1396.
8. Maaß R., Samwer K., Arnold W., Volkert C.F. A single shear band in a metallic glass: Local core and wide soft zone // Applied Physics Letters. – 2014. – V. 105. – P. 1-4.
9. Старцев В.И., Ильичев В.Я., Пустовалов В.В. Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах. – М.: Металлургия, 1975. 328 с.
10. Глезер А.М. Принципы создания многофункциональных конструкционных материалов нового поколения // Успехи физических наук. – 2012. – Т.182, №5. – С. 559-566.
11. Козлов Э.В., Глезер А.М., Конева Н.А. и др. Основы пластической деформации наноструктурных материалов. – Москва: Физматлит, 2016. – 304 с.
12. Park K.W., Lee C.M., Wakeda M., Shibutani Y., Falk M.L., Lee J.C. Elastostatically Induced structural disordering in amorphous alloys // Acta Mater. – 2008. – V. 56. – P. 5440-5450.
13. Sundeev R.V., Shalimova A.V., Veligzhanin A.A. et al. The effect of changes in the local atomic structure on the magnetic properties of amorphous iron-based alloys deformed by high-pressure torsion at different temperatures // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – V. 797. – P. 622-629.

14. Ketov S.V., Sun Y.H., Nachum S., et al. The multiscale behavior in the shear banding process and the dynamics transition with the parameters are investigated in analytical form // Nature. – 2015. – V. 524. – P. 200-203.