

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

На правах рукописи



Селезнев Михаил Николаевич

**ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННЫЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ
ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ОБЪЕМНЫХ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ**

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
к.ф.-м.н., профессор
Виноградов А. Ю.

Тольятти
2017

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	5
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	12
1.1 История вопроса.....	12
1.2 Структурные и механические свойства металлических стекол.....	22
1.3 Методы исследования локализованной деформации металлических стекол.....	26
1.3.1 Механические испытания.....	26
1.3.2 Трещинообразование и разрушение.....	32
1.3.3 Электронная микроскопия.....	35
1.3.4 Высокоскоростная видеосъемка и тензометрия.....	36
1.3.5 Термография.....	39
1.3.6 Метод акустической эмиссии.....	40
1.4 Концепции и модели, применяемые к описанию локализованной пластической деформации объемных металлических стекол.....	41
1.4.1 Структурная релаксация.....	42
1.4.2 Концепция гранулированного материала.....	43
1.4.3 Дислокационный механизм.....	45
1.4.4 Теория свободного объема.....	47
1.4.5 Концепция зон сдвиговой трансформации и теория перколяций.....	49
1.4.6 Модель жидких ядер и ARGL.....	51
1.4.7 Степенное распределение и модель среднего поля.....	52
1.4.8 Двухстадийная и перколяционная модели.....	57
1.5 Выводы по I главе и постановка задач.....	59
2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ.....	63
2.1 Изготовление образцов и пробоподготовка.....	63
2.1.1 Изготовление отливки.....	63
2.1.2 Проверка и контроль свойств сплава.....	65
2.1.3 Подготовка образцов.....	67
2.2 Используемое оборудование.....	70

2.2.1	Микро-испытательная приставка сжатия-растяжения-изгиба	72
2.2.2	Оборудование для видеозаписи	75
2.2.3	Микроскопическая система наблюдения	76
2.2.4	Многоканальный модуль сбора информации акустической эмиссии (АЭ)	78
2.2.5	Универсальный испытательный стенд и алгоритм проведения испытаний.....	81
2.3	Метод корреляции цифровых изображений применительно к ПС	86
3	ИССЛЕДОВАНИЕ УПРУГИХ ПОЛЕЙ ПОЛОС СДВИГА В ОБЪЕМНОМ МЕТАЛЛИЧЕСКОМ СТЕКЛЕ	89
3.1	Подбор оптимальных параметров КЦИ.....	89
3.2	Измерение планарных полей смещения ПС методом КЦИ.....	90
3.3	Измерение стереометрии ПС с помощью микроскопии и интерферометрии.....	94
3.4	Моделирование упругого сдвига в МС макродислокацией.....	99
3.5	Сравнение экспериментальных и теоретических данных.....	102
3.6	Применение дислокационного подхода к описанию дилатации в ПС	104
3.7	Выводы по 3 главе.....	108
4	ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ОБЪЕМНОМ МЕТАЛЛИЧЕСКОМ СТЕКЛЕ	109
4.1	Исследование кинетики полос сдвига с максимально возможным оптическим разрешением.....	109
4.2	Исследование морфологии полос сдвига после высокоскоростной видеосъемки .	113
4.3	Исследование кинетики полос сдвига с максимально возможным временным разрешением.....	116
4.4	Применение дислокационного подхода к описанию кинетики сдвигообразования 121	
4.5	Выводы по 4 главе.....	124
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ	125
	ВЫВОДЫ	126
	БЛАГОДАРНОСТИ	128
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	129

ПРИЛОЖЕНИЕ 1	141
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	142
ПРИЛОЖЕНИЕ 3	143
ПРИЛОЖЕНИЕ 4	144
ПРИЛОЖЕНИЕ 5	145
ПРИЛОЖЕНИЕ 6	146
ПРИЛОЖЕНИЕ 7	147
ПРИЛОЖЕНИЕ 8	148
ПРИЛОЖЕНИЕ 9	149
ПРИЛОЖЕНИЕ 10	150
ПРИЛОЖЕНИЕ 11	151
ПРИЛОЖЕНИЕ 12	152

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы

Металлическое стекло (МС) – один из наиболее «молодых», быстроразвивающихся и перспективных материалов. Представляя из себя, по сути, замороженную жидкость, МС обладает изотропной аморфной структурой, обладающей высокой коррозионной стойкостью, биосовместимостью [1], прочностью [2], твердостью, износостойкостью [3], формуемостью и магнитной мягкостью [4]. В то же время наличие преимущественно металлических связей, обладающих куда большей гибкостью, чем ковалентные, обуславливает некоторую пластичность материала, сравнимую с пластичностью высокопрочных сталей [5]. При этом, отношение предела упругости к модулю Юнга, т.е. способность аккумулировать упругую энергию очень высоко и сравнимо с полимерами [6]. Такое сочетание свойств делает МС чрезвычайно интересным материалом как для фундаментальных исследований, так и для прикладной науки и производства.

Сравнительно недавняя разработка легко-стеклюющихся сплавов и технологии литья под давлением позволила получать прецизионные тонкостенные отливки для массовых изделий (корпуса наручных часов, мобильных телефонов, посуда и т.д.) [7]. Сегодня аморфные сплавы готовы к применению либо уже успешно применяются в следующих отраслях [8]:

- военная промышленность – корпуса снарядов, ракет и приборов, предохранители, композитная броня [9];
- аэрокосмическая промышленность - детали самолетов и космических кораблей [9];
- машиностроение – покрытия деталей, сердечники трансформаторов [4];
- микроэлектроника - тонкостенные оболочки, микроэлектромеханические системы (МЭМС) [10];
- оптоэлектронная, магнитная и электронная техника [11]
- медицина – зубные протезы, биосовместимые имплантаты [1], режущий инструмент [12];
- ювелирное дело – высокопрочные износостойкие сплавы драгоценных металлов [13–16];
- спорт – спортивный инвентарь [17];
- и т.д. [4].

Одним из главных недостатков, сдерживающих применение МС является сильная локализация деформации при комнатной температуре. Носителем деформации в данном случае являются т.н. полосы сдвига (ПС) – планарный дефект, толщина которого составляет порядка

10-100 нм [18]. Такая сверхлокализация дестабилизирует пластическое течение материала и провоцирует раннее развитие микротрещин в полосах сдвига [19], что приводит к падению вязкости, пластичности и, в конечном счете, к преждевременному хрупкому разрушению. Любая успешная попытка улучшения прочностных качеств МС так или иначе приводит к изменению формирования и роста ПС, будь то подбор химического состава [20], микролегирование [21], геометрическая локализация деформации [22] или повышение гомогенности аморфной структуры [23]. Все вышеперечисленные методы приводят к более плотному ветвлению и взаимному пересечению укороченных ПС, препятствуя формированию магистральной полосы.

Таким образом, сдвигообразование в МС – ключевой механизм, изменение которого неразрывно связано с изменением механических свойств. Именно поэтому изучение полос сдвига и закономерностей их развития является актуальной задачей, которой с момента первого упоминания в литературе занимаются уже почти 50 лет как отечественные, так и зарубежные ученые (Хоник В.А., Виноградов А.Ю., Глезер А.М., Кетов С.В., Лузгин Д.В., Табачникова Е.Д., Масумото Т., Инуэ А., Аргон А.С., Гилман Д.Д., Спаепен Ф., Пампилло С.А., Чен Х.С., Лими Х.Д., Грир А.Л., Маасс Р., Райт В.Д., Дамен К.А., Сонг С.Х., Вильде Г., Клаумюнцер Д., Хуфнагель Т.С. и многие другие). Однако, несмотря на всеобщий интерес к МС и локализации деформации в них, ясного понимания механизма ПС в аморфных сплавах до сих пор нет.

Исследования ПС можно условно разделить на два основных типа:

- «статические» - изучение структуры, свойств и особенностей уже сформированных ПС (*ex-situ*).
- «динамические», т.е. изучение механизма и кинетики зарождения, роста и эволюции полос в реальном времени (*in-situ*);

Статические методы применяются до образования ПС для анализа аморфной структуры и после деформации – для исследования ПС. К ним относятся различные техники электронной микроскопии (в т.ч. просвечивающая высокого разрешения [24]), рентгеновская дифракция [25], дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) [26], атомно-силовая микроскопия (АСМ) [27]. Методом нано-индентирования было обнаружено падение твердости и упругости вдоль ПС (Маасс и др.), что говорит о наличии неких полей напряжения, однако тип и протяженность этих полей еще не исследованы [28].

Наличие и тип упругих полей у ПС является принципиально важным вопросом, т.к. напрямую влияет на характер взаимодействия ПС между собой, а, значит, и на морфологию ветвления, что в конечном счете управляет деформацией, пластичностью и разрушением МС. Согласно дислокационной гипотезе (Гилман [29], Эдвартс [30] и др.), ПС обладают

дальнодействующими полями напряжения дислокаций общего вида (т.е. дислокаций Вольтерра [31]) и деформация МС описывается в рамках дислокационного подхода. Однако, в настоящее время, более популярной является теория среднего поля (ТСП, Дамен и соавторы [32]), а также рассмотрение ПС как совокупности наноразмерных зон сдвиговой трансформации (ЗСТ) – точечных дефектов, не обладающих дальнодействующими упругими полями. Пластичность МС в этом случае обусловлена созданием и аннигиляцией свободного объема в ПС, возникающих в результате перколяции ЗСТ. Недостаток такого подхода обусловлен отсутствием механизма упрочнения МС, которое, тем не менее, экспериментально получено рядом исследователей (Дас [23], Ванг [22], Деметриу [20] и др.). Исследование упругих полей ПС и подтверждение/опровержение дислокационной гипотезы является первой целью данной работы.

Динамические методы исследования производятся непосредственно в процессе механического нагружения (растяжение, сжатие, изгиб и т.д.) – это, например, тензометрия, термография [33], метод акустической эмиссии (АЭ) [34], регистрация фото- [35] и электронных изображений [36]. Динамическими методами исследования наблюдалось, по крайней мере, три характерных типа эволюции ПС:

1) «мгновенное» (в течение одного видеокadra) появление ПС при котором регистрируется мощный импульс акустической эмиссии (АЭ) длительностью менее 100 микросекунд [37];

2) относительно медленное скольжение в ПС со скоростью ~ 4 мм/с, ответственное за сброс нагрузки и не сопровождающееся АЭ [35,38];

3) относительно быстрое разрушение со скоростью не менее 170 м/с в объемном образце [38] и ~ 2000 м/с в ленте [39].

Вышеперечисленные факты хотя и не образуют пока целостной картины, но свидетельствуют о том, что кинетика ПС не монотонна. К настоящему времени *in-situ* наблюдений деформации металлических стекол относительно мало и кинетика ПС по-прежнему остается открытым вопросом. Например, изучение кинетики ПС при помощи устройств высокоскоростной регистрации изображений, насколько нам известно, представлено в современной литературе лишь тремя работами [35,38,40], основные результаты которых представлены выше. При этом достигается либо высокое разрешение во времени (высокоскоростная съемка), либо высокое пространственное разрешение (СЭМ) [36].

Динамические методы исследования, основанные на измерении нагрузки и перемещения важны для изучения кинетики ПС, однако сильно зависят от жесткости и инерционности испытательной механической системы [41]. Напротив, оптические методы измерения свободны от этих недостатков и, если разрешение во времени и пространстве достаточно высоко, существует возможность выявить кинетику ПС.

Как и по вопросу далекодействующих полей напряжения ПС, по вопросу скорости возникновения ПС также существует две противоположных гипотезы. Согласно вышеописанной концепции ЗСТ, ПС возникает практически мгновенно в результате перколяции ЗСТ [42]. Согласно другой гипотезе, скорость возникновения ПС не может быть бесконечной и ограничена скоростью звука [43], таким образом ПС возникает по механизму распространяющегося фронта сдвига. Скорость ПС является ключевым параметром в оценках локального нагрева, а значит и размягчения при локализованной деформации в МС [44]. Кроме того, вопрос скорости ПС связан с вопросом о наличии далекодействующих полей напряжения ПС. Так, в случае правдоподобности дислокационной гипотезы, скорость ПС должна, с одной стороны быть не менее 1-10 м/с для испускания импульса АЭ [45], с другой стороны должна иметь ограниченную скорость в силу инертности (массы) дислокации [46]. Таким образом, измерение скорости ПС является второй целью данной работы, которая логически связана с первой.

Цель работы – Экспериментальное выявление статических (упругое поле) и динамических (скорость роста) характеристик полос сдвига в металлическом стекле

В диссертационной работе были поставлены и решены следующие **исследовательские задачи**:

1. Анализ литературных источников и разработка методов достижения цели.
2. Создание экспериментальной установки, позволяющей проводить высокоскоростную микроскопическую видеосъемку механических испытаний и регистрировать события локализованной деформации (ПС, двойник, трещина).
3. Изготовление и подготовка образцов МС, их механическое испытание с регистрацией видеоданных.
4. Экспериментальное измерение полей абсолютной деформации в вершине ПС и их дислокационная интерпретация.
5. Оценка свободного объема в ПС на основе дислокационной интерпретации.
6. Экспериментальное измерение скорости роста ПС.

Объектом исследования являлись образцы МС на основе палладия. **Предмет исследования** – локализованная пластическая деформация МС, представленная полосами сдвига.

Использованные **методы исследования**: дифференциальная сканирующая калориметрия, рентгеновская дифрактометрия, энерго-дисперсионная спектрометрия, высокоскоростная видеосъемка, метод акустической эмиссии, механические испытания (сжатие, изгиб),

электронная и оптическая микроскопия, сканирующая интерферометрия, цифровая корреляция изображений, программирование.

Рабочая гипотеза: полосы сдвига в металлическом стекле являются дефектами дислокационного типа.

Научная новизна.

- Впервые для синхронизации записи видеокамеры с событием локализованной деформации использован сигнал АЭ, испускаемый самим событием.
- Впервые экспериментально доказано, что упругое поле в вершине ПС в МС количественно совпадает с модельным полем макро-дислокации.
- Впервые теоретически обосновано, что возникновение избыточного свободного объема в ПС может быть объяснено в рамках дислокационного подхода.
- Впервые экспериментально доказано, что ПС в МС формируется по механизму распространяющегося фронта сдвига, а не мгновенно, по механизму перколяции. Показано, что кинетика фронта сдвига обнаруживает быстрое (≤ 30 мкс) нарастание скорости фронта от нуля до некоего максимального значения (≥ 5 м/с), а затем медленное (~ 300 мкс) затухание по степенному закону, феноменологически представимому как $\sim t^n$ ($n \sim -2$).

Практическая значимость работы.

- Разработанная методика высокоскоростной видео-регистрации по сигналу АЭ является универсальной и может быть применена для исследования кинетики структурных изменений в твердых материалах, которые сильно локализованы в пространстве и времени и момент возникновения которых носит вероятностный характер (дислокационное скольжение, трещинообразование, двойникование, фазовые превращения и т.д.).
- Установка высокоскоростной микроскопической видеорегистрации механических испытаний материалов с использованием сигнала АЭ в качестве триггера внедрена в НИО-2 Тольяттинского государственного университета при выполнении проектов по указанным далее научным программам и темам. Получен патент РФ на полезную модель №155260, 2015.
- Полученные результаты измерений и интерпретаций могут быть полезны к описанию локализованной деформации как аморфных металлов, так и других упругих твердых тел в силу универсальности предложенного подхода.

Положения, выносимые на защиту:

1. Установка высокоскоростной микроскопической видеосъемки механических испытаний с синхронизацией видеозаписи и события локализованной деформации по сигналу АЭ, испускаемому событием.
2. Результаты экспериментального измерения деформационных полей в вершине ПС, образованных в процессе механического сжатия, методом цифровой корреляции изображений.
3. Результаты дислокационной интерпретации измеренных полей деформации ПС.
4. Интерпретация формирования свободного объема в ПС на основе дислокационного подхода.
5. Результаты экспериментального измерения скорости распространения ПС методом высокоскоростной видеосъемки.

Связь работы с научными программами и темами:

Работа выполнена в Тольяттинском государственном университете на научно-исследовательской базе НИИ «Прогрессивные технологии» при финансовой поддержке:

- Российского Фонда Фундаментальных Исследований (РФФИ) в рамках гранта № 13-08-00259-а
- Министерства Образования и Науки РФ (11.G34.31.0031)
- Инвестиционного Фонда Самарской области (31.13.71).
- Российского научного фонда (РНФ) в рамках гранта № 15- 19-30025.

Часть работы выполнена в Вестфальском университете имени Вильгельма (Мюнстер, Германия) при финансовой поддержке совместного гранта Германской службы академических обменов (DAAD) и Министерства Образования и Науки РФ в рамках программы «Михаил Ломоносов III» (проект №3723).

Достоверность полученных результатов обоснована корректностью поставленных задач, использованием апробированных экспериментальных методов и совпадением результатов, полученных экспериментально с данными теоретического моделирования.

Апробация работы: основные результаты работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях: VI Международной школе «Физическое материаловедение» (Тольятти, 2013); XV, XVI и XVII Международных научно-технических уральских школах-семинарах металловедов-молодых ученых (Екатеринбург, 2014, 2015, 2016); X Всероссийской школе-конференции молодых ученых «КоМУ» (Ижевск, 2013), XIX

Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов» (Самара, 2015), The international conference "Advanced Materials Week-2015" (Международная конференция «Неделя перспективных материалов 2015», Тольятти, Санкт-Петербург, 2015), DPG-Frühjahrstagungen (Весенняя конференция немецкого научного сообщества, Регенсбург, Германия, 2016).

Публикации:

Результаты диссертации опубликованы в 12 работах из них 5 в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ, в том числе 3 входящих в систему цитирования WoS и Scopus. Получен 1 патент РФ.

Личный вклад автора:

Личный вклад автора состоит в анализе литературных источников и состояния проблемы, постановке целей и задач исследования совместно с научным руководителем, изготовлению (частично) и подготовке образцов. Проектирование и изготовление экспериментальной установки и оснастки было произведено совместно с коллегами. Проведение экспериментальных исследований и обработка полученных результатов выполнены автором. Также, лично автором были представлены результаты проведенных испытаний и исследований в форме устных докладов на региональных и международных конференциях. Обсуждение и интерпретация результатов проводились автором совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Структура и объем диссертации: диссертация изложена на 152 страницах машинописного текста, включает 77 рисунков и 5 таблиц. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения и списка литературы, содержащего 185 наименований.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

«...то, что однажды было названо «дурацкими сплавами Дювеза» доказывает, что является нечто совершенно другим...»

(С. А. Pampillo, 1975 [47])

1.1 История вопроса

Металлическое стекло (МС) – аморфное твердое вещество, полученное закалкой из расплава, не имеющее кристаллической решетки и связанного с ней дальнего порядка, с преимущественно металлической связью между атомами. Первое свидетельство о получении МС было опубликовано 1960 году калифорнийскими исследователями Клементом, Вилленсом и Дювезом [48]. На разработанной авторами установке закалки расплава на вращающемся медном цилиндре было проведено множество экспериментов [49]. Один из исследуемых составов – $Au_{75}Si_{25}$ – обнаружил аморфную структуру. Доказательством аморфной структуры служит рентгеновская дифрактограмма, не имеющая характерных для кристаллического тела пиков интенсивности (рисунок 1.1а). Дифрактография аморфных сплавов была известна и ранее [50], однако сплавы эти включали лишь полуметаллы (например $AsSe$). Связи в таких сплавах были преимущественно ковалентные, а потому МС они именоваться не могли. Самым надежным и распространенным методом проверки степени кристалличности материала является метод электронной дифракции. Типичная электронная дифрактограмма (ЭД) аморфного сплава представлена на рисунке 1.1б – центральный максимум и равномерное гало.

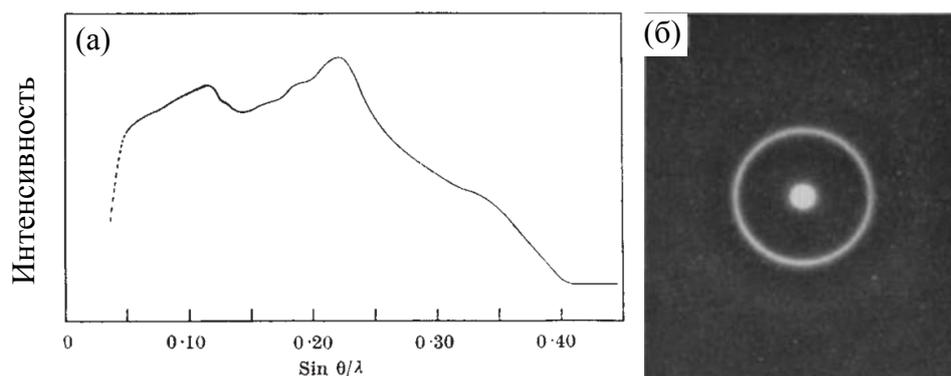


Рисунок 1.1 – Дифракция на аморфном материале. (а) рентгеновская дифрактограмма аморфного сплава $Au_{75}Si_{25}$ – первое известное свидетельство получения аморфного сплава на основе металла [48]. (б) электронная дифрактограмма аморфного сплава $Pd_{80}Si_{20}$ – точечные максимумы интенсивности принадлежат нанокристаллам с размерами не более 3 нм [51]

Первый сплав МС $Au_{75}Si_{25}$ был нестабилен и уже через сутки обнаруживал нанокристаллические образования. Кроме того, методика закалки в 60-е была еще далека от

совершенства, и не позволяла получать достаточно большие и одинаковые по форме образцы. Измерять какие-либо механические свойства такого материала было крайне затруднительно. К 70-м методика закалки была усовершенствована и появился достаточно стабильный сплав $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ с некоторыми вариациями по составу. Появилась возможность механического исследования МС, получаемых скоростной прокаткой между двумя вращающимися цилиндрами. Сплавы должны были быть охлаждаться очень быстро, чтобы избежать кристаллизации (10^6 К/с), что ограничивало возможные формы изделий (проволоки, ленты, фольги толщиной до 100 мкм).

Первыми провели механические испытания лент $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ на растяжение Чен и Ванг в 1970 г. [52]. Обнаруженные свойства данного сплава являются характерными для всех МС:

- Модуль Юнга E сплава $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ составляет 48 ГПа, что существенно меньше кристаллического аналога (114 ГПа).
- Временное сопротивление разрыву (предел прочности) $\sigma_b \approx 1$ ГПа, что составляет $1/50 E$ и близко к теоретическому значению (минимальная сдвиговая теоретическая прочность твердого тела при растяжении составляет порядка $\sim 1/10 E$).
- Необратимая пластическая деформация при данном напряжении в МС гораздо меньше, чем в кристаллическом аналоге.

Существенное дополнение в исследование механических свойств сплава $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ внесли Масумото и Маддин годом позже [51]. Испытания на растяжение были проведены в широком диапазоне температур и скоростей деформации. Механические исследования показали, что:

- - Величины предела текучести $\sigma_t = 850$ МПа и предела прочности $\sigma_b = 1,33$ ГПа оказались на порядок выше величин кристаллического аналога. При этом, как и в предыдущем исследовании, величины близки к теоретическому пределу прочности. Модуль Юнга $E = 68$ ГПа, наоборот, ниже кристаллического аналога (107 ГПа) примерно в два раза.
- Материал демонстрирует хрупкое поведение с относительным удлинением $\varepsilon = 0,1\%$.
- Временное сопротивление разрыву не зависит от объема образца.

Дополнительно исследовалась морфология поверхности оптическим и электронным методами. По-видимому, данная работа впервые упоминает о полосах сдвига, хотя обозначались они не данным термином, а словами «трещины», «отметины», «линии». Полосы были обнаружены на поверхности ленты МС после изгиба (рисунок 1.2а). Была обнаружена прямая зависимость между количеством полос и степенью деформации. Оптическая интерференция на полосах претерпевает разрыв, что свидетельствует о перепадах высот между «ступеньками» до 200 нм (рисунок 1.2б). По электронным изображениям реплик поверхности была дана оценка толщины полос – 20 нм.

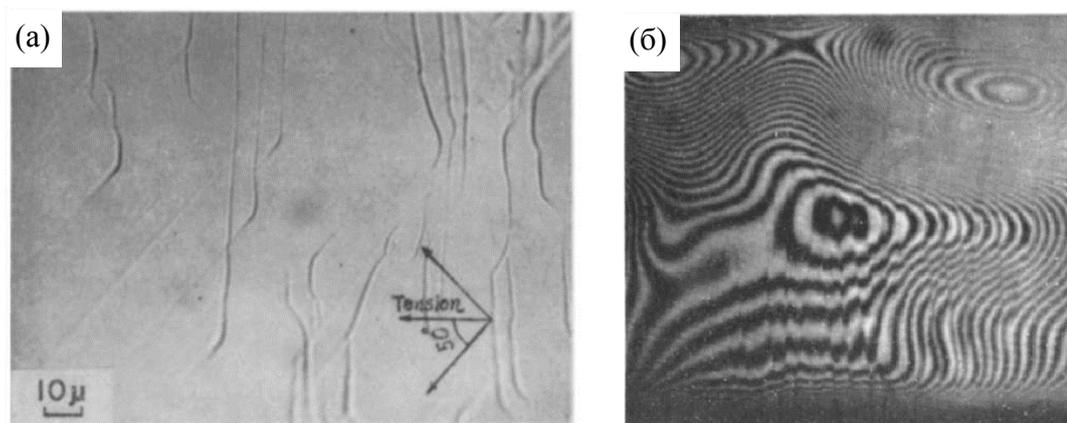


Рисунок 1.2 – Первое известное свидетельство полос сдвига в металлическом стекле. (а) оптическая фотография поверхности ленты из сплава $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ после изгиба на радиус 0,5 мм. (б) оптическая интерференция (увеличение $\times 200$) [51]

Впервые исследовав полосы сдвига (ПС) в МС, Масумото и Маддин говорят о них, как о трещинах [51]. При этом они убедились в их стабильности, наличии в них пластического течения и морфологии сдвига. Судя по всему, хрупкое поведение сплава и фрактография, схожая с таковой для обычных стекол, существенно повлияли на их восприятие данного феномена. Лими, Чен и Ванг сумели показать ошибочность такого подхода, охарактеризовав основные особенности ПС в МС [53]:

- Носителями пластической деформации МС при низких гомологических температурах являются ПС. В силу чрезвычайно малой толщины, удельная деформация в ПС перед разрушением может достигать до 40%. Аналогично кристаллическим телам, ПС в МС формируются в плоскостях максимальных касательных напряжений ($\sim 45^\circ$), причем семейств плоскостей может быть несколько (рисунок 1.3а).
- Фрактография обнаруживает две основные области, соответствующие двум этапам деформации (рисунок 1.4). Скольжение по ПС дает гладкую поверхность (рисунок 1.3а). Дальнейший отрыв дает характерный рисунок, названный Лими и соавт. «венной структурой» (vein pattern) (рисунок 1.3б), причем рисунок противоположных плоскостей отрыва совпадает. Таким образом, механизм деформации МС при низких гомологических температурах можно разделить на две стадии: стадия скольжения / пластического течения по ПС и стадия отрыва (рисунок 1.4б).

Предложенные авторами механизмы деформации в зависимости от степени внутренней релаксации напряжений представлены на рисунке 1.4. В общем случае, степень эта зависима от многих факторов: температура, скорость деформации, тип химических связей и т.д. В случае полного отсутствия релаксации реализуется абсолютно хрупкий механизм, характерный,

например, для керамики. По превышению предела прочности в плоскости максимальных касательных напряжений зарождается сдвиговая трещина и проходит через весь образец (рисунок 1.4а) Рассматривая лишь одну из поверхностей разрыва легко спутать такой механизм с характерным для МС (рисунок 1.4б). Фрактография схожа и в обоих случаях состоит из гладкой зоны и зоны отрыва.

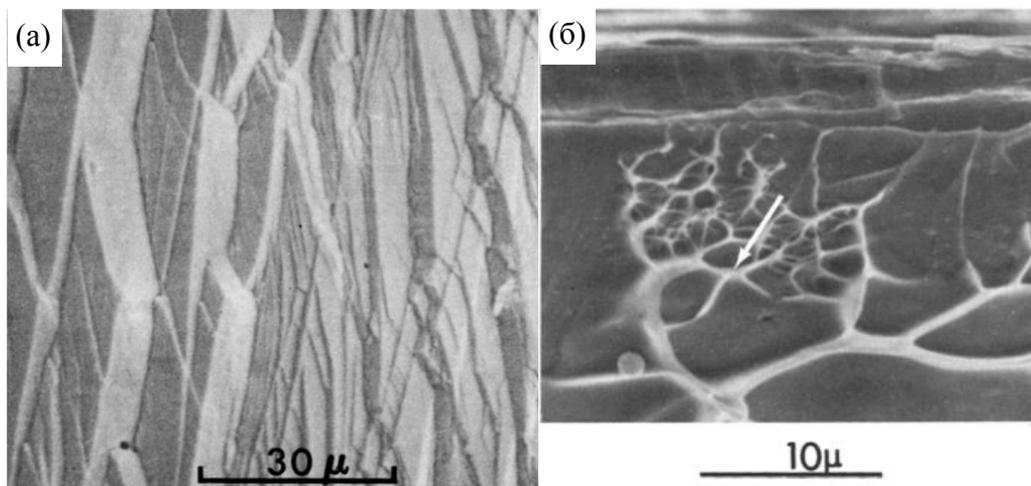


Рисунок 1.3 – До и после разрушения металлического стекла. Первичные и вторичные полосы сдвига на поверхности изогнутой ленты МС $\text{Pd}_{82}\text{Si}_{18}$ (а) и фрактография зоны отрыва с типичной венной структурой (б) [53]

Если же релаксация успевает происходить полностью, то фактически это означает отсутствие упрочнения. Фаза пластического течения, реализуемого сдвигом, будет продолжаться до тех пор, пока в результате растяжения обе части образца не потеряют контакта между собой (рисунок 1.4в). Такой механизм характерен для пластичных металлов при высоких температурах. Наконец, ограниченная релаксация напряжений дает промежуточный механизм (рисунок 1.4б). Сначала происходит пластический сдвиг, производимый в МС полосами сдвига (рисунок 1.3а). По исчерпанию возможности релаксации, происходит отрыв с морфологией поверхности типа «венная структура» (рисунок 1.4б).

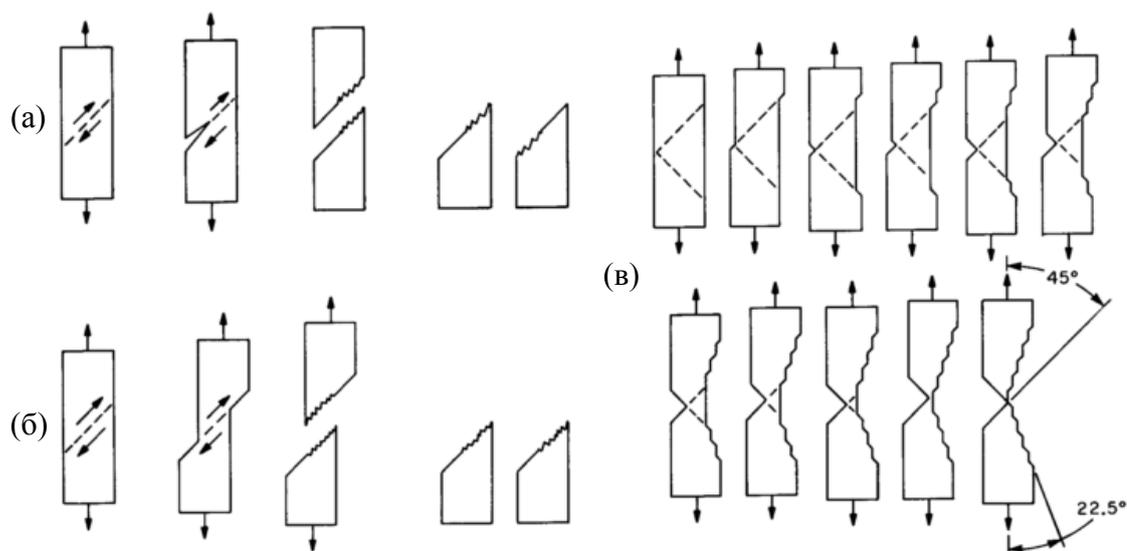


Рисунок 1.4 – Механизмы деформации при растяжении ленточных образцов в зависимости от степени релаксации напряжений. (а) сдвиговая трещина (релаксация отсутствует), (б) пластический сдвиг и отрыв (ограниченная релаксация), (в) переменный пластический сдвиг (неограниченная релаксация) [53]

Фрактография поверхности излома типа «венной структуры» обнаруживает явные следы жидкостного течения: капли, перемычки, «усы» в тройных стыках, точное совпадение гребней «вен» на противоположных поверхностях излома. На основании этих наблюдений авторы делают вывод о сильном нагреве в ПС при отрыве. Было отмечено, что для значительного локального нагрева (вплоть до оплавления), он должен быть ограничен тонкой ПС и процесс должен быть близок к адиабатическому, т.е. без обмена теплом с окружающей ПС матрицей.

Попытка описать механизм сдвигообразования в МС вышеуказанным способом (рисунок 1.4б) феноменологически верна. Однако, был сделан вывод о существенном деформационном упрочнении, что является скорее исключением из правил при деформации МС.

Полк и Турнбулл в 1972 г исследуют деформацию эвтектики Au-Ge-Si [54]. На основании полученных данных и данных предыдущих работ по теме, авторы рассматривают течение сплавов в зависимости от структуры, температуры и скорости деформации (последние две эквивалентны по влиянию):

- Существует некое критическое значение скорости деформации $V_{кр}$.
- Ниже $V_{кр}$ течение однородное, ньютоновское.
- Превышение $V_{кр}$ вызывает структурное разупорядочение (например, увеличения свободного объема) и как следствие падение вязкости. Течение неньютоновское и локализованное.

- Механизм структурного разупрочнения может быть ответственным за неоднородность пластической деформации (в оригинале «nonhomogeneous flow»).

Стоит заметить, что последний пункт, являющийся выводом данной работы, может иметь противоположный смысл, в зависимости от трактования:

- Структурное разупорядочение ответственно за локализацию пластической деформации. Следовательно, ПС возникают вследствие предварительного структурного разупорядочения, например, увеличения свободного объема. Разупорядочение является причиной ПС.
- Структурное разупорядочение ответственно за неоднородность пластического течения. Следовательно, неоднородный характер скольжения в ПС возникает вследствие структурного разупорядочения при сдвигообразовании. ПС являются причиной разупорядочения.

Этот «раскол» в понимании причинно-следственной связи сохранился до сих пор. Однако, бесспорно следующее: ПС и структурное разупорядочение неразрывно связаны. Простое доказательство эффекта структурного разупорядочения представили Пампилло и Чен в работе [55]. Используя сплав $Pd_{77.5}Cu_6Si_{16.5}$, они **впервые** провели эксперимент на объемном МС (ОМС) в виде стержней диаметром 2 мм. Стержни были получены закалкой кварцевых колб с расплавом в воду. После деформации сжатием поверхность образцов была сполірована до начальной формы. Выяснилось, что:

- При травлении полированной поверхности травятся преимущественно полосы сдвига, что говорит об изменении химического потенциала материала в пределах полосы по отношению к объему (рисунок 1.5). Важно отметить, что последующий отжиг снимает эффект преимущественного травления.
- При повторном нагружении сжатием скольжение возобновилось в тех же ПС, что были сполірованы. Это свидетельствует об изменении структуры в пределах полос в сторону более низкого напряжения пластического течения, как и предполагали Полк и Турнбулл.
- При температурах выше $\sim 200^\circ$ наблюдается прерывистая текучесть (рисунок 1.5).

Первые два результата явно доказывают наличие структурного разупорядочения в ПС. Для объяснения наличия прерывистой текучести Пампилло и коллеги склоняются к гипотезе наличия дислокаций в МС, предложенной годом ранее Гилманом [29]. Явление прерывистой текучести было изначально открыто при наблюдении деформации поликристаллических металлов задолго до открытия МС еще в 1837 г. Примечательно, что в поликристаллах прерывистая пластичность возникает ниже критической температуры, а в МС, наоборот – выше таковой.

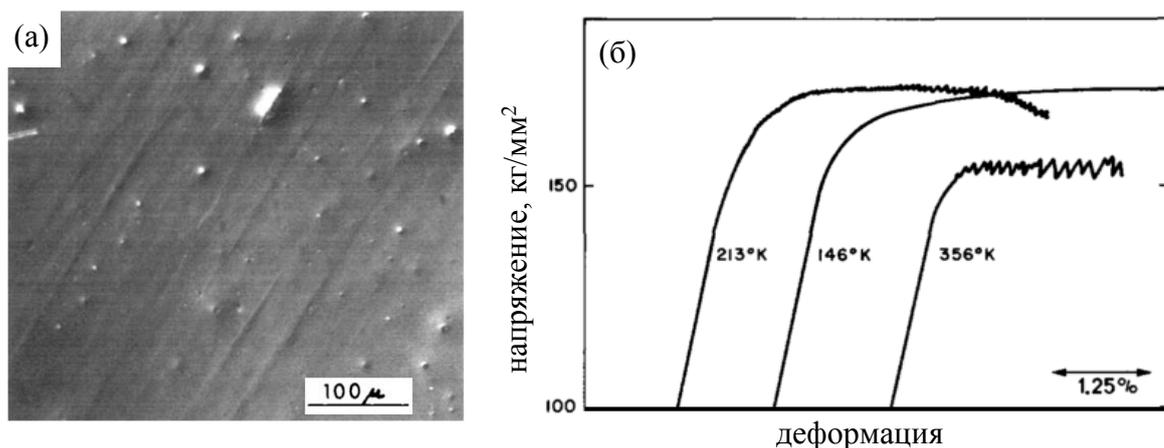


Рисунок 1.5 – Результаты работы по первому известному исследованию объемного металлического стекла (сплав $\text{Pd}_{77.5}\text{Cu}_6\text{Si}_{16.5}$): (а) преимущественное травление полос сдвига на полированном сечении после деформации, (б) явление прерывистой текучести при различных температурах сжатия образца [55]

Исследуя поверхности разрыва МС, Пампилло и Раймшуссел отметили, что венная структура идентична т.н. неустойчивости Саффмана-Тейлора, в которой флюид низкой вязкости проникает во флюид более высокой вязкости. В случае МС воздух проникает в расплавленный локальным нагревом слой ПС. Физическое моделирование подтвердило правильность подхода (рисунок 1.6). Чуть позже Спаепен применил теорию пертурбаций Муллинса и Секерки для более детального и тщательного описания механизма возникновения венной структуры излома [56].

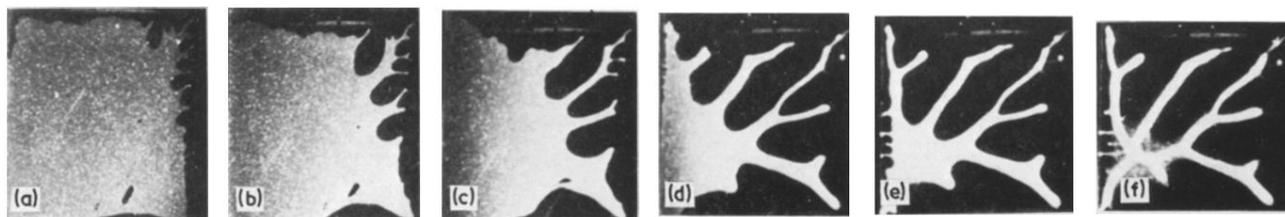


Рисунок 1.6 – Имитация распространения трещины путем раскрытия двух стеклянных пластин, скрепленных консистентной смазкой. Механизм, известный как неустойчивость Саффмана-Тейлора, прекрасно иллюстрирует образование венной структуры в изломе МС [57]

К середине 70-х годов прошлого века уже было известно довольно много различных аморфных сплавов на базе Pd, Fe, Ni, Au. Пампилло в своей обзорной работе по механическим свойствам МС [47] кроме прочего показал, что:

- некоторые стекла (на базе Fe) обнаруживают вязко-хрупкий переход при температуре ниже комнатной;
- временное сопротивление разрыву стекол сильно зависит от температуры, аналогично кристаллическим сплавам, а порой и превосходя их;

- при температурах, близких к температуре стеклования T_g , деформация происходит по механизму ньютоновского вязкого течения.
- обратимость скольжения в полосах при знакопеременных нагрузках (рисунок 1.7) свидетельствует об отсутствии деформационного упрочнения.

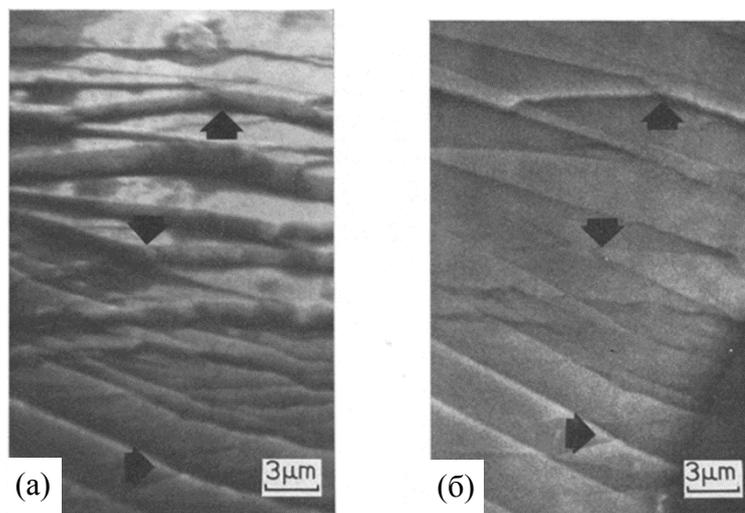


Рисунок 1.7 - Обратимость полос скольжения в аморфном сплаве $\text{Pd}_{83}\text{Si}_{17}$. (а) ПС образованы сгибанием ленты. (б) Восстановление поверхности при обратном изгибе (СЭМ) [47]

Постепенное накопление экспериментальных данных о характере деформации при различных внешних условиях позволило Спаепену построить карту механизмов деформации МС (рисунок 1.8) аналогично картам кристаллических металлов [58]. На карте видно, что переход от однородного к локализованному течению происходит при увеличении скорости деформации, как и предсказывали Полк и Турнбулл. Граница между однородным и неоднородным режимами связана с динамически устойчивым состоянием между зарождением и диффузионным уничтожением разупорядоченной структуры. Спаепен предложил оценивать разупорядоченность в терминах свободного объема, что является ключевым аспектом его модели.

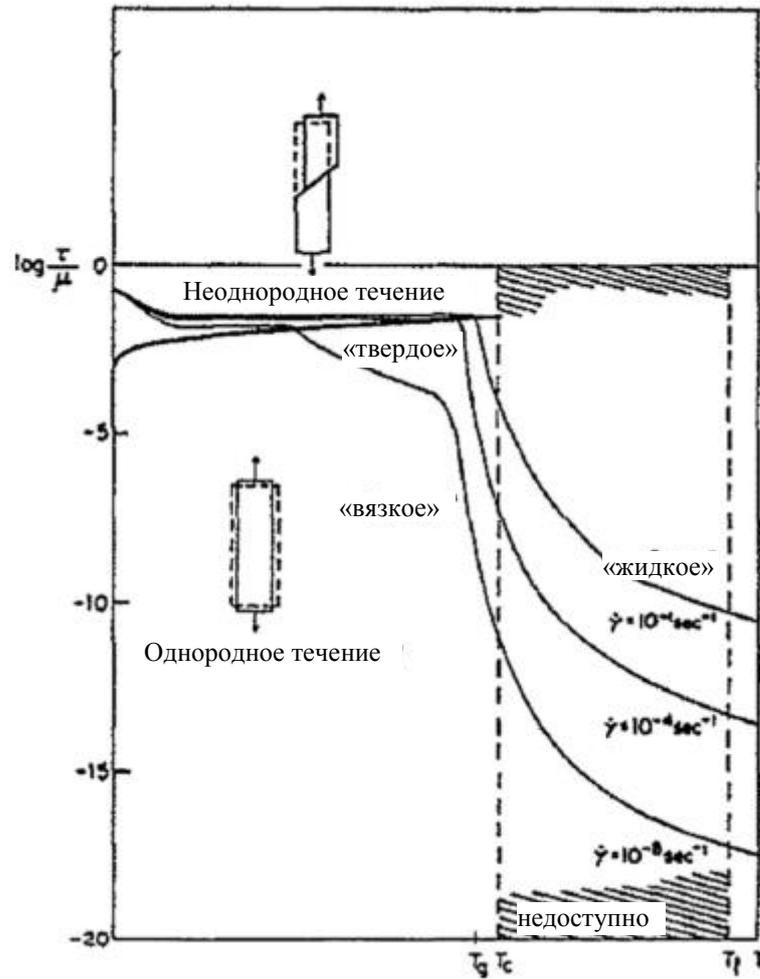


Рисунок 1.8 – Первая схематическая карта деформации МС, где τ – напряжение сдвига, μ – модуль сдвига, T_g , T_c , T_l – температуры стеклования, кристаллизации и плавления кристаллической модификации сплава соответственно [59]

Промежуток с конца 70-х по 80-е годы уже не столь богат на открытия и более насыщен теоретическими исследованиями, предлагающими различные теории и модели к описанию механизмов деформации и разрушения МС, например, дислокационная [30,60,61] и дисклинационная [62] модели. Стоит отметить работу Аргона по физическому моделированию деформации МС [63], в которой было выявлено два основных механизма сдвигообразования: диффузионный и дислокационный. Последний трансформировался в концепцию зон сдвиговой трансформации (п. 1.4.5)

С 1988 года под руководством профессора Инуэ систематически исследовались аморфные сплавы самых разных составов. Были найдены сотни удачных сплавов на основе «цветных» металлов, таких как Ln-Al-ПМ (где ПМ – переходный металл), Zr-Al-ПМ, Pd-Cu-Ni-P, и «черных» металлов, таких как Fe-Al-Ga-(P, B, Si), Co-Cr-(Al, Ga) - (C, B, Si). Все эти системы обладают феноменом аномальной стабилизации, при котором жидкое состояние сохраняется вплоть до $0,5 - 0,6 T_{пл}$ (температуры плавления), даже при скоростях охлаждения от 0,1 до

100 К/с. Сплавы с феноменом аномальной стабилизации были названы «аморфные сплавы второго поколения» или «сплавы Инуэ» [64]. В 1992 году первый коммерческий аморфный сплав «Vitrelloy 1» (41,2%Zr, 13,8%Ti, 12,5%Cu, 10%Ni, и 22,5%Be), был разработан в Калифорнийском технологическом институте Джонсоном и Пекером [4].

Благодаря второму поколению аморфных сплавов 90-е годы прошлого века характеризуются выходом МС на рынок в качестве конкурентно-способного конструкционного материала. В 1998 году МС уже использовались коммерчески в качестве материала для спортивного инвентаря (клюшки для гольфа) [64]).

Таким образом пионерские исследования (до 80-х годов) установили ключевые характеристики механических свойств МС:

- Низкий модуль Юнга (по сравнению с кристаллическим аналогом)
- Относительно высокие предел упругости и сопротивление разрыву
- Очень ограниченная пластичность при растяжении
- Два режима пластического течения:
 - гомогенный при низкой скорости деформации и высокой температуре;
 - неоднородный (в виде полос сдвига) при высокой скорости деформации и низкой температуре.

Формирование и эволюция полос сдвига контролируют пластичность всех МС при комнатной температуре. Формирование доминирующей полосы сдвига приводит к разрушению. ПС являются ключом к пониманию механики поведения МС. Можно выделить следующие **основные особенности ПС:**

- формируются вблизи плоскостей максимальных напряжений сдвига;
- в отличие от трещин, сохраняют связь между берегами
- обладают пониженным напряжением пластического течения и могут перерасти в трещины;
- по окончании деформации остаются отличными от основного объема, являясь преимущественными плоскостями для дальнейшего течения и травления;
- неразрывно связаны со структурным разупорядочением (т.е. с дилатацией – генерированием свободного объема) и могут быть удалены отжигом;
- падение напряжения течения в ПС связаны с локальным разупорядочением;
- обратимое скольжение при знакопеременной нагрузке;

- толщина ~20 нм.

Деформация МС представляет собой поведение материала с металлической связью без влияния кристаллической структуры. Поэтому, изучение природы деформации МС важно не только для понимания самих МС, но и понимания природы металлической связи вообще.

1.2 Структурные и механические свойства металлических стекол

Для успешного формирования сплава с аномальной устойчивостью к кристаллизации существует три основных эмпирических правила [64], выполняющиеся для большинства МС: (1) мультикомпонентная система из более чем двух элементов; (2) существенное отличие атомных радиусов; (3) эндотермическая реакция при смешивании компонентов. Позже было замечено, что не для всех аморфных сплавов обязательно выполнение данных правил, т.к. физическая причина аномальной стабильности заключается в (1) более плотной аморфной упаковке; (2) гомогенное распределение атомов по шкале дальнего порядка; и, что наиболее важно, (3) возникновение новых атомных конфигураций ближнего порядка, устойчивых к кристаллизации и отличных от кристаллической структуры.

МС представляют собой по сути нечто промежуточное между кристаллическими металлами и неметаллическими стеклами. Аналогично и их свойства. Наглядно представить основные особенности механических свойств МС можно путем сравнения их с кристаллическим аналогом и типичным стеклом. В таблице 1.1 сравниваются свойства обычной кристаллической меди, МС на основе сплава Cu-Zr и кремниевого стекла. Обычная и аморфная медь обнаруживают совпадение или близкое значение коэфф. Пуассона, поверхностной энергии, радиуса пластической зоны, ударной вязкости. Остальные свойства МС имеют промежуточное значение, модуль сдвига совпадает с таковым у кремниевого стекла.

Сравнивая аморфные сплавы между собой, можно также заметить довольно широкий диапазон в численных значениях механических свойств. Плотность ρ аморфных сплавов напрямую зависит от порядкового номера составляющих их элементов и лишь незначительно отличается от их кристаллических аналогов. Температура стеклования T_g коррелирует с температурой плавления элементов, входящих в состав сплава и существенно ниже солидусов стабильной диаграммы [67]. Коэфф. Пуассона ν в подавляющем большинстве равен 0,3-0,4. Предел текучести при сжатии σ_T в среднем составляет ~ 2 ГПа, минимальные значения (≤ 1 ГПа) наблюдаются у сплавов на основе Ce, Lt, Mg, Au, максимальные ($\leq 2,5$ ГПа) у сплавов на основе Ni и Fe. Несмотря на существенное различие (в 5 раз), σ_T , будучи отнесенным к модулю Юнга E , обнаруживает более универсальный характер. Значение σ_T/E (т.н. предел упругой деформации) как правило составляет $0,019 \pm 0,0030$ и опережает показатели всех остальных кристаллических

металлов и сплавов [68]. Универсальную для всех МС зависимость обнаружили Джонсон и Самвер, исследуя сдвиговую компоненту деформации [6]. Отношение максимально достигнутого напряжения сдвига при текучести τ_T к модулю сдвига μ ложится на прямую с коэффициентом $\tau_T/\mu = 0,0267 \pm 0,0020$, а в общем случае $\tau_T \sim T^{2/3}$.

Таблица 1.1 – Сравнение структурных и ключевых механических свойств поликристаллической меди, МС на основе сплава Cu-Zr и кремниевого стекла. [65,66]

1.	Свойство	Кристаллическая медь	МС на основе сплава Cu-Zr	Кремниевое стекло.
2.	Структура	Гранецентрированная кубическая решетка	Искаженная икосаэдрическая, ближнего порядка	Хаотичная открытая сеть
3.	Связь	Металлическая	Металлическая	Ионная + ковалентная
4.	μ , ГПа	~48	30	31
5.	B , ГПа	140	~100	37
6.	E , ГПа	110	~80	72
7.	ν	0,34	0,3 – 0,4	0,166
8.	σ_b , ГПа	~ 0,1	1–2	≤ 5
9.	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}	~100	50–100	~ 0,7
10.	G , кДж/м ²	~100	30–60	~ 0,007
11.	Поверхностная энергия, Дж/м ²	1 – 2	1 – 2	0,65
12.	Радиус пластической зоны	мм - см	мм	~нм

Благодаря аморфной структуре металлические сплавы получили свойства, присущие традиционным стеклам. По сравнению с кристаллическим аналогом кроме рекордно-высоких пределов упругости и прочности МС обладают:

- повышенной твердостью [5] и износостойкостью [69], причем микротвердость и сопротивление износу еще сильнее возрастают при наводораживании сплава [3]
- повышенной стойкостью к электрохимической и химической коррозии [70] благодаря однородной «бездефектной» структуре и наличию элементов, образующих защитные пленки (Cr, Ni, Si) [14];

- пониженной вязкостью и пластичностью при комнатных температурах, как уже было обозначено ранее.

Последняя особенность является следствием локализации деформации в ПС и, как правило, пластичность при комнатной температуре не превышает нескольких процентов. Однако, в последнее время в литературе появляются свидетельства как высокой пластичности, так и деформационного упрочнения МС. Например, в работе [23] представлен аморфный сплав Cu-Zr-Al, который опережает аналог как по прочности (2,3 против 1,8 ГПа) так и по пластичности (18 против 8%). Способность к деформационному упрочнению и высокие показатели пластичности сплава авторы связывают с особенностями структуры, которая (1) свободна от нано-кристаллов и в то же время (2) обладает нано-неоднородностями (рисунок 1.9а, б).

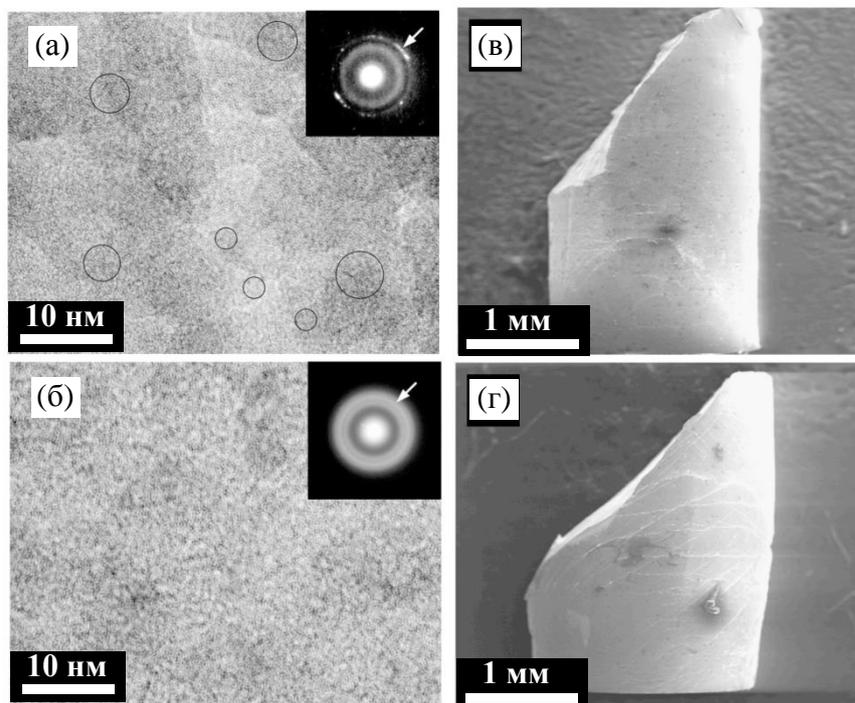


Рисунок 1.9 – Деформационно-упрочняемое ОМС. Слева: изображения ПЭМВР сплава (а) $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{50}$: видны нанокристаллы в стеклянной матрице (отмечены кружками), на вставке - ЭД - стрелками указано наличие нанокристаллов в стеклянной матрице; (б) $\text{Cu}_{47.5}\text{Zr}_{47.5}\text{Al}_5$, вставка - ЭД, видны структурные неоднородности в стекловидной фазе. Справа: СЭМ изображения деформированных образцов (в) $\text{Cu}_{50}\text{Zr}_{50}$ и (г) $\text{Cu}_{47.5}\text{Zr}_{47.5}\text{Al}_5$. [23]

Это приводит к облегчению формирования ПС и более плотному их распределению (расстояние между ПС 150-500 нм против 1-2 мкм). Более плотное сдвигообразование аккумулирует больше деформации, что в итоге и повышает пластичность: Образец нового сплава, в отличие от исходного, обнаруживает искривление боковой поверхности (рисунок 1.9в, г) – эффект, нетипичный для локализованной деформации МС.

Постоянный компромисс между прочностью и вязкостью является основной проблемой в поисках материалов с высокой устойчивостью к повреждениям. Показатели вязкости разрушения МС находятся в диапазоне от чуть более $1 \text{ МПа м}^{1/2}$ (для МС на основе хрупких редкоземельных и цветных металлов) до $200 \text{ МПа м}^{1/2}$ (для жестких МС на основе благородных и ранних переходных металлов). Прочность варьируется от $0,5 \text{ ГПа}$ (для редкоземельных МС) до $5\text{-}6 \text{ ГПа}$ (для прочных МС на основе железа и кобальта). Максимальное на сегодняшний день соотношение предела упругости и вязкости по сравнению с традиционными материалами и ранее известными ОМС принадлежит сплаву $\text{Pd}_{79}\text{Ag}_{3.5}\text{P}_6\text{Si}_{9.5}\text{Ge}_2$ [20]. В соотношении предел прочности/ударная вязкость ОМС на основе палладия занимают первое место среди всех известных конструкционных материалов (рисунок 1.10).

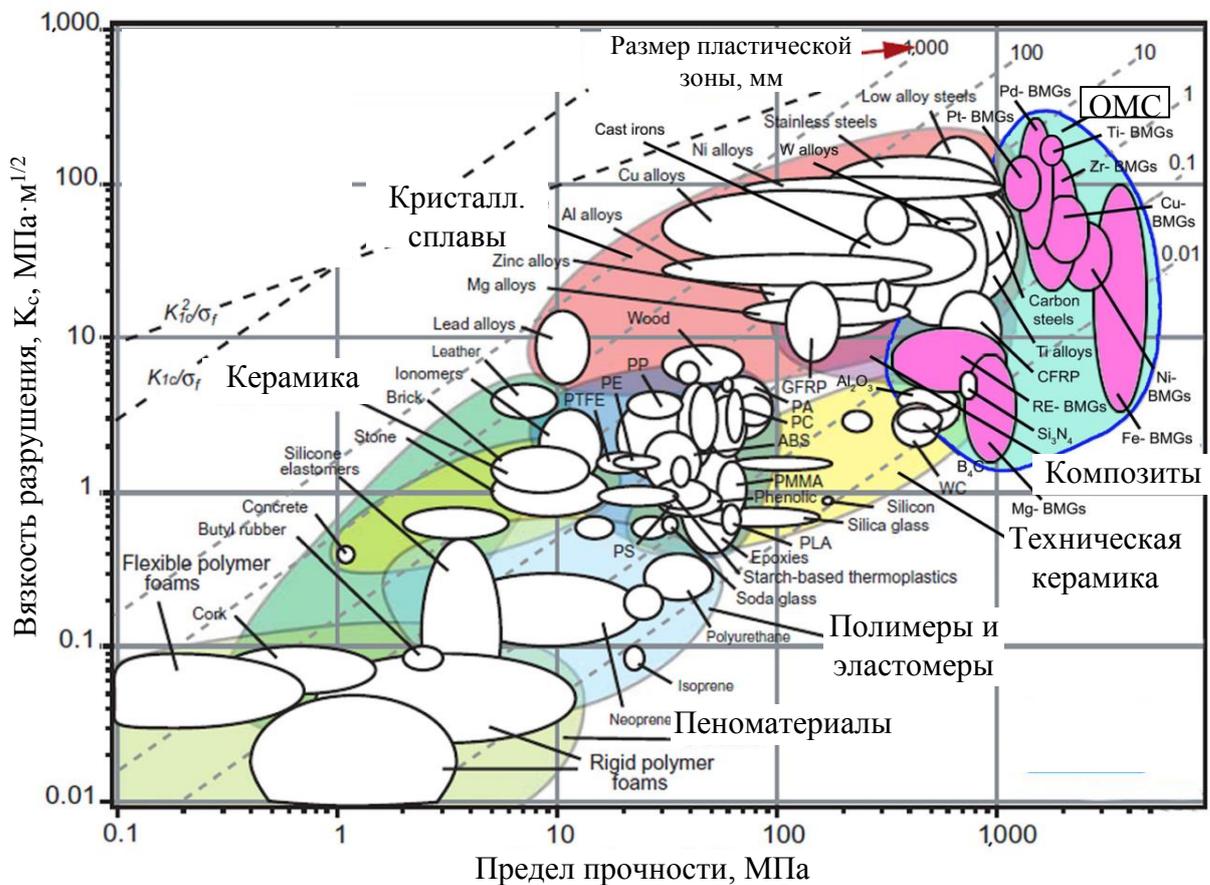


Рисунок 1.10 – Диаграмма соотношения ударной вязкости и прочности материалов (данные 2007 г.). Штриховые линии показывают размер пластической зоны в мм [2]

Таким образом, несмотря на непревзойденные механические свойства, в инженерии МС существует проблема, сильно ограничивающая их применение – локализация деформации в ПС, приводящая к потере стабильности деформации, разупрочнению и преждевременному разрушению. Любая успешная попытка улучшения прочностных качеств МС (в том числе описанных выше) так или иначе приводит к изменению формирования и роста ПС, будь то подбор химического состава [20], микролегирование [21], геометрическая локализация

деформации [22] или повышение гомогенности аморфной структуры [23]. Все вышеперечисленные методы приводят к более плотному ветвлению и взаимному пересечению укороченных ПС, препятствуя формированию магистральной полосы. Тем не менее, в отсутствие фундаментального понимания механизмов деформации и разрушения попытки управлять последними носят эмпирический характер.

1.3 Методы исследования локализованной деформации металлических стекол

1.3.1 Механические испытания

Сжатие

При растяжении, ОМС претерпевают упругую деформацию с последующим разрушением без существенной пластичности. При одноосном сжатии, напротив, материал может проявлять некоторую пластичность после текучести [71]. ОМС для исследовательских целей чаще всего получают в виде стержней диаметром в несколько миллиметров, которые удобнее всего механически испытывать на сжатие, распилив на цилиндры необходимой длины. В силу вышеперечисленных особенностей, одноосное сжатие является наиболее популярным методом механических испытаний МС.

Еще одно важное преимущество испытания на сжатие – широкий диапазон масштабирования размера образцов. Начиная от экструдированных стержней диаметром в несколько миллиметров (рисунок 1.9в) до вырезанных ионным пучком микро-столбцов диаметром в несколько микрометров (рисунок 1.11). Экспериментально выявлено, что при уменьшении размеров образца:

- Увеличивается относительная деформация [72]. По-видимому, это связано с тем, что запас скольжения в ПС лимитирован неким критическим значением. Таким образом, с уменьшением размеров образца, отношение деформации к этому размеру увеличивается
- Микро-столбцы демонстрируют условный предел текучести (0,2% деформации) в среднем на 10% больший, чем таковой при сжатии образцов обычных размеров [73]. Авторы исследования склонны считать причиной данной зависимости наличие неких дефектов, распределенных в материале, количество которых в микро-образцах существенно меньше.

В небольшой обзорной работе по изучению полос сдвига в МС [71] было установлено, что прерывистость пластического течения, наблюдаемая при сжатии, вызвана последовательным прерывистым скольжением вдоль одной плоскости сдвига, а не эмиссией множества полос. Это,

однако, не характерно для сдвигообразования вообще, а зависит от напряженно-деформированного состояния образца:

- в случае одноосного сжатия образцов призматической формы (цилиндр, параллелепипед), как и установлено авторами, сдвигообразование происходит по первой сформировавшейся плоскости сдвига под углом близким к 45° [35,38];
- в случае неоднородного напряженного состояния, например, если в образце призматической формы выполнен надрез, сдвигообразование происходит как раз эмиссией множества полос [20,36].

Динамические испытания микростолбцов аморфного сплава $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ показало, что с увеличением скорости нагружения от 1,5 до 280 ГПа/с диаграмма от упругой переходит к вязкоупругой [74]. Примечательно, что неупругая деформация абсолютно обратима (подтверждено РЭМВР). Эксперимент является наглядным представлением структурной релаксации, однако, авторами дополнительно предложена модель типа «пружина-поршень» (более подробно о модели в п. 1.4.4). С уменьшением размеров образца, сдвигообразование становится все менее выраженным (рисунок 1.11а-б), пока не исчезает полностью (рисунок 1.11в-г), заменяясь однородной деформацией [75]. Авторы описывают момент перехода между механизмами деформации равенством упругой энергии деформации и энергии сдвига полосы, по аналогии с критерием Гриффитса. Так, критическое напряжение, необходимое для формирования ПС:

$$\sigma = \sqrt{\frac{2^{3/2}\Gamma E}{h}} \quad (1)$$

где Γ – энергия, отнесенная к единице площади ПС, E – модуль Юнга, h – высота образца (при постоянном соотношении сторон h/d). Таким образом, напряжение, необходимое для формирования полосы сдвига, увеличивается с уменьшением размеров образца МС.

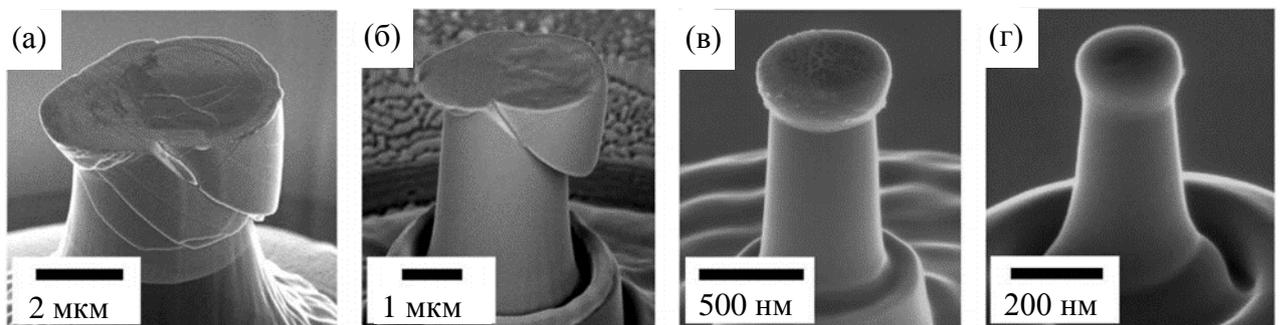


Рисунок 1.11 – СЭМ изображения деформации столбцов диаметром (а) 3,61 мкм, (б) 1,84 мкм, (в) 440 нм и 140 нм (г). С уменьшением диаметра столбца механизм деформации изменяется от локализованного (полосы сдвига) к однородному [75].

Растяжение

Деформацию МС можно рассматривать с точки зрения двух конкурирующих процессов [22]:

- Разупорядочение, включающее дилатацию, накопление свободного объема и размягчение
- Релаксация, включающая диффузионное упорядочение и уплотнение.

При одноосном растяжении МС при комнатной температуре доминирует разупорядочение в ПС с последующим локальным размягчением и разрушением. Ванг и соавторы локализовали область растяжения, сделав надрез на образце (рисунок 1.12а) в результате чего стал доминировать процесс уплотнения, что привело к упрочнению (рисунок 1.12б) [22].

По мнению авторов, данный эффект обусловлен напряженно-усиливаемой диффузионной релаксацией и связан с сокращением экзотермического тепла и упрочнением аналогично классической тепловой релаксации стекол. Влияние деформации образцов с надрезом аналогично влиянию отжига: твердость возрастает на 10% при деформации 7% (рисунок 1.12б) или при отжиге при $T = 573$ К в течение получаса.

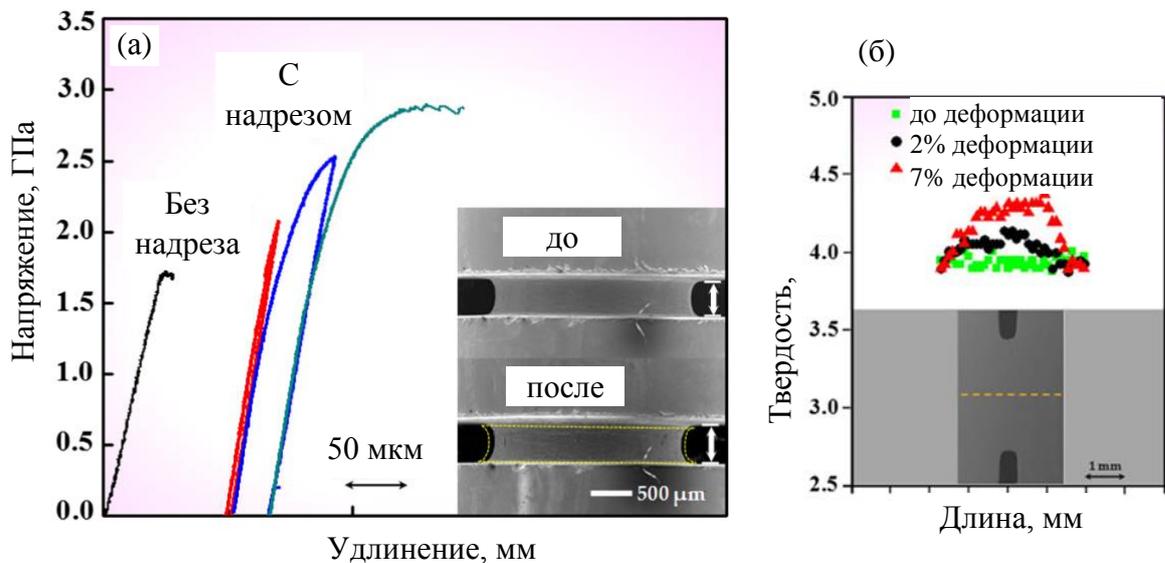


Рисунок 1.12 – Результаты испытания на растяжение (а) и измерение твердости (б) цилиндрических образцов диаметром 5 мм с надрезом и без надреза. Напряжение нормировано на минимальную площадь сечения образца. Вставка (а) показывает изменение геометрии области надреза до и после растяжения [22]

Уменьшение образцов до субмикронного размера на растяжение приводит к результатам, аналогичным таковым на сжатие [76]:

- гомогенная деформация и полное подавление сдвигообразования;
- высокая пластичность (до 25%);
- шейкообразование и упрочнение;
- увеличение предела текучести на 10%.

Изгиб

Испытание МС на изгиб упоминается в литературе довольно редко. Возможно, так сложилось исторически: первой формой МС являлась лента, которую испытывали на растяжение [77], а затем стержни цилиндрического сечения, которые распиливали на столбцы для сжатия. Испытание на изгиб требует особой формы отливок (пластина) и более трудоемко в изготовлении образцов. Кроме того, такое испытание сложнее стандартизировать, т.к. влияние формы образца на деформацию при изгибе существенно сильнее, чем при растяжении или сжатии. Тем не менее, испытание на изгиб обладает рядом преимуществ перед остальными методами механических испытаний (рисунок 1.13):

1) Предсказуемая локализация деформации в малой области позволяет вести видео- или электронную съемку *in situ*, т.е. непосредственно во время механического испытания, что позволяет исследовать явление в динамике.

2) Нагрузка, необходимая для образования ПС существенно ниже, чем при сжатии и растяжении образца того же сечения.

3) Для проведения испытания подходит стандартная оснастка на 3-х или 4-х точечный изгиб, в отличие от сжатия и растяжения, требующих специализированной оснастки.

4) Образуются ПС как растяжения, так и сжатия, распределенные плотнее и равномернее, чем при сжатии и растяжении, что позволяет эффективнее исследовать морфологию ПС.

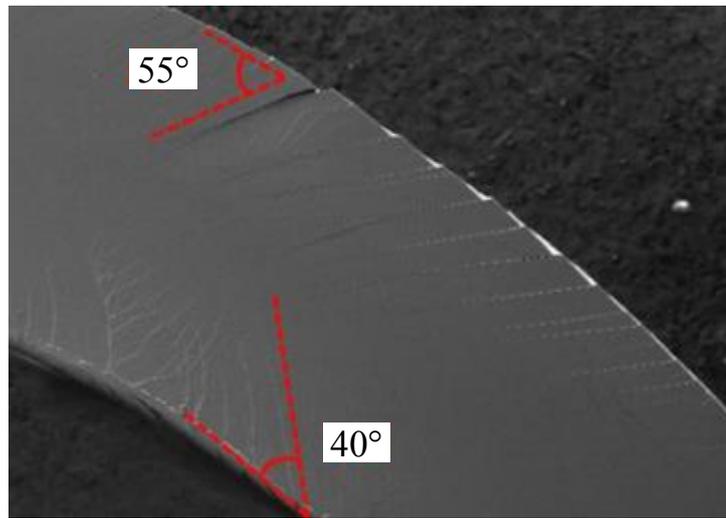


Рисунок 1.13 – Электронное изображение образца $35 \times 2 \times 1,2 \text{ мм}^3$ сплава $\text{Zr}_{41.2}\text{Ti}_{13.8}\text{Cu}_{12.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22.5}$ после испытания на изгиб. Масштабный отрезок равен 0,5 мм. Показаны углы между касательной к образцу и системой ПС [78]

Все перечисленные особенности испытания МС на изгиб говорят в пользу применения данного вида механических испытаний для исследования кинетики ПС.

Инденитрование и царапание

Основное применение инденитрования в материаловедении – определение твердости. Твердость типичных МС на основе Zr и Pd составляет 500-600 HV [79]. При инденитровании МС область деформации вокруг укола обнаруживает явно различимые полосы сдвига [80]. После инденитрования методом совмещенных плоскостей [81], разъятие половин и анализ поверхностей раздела обнаруживает под уколом полусферическую область деформации, сформированную полосами сдвига (рисунок 1.14б). Однако, если инденитровать предварительно деформированное МС, то морфология ПС становится хаотичной с интенсивным ветвлением (рисунок 1.14в), которую авторы рассматривают как суперпозицию ПС после сжатия (рисунок 1.1а) и инденитрования (рисунок 1.14в). Однако простым суммированием типов (а) и (б) морфология (в) не является: это может быть объяснено наличием взаимодействия между ПС посредством упругих полей.

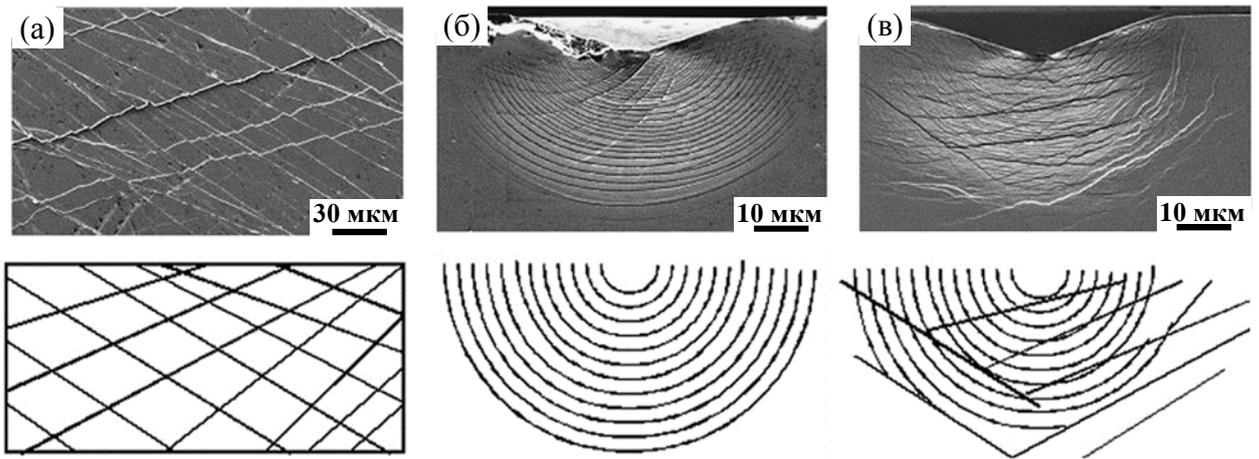


Рисунок 1.14 – Изображения СЭМ и соотв. схемы, иллюстрирующие образование ПС при деформации (а) сжатием, (б) индентированием и (в) сжатием с последующим индентированием [81]

Твердость образцов МС, измеряемая индентированием, линейно падает с увеличением предварительной деформации и возрастает при отжиге (поведение прямо противоположное кристаллическим металлам). При равной нагрузке и типе индентора царапание по сравнению с индентированием является более тяжелым испытанием для материала. Немногочисленные работы по царапанию (например, [69,80,82]) выявили некоторые особенности деформации МС:

- Износостойкость МС не коррелирует с их высокой твердостью. Это может быть связано с возникновением микротрещин;
- Царапание вызывает интенсивное образование ПС не только в областях, прилежащих к пути индентора, но и в самом следе царапания [69].

Прокатка

Большие однородные деформации (до 1400%) со скоростью до 70 с^{-1} могут достигаться горячей прокаткой МС. Технология позволяет создавать тонкие аморфные листы с отличной отделкой поверхности и позволяет точно реплицировать детали величиной до 300 нм [83]. Холодная прокатка позволяет достичь относительно высоких степеней деформации (от 30% [84] до 99% [24]), которая практически вся локализована в ПС (рисунок 1.20). Однородность сдвигообразования делает холодную прокатку популярным исследовательским методом.

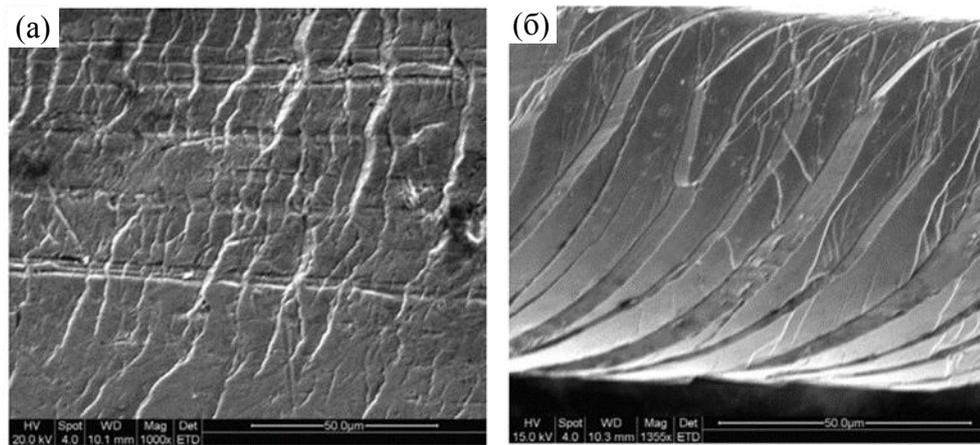


Рисунок 1.15 – СЭМ изображения (размер ~ 100 мкм), показывающие высокую плотность ПС на поверхности образца аморфного сплава $Zr_{58,5}Cu_{15,6}Ni_{12,8}Al_{10,3}Nb_{2,8}$ после холодной прокатки (а) сверху и (б) сбоку [84]

Позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) образцов после интенсивной холодной прокатки свидетельствует об увеличении свободного объема после деформации и снижении ее при отжиге [84]. Атомная диффузия в ПС оказалось выше на несколько порядков, чем в матрице, что опять же, свидетельствует о наличии свободного объема в ПС [85].

1.3.2 Трещинообразование и разрушение

При разрушении металлов и сплавов можно выделить три типа излома в зависимости от вязкости материала [86]:

- Скол – гладкий излом с идеально совпадающими берегами. Вклад пластической деформации отсутствует, механизм – распространение хрупкой трещины. Гладкий скол, как правило, содержит «узор» упругих волн от бегущей трещины и «речной рельеф» из ступенек, образованных дислокациями.
- Ямочный излом – пластическое разрушение. Механизм ямочного излома – зарождение, рост и коалесценция пор.
- Квазискол или «Вязкий скол» - излом, сформированный гладкими поверхностями хрупких трещин, разделенных между собой перемычками пластического отрыва [87]

Излом МС наиболее похож на квазискол: гладкая поверхность с хребтами перемычек, образующих т.н. "венную структуру" (рисунок 1.16а). Однако механизм формирования данной структуры существенно отличается от такового в кристаллических телах. Когда скольжение в ПС переходит в автокаталитический режим, то теплота трения скольжения снижает вязкость, что ускоряет скольжение, выделяется больше тепла и в конечном счете происходит расплавление

материала ПС (рисунок 1.16б). Далее поведение двух поверхностей скольжения с жидкой прослойкой подчиняется неустойчивости Саффмана-Тейлора (рисунок 1.6 п. 1.1).

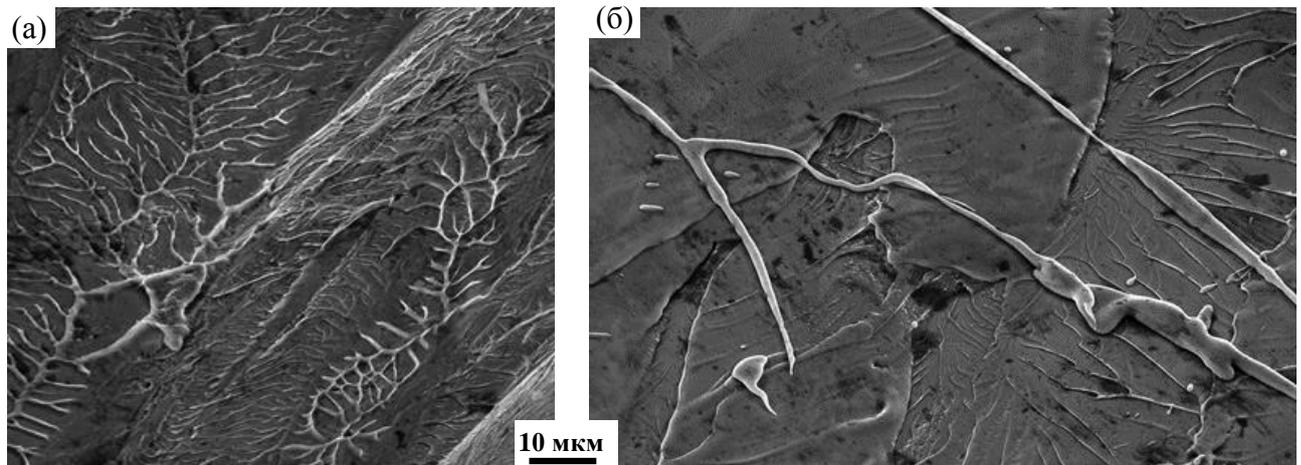


Рисунок 1.16 – СЭМ изображения, показывающие поверхность излома образца аморфного сплава Pd40Cu30Ni10P20 после разрушения: (а) венная структура и (б) застывшие брызги расплавленного в процессе разрушения материала

Угол между осью нагружения и плоскостью разрушения всегда несколько отличается от угла максимальных касательных напряжений 45° что описывается моделью Мора-Кулона [88]. Разрушение МС происходит в результате эволюции одной из ПС в трещину. Именно этот переход от сдвиговой полосы к трещине является слабым местом деформации МС. Низкая вязкость МС приводит к тому, что, как правило, первая образованная трещина не вязнет, а инициирует катастрофическое разрушение. Исследования перехода ПС в трещину позволяют выделить следующие этапы эволюции ПС [19,89]:

- возникновение и рост ПС;
- образование магистральной ПС (рисунок 1.17а – на шлифе видна ступенька сдвига под углом θ);
- образование и рост в магистральной полосе микротрещин (рисунок 1.17б)
- слияние микротрещин (рисунок 1.17в) в общую трещину и катастрофическое разрушение

Принципиальная разница между ПС и трещиной состоит в том, что в ПС сохраняется межатомная связь между берегами сдвига, тогда как в трещине связь между берегами отсутствует. Установить отсутствие межатомной связи в сдвиге методом прямого наблюдения (микроскопии) можно лишь если берега трещины имеют достаточно большой зазор, т.е. виден разрыв сплошности. В противном случае необходимо наблюдение с атомарным разрешением, позволяющим измерить расстояние между атомами, чтобы убедиться в том, что связь между ними не нарушена. Такой метод оправдан при исследовании зародышей микротрещин с

помощью ПЭМ [18], однако в случае МС, полосы сдвига в которых достигают единиц мм, совершенно не функционален.

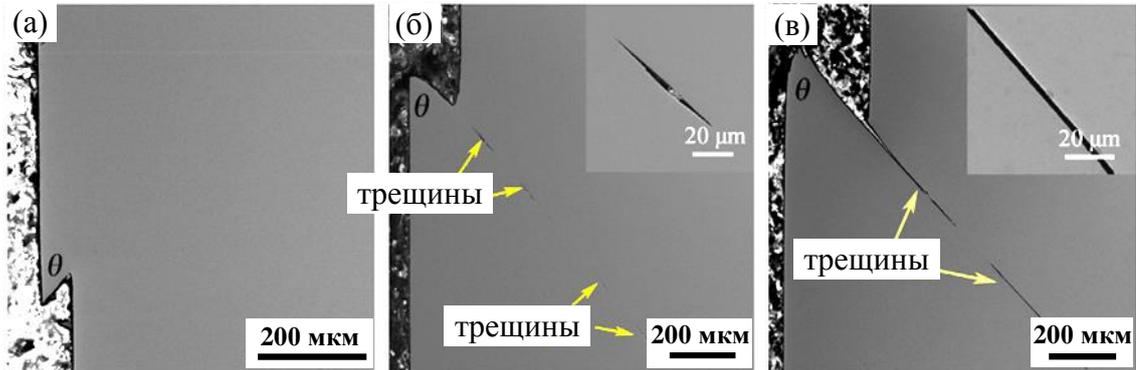


Рисунок 1.17 – Изображения СЭМ шлифов образцов на различных стадиях деформации: образование магистральной ПС (а), зарождение микротрещин (б), рост и слияние микротрещин (в). На вставках (б) и (в) показаны увеличенные изображения трещин [19]

Один из наиболее достоверных способов установления природы дефекта – измерение упругих полей, им производимых. Известно [90], что в зависимости от расположения фронта трещины относительно смещения ее берегов различают три типа трещин: отрыва, сдвига и среза (рисунок 1.18).

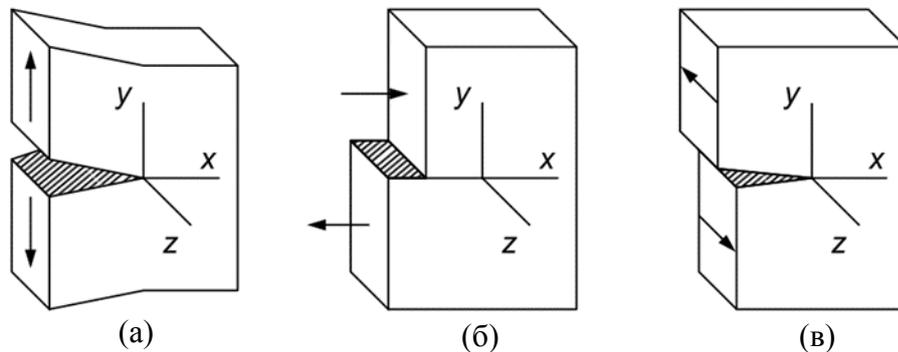


Рисунок 1.18 – Модельные типы трещин: (а) отрыва, (б) сдвига и (в) среза. Стрелками указаны направления смещений [90]

Три типа трещин олицетворяют собой три возможных типа смещения по осям Декартовых координат: по y (I тип), по x (II тип) и по z (III тип). Примечательно, что модельные трещины имеют поля смещения аналогичные дислокациям Вольтерра [31]: I тип аналогичен клиновой дисклинации, II тип – краевой дислокации, III тип – винтовой дислокации. Однако, поля напряжения трещины существуют лишь до тех пор, пока приложена нагрузка. Дисторсии же являются по определению самонапряженными телами и благодаря связи между берегами смещения сохраняют поле напряжения независимо от внешней нагрузки. Поэтому, если после снятия нагрузки смещение берегов некоего дефекта осталось прежним, значит это либо (1) сдвиг

дислокационного типа; либо это трещина, напряжение которой сrelаксировано пластической деформацией в вершине.

Таким образом, при правильной подготовке образца (полировка граней) после снятия нагрузки существует достаточно достоверный способ определения дефекта, вышедшего на поверхность, по топографии его берегов:

- наличие / отсутствие зоны пластической деформации в вершине (характеризуется выпячиванием / провалом ранее плоской поверхности);
- наличие / отсутствие угла раскрытия (в отличие от модельных, реальные трещины практически всегда имеют угол раскрытия θ , т.е. являются трещинами смешанного типа).

1.3.3 Электронная микроскопия

Затруднения в изучении ПС методом электронной микроскопии связаны в первую очередь с аморфной структурой матрицы МС: она не дает дифракционных максимумов, а дефекты в ней не обладают таким ярким контрастом, как в кристаллах. Сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) хоть и является более простой и быстрой нежели просвечивающая (ПЭМ), не позволяет исследовать структуру на атомном уровне. Так, Донован и Стоббс установили [91], что ПС представляет собой плоскость пониженной плотности с толщиной 10-20 нм, что было подтверждено и в более поздних работах [18,24]. Современные методы высокого разрешения позволяют изучать не только ПС, имеющие характерный размер 10 нм, но и атомную структуру аморфной матрицы МС. Хирата и соавторы разработали уникальный метод ангстрем-лучевой дифракции электронов (АЛДЭ), с помощью которого исследовали структуру аморфного сплава $Zr_{80}Pt_{20}$ и экспериментально подтвердили гипотезу о том, что структура ближнего порядка МС представляет собой искаженный икосаэдрический кластер [66].

До недавнего времени считалось, что ПС может претерпевать либо (1) разупорядочение (увеличение свободного объема), либо (2) восстановление (аннигиляция свободного объема) структуры, т.е. плотность в ПС не может быть выше чем в матрице. Это прежде всего означает, что ПС не могут упрочняться. В рамках этой парадигмы существующие свидетельства упрочнения образцов ОМС, рассмотренные в п. 1.3.1, объяснялись (1) изменением структуры, (2) изменением напряженного состояния (3) ускоренной аннигиляцией свободного объема. Однако недавно Рёснер и соавторы обнаружили уплотнение в ПС методом высокоугловой кольцевой темнопольной просвечивающей сканирующей электронной микроскопии (ВУКТ-ПСЭМ) [92]. Была выявлена структура ПС, представляющая собой чередующиеся участки повышенной и пониженной плотности размером порядка ~100 нм (рисунок 1.19)

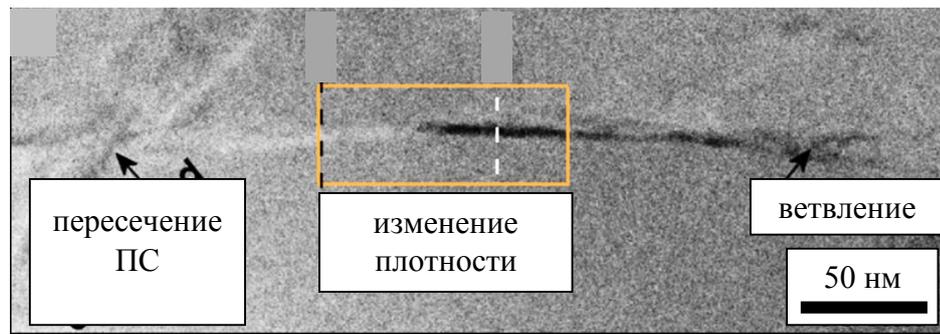


Рисунок 1.19 – Электронное изображение ПС, полученное методом ВУКТ-ПСЭМ. Светлые области соответствуют большей плотности, темные – меньшей. Также видны явления пересечения и ветвления ПС [92].

In-situ съемка сдвигообразования в колонне СЭМ с последующим вычислением полей деформации методом цифровой корреляции изображений (ЦКИ, подробнее о методе в п. 2.3) показала, что ПС представляет собой чередующиеся отрезки растяжения/сжатия размером около ~ 100 нм [93]. Эти данные подтверждают как результаты ВУКТ-ПСЭМ, так и общий вывод о том, что ПС могут упрочняться локально, а значит и сдвигообразование может приводить к упрочнению образца в целом. Однако, механизм формирования такой структуры является предметом дискуссии. В частности, Рёснер предполагает, что механизмом является прерывистое скольжение [92].

1.3.4 Высокоскоростная видеосъемка и тензометрия

Первой известной работой по скоростной видеосъемке сдвигообразования в МС является работа Нойхаузера [40]: скорость съемки 600 кадров в секунду (к/с). Было найдено, что формирование полосы сдвига происходит не более чем за 2 мс (за один кадр), а скорость скольжения составляет не менее 40 мкм/с. Также было обнаружено явление исчезновения ПС при смене знака нагрузки. Результаты работы позволили сделать следующие выводы: (1) упрочнение в МС если и существует, то весьма незначительное; (2) структура материала в ПС изменяется таким образом, что в дальнейшем деформация в этом месте является предпочтительной.

Современные цифровые видеокамеры высокой частоты ведут непрерывную циклическую запись во встроенную буферную память. Для сохранения кадров интересующего события необходим сигнал остановки перезаписи. Таким сигналом при механических испытаниях, как правило, служит падение нагрузки. В настоящее время, несмотря на сильно возросшие технические возможности, изучение кинетики ПС с помощью высокоскоростной видеосъемки является чрезвычайно редким. В литературе мирового уровня известна пионерская работа с

использованием аналоговой видеокамеры [40], одна малоизвестная работа с использованием камеры типа Кранца-Шардина [39] и несколько работ с использованием современных цифровых видеокамер [35,38,94]. Тензометрия – гораздо более простой метод измерения кинетики ПС, не требующий дополнительного оборудования (датчик нагрузки есть в любой разрывной машине) или специальной подготовки поверхности образца: сдвиг вызывает сброс напряжения, регистрируемый датчиком нагрузки [41]. Однако, при изучении процессов, время которых составляет мили- и микросекунды, инерция и жесткость упругой системы образец-машина вносит существенный вклад в измерение – оптические методы свободны от этого недостатка. Суммируя результаты in-situ исследований можно выделить три характерных типа кинетики ПС:

- 1) "мгновенное" (в течение одного кадра) появление ПС [35,38];
- 2) скольжение в ПС со скоростью $\sim 1-4$ мм/с [34,41,71] (рисунок 1.20);
- 3) разрушение с околосвуковой скоростью ~ 2 км/с [39] (рисунок 1.21б)

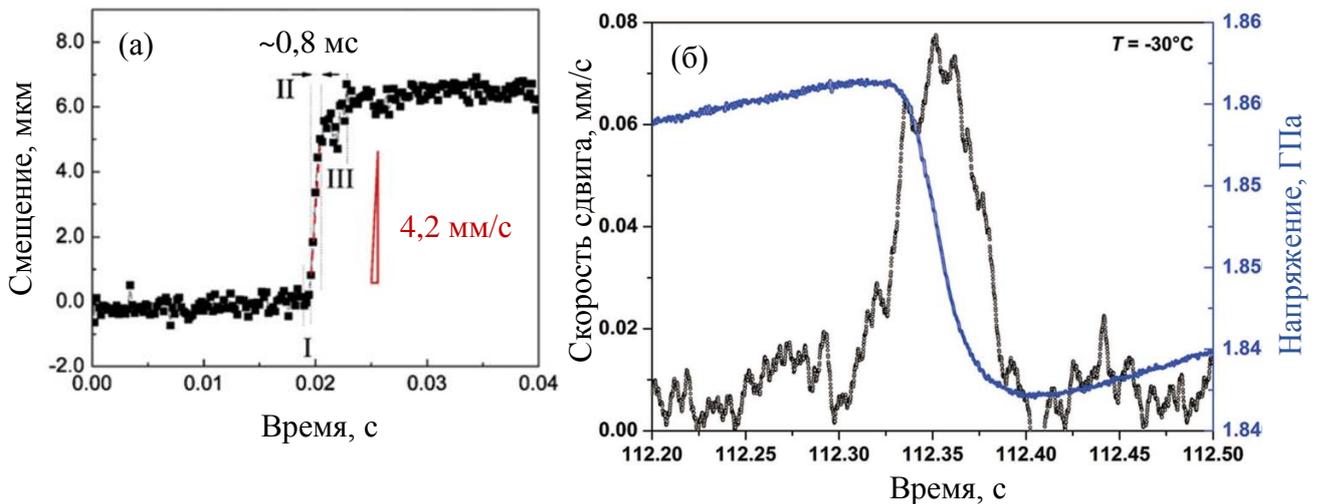


Рисунок 1.20 – Кинетика скольжения в ПС по результатам (а) ЦКИ высокоскоростной видеосъемки [71] и (б) сброса нагрузки с пересчетом на скорость сдвига [41]

Сонг и соавторы достигли скорости съемки в 5000 к/с, однако из-за недостатка освещения обозревали лишь черный силуэт образца (рисунок 1.21а). Табачникова и соавторы, используя аналоговую съемку с частотой 2 000 000 к/с доказали, что третинообразование в МС происходит, как и в кристаллических с околосвуковой скоростью (рисунок 1.21б). К сожалению, исследований кинетики ПС, а не трещин в данной работе не приведено. Райт и соавторы исследовали кинетику ПС при 80 000 к/с, однако отсутствие полировки и низкое разрешение не позволило исследовать стадию возникновения ПС, а лишь подтвердить уже известные результаты [38].

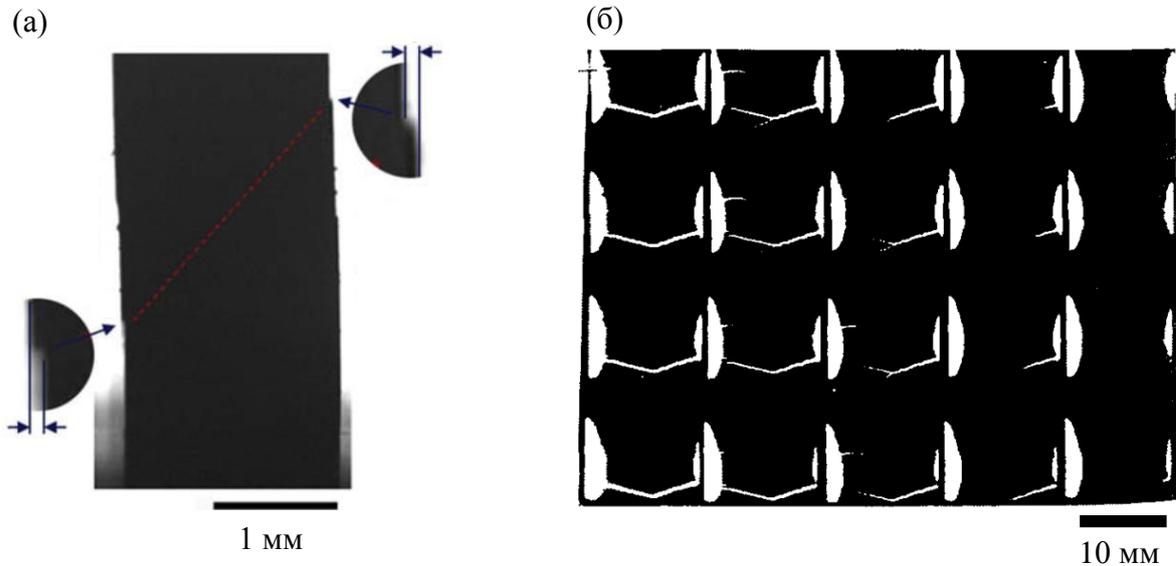


Рисунок 1.21 –Высокоскоростная видеосъемка механических испытаний аморфных сплавов (а) сжатие образца $Zr_{64,13}Cu_{15,75}Ni_{10,12}Al_{10}$ при 5 000 к/с [35]; (б) растяжение ленты $Ni_{78}Si_8B_{14}$ при 2 000 000 к/с [39]

Скольжение в ПС в силу относительно медленной скорости определено достаточно достоверно. Не вызывает сомнений и звуковая скорость разрушения, определяемая сдвиговой трещиной. Скорость же возникновения и распространения сдвигового фронта ПС пока остается предметом дискуссии. Популярное мнение о том, что ПС возникает мгновенно во всей плоскости последующего сдвига [44,71] сомнительно: механическое возмущение в материале не может проходить со скоростью, большей скорости звука в этом материале [95]. «Мгновенность» формирования ПС трактуют как результат одновременной активации микросдвигов по всей будущей плоскости скольжения, что также вызывает сомнения, т.к. в этом случае энергия активации всех микросдвигов должна быть абсолютно одинаковой.

Известно, что в зависимости от полного или неполного рассечения образца полосой сдвига зависит амплитуда сдвига и, как следствие, статистическое распределение амплитуды [96,97]. Это, однако, не говорит об изменении механизма скольжения, а лишь свидетельствует о том, что система вышла на уровень граничных условий.

Попытка найти связь между «критической» скоростью скольжения в ПС перед разрушением ($\sim 1,5$ мм/с) и самим разрушением [98] также сомнительна по следующим причинам: (1) скорость не является критической, т.к. при ее достижении обязательного разрушения не происходит; (2) разрушение может происходить без предварительной фазы медленного скольжения. Как было показано выше, скорость разрушения на порядки выше скорости скольжения и отождествлять их между собой не корректно.

На сегодняшний день, исследования локализованной деформации в МС разрозненны и не собраны в единую картину, несмотря на большое количество попыток. Исследование кинетики ПС является одной из целей данной работы.

1.3.5 Термография

По сравнению с кристаллическими металлами, МС имеют более низкие значения модуля Юнга (~30%), но более высокие значения предела упругости деформации (по крайней мере в два раза). Это означает, что МС способны накапливать упругой энергии до $0,5 \text{ МДж/м}^3$, т.е. больше, чем любой другой металлический материал. Область диссипации этой энергии сосредоточена в плоскости ПС толщиной ~10 нм, поэтому разрушение МС всегда происходит с расплавлением материала ПС, а также часто сопровождается искрами, образованием капель жидкости и выбросом частиц (рисунок 1.22).

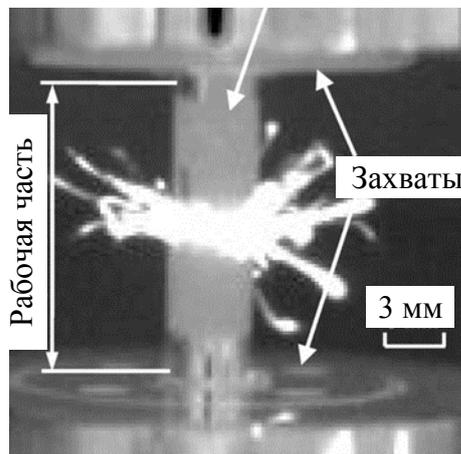


Рисунок 1.22 – Разрушение образца аморфного сплава $Zr_{50}Cu_{30}Ni_{10}Al_{10}$ при испытании на усталость (10 Гц, $\sigma_{\max} = 1,29 \text{ ГПа}$). Кадр съемки инфракрасной камеры (300 к/с). Видны расплавленные струи, свидетельствующие об оплавлении материала при разрушении. [33]

Известно, что деформация МС является термо-активируемым процессом: как локализация деформации в ПС, так и скорость скольжения в ПС зависят от температуры [41]. Количество же тепла, выделяемое при сдвиге, зависит от количества высвобождаемой энергии и может быть разным. Так, ИК-термография (400 кадров в секунду) ПС при испытании на растяжение образца МС $Zr_{52,5}Cu_{17,9}Ni_{14,6}Al_{10}Ti_5$ показала прирост температуры в ПС всего на 1°C [33]. При испытании на изгиб образца МС $Zr_{41,2}Ti_{13,8}Cu_{12,5}Ni_{10}Be_{22,5}$ (Vitreloy 1), покрытого пленкой олова, обнаружилось, что в зоне ПС олово плавилось с образованием капель – это дает температуру не менее $231,9^\circ\text{C}$ [99]. Однако, Кетов и Лузгин, используя данную методику, обнаружили расплавление покрытия лишь вблизи поверхности разрушения, микротрещин и в местах

скопления ПС [100]. Этот результат говорит о том, что существенный нагрев при скольжении происходит лишь в финальной стадии эволюции ПС.

Хотя эффект нагрева и связан с кинетикой ПС, изучение его не дает однозначных величин скорости и длительности сдвига. Теоретически, верхняя граница скорости сдвига совпадает со скоростью распространения упругой энергии в образце. Рассматривая упругую деформацию сдвига Миракл и соавторы пришли к выводу, что максимальная скорость сдвига (одна сторона полосы относительно другой) составляет 10% от скорости поперечной звуковой волны [101], что подтверждается результатами видеосъемки по крайней мере в случае сдвиговой трещины [39].

1.3.6 Метод акустической эмиссии

Среди явлений, сопровождающих развитие дефектов в твердых телах, акустическая эмиссия (АЭ) – одна из самых распространенных. Любая механическая перестройка атомов (особенно, достаточно быстрая и локальная) генерирует упругие колебания, которые по достижении поверхности материала могут быть преобразованы в электрические сигналы с помощью пьезоэлектрических преобразователей (ПЭП) [102]. Чрезвычайная чувствительность к нормальным смещениям поверхности до 10^{-14} м и временное разрешение менее 1 мкс делает метод АЭ особенно привлекательным для наблюдения в реальном времени деформационных процессов, таких как дислокационное скольжение, механическое двойникование, фазовые превращения и т.д. [103,104].

Метод АЭ также показал свою эффективность и при изучении ПС в МС. Запись АЭ во время деформации растяжения аморфного сплава $\text{Co}_{57}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{17}$ доказала возможность получения однородной или неоднородной пластической деформации при одной и, той же скорости и температуре [105]. Характер деформации определяется структурной скоростью релаксации, и может быть изменен предварительной термической обработкой. Последующие исследования авторов (Хоник, Виноградов и др.) выявили также корреляцию АЭ со скоростью мех. нагружения и температурой: независимо от микроскопического механизма, неоднородное пластическое течение происходит, когда структурная релаксация не в состоянии аккумулировать пластическую деформацию при внешне заданной скорости деформации [106]. Примечательно, однако, что частотное распределение амплитуды импульсов АЭ не зависит от температуры испытания. Это означает, что динамические свойства источников АЭ, т.е. ПС одинаковы при различных температурах.

Для АЭ характерно проявление т.н. эффекта Кайзера, заключающегося в отсутствии сигналов при повторном нагружении материала до ранее достигнутого уровня напряжений. Этот

эффект, широко известный своим наличием в пластичных поликристаллических телах, был также обнаружен и в МС [34].

Наиболее очевидным результатом для кинетики деформации МС, полученным при помощи метода АЭ, является свидетельство того, что формирование ПС и скольжение в сформированной ПС являются двумя разными процессами. Синхронная запись АЭ при механических испытаниях показала, что импульс АЭ возникает точно перед началом сброса нагрузки (рисунок 1.23) [37,41].

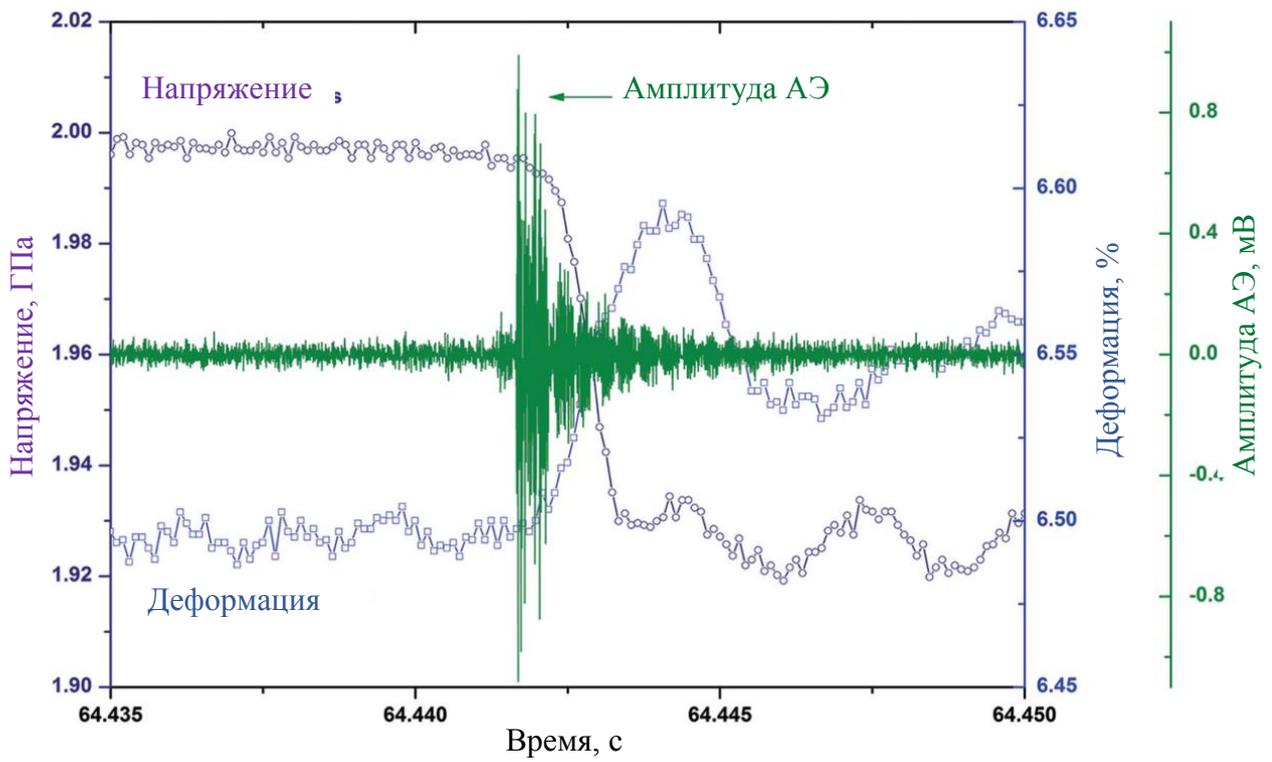


Рисунок 1.23 Сброс напряжения и амплитуда акустической эмиссии от времени при испытании на сжатие аморфного сплава Vit105 (температура -10°C , скорость деформации 10^{-3} c^{-1}) [41]

Время нарастания сигнала АЭ (~ 25 мкс) позволяет оценить величину скорости сдвиговой волны как $0,2 - 25$ м/с [45]. Нижняя граница этого диапазона на порядок выше скорости скольжения в уже сформированной полосе ($\sim 2 - 4$ мм/с при длительности ~ 10 мс). По-видимому, сигнал АЭ излучается быстрым упругим «страгиванием» атомов в будущей ПС.

1.4 Концепции и модели, применяемые к описанию локализованной пластической деформации объемных металлических стекол

До появления сплавов, требующих сравнительно невысоких скоростей охлаждения, МС формировали в виде лент, подавая расплав на вращающийся медный цилиндр. Получение материала методом переохлаждения жидкости естественным образом сформировало представление о том, что деформация МС происходит аналогично таковой в переохлажденной

жидкости, т.е. в жидкости с очень высокой вязкостью. С этой точки зрения, деформация МС есть результат несвязанных атомных перестроек, не имеющих дальнедействующих упругих полей напряжения. Однако, топология ПС больше всего напоминает полосы скольжения в кристаллических телах, также как и макромеханика сдвига и дальнейшего разрушения [53]. Такие явные сходства послужили стимулом к попытке описания механизма деформации МС (по крайней мере локализованной) при помощи дислокаций [29,30,60–62].

Два этих принципиально разных подхода к описанию ПС существуют до сих пор, однако дислокационная модель сильно уступает в популярности. Рассмотрим эти и некоторые другие концепции в рамках их объяснения нестабильной деформации МС.

1.4.1 Структурная релаксация

Структурная релаксация в МС – процесс локального смещения атомов на расстояния меньше межатомных в более энергетически устойчивое состояние, сопровождающееся уменьшением объема. Движущей силой структурной релаксации является свободная энергия Гиббса, причина существования которой в том, что аморфное состояние является неравновесным и система стремится к равновесию (кристаллической фазе). Величина структурной релаксации в МС зависит от температуры и скорости приложенной деформации и является необратимой [107]. Зависимость характера деформации в координатах скорость – температура носит название «карта деформации», первая из которых для МС изображена на рисунке 1.8. Существуют более современные версии карт деформации МС [41,108], однако принципиально они не отличаются от исходной версии. С позиции структурной релаксации можно выделить три основных механизма пластического течения МС [106]:

1. Однородное вязкое течение ниже T_g (температура стеклования) Определяется структурной релаксацией во время деформации. Этот вид течения можно определить, как спонтанную локальную атомную перестройку за счет энергии активации внешних усилий. Такая "направленная структурная релаксация" работает при температурах $400\text{ K} < T < T_g$. Предварительный отжиг при температуре T_a сужает интервал до $T_a < T < T_g$. Особенность этого течения в том, что оно обеспечивает только ограниченное количество актов пластической деформации (до 1,5%), которая определяется концентрацией центров релаксации.

2. Однородное вязкое течение выше T_g . В этом диапазоне структурная релаксация отсутствует. Как и в механизме 1, течение происходит посредством локальной атомной перестановки, но при $T > T_g$, МС переходит в состояние переохлажденной жидкости, обладающей сверхпластичностью.

3. Неоднородное (локализованное) течение. Происходит путем образования ПС, топологически напоминающих линий скольжения дислокаций в кристаллах. Считается, что неоднородное пластическое течение возникает, когда структурная релаксация неспособна обеспечить задаваемую скорость пластической деформации. До тех пор, пока задаваемая скорость меньше, чем та, которую может обеспечить структурная релаксация, работает один из вышеописанных "однородных" механизмов.

1.4.2 Концепция гранулированного материала

Гранулированный (сыпучий) материал (ГМ, particulate/granular material) – материал, состоящий из твердых частиц, расположение которых не имеет дальнего порядка, удерживаемых между собой силой тяжести, а также сухим трением (например, сухой песок) или натяжением жидкости (мокрый песок, глина). В отличие от газов, жидкостей и твердых тел, гранулированный материал обладает отличительным свойством: изменение формы при деформации неразрывно связано с изменением объема. Свойство это впервые определено Рэйнольдсом в 1885 г. как дилатансия [109]. Проводя натурные эксперименты с песком, Рэйнольдс выявил три основных принципа механики ГМ:

- Принцип дилатансии – деформация ГМ невозможна без изменения объема ГМ.
- Принцип мобилизации трения – сила трения между любыми двумя гранулами в состоянии покоя может принимать любое значение между нулем и неким пороговым значением, выше которого возникает относительное движение; таким образом, распределение напряжений в ГМ в состоянии покоя является неопределенным.
- Принцип минимизации энергии.

ГМ в том или ином виде (как правило, в виде шариков) являются практически единственным материалом для физического моделирования деформации твердых тел на атомарном уровне. Моделируется как упорядоченный тип упаковки (кристаллы) [110], так и хаотичный (стекла) в трех [109] или двух [63] [111] измерениях. Моделирование при помощи ГМ наглядно демонстрирует основополагающие принципы деформации аморфных тел. Так, если два резиновых цилиндра, наполненные песком разной плотности испытать на сжатие, то плотный песок деформируется сдвигом, а рыхлый – с образованием бочки (рисунок 1.24а). Если на ГМ подавать вибрацию, то он приобретает текучесть жидкости, т.к. энергия вибрации аналогична температуре частиц, увеличение которой снижает вязкость. Таким образом, переход из «жидкого» течения (однородное) в «твердое» (локализованное) контролируется (1)

плотностью/свободным объемом и (2) трением/температурой. Эта особенность универсальна и используется в описании механики твердого тела [32].

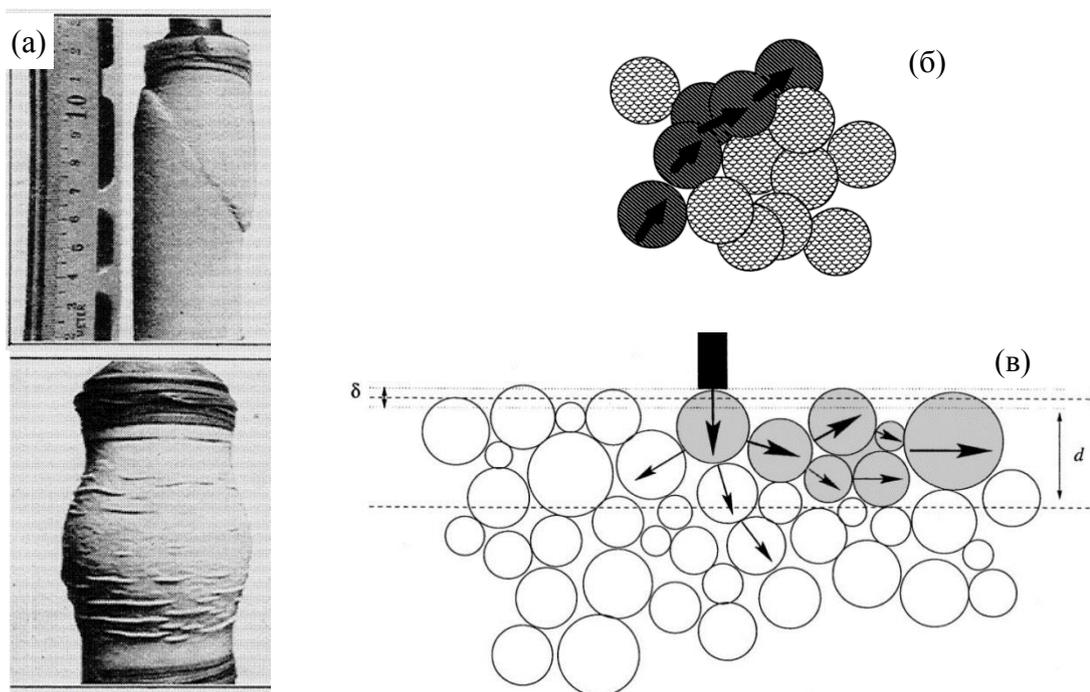


Рисунок 1.24 – Примеры моделирования при помощи ГМ: (а) результат сжатия песчаных цилиндров плотного (сверху) и рыхлого (снизу) песка [112]; (б) схема линейной передачи напряжений в ГМ [30]; (в) схема эксперимента с дисками [111]

Передача напряжения в ГМ передается от частицы к частице. Когда ГМ достаточно разрежен, то линии напряжения распределены хаотично (рисунок 1.24б), и наоборот, в достаточно плотном ГМ линии напряжения формируют сплошную плоскость сдвига. Линейная передача напряжения обнаруживает аналогии с теорией перколяций (п. 1.4.5) и используется в описании механики ГМ, аморфных тел и земной коры [113]. Краеугольная работа Аргона и Куо по физическому моделированию деформации МС с использованием ГМ [63] также рассмотрена в п. 1.4.5. Франсуа и соавторы, моделируя микромеханику в ПС, провели эксперимент с двумерной упаковкой дисков [111]. На один из дисков, надавливали до тех пор, пока диски не приходили в движение (рисунок 1.24в). Оказалось, что для достижения разворота смещения достаточно глубины равной примерно пяти диаметрам частиц, следовательно, ширина ПС равна десяти атомным диаметрам, что качественно соответствует реальной толщине с поправкой на упрощение модели в т.ч. двухмерность.

В целом концепция ГМ оказала решающее влияние на механику пластичности МС и используемые модели, рассмотренные ниже.

1.4.3 Дислокационный механизм

Деформированное многосвязное упругое тело может сохранять равновесие упругой деформации без воздействия внешних сил. Операции, путем которых эти состояния получаются, названы дисторсиями [114]. Т.к. дисторсия является линейным сингулярным дефектом, рассматриваются полые цилиндры, а именно относительное смещение их краев. Смещение может быть линейным или угловым, таким образом, существует 6 типов дисторсий: по три координаты на линейное и на угловое смещение (рисунок 1.25). Дисторсии Вольтерра были определены для изотропного упругого континуума. Однако, после введения Тэйлором в 1934-х понятия «дислокация» в качестве линейного дефекта кристалла [115], возникла привычка считать дислокацию как нечто присущее только лишь кристаллической структуре.

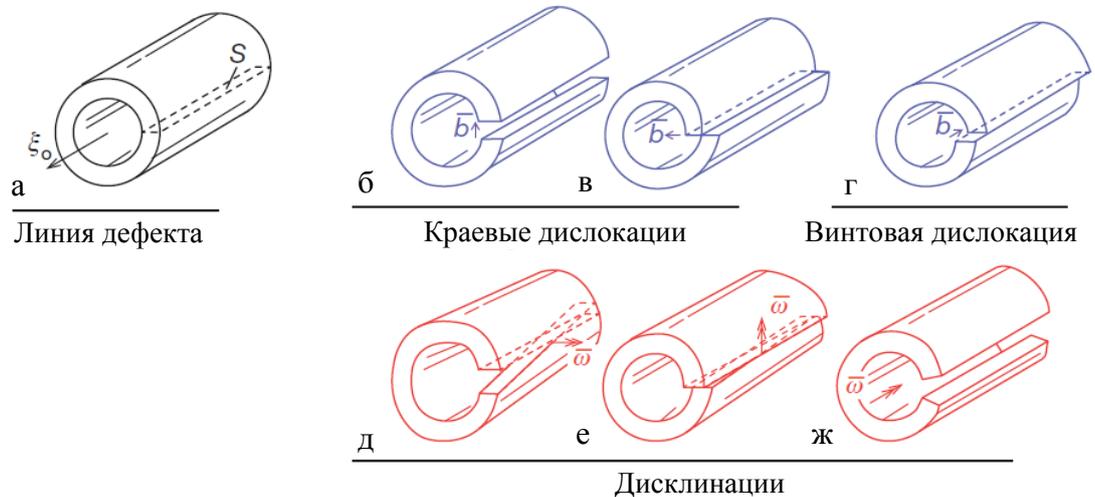


Рисунок 1.25 – Дисторсии Вольтерра: (а) исходный цилиндр с осью ξ_0 и поверхностью разреза S ; (б, в) краевые дислокации с вектором Бюргерса b ; (г) винтовая дислокация с вектором Бюргерса b ; (д, е) дисклинации кручения с вектором Франка ω . (ж) клиновидная дисклинация с вектором Франка ω [116].

Разница между дисторсиями и дислокациями/дисклинациями заключается лишь в том, что вектор смещения в кристаллической решетке ограничен дискретными величинами и направлениями (вектор Бюргерса b или Франка ω), а в изотропном теле произволен по величине и направлению. Математически же данные дефекты идентичны, как и упругие поля, ими образованные. С развитием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) было экспериментально доказано существование дислокаций в кристаллах металлах и неметаллах [117], после чего возникла идея о существовании дислокаций и в аморфных телах [118], что на сегодняшний день подтверждается лишь теоретически [60,61].

Сравним энергетические затраты на образование дислокации в кристаллическом и аморфном кварце (рисунок 1.26). Согласно Френкелю, теоретическая энергия сдвигообразования в бездефектном кристалле:

$$A \cos 2\pi (x/d) \quad (2)$$

где x – длина сдвига, d – межатомное расстояние. Если отклонение от средней величины вектора Бюргерса будет $\pm\Delta$, тогда относительное изменение величины упругой энергии равно $1 + \Delta^2/b^2$. Таким образом, повышение энергии дислокации в стекле незначительно: при $\Delta \cong 30\%$ энергия увеличивается лишь на 10%.

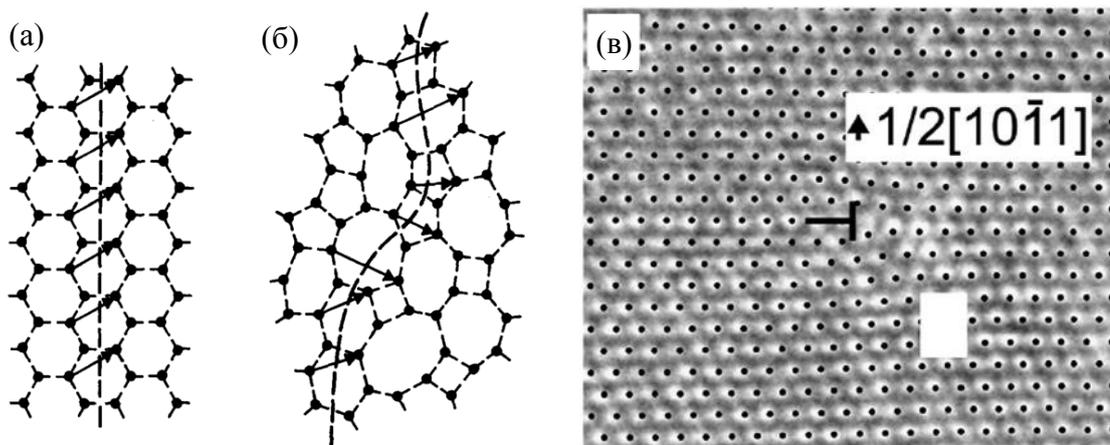


Рисунок 1.26 – Схематичное сравнение дислокационных линий в кристаллическом и стекловидном кварце: (а) вектор Бюргерса постоянный. (б) вектор Бюргерса испытывает флуктуации по длине и направлению [29]; (в) ПЭМВР изображение дислокации (ядро обозначено как Т) в кристаллической решетке WC [119]

Эшби и Логан в 1973 г. Вводят понятие дизъюнкции – линии в аморфном изотропном теле, вдоль которой изъяты атомы [120]. Развития эта идея не получила, т.к. дизъюнкция, по сути – цепочка вакансий, не создающая дальнедействующих упругих полей, без которых она описывается в рамках свободного объема.

Моррисом предложена модель, которая рассматривает структуру МС как трехмерную сеть малоподвижных смешанных дисклинаций и подсеть подвижных дислокаций, обеспечивающих взаимодействие и скольжение [62]. Расчеты низкотемпературного предела текучести, основанный на модели, количественно совпадает с экспериментальным ($\sim 1/20 \mu$). Также модель объясняет явления пластической неустойчивости и охрупчивания после отжига.

Для дислокации в аморфном твердом теле не представляется возможным строго определить вектор Бюргерса. Пампилло [47] предложил определять вектор смещения δ , или ошибку замыкания, накопленную полем упругих деформаций при замыкании контура вокруг линейного дефекта, т.е.

$$\delta = \oint (\partial u / \partial l) \partial l \quad (3)$$

где u – это поле упругого смещения дислокации, а ∂l – элемент длины контура).

Пампило, Полк и Гилман рассматривают ПС не как единичную макро-дислокацию, но как совокупность множества дислокаций атомарного размера, т.к. это гораздо ближе классической дислокационной модели с термоактивируемой природой. Такими дислокационными микро-петлями вполне могут быть гипотетические зоны сдвиговой трансформации (ЗСТ) – механизм сдвига, найденный Аргоном при моделировании деформации на пузырьковой модели и названный им дислокационным (п. 1.4.5). Однако, несмотря на указанное сходство между ЗСТ-моделями и дислокационным подходом к описанию ПС, последний «проиграл» в борьбе за популярность. На сегодняшний день общепринятыми являются модели, основанные на ЗСТ, в частности модель среднего поля (МСП) (п. 1.4.7). Основной причиной неприятия дислокационного подхода, по-видимому, является привычка считать дислокацию как нечто присущее только лишь кристаллической структуре – ошибочность такой привычки описана выше. Рассмотрение ПС в качестве дислокаций общего вида (или дисторсий) имеет ряд важных преимуществ:

- нет необходимости искусственно вводить дополнительные понятия вроде необнаружимых априори ЗСТ и гипотетического среднего поля (Бритва Оккама) – эти категории логично заменяются дислокациями и их упругими полями;
- объясняется термоактивируемая природа ПС;
- может быть описано внесение свободного объема в плоскость сдвига ядром дислокации;
- что наиболее важно – наличие механизма упрочнения, как результата взаимодействия дислокаций и их упругих полей между собой. Наличие деформационного упрочнения МС экспериментально обнаружено (п. 1.2), однако механизм, описывающий его, отсутствует в МСП и ЗСТ-моделях.

Обнаружение в вершине ПС поля деформации, тождественного дислокационному, являлось бы сильным аргументом в пользу применимости дислокационной теории к пластической деформации МС. Однако, к настоящему моменту экспериментально вычислено лишь упругое поле вдоль ПС [28,93].

1.4.4 Теория свободного объема

Понятие свободного объема изначально использовалось для описания молекулярной динамики жидкостей: сжимаемости [121], стеклования [122,123], вязкости [54] и т.д. Механизм

нестабильной пластической деформации аморфных тел (в частности МС), основанный на теории свободного объема, наглядно описан в работе [59]. Полк и Турнбулл предположили [54], что существует два противодействующих процесса, которые определяют механизм деформации МС в своем динамическом равновесии:

- возникновение структурного разупорядочения, движимое напряжением;
- диффузионная аннигиляция структурного разупорядочения, движимая температурой.

В качестве меры структурного разупорядочения был выбран свободный объем, т.е. часть от общего объема тела, не занятая атомами. Элементарным механизмом создания свободного объема предложено перескакивание атома в соседнюю область меньшего объема (рисунок 1.27). Процесс, как видно, аналогичен вакансионной диффузии с тем отличием, что:

- свободный объем v не является константой и может изменяться;
- свободная энергия G до и после скачка отличается на величину ΔG вследствие прилагаемого напряжения τ .

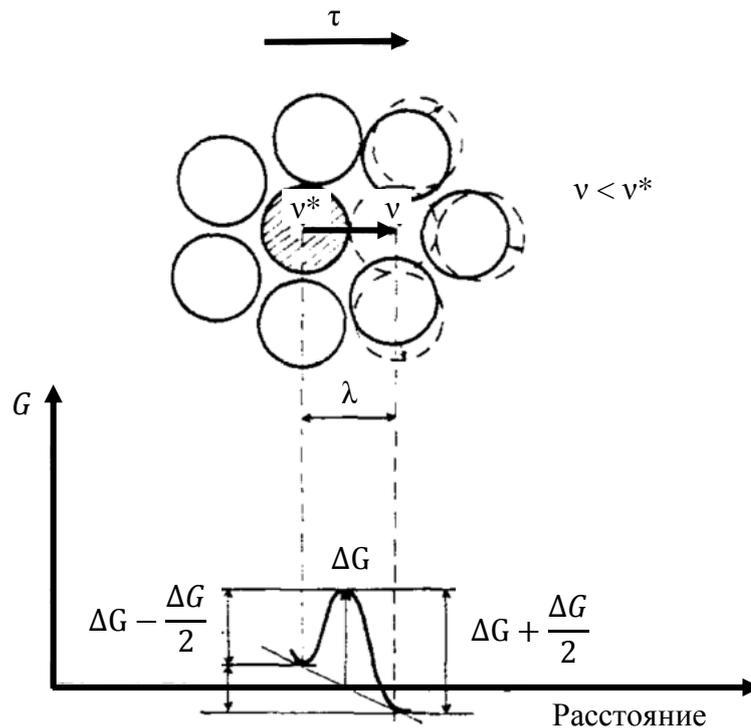


Рисунок 1.27 – Схема создания свободного объема путем вдавливания атома объемом v^* в соседнюю область с меньшим объемом v [59].

Механизм возникновения и аннигиляции свободного объема объясняет такие эффекты, как деформационное разупрочнение (п. 1.3.1) и структурную релаксацию МС (п. 1.4.1), но не объясняет деформационного упрочнения МС, о котором свидетельствуют результаты как механических (п. 1.2), так и микроскопических (п. 1.3.3) исследований. Более поздние модели,

основанные на концепции свободного объема, имеют то же слабое место, например, модель «мягкое ядро – упругая оболочка» объясняющая однородную деформацию микростержней МС [74].

1.4.5 Концепция зон сдвиговой трансформации и теория перколяций

Для кристаллических металлов, элементарным процессом деформации является единичный акт скольжения дислокации. В поиске аналогичного механизма для аморфных металлов, Аргон и Куо создали и исследовали экспериментальную двухмерную модель МС [63]: слой мыльных шариков на поверхности воды, заключенных в резиновую рамку. При наблюдении деформации конструкции было обнаружено два механизма деформации слоя:

1) Дислокационный сдвиг двух коротких смежных рядов относительно друг друга на дистанцию 1-3 диаметров (рисунок 1.28а). Зарождение дислокационной пары в 2D можно экстраполировать на 3D как зарождение дислокационной петли, поэтому процесс деформации можно описывать дискообразными зонами сдвиговой трансформации (ЗСТ). Этот тип перегруппировки происходит в плотноупакованном материале и не требует избыточного свободного объема.

2) Диффузионный сдвиг (рисунок 1.28б). Экстраполяция в 3D даст сферическую область, в которой происходит совместное перемещение атомов. Пластичность здесь также является результатом локальных атомных сдвигов, однако главных направлений сдвига нет. Этот тип перегруппировки происходит в областях с избыточным свободным объемом.

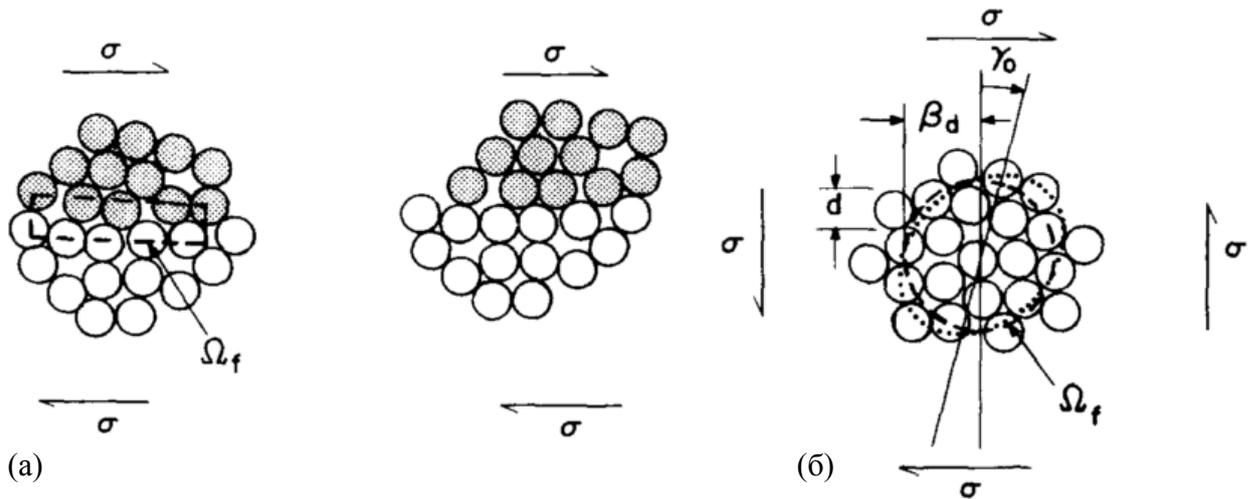


Рисунок 1.28 – Схематичное представление двух типов сдвига, наблюдаемых при деформации монослоя глицериновых шариков: (а) дислокационный; (б) диффузионный [63]

ЗСТ, введенная Аргоном, появляется только в ответ на внешнее воздействие (например, приложенный тензор напряжений), и априори неопределима в структуре МС до деформации.

Напряжение в результате сдвига может быть наглядно представлено следующим образом: до сдвига ЗСТ «вырезается» из матрицы, сдвигается, а затем «вставляется» обратно в матрицу, которая должна упруго отреагировать на изменение формы ЗСТ. Результаты многочисленных работ по компьютерному моделированию СТ говорят о том, что ни размер ЗСТ, ни энергетический барьер не имеют фиксированного значения, но распределены в довольно широком диапазоне. ЗСТ должны иметь размер ~ 1 нм и содержать порядка 10-100 атомов [124], с энергией активации в несколько десятых эВ [65]. Было обнаружено, что в более пластичных МС, активационный объем (ЗСТ), как правило, больше, и наоборот [125]. Несмотря на общую сдвиговую природу, сравнение ЗСТ и дислокации обнаруживает существенные отличия (таблица 1.2).

Таблица 1.2 – Сравнение дислокации и ЗСТ в металлах [65,126]

Параметр	Дислокация	Зона Сдвиговой Трансформации
Размерность	Линейный дефект	Точечный дефект (сфероид)
Структура	Четко различима	Размыта
Подвижность	Подвижна	Неподвижна
Энергия активации	Фиксированная, $\sim 10^{-2}$ эВ	Нефиксированная, $10^0 - 10^{-1}$ эВ
Наблюдаемость	Да	Нет

Дислокация структурно-ориентирована, в то время как ЗСТ, по-видимому, ориентирована на событие. Энергия активации одной ЗСТ может достигать очень низких значений, даже в пределах упругой области, способствуя тому, что модуль упругости МС ниже, чем у кристаллических аналогов. Однако такие ЗСТ не приведут к макроскопической пластической деформации, пока они изолированы и ограничены упругой матрицей. Макроскопический сдвиг требует совместной работы огромного числа ЗСТ, поэтому макроскопический предел текучести МС и энергия его активации, как правило, на порядок выше, чем у кристаллов. Как только количество активируемых ЗСТ настолько велико, что образует собой связанную сеть, говорят о достижении порога перколяции [127], при котором связанные ЗСТ порождают коллективный сдвиг, т.е. ПС [63]. Если же энергия активации (прилагаемая нагрузка) недостаточна для перколяции ЗСТ, то пластическая деформация МС проходит однородно, посредством некоррелированных актов сдвига [128].

Модель, описанная Далла Торре [129] строится с использованием ЗСТ и теории свободного объема (п. 1.4.4). Согласно ей, после зарождения и инициирования ЗСТ возникает лавинообразный эффект, который приводит к макро-сдвигу. Макро-сдвиг – термически-управляемый процесс, индуцированный напряжением. Он становится возможным благодаря высвобождению упругой энергии, которая идет на генерацию свободного объема (дилатацию). Этот процесс приводит к падению напряжения ниже критического и, как следствие, к торможению сдвига. Торможение сдвига вызывает аннигиляцию свободного объема и «затвердения» (старение) ранее пластичной области ПС.

Важным вопросом к моделям, основанным на концепции ЗСТ, не нашедшим пока ответа [41], является следующий: коллективная активация ЗСТ – это процесс 1-го рода (фронт активации распространяется с конечной скоростью, не превышающей звуковую) или 2-го рода (активация происходит одновременно во всей сети ЗСТ)? Единственная видимая возможность ответить на этот вопрос экспериментально – высокоскоростная съемка зарождения и эволюции ПС.

1.4.6 Модель жидких ядер и ARGL

Лиу и соавторы, объясняя запаздывание пластического течения в ПС, представили модель жидких ядер, согласно которой эволюция ПС разделена на следующие этапы [126]:

- 1) Активизация хаотически распределенных жидких ядер.
- 2) Объединение смежных жидких ядер.
- 3) Жидкий слой полностью рассекает образец в плоскости сдвига и берега образца скользят друг относительно друга вызывая сброс напряжения.
- 4) Торможение скольжения, остановка и восстановление связей.

С помощью компьютерного и теоретического моделирования Шимицу и соавторы показали, что концентраторы напряжений величиной в несколько десятков нанометров могут инициировать формирование ПС. Сначала концентратор создает зародыш ПС путем локальной активации группы ЗСТ. Когда зародыш достигает критического размера (~100 нм), формируется ПС. Такая ПС имеет многоступенчатую структуру. Вдоль сдвигового фронта есть четыре зоны, называемые ARGL [130], последовательно представляющих: (1) состаренное стекло (aged glass), обновленное стекло (rejuvenated glass), «клей» (glue), жидкость (liquid). Температура в этих зонах изменяется от комнатной температуры (в состаренном стекле) до температуры стеклования T_g (жидкость).

Обе модели предполагают наличие в ПС жидкоподобной фазы, которая рассматривается в качестве причины, а не следствия локализованного скольжения. Такое представление, однако, неверное, т.к. противоречит результатам термометрических исследований (п. 1.3.5). Температура в ПС, как правило, существенно не увеличивается, но при скольжении в ПС расчетная вязкость всегда существенно падает. Это противоречие может быть объяснено наличием не термического, а структурного разупрочнения, что подтверждается теоретически (п. 1.4.8).

1.4.7 Степенное распределение и модель среднего поля

Одним из наиболее привлекательных методов описания лавинообразных процессов типа сдвигообразования в МС является применение степенных распределений. Возникнув как эмпирические законы сейсмологии, степенные распределения перспективны в применении к ГМ и МС в силу схожести этих систем и хорошо проработанной теоретической базы описания кинетики. Последнее особенно интересно в рамках данной работы, поэтому рассмотрим степенные распределения и, в частности, модель среднего поля (МСП) подробнее.

Предпосылкой к созданию МСП послужила экспоненциальная зависимость между числом землетрясений и их амплитудой [131], впоследствии названная законом Гутенберга-Рихтера:

$$N = 10^{a-b \cdot M}, \quad \text{или} \quad \lg(N) = a - b \cdot M, \quad (4)$$

где N – число землетрясений, M – магнитуда землетрясений, a и b – константы. Как видно на рисунке 1.29, при снижении магнитуды землетрясений на 1 балл, их общее число возрастает примерно в 10 раз. Это характерно для зависимостей вида $y = a^x$, которые в координатах $\lg(y) - x$ отображаются прямой линией. В двойных логарифмических координатах прямой линией отображаются степенные законы вида $y = x^{-a}$ – такому закону, в частности, подчиняется зависимость количества афтершоков (сейсмических толчков, возникающих после главного) от времени, называемая законом Омори [132]:

$$n(t) = \frac{k}{c+t}, \quad (5)$$

где k и c – константы. Степенные законы распределения во времени и пространстве масштабно-инварианты и встречаются практически повсеместно: физические законы, колебания уровня воды в водоемах, турбулентность, рассеяние теплоты животными, количество метеоритов, спектры музыкальных произведений, частоты шумов, сход лавин, фракталы и фрактальные объекты (облака, горы, деревья, длина линии берегов, биржевые колебания валют) и т.д. и т.п. [127].



Рисунок 1.29 – Количество землетрясений в мире за год, N , с магнитудой M за период с января 1977 по июнь 1989 года. Пунктирная линия – закон Гутенберга-Рихтера, где $b = 1,11$, $a = 6 \cdot 10^8$ [133]

Чен, Бак и Обухов предложили динамическую модель сдвигообразования земной коры [113], основываясь на том, что закон Гутенберга-Рихтера формально можно представить как цепную реакцию лавинообразного процесса, в котором каждое событие может либо послужить инициатором следующего, либо остановиться либо разветвиться на несколько событий (рисунок 1.30). В случае равной вероятности ветвления и остановки процесс подчиняется степенной зависимости и является само-организованной критичностью (СОК) – состоянием, к которому стремится динамическая система [134]. Таким образом, если выразить закон Гутенберга-Рихтера не через магнитуду, а через энергию, получим [135]:

$$N(M_0) = M_0^{-1-b}, \quad (6)$$

где коэфф. $b \approx 0,6$ согласно модели СОК, M_0 – сейсмический момент (Дж), определяющий упругую энергию сдвига [136]:

$$M_0 = \mu dS, \quad (7)$$

где μ – модуль сдвига (Па), d – смещение берегов разлома (или дислокация, м), S – площадь разлома (м^2).

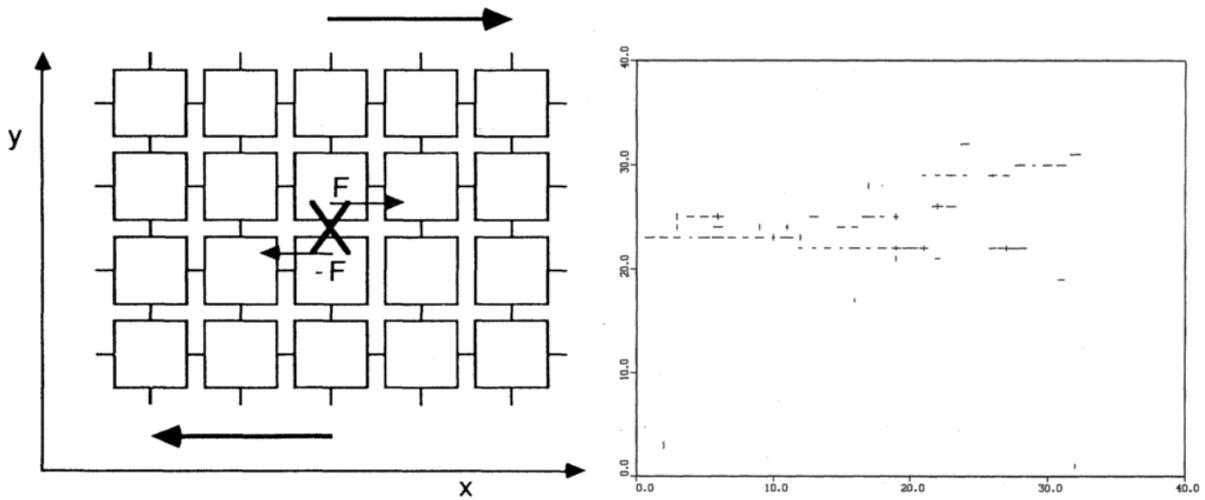


Рисунок 1.30 – Модель СОК землетрясений: (а) модель среды, состоящая из блоков и упругих пружин, подвергаемых увеличивающемуся внешнему напряжению сдвига. Когда локальное напряжение пружины превышает пороговое значение, пружина рвется, в результате чего упругие силы перераспределяются на соседние пружины. После остановки пружина восстанавливается. (б) результат модельного «землетрясения» в системе пружин 40×40 , где линии представляют собой разорванные связи [113].

Дамен и соавторы указывают [137] на то, что далеко не все землетрясения подчиняются закону Гутенберга-Рихтера [138]. Во многих разломах земной коры степенным распределением обладают лишь малые землетрясения, тогда как большие, названные характеристическими (т.к. сдвиги имеют размер порядка всего разлома), имеют квазипериодический характер [135]. Аналогичная закономерность наблюдается и в распределении сбросов напряжения от ПС в МС: как только ПС достигает размеров образца, степенное распределение сменяется квазипериодическим [96,97]. В силу того, что деформацию как земной коры, так и МС можно представить, как лавинообразный процесс упругого сдвига в изотропном теле, оба этих процесса зачастую описываются тождественными законами. Кроме вышеописанной схожести амплитудных распределений, было найдено, что скорость энергии сдвига в земной коре и в МС меняется во времени также тождественно и может быть описано одной универсальной скейлинг-функцией (рисунок 1.31):

$$f(x) = Ate^{-Bt^2}, \quad (8)$$

где A и B – константы.

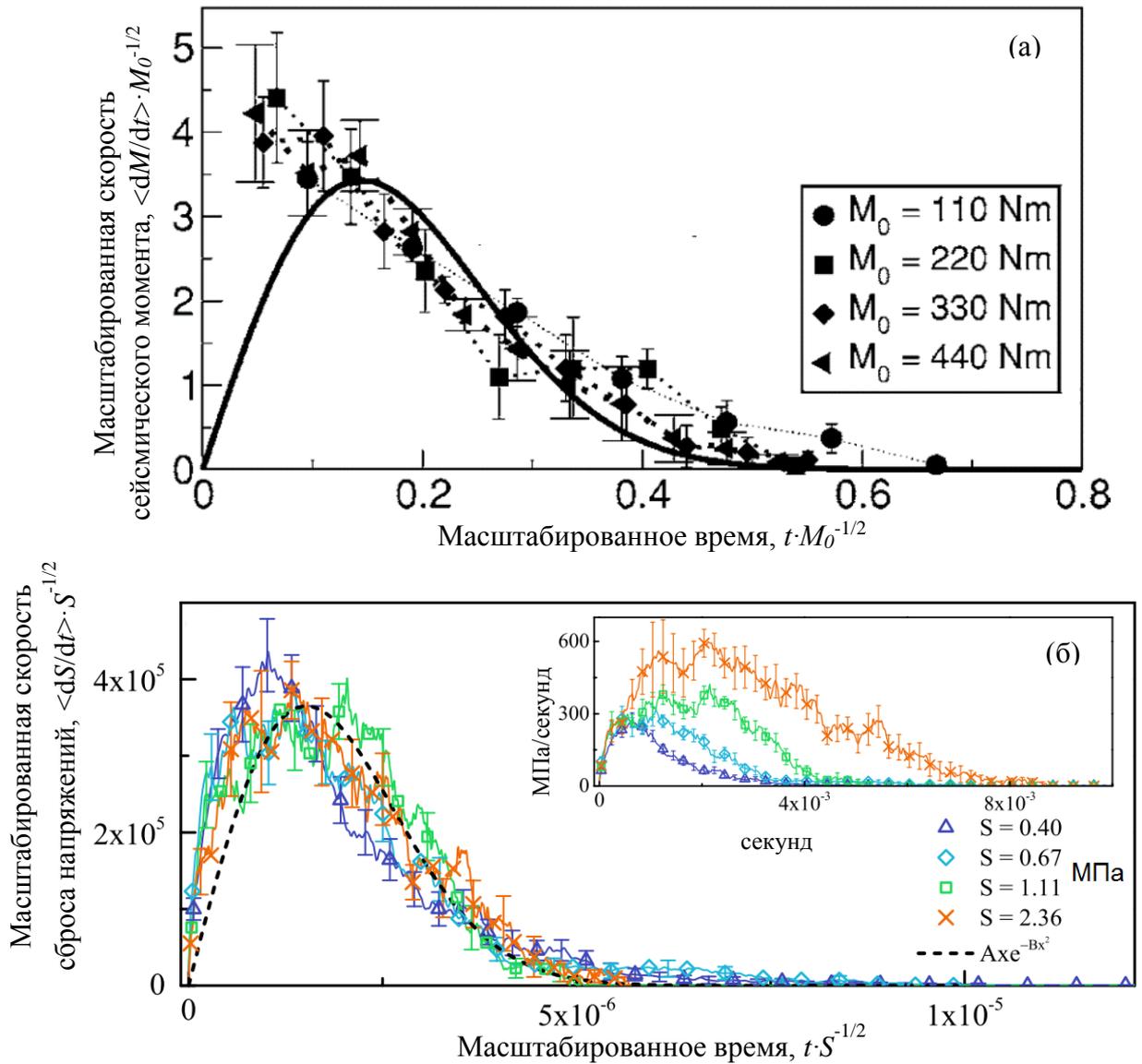


Рисунок 1.31 – Применение универсальной скейлинг-функции вида $f(x) = Ate^{-Bt^2}$ к описанию лавинообразных процессов: затухание масштабированной скорости (а) сейсмических моментов землетрясений (M_0 , Дж) [139] и (б) сбросов напряжения (S , МПа), вызванных ПС в МС [140]

Давно известно, что сдвиг земной коры зарождается в эпицентре и импульс смещения распространяется со скоростью звуковой волны [135]. Вышеупомянутые кинетические сходства (рисунок 1.31) позволяют предположить, что сдвиг ПС также зарождается в некоем эпицентре (концентраторе напряжений) и распространяется с околосвуковой скоростью, а не одновременно.

Дамен, Бен-Зион и Уль представили «усовершенствованный» вариант модели СОК, подходящий к описанию не только землетрясений, но и лавинообразных процессов в ГМ и кристаллах – модель среднего поля (МСП) [32]. МСП представляет собой решетку узлов, в которой:

- все узлы имеют случайно распределенные силы трения покоя;
- часть узлов пустая;
- приложенное внешнее сдвиговое напряжение возрастает;
- по превышению статического напряжения отрыва узел скользит;
- у восстановленного узла ослабленное динамическое напряжение отрыва;
- вводится среднее поле бесконечного радиуса действия, моделирующее дальнедействующие связи между узлами решетки.

Т.к. образование сдвиговых лавин процесс стохастический, вычисляются общие статистические параметры системы: тип распределения длительность и величина лавин. В зависимости от двух ключевых параметров – плотности вакансий ν и динамического ослабления связей ε , система разделяется на два состояния (рисунок 1.32):

1. Много вакансий и сильное ослабление: «жидкая» деформация – большое число малых сдвиговых лавин.
2. Мало вакансий и слабое ослабление: «твердая» деформация – небольшое число средних сдвиговых лавин степенного распределения и малое число крупных характеристических лавин квазипериодического распределения.

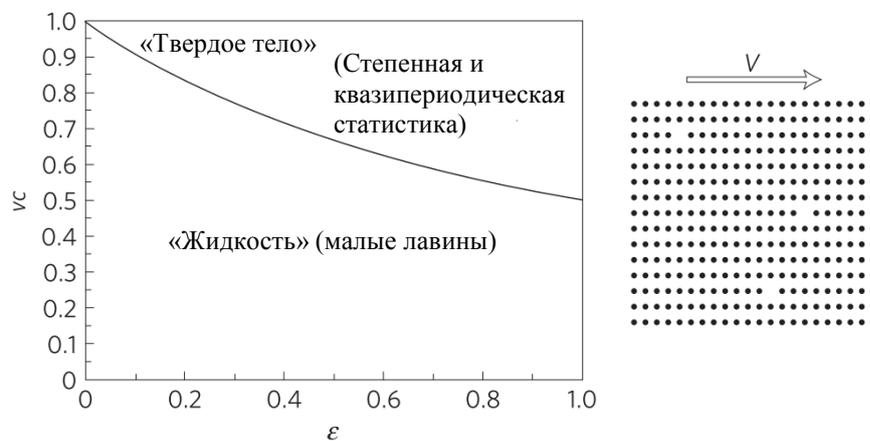


Рисунок 1.32 – Фазовая диаграмма МСП. Слева: гранулированный материал может вести себя как «твердое тело» или как «жидкость» при сдвиге, в зависимости от относительной доли частиц ν и ослабления трения ε (коэфф. $c \approx 1$). Справа: модель решетки с пустотами [32]

По достижении лавиной характеристических размеров (размеров порядка всей системы), она перестает подчиняться степенному распределению. Иными словами, когда сдвиг «упирается» в границы системы, разрыв связей происходит по всей площади сдвига, т.е. достигается перколяция и скольжение идет лишь по этой магистральной полосе.

Основным недостатком МСП, несмотря на ее универсальность и популярность, является отсутствие в ней механизма упрочнения, экспериментальные свидетельства которого в МС проявляются как в мех. свойствах (п. 1.2, [22]), так и на микроуровне (п. 1.3.3). Тем не менее, принципиальный подход к описанию лавинообразных процессов может быть успешно позаимствован для описания кинетики сдвигообразования в МС.

1.4.8 Двухстадийная и перколяционная модели

Как уже было обозначено выше, основной вопрос по кинетике деформации МС на сегодняшний день – это вопрос о зарождении ПС [41]. Существует два возможных сценария:

1) ПС формируется в две стадии. Первая стадия: упругая сдвиговая волна распространяется с конечной скоростью, не превышающей звуковую $\sim 10^3$ м/с (рисунок 1.33в) и вызывает структурное размягчение. Вторая стадия – относительно медленное скольжение $\sim 10^{-3}$ м/с берегов размягченной ПС.

2) ПС формируется мгновенно путем коллективной активации сети взаимосвязанных ЗСТ (подробнее в п. 1.4.5) и скольжение происходит одновременно по всей плоскости ПС (рисунок 1.33г).

После формирования магистральной ПС, т.е. когда одна из ПС полностью рассекает образец на две части, дальнейшее скольжение происходит по ней и вызывает постепенное накопление микротрещин (например, в результате разъезжания микро-ступенек в плоскости сдвига, как показано на рисунке 1.33д) и сравнительно быстрое разрушение $\geq 10^2$ м/с. В случае, если начальное напряжение превышает предел прочности, первый сдвиг разрушает образец, двигаясь с околосвуковой скоростью (рисунок 1.33б).

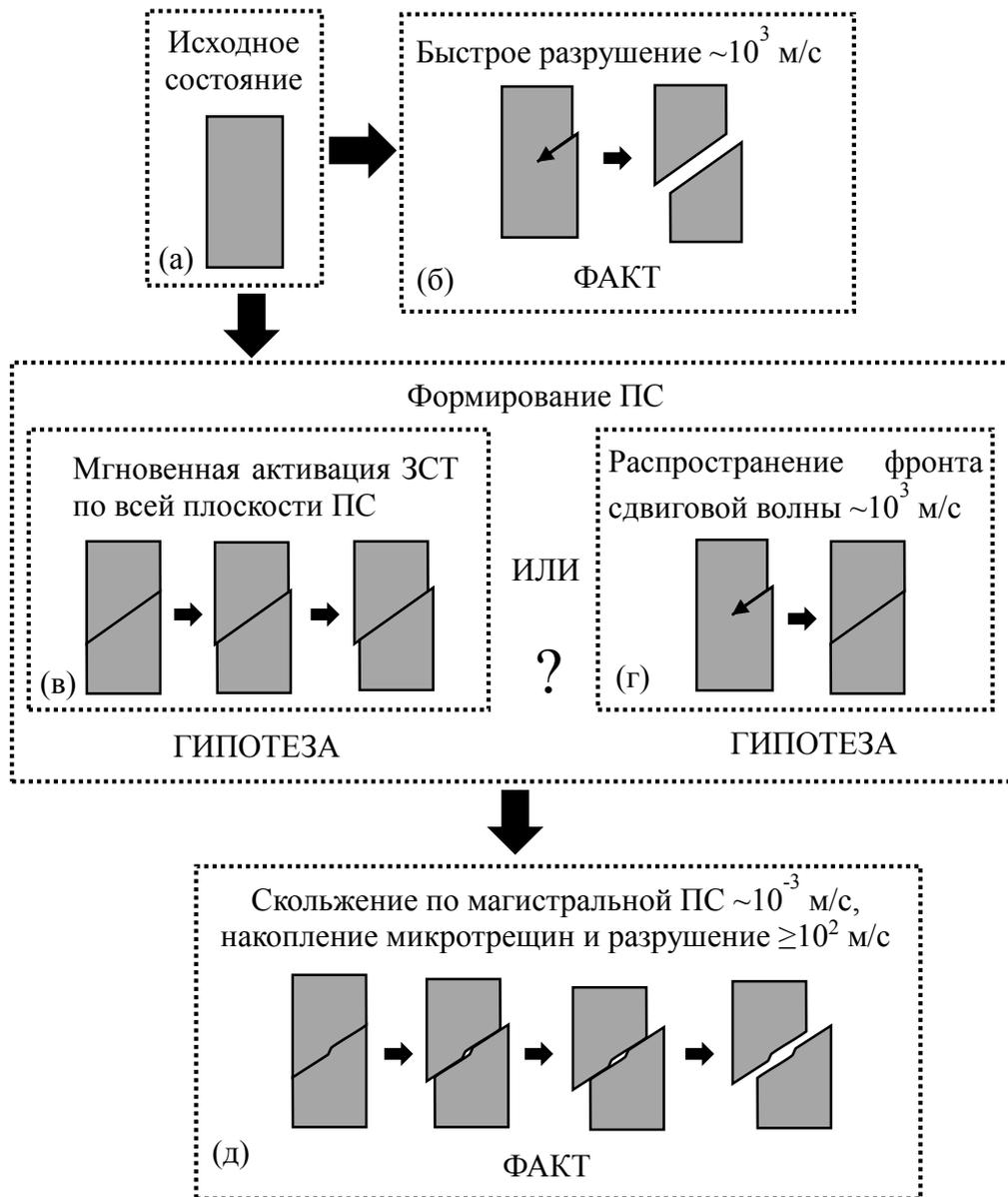


Рисунок 1.33 – Общая схема эволюции ПС в МС при механическом нагружении: из исходного состояния (а) может сформироваться «быстрая» сдвиговая трещина [39], приводящая к быстрому разрушению (б), либо ПС по перколяционному (в) [96] или двухстадийному (г) [65,141,142] механизму, что пока неизвестно. После формирования магистральной ПС по ней идет «медленное» скольжение [38,71] с накоплением микротрещин (д) [19], приводящее к «быстрому» разрушению [38]

Мнения в пользу того или иного сценария разделились, однако в последнее время по количеству «голосов» преобладает двухстадийная модель, которая, к тому же, подтверждается теоретически. Так, Као и соавторы провели моделирование молекулярной динамики локализации сдвига в Cu-Zr МС [142]. В качестве структурной единицы МС был взят икосаэдрический кластер, экспериментально обнаруженный позднее [66]. Результаты моделирования показали, что ПС зарождается на концентраторе напряжений (рисунок 1.33а) в виде спонтанной автокаталитической неустойчивости, распространяющейся со скоростью, близкой к скорости

звука. Структурное разупорядочение предшествует термическому и является причиной падения вязкости и возникновения ПС. После того, как фронт ПС пересекает весь образец, то размягченная структура допускает одновременное скольжение.

Как уже было замечено в п. 1.4.5, в настоящее время прямых экспериментальных подтверждений в пользу того или иного механизма в научной литературе не представлено. Определение механизма формирования ПС важно не только лишь с академической точки зрения. От истинности той или иной модели зависит распределение диссипативной энергии, нагрев и размягчение в ПС, взаимодействие ПС друг с другом и механизм упрочнения и т.д. – все это играет ключевую роль в управлении свойствами и прогнозировании надежности МС. Поэтому определение кинетики формирования ПС является важной задачей.

1.5 Выводы по I главе и постановка задач

Более чем полвека прошло с момента открытия аморфных металлических сплавов. За последние два десятилетия область знаний, связанная с локализованной деформацией МС, существенно расширилась. Это произошло во многом благодаря новейшим методам исследований. На сегодняшний день известно, что:

- МС пластичны в нано-масштабе и обнаруживают хрупкость в макро-масштабе;
- структура МС обладает специфическим ближним порядком: в пределах первой координационной сферы атомы расположены в узлах искаженного икосаэдра;
- Деформация при низких гомологических температурах концентрируется в узких полосах сдвига (ПС);
- толщина ПС составляет ~10 нм;
- структура ПС представляет собой чередующиеся участки повышенной (сжатые) и пониженной (растянутые) плотности размером ~100 нм;
- угол между осью нагружения и окончательно-сформированным сдвигом близок к 45°;
- формирование ПС сопровождается мощными импульсами АЭ, тогда как скольжение в ПС импульсов АЭ не производит;
- поверхность разрушения после сдвига всегда обнаруживает следы плавления;
- скольжение в ПС до разрушения, как правило, не вызывает существенного нагрева;
- ступеньки ПС могут «исчезать», т.е. допустимо скольжение в обратном направлении, что свидетельствует об отсутствии упрочнения;

- несмотря на то, что обычно сдвигообразование не приводит к деформационному упрочнению, в некоторых случаях данный эффект удается получить преимущественно благодаря взаимному пересечению ПС;
- скорость пластического течения в ПС при н.у. составляет $\sim 10^{-3}$ м/с;
- в ПС с увеличением величины смещения образуются микропоры, что приводит к постепенному превращению ПС в трещину, однако на ранней стадии развития ПС сохраняет сплошность;
- скорость разрушения посредством сдвиговой трещины близка к скорости звука и составляет $\sim 10^3$ м/с;
- статистика сбросов напряжения, вызванных ПС, обнаруживает степенное распределение, что характеризует сдвигообразование как лавинообразный процесс само-организованной критичности.

Среди вопросов, пока не нашедших однозначного объяснения, наиболее значимыми и активно обсуждаемыми являются:

1. Каков механизм деформационного упрочнения МС посредством ПС?
2. Какова скорость формирования ПС?
3. Обладают ли ПС дальнедействующим упругим полем?

Ответ на первый вопрос непосредственно зависит от второго и третьего и в силу сложности сам по себе может послужить темой для отдельной работы. Поэтому остановимся на последних двух и сформулируем их в рамках общей цели работы:

Цель работы: экспериментальное выявление статических (упругое поле) и динамических (скорость роста) характеристик полос сдвига в металлическом стекле.

Для достижения цели необходимо подобрать (1) материал исследования, (2) методы исследования и (3) экспериментальное оборудование, позволяющее применить выбранные методы. Проведенный анализ литературы помог оптимально выбрать материал, методы и оборудование.

Материал исследования – МС. Т.к. исследуются фундаментальные механические свойства, то конкретный тип сплава не играет особой роли. Поэтому был выбран аморфный сплав на основе палладия, как наиболее перспективный в силу непревзойденного сочетания прочности и вязкости (п. 1.2).

Первая группа методов необходима для проверки и контроля свойств исследуемого материала: аморфности структуры (рентгеновская дифрактометрия), температурной

стабильности (дифференциальная сканирующая калориметрия) и химического состава (энергодисперсионная спектроскопия), пробоподготовки (электронная и оптическая микроскопия).

Вторая группа методов необходима для получения экспериментальных данных: механическое нагружение образца для формирования ПС с вершиной, остановленной в середине образца (механические испытания на сжатие и изгиб), изображения ПС и их эволюции (высокоскоростная видеосъемка с оптическим увеличением), синхронизация появления ПС и видеозаписи (метод АЭ), исследование рельефа поверхности образцов (электронная и оптическая микроскопия, световая сканирующая интерферометрия).

Третья группа методов необходима для обработки полученных данных: общие вычисления (компьютер), вычисление поля деформации образцов по изображениям (цифровая корреляция изображений), расчет математических моделей (программирование, метод конечных элементов).

Каждый из выше обозначенных методов реализуется на базе отдельной экспериментальной установки, к которым, так или иначе, есть доступ. Исключение составляет компьютер, на базе которого реализуются все методы третьей группы, а также методы, не реализуемые по отдельности, а именно: механические испытания, высокоскоростная видеосъемка, оптическое увеличение и метод АЭ. Для реализации одновременности применения перечисленных методов, было принято решение изготовить испытательный стенд.

Согласно **рабочей гипотезе**, ПС в МС являются дефектами дислокационного типа, а значит обладают дальнедействующими полями напряжения. Следовательно, для подтверждения гипотезы необходимо не только измерить поля деформации ПС, но и математически смоделировать их дислокационный аналог, который должен численно совпадать с оригиналом. Наличие и взаимодействие упругих полей между собой могло бы объяснить такие явления как ветвление, изгиб ПС, а главное – упрочнение МС, механизм которого отсутствует в популярной ныне концепции ЗСТ. Однако, дислокационная гипотеза также должна объяснять явления, непосредственно связанные со структурой ПС, а именно – механизм генерации свободного объема в ПС.

Скорость ПС является ключевым параметром в оценках локального нагрева, а значит и размягчения при локализованной деформации в МС [44]. Кроме того, вопрос скорости ПС связан с вопросом о наличии дальнедействующих полей напряжения ПС. Так, в случае правдоподобности дислокационной гипотезы, скорость ПС должна, с одной стороны быть не менее 1-10 м/с для испускания импульса АЭ, с другой стороны должна иметь ограниченную скорость в силу инертности (массы) дислокации. В связи с этим, измерение скорости ПС также необходимо для подтверждения дислокационной гипотезы.

Таким образом, **основными задачами** данной работы являются:

1. Анализ литературных источников и разработка методов достижения цели.
2. Создание универсального испытательного стенда высокоскоростной микроскопической видеосъемки механических испытаний с синхронизацией видеозаписи и события локализованной деформации (ПС, двойник, трещина) по сигналу АЭ, испускаемому событием.
3. Изготовление и подготовка образцов МС, их механическое испытание с регистрацией видеоданных.
4. Экспериментальное измерение полей абсолютной деформации в вершине ПС и их дислокационная интерпретация.
5. Оценка свободного объема в ПС на основе дислокационной интерпретации.
6. Экспериментальное измерение скорости распространения ПС.

2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Для исследования кинетики ПС и полей деформации в их вершине необходимо предотвратить сквозное прохождение полосой всего образца насквозь. Удержание вершины ПС в материале образца достигается в случае неоднородного, градиентного поля напряжений. Так, ПС, зарожденную на поверхности, в области максимальных напряжений, блокирует область нулевых или пониженных напряжений в середине образца. Необходимый градиента напряжений существует при испытании на изгиб (п. 1.3.1). Однако, в силу малой толщины образцов на изгиб (~1 мм), длины пробега ПС может быть недостаточно для измерения скорости ее перемещения. Кроме того, при испытании на изгиб формируется очень плотная сетка ПС, затрудняющая изучение отдельных полос. В связи с этим было решено провести испытания как изгиб, так и на сжатие образцов с надрезом. Расчет поля напряжений такого образца приведен в п. 2.1.3.

Таким образом, кинетика ПС исследовалась при сжатии и изгибе МС, а поле деформации измерялось только при сжатии, по указанным выше причинам. Для изготовления образцов на сжатие использовалась отливка аморфного сплава $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$, полученная закалкой в медную изложницу в университете г. Осака (Япония) [106]. Для изготовления образцов на изгиб использовался аморфный сплав $Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$ полученный аналогичным способом автором настоящей работы в университете г. Мюнстер (Германия) [143,144]. Технология изготовления отливок и проверки свойств приведена на примере сплава $Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$ в п. 2.1.1 и 2.1.2.

2.1 Изготовление образцов и пробоподготовка

2.1.1 Изготовление отливки

Для изготовления аморфного сплава $Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$ (цифры обозначают атомные проценты) были использованы следующие высокочистые компоненты:

- палладий в слитках по 1 г (99,995% чистоты по массе);
- гранулированный порошок фосфида никеля Ni_2P (99% чистоты по массе).

Расчет и взвешивание компонентов производилось на высокоточных лабораторных весах Sartoris Supermicro с ценой деления 0,1 мкг (рисунок 2.1).



Рисунок 2.1 – Лабораторные весы Sartoris supermicro

Изготовление мастер-сплава.

После взвешивания компоненты помещались в колбу из кварцевого стекла (рисунок 2.2в), которая устанавливалась в индукционную вакуумную печь при помощи держателя (рисунок 2.2б) внутри спирали индуктора (рисунок 2.2в). Вакуумирование производилось последовательно форвакуумным и диффузионным насосом до давления $2 \cdot 10^{-6}$ мбар, после чего в камеру напускался высокочистый аргон (99,99% по массе). Индукционный нагрев производился до температуры 1000°C . После сплавления компонентов в «шарик», дополнительно выполнялась очистка сплава в расплаве борного ангидрида B_2O_3 в условиях, аналогичных сплавлению, в течение часа.

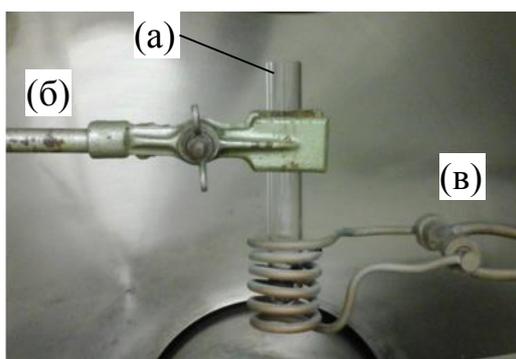


Рисунок 2.2 – Подготовка компонентов к переплавке внутри вакуумной индукционной печи: кварцевая колба с компонентами (а), держатель (б), индуктор (в)

Далее очищенный мастер-сплав помещался аналогично схеме рисунка 2.2, но в специальную кварцевую колбу со щелевым отверстием внизу для выдувания аргоном в медную изложницу (пластина $20 \times 10 \times 1$ мм). Верхняя часть колбы присоединялась к впуску избыточного давления. Выдувание производилось в условиях, аналогичных сплавлению.

2.1.2 Проверка и контроль свойств сплава

Рентгеноструктурный анализ

Для подтверждения отсутствия кристаллической фазы в аморфной структуре сплава использовался рентгеновский дифрактометр «D5000», Siemens (рисунок 2.3а) Рентгеновская дифрактометрия образца сплава производилась в диапазоне двойного угла от 20 до 90° с шагом в 0,04° и временем на каждый шаг 5 с. Полученная дифрактограмма высокой степени рассеянности типична для МС (рисунок 2.3б). «Размытый» максимум наблюдается при двойном угле $2\theta = 42^\circ$. Отсутствие тонких спектральных пиков свидетельствует об отсутствии кристаллической фазы в исследуемом сплаве.

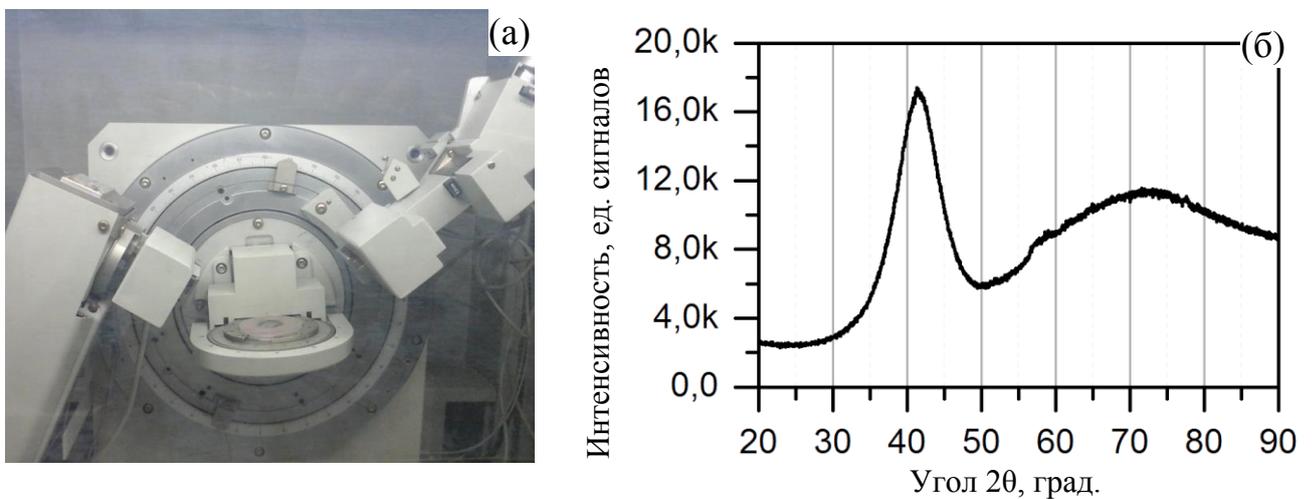


Рисунок 2.3 – Рентгеновский дифрактометр «D5000», Siemens (а) и рентгенограмма аморфного сплава $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ (б)

Энергодисперсионный анализ.

Химический состав сплава контролировался методом энерго-дисперсионной спектроскопии (ЭДС) с помощью рентгеновского детектора, встроенного в сканирующий электронный микроскоп «Nova Nano SEM 230» FEI (рисунок 2.4). Для контроля однородности хим. состава измерение производилось в четырех различных точках образца, затем результаты усреднялись. Исследования сплава на сканирующем электронном микроскопе методом энерго-дисперсионной спектроскопии подтвердили соответствие химического состава заданному, с отклонением не более 0,05% по массе.

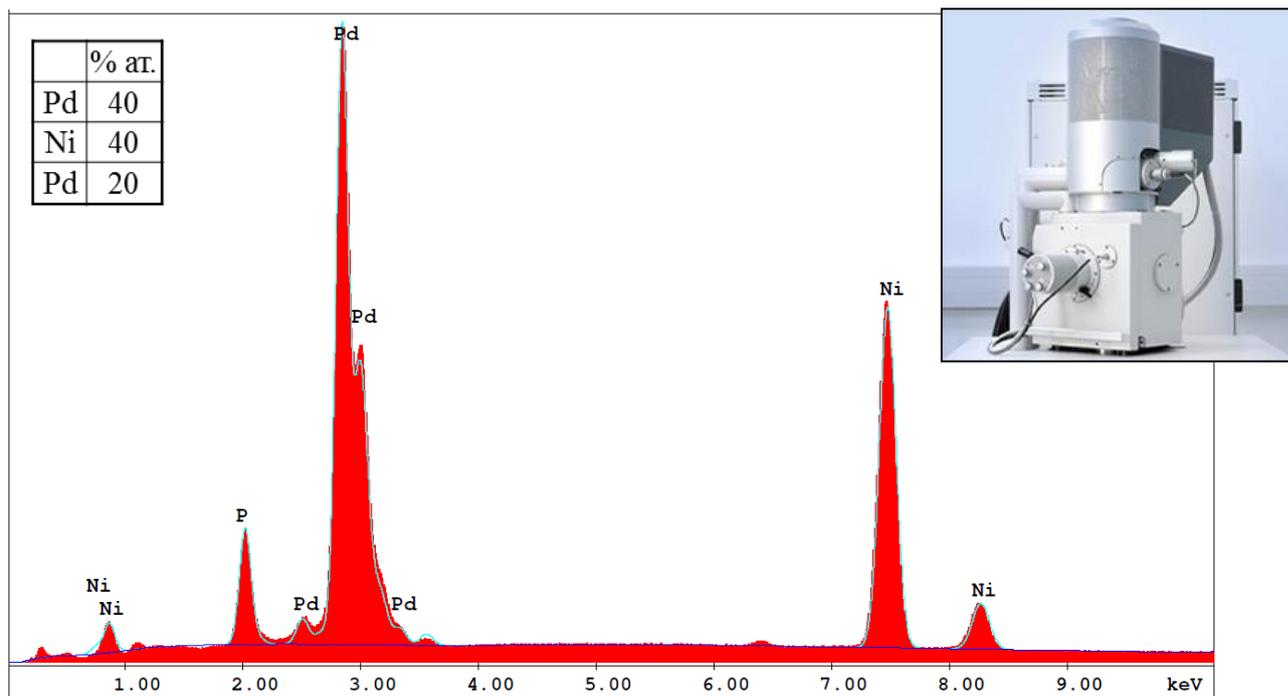


Рисунок 2.4 – Анализ химического состава: энергетический спектр исследуемого сплава, результат анализа (таблица) и сканирующий электронный микроскоп «Nova Nano SEM 230» FEI с приставкой ЭДС (фотография)

Для контроля стабильности сплава вычислялась температура стеклования T_g и кристаллизации T_x при помощи дифференциального сканирующего калориметра "Diamond DSC", Perkin Elmer (рисунок 2.5а). Для калориметрических исследований образец сплава массой ~30 мг запрессовывался в тигель специальным прессом (рисунок 2.5б).



Рисунок 2.5 – Дифференциальный сканирующий калориметр "Diamond DSC", Perkin Elmer (а) и устройство запрессовки образцов для калориметрических измерений (б)

Калориметрические исследования производились на образце массой ≈ 20 мг, запрессованом в мини-тигель. Для вычитания влияния тигля, тепловой поток измерялся одновременно на тигле с образцом и на пустом тигле. Сначала производился нагрев от 30°C до

550 °С, при котором последовательно происходила температурная релаксация, кристаллизация аморфного сплава и образование фаз. Далее производилось медленное охлаждение обратно от 550 °С до 30 °С в термостабильном режиме, т.е. без стеклования. Полученная кривая охлаждения вычиталась из кривой нагрева для того, чтобы убрать вклад внешних тепловых потоков. Результирующая кривая представляет собой зависимость теплового потока, связанного с изменением внутренней структуры, от температуры (рисунок 2.6).

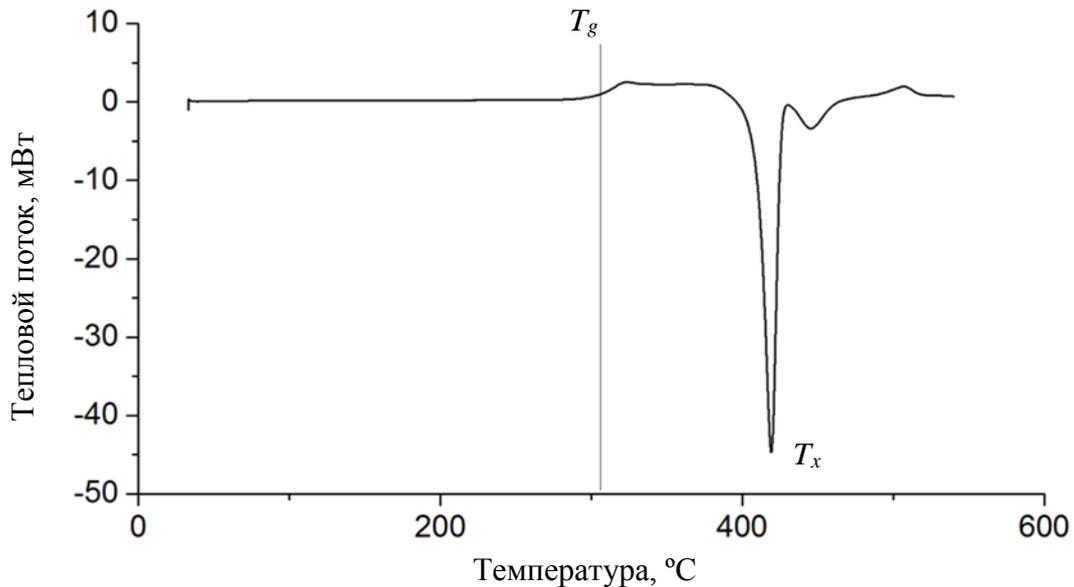


Рисунок 2.6 – Калориметрия аморфного сплава Pd₄₀Ni₄₀P₂₀

При калориметрическом контроле стабильности аморфных металлических сплавов оценивается ширина плато между температурой стеклования и кристаллизации. Температура стеклования T_g – условная величина и определяется, как правило, точкой пересечения кривой и средней линией между двумя экстраполированными плато. Температура кристаллизации T_x определяется как минимум пика кристаллизации. Найденные температуры стеклования и кристаллизации равны 310,25 °С и 419,09 °С соответственно, что дает ширину плато в ≈ 109 °С. Результат более 100 °С свидетельствует о высокой стабильности сплава.

Как уже было отмечено, отливка аморфного сплава Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ была получена аналогичным способом, включая описанные процедуры измерения и контроля свойств [106].

2.1.3 Подготовка образцов

Подготовка образцов на сжатие

Стержень квадратного сечения 2,66×2,66 аморфного сплава Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ нарезался электроискровым методом на параллелепипеды с высотой 5,5 мм. Для того чтобы локализовать ПС в поле зрения оптической системы наблюдения, в подготовленном для сжатия параллелепипеде электроискровым способом (рисунок 2.8а) были сделаны радиальные надрезы

(рисунок 2.7а). Конечно-элементное моделирование упругого сжатия образца такой формы показало, что максимальные напряжения сжатия сосредоточены в вершине радиального надреза в области размером $\sim 0,5 \times 0,5 \text{ мм}^2$ (рисунок 2.7б), что является максимально удобным для наблюдения in-situ (рисунок 2.7в).

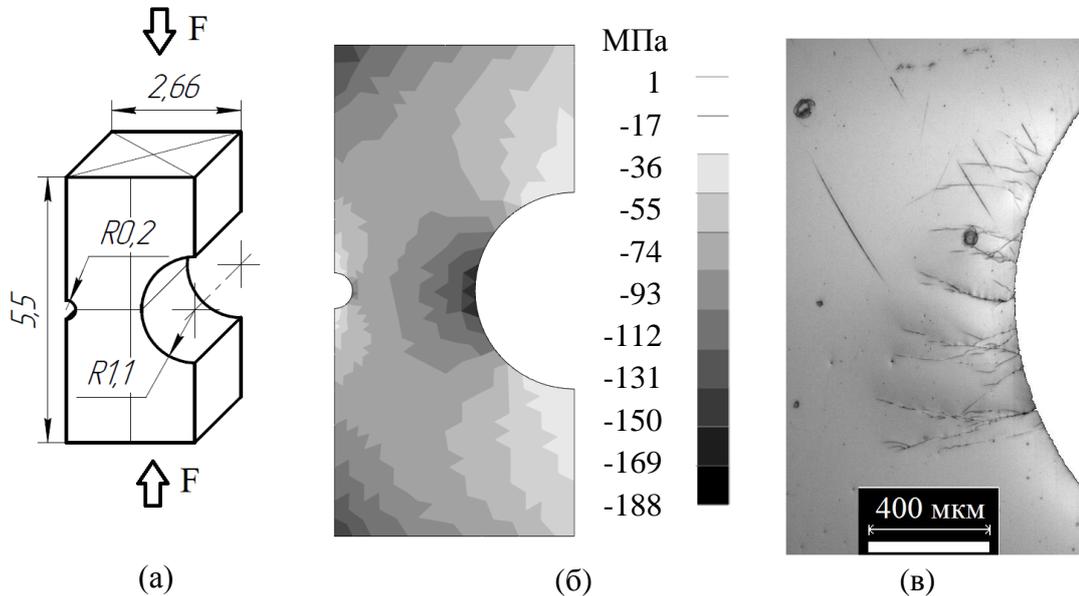
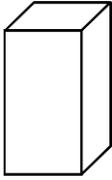
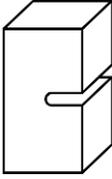
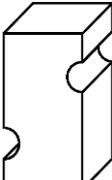
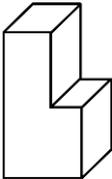
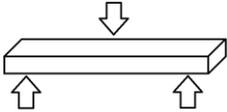


Рисунок 2.7 – Образец на сжатие: чертеж образца (в мм) и направление прилагаемой силы F (а); теоретический расчет напряжений в конечно-элементной модели образца при сжатии силой 1 кН (б); оптическое изображение образца с ПС в области максимальных напряжений во время испытания на сжатие (в) [145]

Подготовка образцов на изгиб из слитка $20 \times 10 \times 2$ аморфного сплава $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ производилась на прецизионной алмазной дисковой пиле (рисунок 2.8б) путем плоскопараллельной с шагом в 1 мм. Таким образом были получены образцы на 3-х точечный изгиб с размерами $10 \times 2 \times 1$.

Кроме образцов, описанных выше, были дополнительно испытаны образцы нескольких разных форм с целью (1) получения максимальной длины заблокированной в образце ПС, (2) максимальной локализации ПС или (3) наблюдения чистой краевой компоненты сдвига. Всего было испытано 16 образцов, однако полезные экспериментальные данные удалось получить лишь на некоторых из них (таблица 2.1). Причиной тому послужила высокая сложность проведения и воспроизводимости эксперимента, в силу того, что локализованная нестабильная деформация является априори стохастическим (вероятностным) процессом. Несмотря на все возможные предпринятые меры по локализации ПС во времени и пространстве. Поэтому успешное наблюдение ПС в значительной мере сопряжено с удачей.

Таблица 2.1 – Основные характеристики исследованных образцов

№	Форма образца	Параметры	Результат	Комментарии
1		Pd ₄₀ Cu ₃₀ Ni ₁₀ P ₂₀ 2,66×2,66×5,5 мм ³ 2 шт.	–	Разрушение происходит одновременно с возникновением первого сдвига
2		Pd ₄₀ Cu ₃₀ Ni ₁₀ P ₂₀ 2,66×2,66×5,5 мм ³ надрез диаметром 0,25 мм, 1 шт.	–	Слишком сильная концентрация напряжения – преждевременное разрушение
3		Pd ₄₀ Cu ₃₀ Ni ₁₀ P ₂₀ 2,66×2,66×5,5 мм ³ надрезы диаметром 1,1 мм, 0,2 мм, 6 шт.	+	Оптимальная концентрация напряжения, формирование стабильных длинных и хорошо разнесенных ПС
4		Pd ₄₀ Cu ₃₀ Ni ₁₀ P ₂₀ 2,66×2,66×5,5 мм ³ надрезы диаметром 0,6 мм, 1 шт.	–	Разрушение происходит одновременно с возникновением первого сдвига
5		Pd ₄₀ Cu ₃₀ Ni ₁₀ P ₂₀ 2,66×2,66×5,5 мм ³ прямоугольный вырез на 0,9 мм, 3 шт.	+	Локализация деформации отсутствует, однако удалось получить снимки краевого сдвига
6		Pd ₄₀ Ni ₄₀ P ₂₀ 10×2×1 мм ³ 3 шт.	+	Отличная локализация деформации, но ПС расположены очень плотно

Механическая подготовка

После вырезания, образцы заливались в пластмассу, а затем шлифовались и полировались до зеркального блеска (рисунок 2.8в) в механизированной полировальной машине TegraPol 11 (рисунок 2.8г). Финальная стадия полировки контролировалась на наличие загрязнений, пор и

прочих дефектов при помощи оптического микроскопа. Далее образец аккуратно извлекался из заливочной пластмассы.

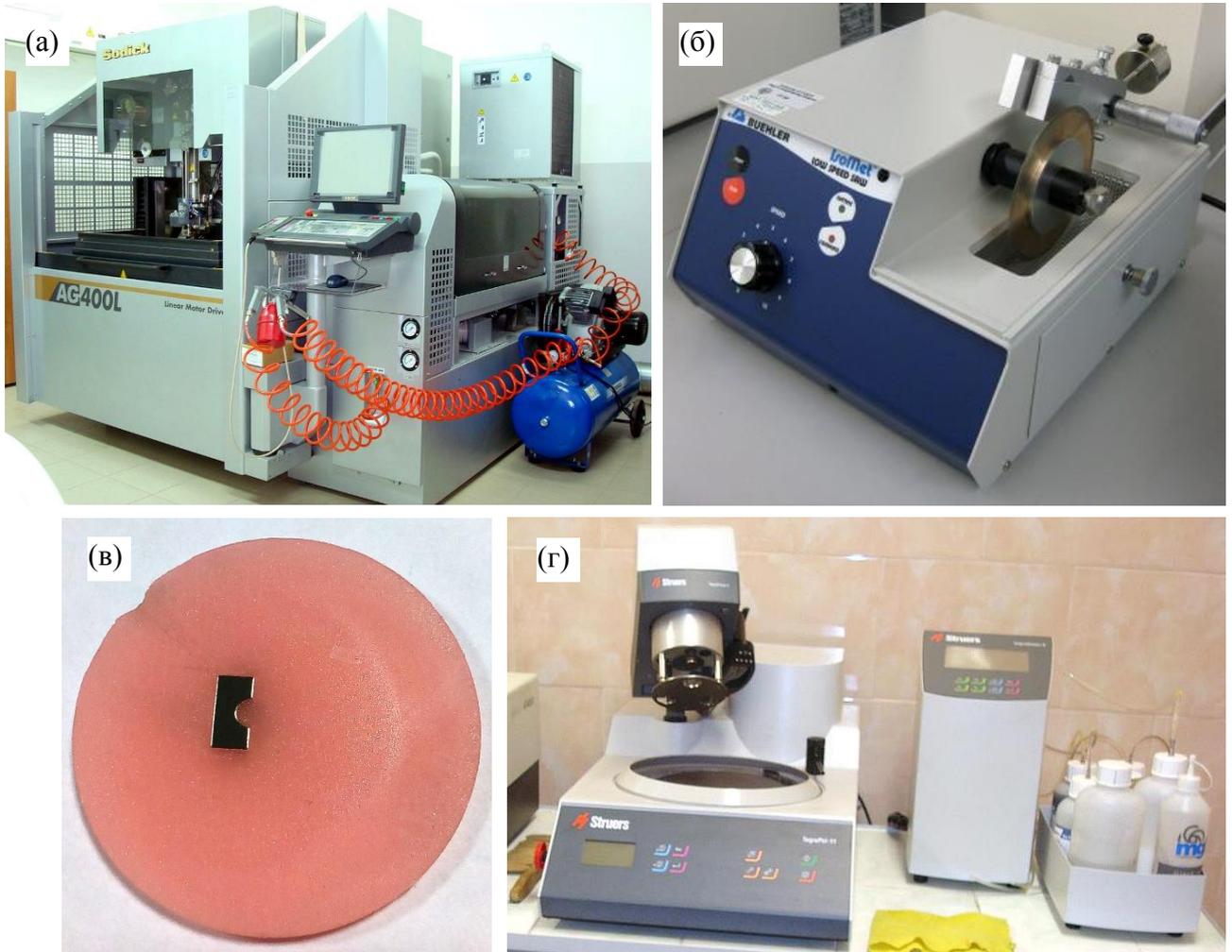


Рисунок 2.8 – Механическая пробоподготовка: алмазная дисковая пила Isomet Buehler (а), Электроискровой проволочно-вырезной станок Sodick AG400L LN2W (б), полировальная модульная система TegraPol 11 Struers (б) и полированный образец на сжатие, залитый в пластмассу (г)

2.2 Используемое оборудование

Интересующее нас сдвигообразование в МС, как и дислокационное скольжение или двойникование, относится к классу явлений, которые:

- 1) являются быстропротекающими, т.е. время их эволюции ограничено милли- и микросекундами;

- 2) являются стохастическими, т.е. точное время их возникновения предсказать невозможно;
- 3) являются локальными, т.е. их размер ограничен милли- и микрометрами.

Это означает, что для успешного выполнения цели работы необходимо создать испытательный комплекс, отвечающий следующим требованиям:

1) Возможность механического нагружения образцов на сжатие, растяжение и изгиб с высокой точностью.

2) Возможность высокоскоростной регистрации видеоданных в процессе испытаний (необходимость высокоскоростной регистрации связана с высокой скоростью процессов деформации).

3) Возможность регистрации видеоданных высокого разрешения (увеличения) в процессе испытаний (необходимость высокого разрешения связана с локализацией деформации на микроуровне).

4) Возможность сбора информации АЭ в процессе испытаний (АЭ непосредственно связана с деформацией, т.к. источниками АЭ служат сами источники деформации).

Некоторые требования, описанные выше (например, возможность испытаний на растяжение), необязательны для выполнения данной работы. Однако, испытательный стенд проектировался как универсальное устройство исследования различных конструкционных материалов с возможностью in-situ регистрации оптических и акустических данных высокого разрешения. В этом отношении, разработка универсального испытательного стенда (УИС) выходит за рамки данной работы, что абсолютно оправдано с экономической, практической и исследовательской точек зрения. В настоящее время УИС, доказав свою эффективность и оригинальность в качестве исследовательского оборудования [146,147], активно используется в различных исследовательских проектах, в т.ч. для исследования деформационных процессов в магнии и магниевых сплавах [148–150].

Для создания УИС было подобрано оборудование, удовлетворяющее вышеперечисленным требованиям:

- 1) Микро-испытательная приставка сжатия-растяжения-изгиба с высокоточным электромеханическим приводом и нижним пределом скорости деформации 0,1 мкм/с (п. 2.2.1).
- 2) Высокоскоростная видеокамера со скоростью съемки до 120 000 кадров/с (п. 2.2.2)
- 3) Модульная оптическая система с максимальным разрешением ~1 мкм/пиксель (п. 2.2.3).

4) Быстрый многоканальный модуль сбора информации акустической эмиссии (АЭ) с возможностью беспороговой записи сигнала (п. 2.2.4).

Далее приведено краткое описание перечисленного оборудования и его основные характеристики.

2.2.1 Микро-испытательная приставка сжатия-растяжения-изгиба.

В качестве микро-испытательной приставки сжатия-растяжения-изгиба была выбрана испытательная машина Kammrath&Weiss (K&W) GmbH, Германия (рисунок 2.9). При испытании на растяжение образец фиксируется в специальных зажимах (микротисках), Конструкция зажимов позволяет позиционировать образцы разной толщины строго по оси нагружения. Сигналы управления от контроллера подаются через соединительный блок на электродвигатель.

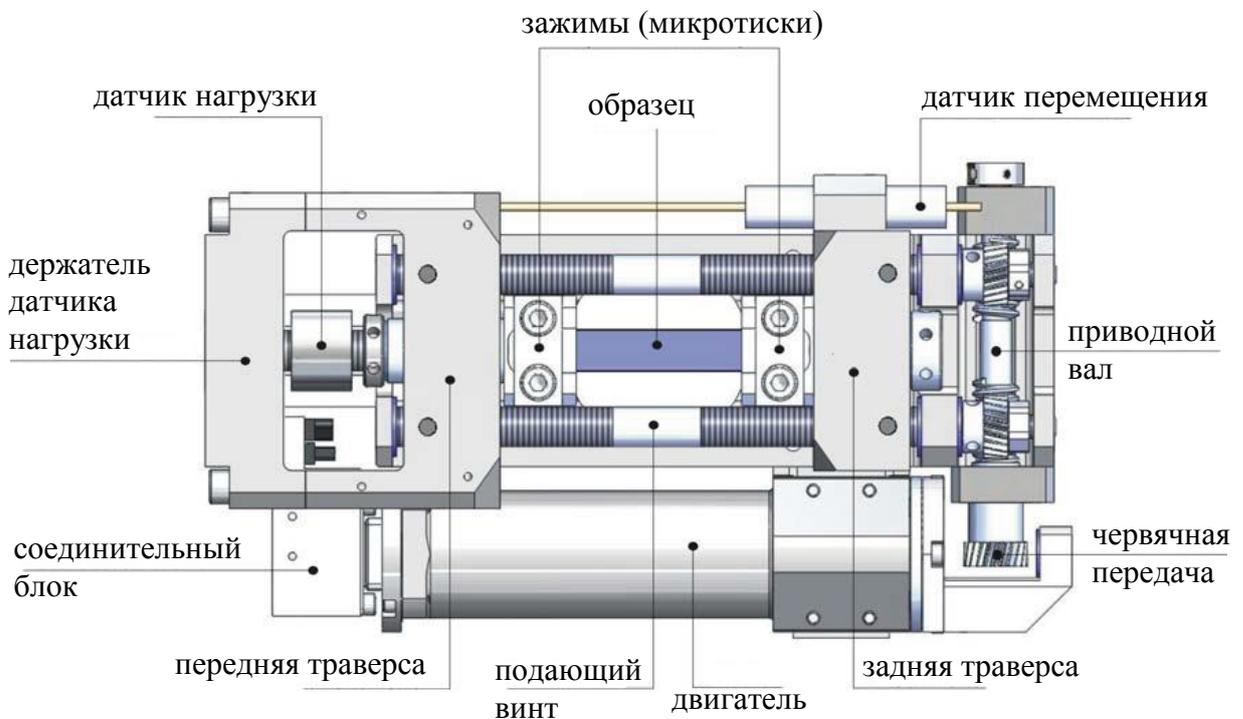


Рисунок 2.9 – Основные элементы испытательной машины Kammrath&Weiss

Электродвигатель, вращаясь, передает крутящий момент на приводной вал через червячную передачу. От приводного вала вращение передается снова через червячную передачу на подающие винты с противоположной резьбой. Подающие винты, вращаясь в противоположные стороны, ввинчиваются (или вывинчиваются) в траверсы, передавая тем самым усилие на зажимы, которые жестко присоединены к траверсам. Значения величин перемещения и нагрузки регистрируются специальными датчиками и через соединительный блок передаются на контроллер. Поддачи нагрузки механически через две последовательные

червячные передачи обеспечивает высокую плавность и точность (по сравнению с гидравлическими испытательными машинами), что чрезвычайно важно для микроисследований.

В подавляющем большинстве случаев подача нагрузки в испытательных машинах осуществляется через одну траверсу, тогда как вторая остается неподвижной (рисунок 2.10а). Вследствие этого, центр образца перемещается вслед за подвижной траверсой. Это крайне затрудняет видеосъемку с высоким увеличением, т.к. поле съемки постоянно «убегает» из кадра делая сравнительный анализ структуры «до» и «после» невозможным. В используемой испытательной машине перемещение траверс подающими винтами через резьбовое соединение происходит симметрично относительно центра образца. Благодаря этому центр образца не изменяет своего положения при испытании, что исключительно важно для видеосъемки с высоким увеличением (рисунок 2.10б).

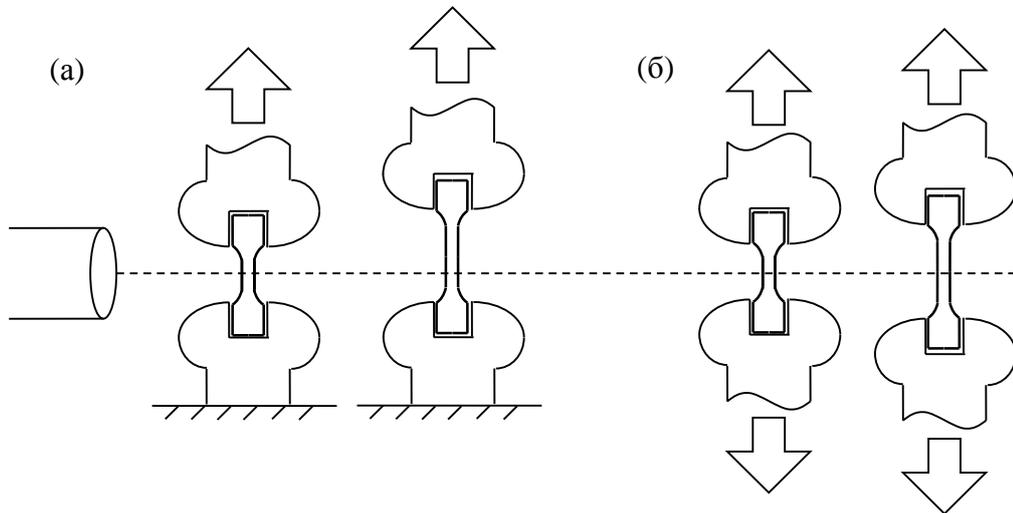


Рисунок 2.10 – Схема нагружения образца стандартным (а) и симметричным способом (б)

Несмотря на то, что испытательная машина изначально спроектированная для работы внутри колонны электронного микроскопа, ее параметры идеально подходят для *in-situ* оптических наблюдений (таблица 2.2). Благодаря компактности и малому весу машина может быть легко установлена в нужном положении, а максимальное развиваемое усилие до 1 тонны позволяет испытывать такие высокопрочные материалы, как МС.

Таблица 2.2 – Основные технические характеристики испытательной машины Kammrath&Weiss

Характеристика	Значение
Вес модуля	2,4 кг
Габариты модуля	250×160×50 мм
Максимальная нагрузка	10 кН
Максимальная дальность перемещения	± 6 мм симметрично (общая длина 12 мм)
Диапазон скоростей перемещения	от 0,1 до 20 мкм/с.
Тип подачи перемещения	Симметричный, электромеханический
Мощность электродвигателя	20 Вт
Датчик перемещения	Дифференциальный трансформатор (LVDT)
Датчик нагрузки	Тензометрический (DMS)

Базовые (поставляемые фирмой изготовителем) захваты для образцов на растяжение (рисунок 2.11а) и изгиб (рисунок 2.11б) не позволяют производить испытания на сжатие и изгиб МС. Поэтому, необходимая оснастка была спроектирована и изготовлена собственноручно. В изготовленных нижнем и верхнем захватах (чертежи приведены в приложении 1 и 2) выполнены квадратные пазы 12×12. В пазы вставляются либо плитки карбида вольфрама, между которыми устанавливается образец на сжатие (рисунок 2.11в), либо оснастка для трехточечного изгиба, чертеж которой приведен в приложении 3.

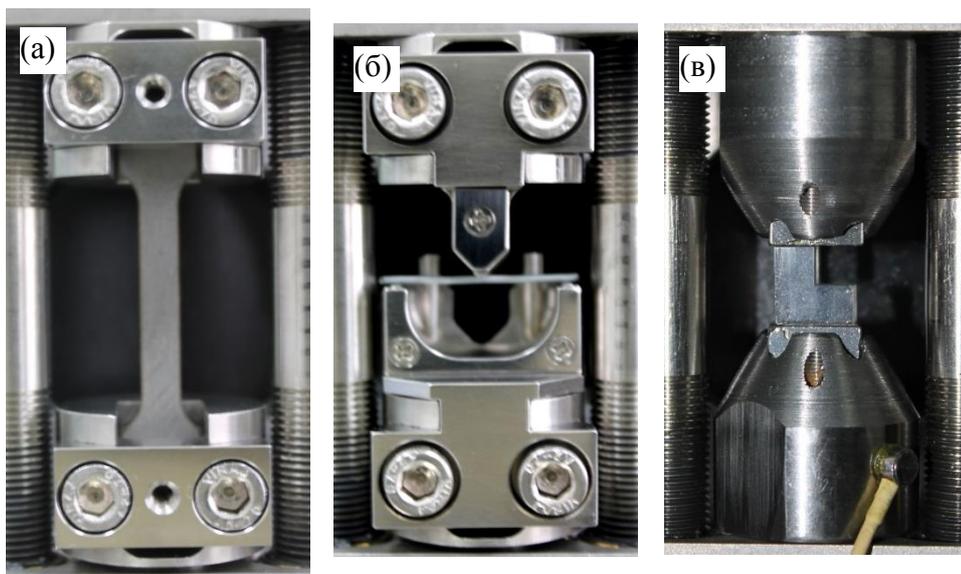


Рисунок 2.11 – Захваты для испытательной машины К&W. Оригинальные на растяжение (а), изгиб (б) и изготовленные собственноручно с пазом для датчика АЭ на сжатие (в)

Несмотря на то что испытательная машина устанавливается в вертикальном положении, оснастка сжатия/растяжения удерживается в пазах захватов консистентной смазкой, которая гидростатически выравнивает передачу нагрузки.

2.2.2 Оборудование для видеозаписи

Для высокоскоростной видеосъемки была выбрана японская видеокамера Photron FASTCAM SA3 (рисунок 2.12), отличающаяся высокой стабильностью, надежностью и долговечностью. Основные характеристики камеры указаны в приложении 4. Для максимально эффективной и удобной работы видеокамере FASTCAM требуется компьютер. Специализированное программное обеспечение позволяет настраивать все необходимые параметры видеозаписи (яркость, контраст, гамма, экспозиция, цифровое усиление, формат вывода и т.д.). Т.к. высокоскоростная видеосъемка требует больших объемов памяти (гигабайты в секунду), запись производится на внутреннюю память камеры, а уже затем, после остановки записи, пользователь выбирает данные для сохранения на жесткий диск компьютера. Память видеокамеры ограничена 4 Гб, поэтому выбор режима съемки — это всегда компромисс между частотой съемки (до 120 000 кадров/с), разрешением (максимум 1 мегапиксель) и длительностью записи (1-10 с) (приложение 5).



Рисунок 2.12 – Внешний вид высокоскоростной видеокамеры Photron FASTCAM SA3

Для синхронизации исследуемого явления и видеозаписи необходим т.н. триггер-сигнал, который должен быть связан с исследуемым процессом. При видеосъемке механических испытаний в качестве такого сигнала обычно используется сброс нагрузки [35]. Этот метод эффективен при исследовании крупных магистральных ПС, скольжение в которых дает сброс в несколько Ньютонов. На стадии зарождения ПС сброс нагрузки, как правило, на порядки ниже, что слишком мало для детектирования. Для того, чтобы система была чувствительной к самым малым упругим явлениям в материале, было принято решение использовать в качестве триггер-сигнала импульс АЭ (подробнее в п. 2.2.4).

Еще одна сложность, всегда сопутствующая высокоскоростной видеосъемке – недостаток освещения объекта. Количество необходимого света растет пропорционально частоте съемки, т.к. чем больше регистрируется кадров в секунду, тем меньше остается времени на экспозицию каждого кадра. В случае съемки микрообъектов проблема только усугубляется: большое оптическое увеличение требует большого уровня освещения, сосредоточенного на малой площади. Малые фокусные расстояния (порядка 40 мм) и перпендикулярность плоскости образца оптической оси (в связи с малой глубиной фокуса) делают внешнее освещение совершенно непригодным к использованию. Решение данной проблемы – использование мощного источника света, подающегося непосредственно на оптическую ось (коаксиальное освещение, используемое в микроскопах) – описано в п. 2.2.3.

Для экспериментов, требующих непрерывной длительной видеосъемки с невысокой скоростью есть возможность заменить видеокамеру Photron на видеокамеру Pike F-100 (рисунок 2.13). Данная видеокамера имеет разрешение 1 мегапиксель и скорость съемки до 60 кадров в секунду с полным разрешением, что позволяет производить запись непосредственно на жесткий диск компьютера. Таким образом, длительность записи ограничена лишь объемом жесткого диска и измеряется десятками часов.



Рисунок 2.13 – Внешний вид видеокамеры Pike F-100, Allied Vision Technologies, Германия

2.2.3 Микроскопическая система наблюдения

В качестве микроскопической системы наблюдения была выбрана оптическая система «Navitar Zoom 6000», США, специально разработанная для исследований при высоких увеличениях. Признанный в качестве отраслевого стандарта, универсальный зум-объектив (рисунок 2.14) в сборке дает увеличение традиционного микроскопа (до 45х). Он легко интегрируется и настраивается под конкретную задачу. По сравнению с конкурентами, система «Navitar Zoom 6000» обеспечивает непревзойденную оптическую производительность, повторяемость и механическую адаптивность.



Рисунок 2.14 – Зум-объектив оптической системы «Navitar Zoom 6000» с регулировкой увеличения от 0,7X до 4,5X

Данная оптическая система является модульной, что обеспечивает ей универсальность и широкий диапазон характеристик в зависимости от компоновки. Схема возможной компоновки представлена на рисунке 2.15. С помощью универсального «С» крепления система монтируется на практически любое видео и фото-устройство. Далее присоединяется адаптер нужного увеличения, к которому крепится главная часть системы - зум-объектив. Зум-объектив имеет встроенную регулируемую диафрагму (переменного сечения), регулируемое увеличение от 0,7X до 4,5X и разъем для внутреннего коаксиального освещения. Опционально на зум-объектив можно поставить линзу для дополнительного увеличения. Систему внешнего освещения, состоящую из кольцевого осветителя и линзы Френеля, есть смысл устанавливать для фокусных расстояний более 50 мм.

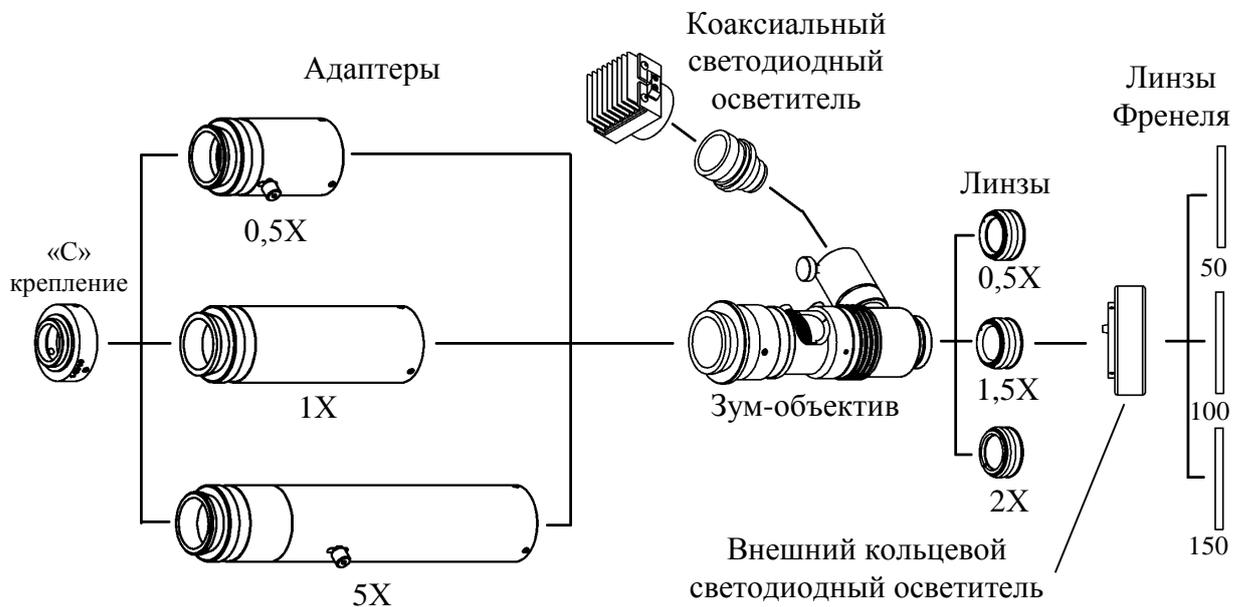


Рисунок 2.15 – Схема возможной компоновки системы «Navitar Zoom 6000», где 50, 100 и 150 – рабочее расстояние линз Френеля

Варьируя адаптеры, линзы и увеличение зум-линзы, можно выбрать набор параметров, который будет оптимальным для конкретной задачи (приложение 6). Однако, базовые характеристики, приведенные в приложении 6, рассчитаны только для оптической модульной

системы без учета влияния видеокамеры. Измерение истинного масштаба получаемых цифровых изображений было проведено на объект-микрометре с ценой деления 10 мкм и приведено в приложении 7. Масштаб при использовании уменьшающих элементов ($<1\times$) не приведен, т.к. их использование нецелесообразно. Также нецелесообразно компоновать систему с получением масштаба меньше оптического разрешения, т.е. $<1,17$ мкм / пиксель, т.к. увеличения разрешающей способности при этом не происходит.

Несмотря на свою универсальность, система освещения «Navitar Zoom 6000» не предназначена для высокоскоростной видеосъемки микрообъектов. Оригинальный коаксиальный светодиодный осветитель мощностью 3 Ватта (рисунок 2.16а) справляется со своей задачей при съемке лишь до нескольких тысяч кадров в секунду. Т.к. для исследования локализованных процессов деформации необходима максимально возможная скорость съемки, исчисляемая десятками тысяч кадров в секунду, был сконструирован более мощный коаксиальный осветитель (рисунок 2.16б) со светодиодом мощностью 50 Ватт и световым потоком 4750 люмен.

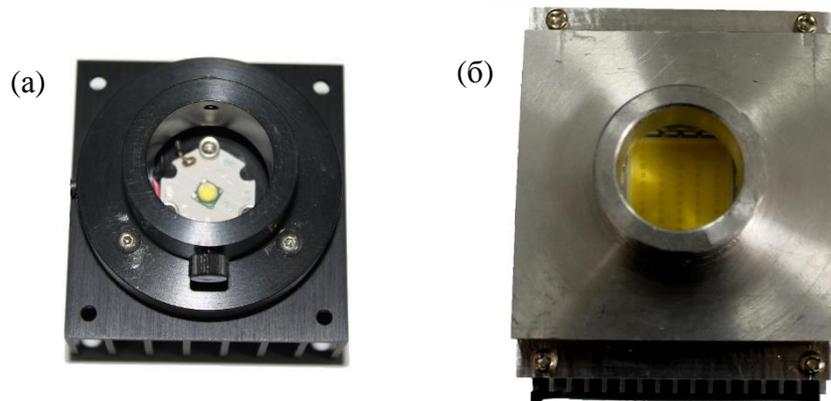


Рисунок 2.16 – Коаксиальные светодиодные осветители: оригинальный, мощностью 3 Вт (а) и сделанный собственноручно, мощностью 50 Вт (б)

Варьирование параметров видеосъемки необходимо для нахождения компромисса между цифровым разрешением, оптическим разрешением, скоростью съемки и освещенностью. Практика показала, что для высокоскоростной видеосъемки оптимальным является применение адаптера $1\times$, позволяющего достичь разрешение, близкое к максимальному, при этом сохраняя достаточную освещенность объекта.

2.2.4 Многоканальный модуль сбора информации акустической эмиссии (АЭ)

Как уже было описано в п. 1.3.6, метод АЭ является чрезвычайно чувствительным при исследовании локальных быстрых механических перестроек в материале. Способность регистрировать нормальные смещения поверхности величиной до 10^{-14} м и длительностью менее

1 мкс делает метод АЭ особенно привлекательным для мониторинга таких деформационных процессов в реальном времени, как дислокационное скольжение, механическое двойникование или фазовое превращение [151,152]. Так как метод дает АЭ только косвенную информацию о микроструктурных изменениях, эффективным является совмещение регистрации АЭ и видеоданных [153]. Кроме возможности регистрировать данные АЭ, в УИС сигнал АЭ также используется для синхронизации видеозаписи с событием – необходимость синхронизации описана в п. 2.2.2.

В качестве многоканального модуля сбора информации АЭ была выбрана система «ЭЯ-2» (рисунок 2.17), основные характеристики которой приведены в приложении 8.



Рисунок 2.17 – Акустико-Эмиссионная система «ЭЯ-2» в комплекте с предусилителем MSAE-FA010.

Система «ЭЯ-2» разработана специалистами Тольяттинского Государственного Университета и предназначена для автоматизации проведения экспериментов и испытаний с регистрацией акустической эмиссии в области физики прочности и пластичности, материаловедения, трибологии, металлообработки, диагностики оборудования и неразрушающего контроля. Система позволяет записывать, сохранять и анализировать данные АЭ, а также (при необходимости) другие параметры эксперимента, например, нагрузку, деформацию, силу трения и т.д. Отличительные особенности системы:

- возможность беспороговой записи акустико-эмиссионных данных и их анализ;
- акцент на анализ спектральных характеристик сигналов АЭ;
- возможность автоматической кластеризации (группирования) сигналов АЭ по любым параметрам.

Регистрация потока АЭ производилась беспороговым образом с помощью широкополосного (200–750 кГц) пьезоэлектрического датчика Pico (PAC). Сигнал от датчика подавался на предварительный усилитель MSAE-FA010 или PAC 2/4/6. Датчик АЭ надежно прикреплялся к захвату в непосредственной близости от образца (рисунок 2.11в). Импульс АЭ, создаваемый событием локализованной деформации (рисунок 2.18а), усиливался на 20-60 дБ предусилителем PAC 2/4/6. Затем переносился на плату сбора данных PCI-2 (Physical Acoustics Corp., США) с 18-битным разрешением амплитуды. Когда на плату поступает импульс АЭ с амплитудой выше заданного порога (50 мВ, рисунок 2.18а), плата генерирует стандартный TTL (транзисторно-транзисторный логический) – совместимый сигнал на порту ввода-вывода. Этот сигнал может использоваться для запуска или прекращения видео записи. Встроенная буферная память камеры перезаписывается в бесконечном цикле. Триггерный импульс, создаваемый источником АЭ (микротрещина, двойникование, полоса сдвига и т.д.), блокирует процесс перезаписи памяти. Таким образом, кадры изображения, которые зафиксировали интересующий динамический процесс, сохраняются в памяти и могут быть переданы в блок ПК (рисунок 2.17).

Типичный сигнал АЭ, возникающий в результате быстрой релаксации напряжений в твердом теле, представлен на рисунке 2.18. Время нарастания сигнала АЭ, характеризующее динамику в месте расположения источника, обычно составляет 2-20 мкс. Временная задержка между появлением сигнала и пересечением им порога детектирования находится в диапазоне от 1 до 10 мкс в зависимости от настроек (рисунок 2.18б). Эта временная задержка контролирует точность синхронизации между интересующим событием и сигналом запуска. При видеосъемке со скоростью 10^5 к/с, длина кадра составляет 10 мкс. В этом случае задержка синхронизации в несколько мкс вполне приемлема.

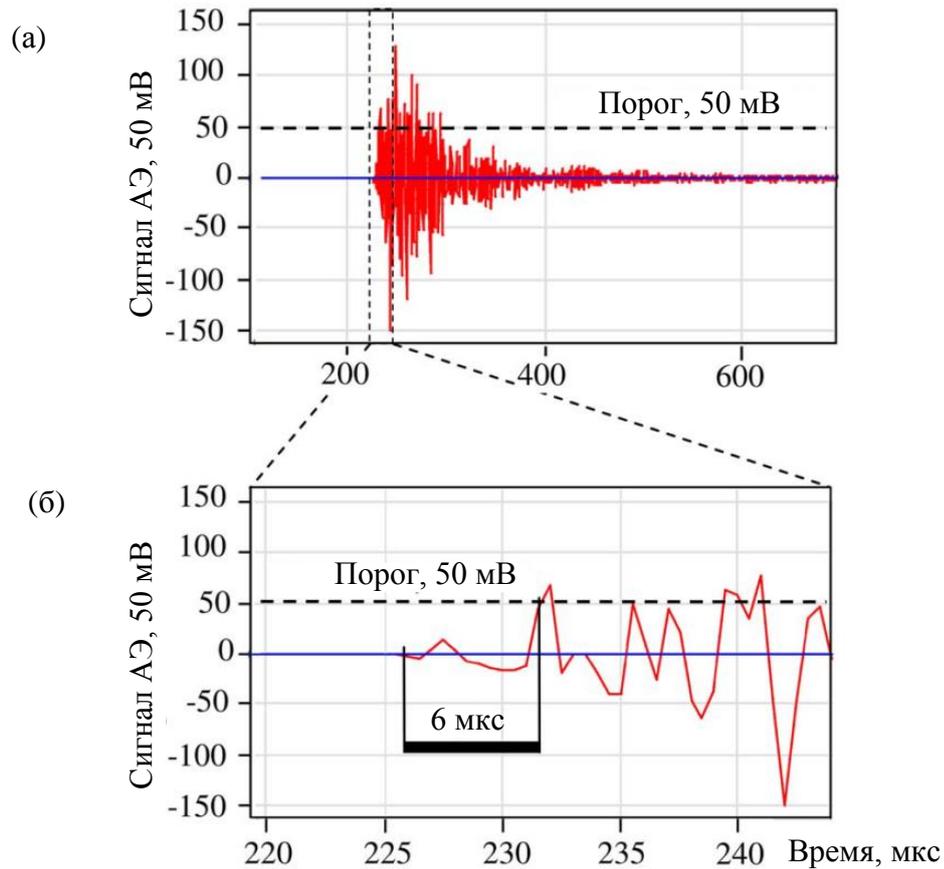


Рисунок 2.18 – Типичный сигнал АЭ, генерируемый механическим двойником в чистом магнии (а) и его начальная часть (б). Пороговый уровень, который используется для запуска камеры, обозначен пунктирной линией, и первое пересечение сигнала хорошо видно на (б) [146]

2.2.5 Универсальный испытательный стенд и алгоритм проведения испытаний

Универсальный испытательный стенд (УИС) можно условно разделить на два блока:

1. Блок управления (рисунок 2.19а, левая часть), состоящий из компьютера №1, ЭЯ-2 на базе компьютера №2, контроллера машины K&W и контроллера осветителя.
2. Испытательный блок (рисунок 2.19б), состоящий из машины K&W, видеокамеры, осветителя, оптической системы.

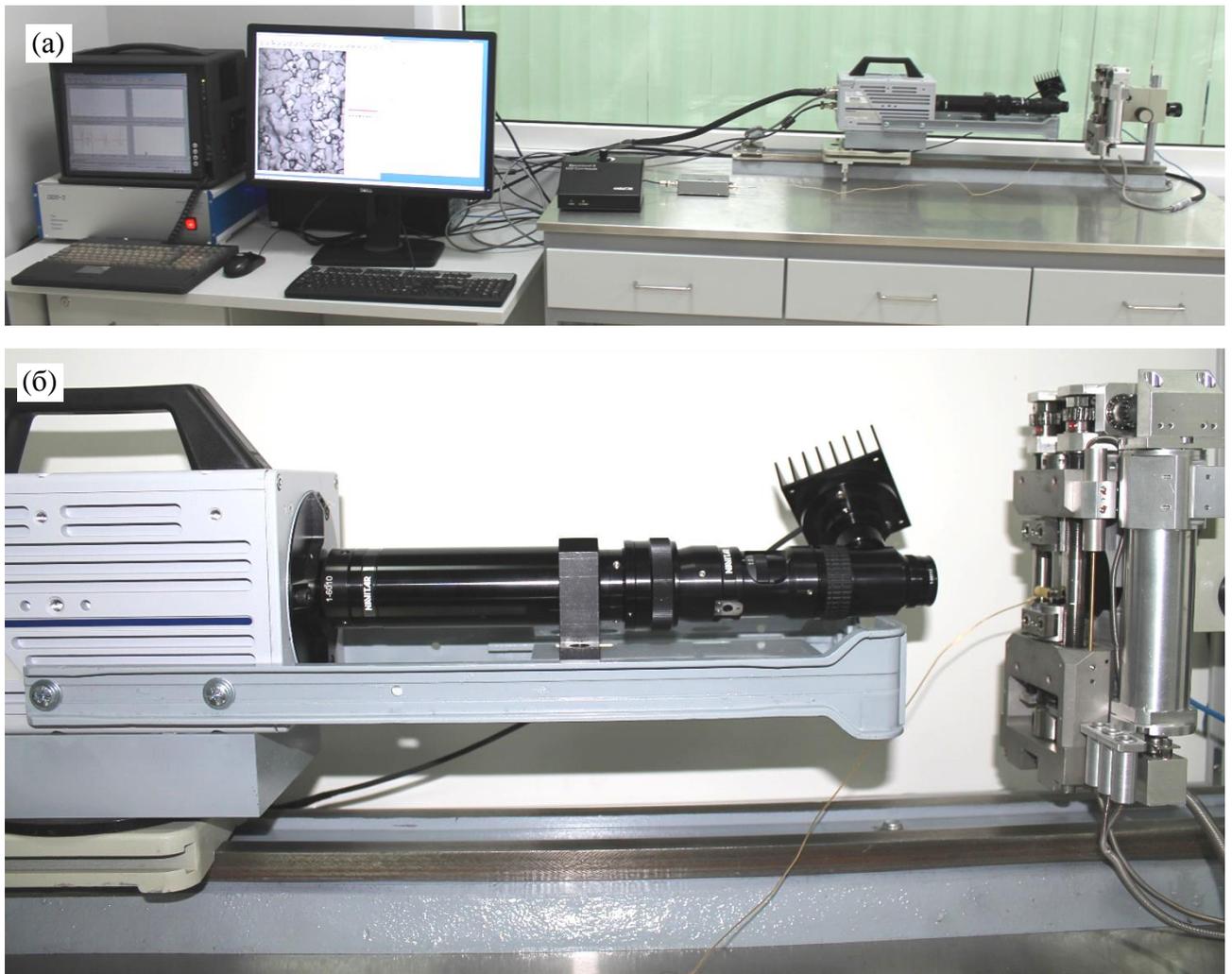


Рисунок 2.19 – Универсальный испытательный комплекс: фотография общего (а) и детального вида (б)

Схема УИС приведена в приложении 9. Рассмотрим оба блока УИС подробнее.

Испытательный блок

Элементы испытательного блока собраны в единую жесткую систему на оптическом рельсе, установленном на виброустойчивом верстаке. Исследуемый образец фиксируется в зажимах испытательной машины, которая установлена вертикально на специальном держателе. Держатель, надетый на шток, имеет относительно последнего две степени свободы – поступательную и вращательную (отмечено черными стрелками на схеме). Оптическая система устанавливается на видеокамеру при помощи «С» крепления и дополнительно фиксируется на сконструированной оптической опоре во избежание провисания. Через специальный разъем в оптику коаксиально подается освещение. Видеокамера установлена на поворотной платформе и имеет вращательную степень свободы относительно опоры. Опора свободно перемещается по оптическому рельсу, с которым имеет соединение «ласточкин хвост». Оптический рельс жестко закреплен на верстаке. Видеокамера и испытательная машина ориентируются друг относительно

друга так, чтобы оптическая ось, проходящая через оптическую систему, падала перпендикулярно плоскости исследуемого образца. Данная процедура производится вручную и контролируется с помощью видеокамеры, транслирующей видеосигнал в реальном времени на экран компьютера №1. По достижении четкого изображения в нужной локации все степени свободы жестко закрепляются фиксирующими винтами. Преобразователь (датчик) АЭ устанавливается на образец и соединяется кабелем с АЦП системы ЭЯ-2 через предусилитель.

Блок управления

- Управление электродвигателем испытательной машины и регистрация данных с датчиков нагрузки и перемещения осуществляется программно с помощью компьютера № 1 через специальный контроллер.
- Управление видеокамерой и регистрация видеоданных осуществляется программно с помощью компьютера № 1 напрямую.
- Управление мощностью освещения регулируется контроллером.
- Управление настройками регистрации сигнала АЭ и сигнала триггера, подающегося на видеокамеру, производится при помощи системы ЭЯ-2.

Подготовка к работе на УИС

1. Постановка задач эксперимента: измерение скорости ПС и поля деформации ПС.

1.1 Выбор метода нагружения:

- измерение поля деформации ПС: сжатие
- измерение скорости ПС: сжатие и изгиб.

1.2 Выбор видеокамеры и метода съемки:

- измерение поля деформации ПС: видеокамера Pike, скорость съемки 60 к/с при масштабе 2,16 мкм/пиксель;
- измерение скорости ПС: видеокамера Photron, скорость съемки 6000 – 25000 к/с. при масштабе 2 – 4,5 мкм/пиксель.

2. Подготовка образца:

- измерение поля деформации ПС: без обработки поверхности для ЦКИ (подробнее в п. 2.3);
- измерение скорости ПС: полировка до зеркального блеска.

3. Установка выбранной видеокамеры.

4. Компоновка и монтаж выбранной оптической системы с оригинальным осветителем.

5. Установка захватов в испытательную машину и оснастки на сжатие / изгиб.
6. Крепеж ПАЭ к захвату.
7. Установка образца в оснастку.
8. Взаимная ориентировка видеокамеры и испытательной машины с последующей жесткой фиксацией.
9. Установка системы освещения
 - измерение поля деформации ПС: 3-Ваттный осветитель;
 - измерение скорости ПС: 50-Ваттный осветитель.
10. Настройка триггер-сигнала для измерения скорости ПС:
 - 10.1 Установка акустического тракта.
 - 10.2 Настройка параметров регистрации АЭ.
 - 10.3 Настройка триггера.
11. Настройка испытательной машины, установка скорости испытания и предварительное нагружение.
12. Настройка параметров видеосъемки (скорость, яркость, контраст, цифровое усиление, тип триггера, увеличение).
13. Проверка корректной работы всех систем.

Проведение эксперимента на УИС

1. Измерение поля деформации ПС:
 - 1.1. Запуск режима непрерывной видеозаписи на жесткий диск компьютера.
 - 1.2. Запуск механического испытанияОстановка в обратном порядке.
2. Измерение скорости ПС.
 - 2.1. Запуск режима непрерывной циклической видеозаписи на внутреннюю память видеокамеры.
 - 2.2. Запуск регистрации АЭ.
 - 2.3. Запуск механического испытания.По срабатыванию триггера:
 - 2.4. Остановка механического испытания.

2.5. Остановка записи АЭ.

2.6. Просмотр результатов видеозаписи и запись выбранных кадров на жесткий диск компьютера.

Пункты 2.1. – 2.6. повторяются необходимое количество раз в течение одного механического испытания. Первичным результатом исследования ПС являются данные механических испытаний (напряжение, абсолютная деформация, время), видеокадры и запись сигнала АЭ от ПС, используемая в качестве триггер-сигнала. Скорость ПС измерялась как длина ПС на последовательных видеокадрах отнесенная к частоте видеосъемки. Измерение прироста длины ПС производилось в графическом редакторе с использованием функции вычитания изображений. Типичный пример работы УИС показан на рисунке 2.20. Результат вычитания двух последующих кадров (рисунок 2.20а, верхний и средний ряд), обнаруживает (рисунок 2.20а, нижний ряд), что сдвиг происходит вдоль ранее сформированной ПС и ее общая длина составляет 500 мкм. Оценка нижней границы скорости фронта сдвига составляет 3 м/с, что достаточно быстро для генерации сигнала АЭ с высокой амплитудой.

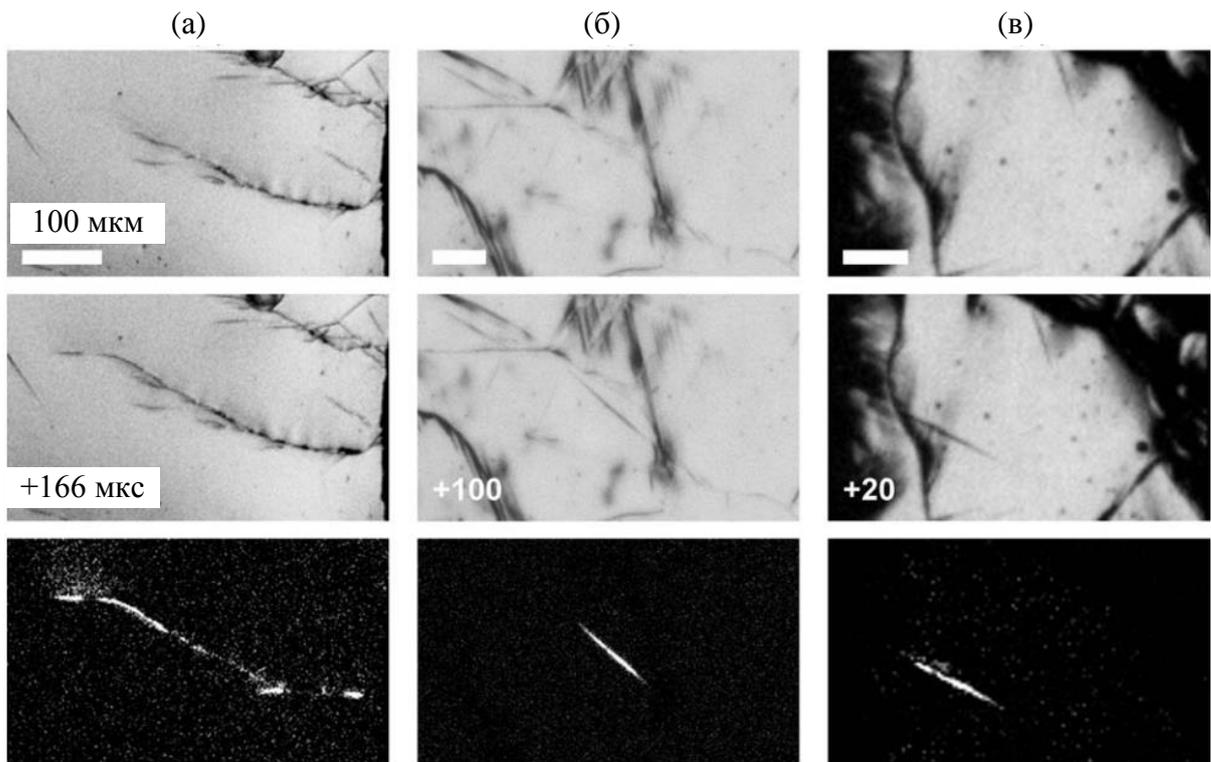


Рисунок 2.20 – Пример обнаружения высокоскоростных событий в материалах при помощи УИС: полоса сдвига в объемном металлическом стекле (а), двойники в магнезии (б), (в) с частотой съемки 6 000, 10 000 и 50 000 к/с, соответственно. Верхний ряд: первый кадр с масштабной шкалой; средний ряд: второй кадр с разницей во времени; нижний ряд: разница кадров, четко показывающая форму и расположение событий [146]

Прямое наблюдение механического двойникования в поликристалле чистого магния (рисунок 2.20б, в) производилось при растяжении образца с базой $10 \times 5 \times 2 \text{ мм}^3$. С двух сторон базы был введен радиальный вырез для локализации области деформации. Образец испытывали на растяжение при постоянной скорости удлинения 2 мкм^{-1} . Результаты регистрации двойникования показаны на рисунке 2.20б, в. Двойник длиной 180 мкм появился менее чем за 20 мкс, что дает нижний предел скорости двойникования в 9 м/с. УИС подробно описан в работе [146], апробация метода и установки – в работе [154]. Результаты применения УИС для исследования двойникования в магнии представлены в работах [149,150], апробация – в работе [150]. Акт внедрения УИС в НИО-2 Тольяттинского государственного университета приведен в приложении 10.

Измерение поля деформации в вершине ПС производилось методом цифровой корреляции изображений, более подробно описанном в п. 2.3

2.3 Метод корреляции цифровых изображений применительно к ПС

Одним из наиболее перспективных и универсальных методов измерения деформации на любом масштабном уровне, разрешимом при помощи современных оптических методов, является метод корреляции цифровых изображений (КЦИ) [155]. Метод (КЦИ) широко используется во всем мире при решении самых разнообразных задач: контроль и мониторинг вибрации мостов, ветряных генераторов, схода снежных лавин, отслеживание перемещений объектов в системах безопасности и краш-тестах, измерение локальных деформаций и их распределения в объектах различного масштабного уровня от микро- до макро-. Сущность метода заключается в сравнении изображений поверхности материала до и после деформации и вычислении смещения точек с помощью функции кросс-корреляции [156]. Метод доказал свою эффективность в измерении неоднородной деформации материалов при механических испытаниях на растяжение [157], эффекта Портевена-Ле Шателье [158], раскрытия трещины [159,160] и т.д. Тем не менее, количество работ по измерению деформации на уровне элементарных механизмов-носителей деформации довольно мало. Так, поле деформации, образованное полосой сдвига (ПС) в металлическом стекле (МС), хоть и было измерено методом КЦИ [93], однако лишь вдоль полосы, тогда как наибольшую значимость имеет характер деформации в ее вершине.

Для успешного применения метода КЦИ, анализируемые изображения поверхности деформируемого материала должны иметь четкий, контрастный и неповторяющийся пиксельный рисунок. Каждый пиксель задан числом градации серого от 0 до 255. Метод КЦИ сравнивает два изображения и находит смещение заданной точки по следующему алгоритму:

1. Вокруг точки, заданной в кадре 1, выделяется поле сравнения (рисунок 2.21а).
2. В кадре 2 (рисунок 2.21б) ищется наиболее похожее поле (коэфф. «похожести» $K = 0$ до 1).
3. Выходные данные: смещение точки по оси $X - U_x$, по оси $Y - U_y$, и K_{max} – линейный коэфф. перекрестной корреляции.
4. Повторение пунктов 1-3 для следующей точки массива.

Коэфф. корреляции K_{max} определяет «похожесть» пиксельного рисунка между полями сравнения кадров и рассчитывается для всех возможных смещений поля сравнения в заданной области поиска:

$$K_{i',j'} = \frac{\sum_{i=i_0}^{i_0+n-1} \sum_{j=j_0}^{j_0+n-1} (I_1(i,j) - M_{I_1})(I_2(i+i',j+j') - M_{I_2})}{\sqrt{\sum_{i=i_0}^{i_0+n-1} \sum_{j=j_0}^{j_0+n-1} (I_1(i,j) - M_{I_1})^2 \sum_{i=i_0}^{i_0+n-1} \sum_{j=j_0}^{j_0+n-1} (I_2(i+i',j+j') - M_{I_2})^2}} \quad (9)$$

где $I_{1,2}$ – интенсивность градации серого (0-255) пикселя (i,j) кадров 1 и 2,
 M_{I_1}, M_{I_2} – среднее значение интенсивности полей сравнения кадров 1 и 2,
 i' и j' – смещение поля сравнения в кадре 2.

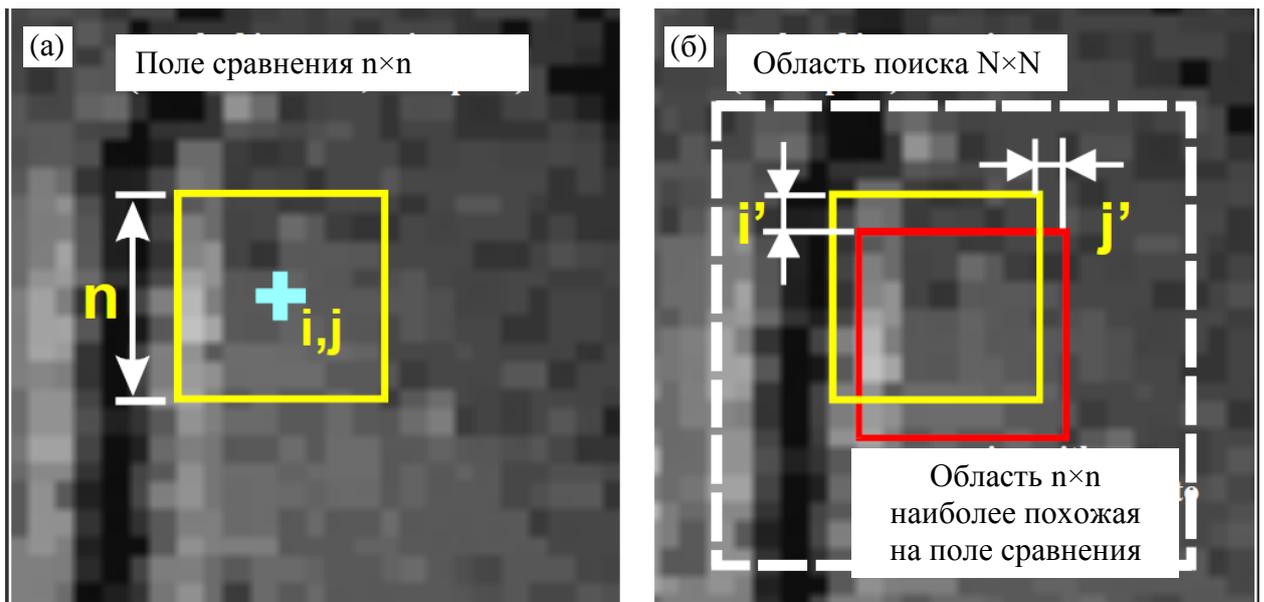


Рисунок 2.21 – Принцип измерения смещения методом корреляции цифровых изображений между кадром 1 (а) и кадром 2 (б)

Алгоритм КЦИ отслеживает смещение пиксельного рисунка вокруг каждой измеряемой точки с использованием линейного коэффициента взаимной корреляции. Поэтому, несмотря на то, что ПС отлично видны на полированной поверхности (рисунок 2.22а, б), результат вычисления поля смещения при сдвиге (рисунок 2.22в) совершенно некорректен, о чем свидетельствует крайне низкий и неоднородный K_{max} (рисунок 2.22г). Это связано с тем, что на таком изображении соседние пиксели слишком слабо отличаются и однородная картина не дает уникального контрастного узора. Кроме того, возникновение на полированной поверхности ПС

изменяет исходный пиксельный рисунок. Это также затрудняет работу алгоритма корреляции. В это же время, поверхность образца должна быть плоскопараллельной и не иметь ярко выраженного рельефа и перепадов высот большим, чем глубина фокуса оптической системы. При заданных настройках глубина фокуса системы, используемой в работе, составляет не более ~30 мкм. Таким образом, необходимыми требованиями к исследуемой поверхности являются:

- плоскопараллельность с шероховатостью не более ~30 мкм;
- наличие четкого, контрастного и неповторяющегося пиксельного рисунка;
- неизменность пиксельного рисунка в процессе деформации.

Для образцов МС этим требованиям соответствует состояние поверхности после отливки, т.е. без какой-либо подготовки (рисунок 2.22д,е), несмотря на то, что ПС на такой поверхности практически не видны. Микрорельеф создает контрастный пиксельный узор, позволяющий измерить поле смещений (рисунок 2.22ж) с очень высоким уровнем достоверности – не менее 96% (рисунок 2.22з). Результаты параграфа опубликованы в работе [148].

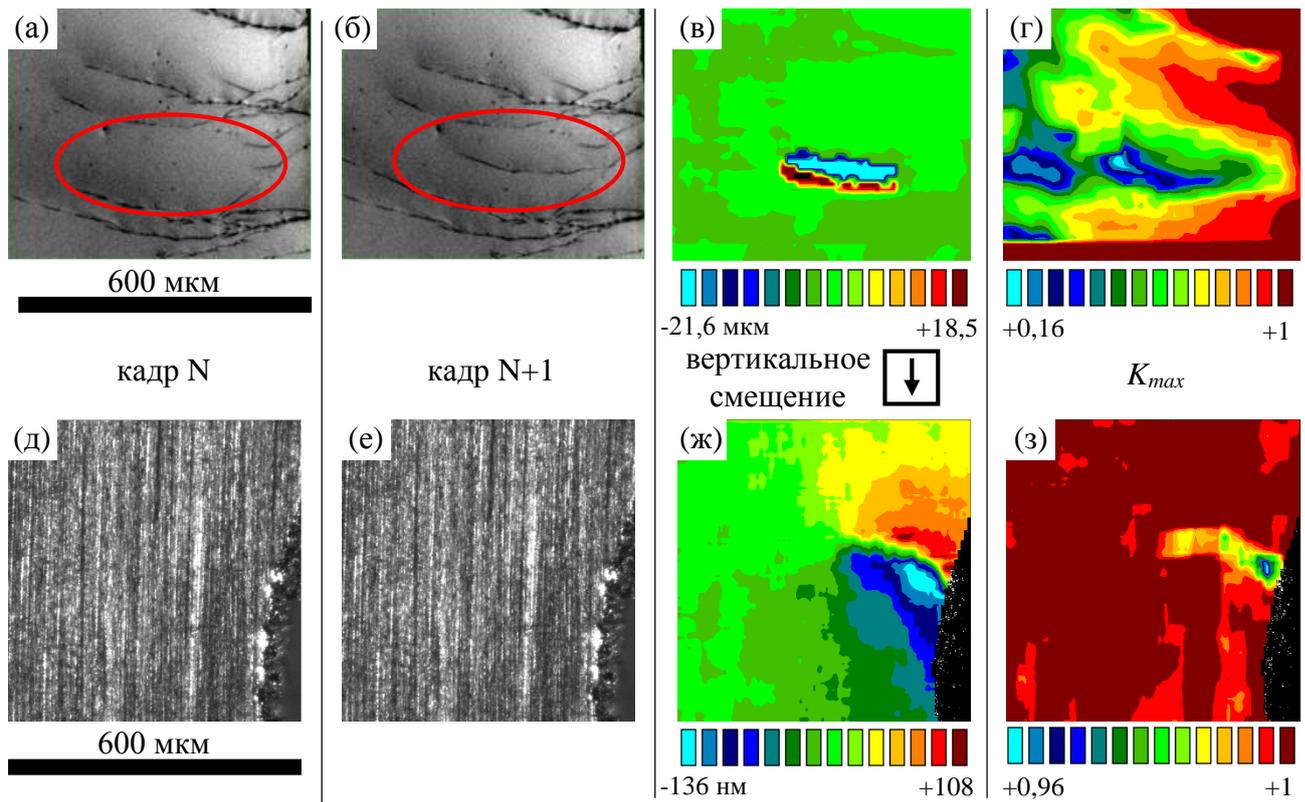


Рисунок 2.22 – Сравнение работы алгоритма КЦИ с ПС на полированных образцах (верхний ряд) и образцах в исходном состоянии после отливки (нижний ряд): кадры сравнения (а, б, д, е), измеренное вертикальное смещение (в, ж), где стрелка указывает направление оси смещения и значение K_{max} (г, з). Под результатами измерений приведены диапазоны значений цветных шкал

3 ИССЛЕДОВАНИЕ УПРУГИХ ПОЛЕЙ ПОЛОС СДВИГА В ОБЪЕМНОМ МЕТАЛЛИЧЕСКОМ СТЕКЛЕ

3.1 Подбор оптимальных параметров КЦИ

Варьируемые параметры при расчете методом КЦИ – это поле сравнения (рисунок 2.21а), область поиска (рисунок 2.21б) и шаг сетки $n_x \times n_y$, где n – расстояние между соседними точками измерения в пикселях (по умолчанию берется квадратная сетка, т.е. $n_x \times n_y = n$). Достоверность расчета оценивается по величине $K_{max} = [0,1]$, где 0 и 1 соответствуют минимальной и максимальной корреляции полей сравнения на двух кадрах. Подбор оптимальных параметров проводился на двух кадрах одной из зарегистрированных в работе ПС. Предварительный расчет показал, что максимальное смещение не превышает 1 пиксель, поэтому область поиска задавалась всегда на 5 пикселей больше поля сравнения, что вполне достаточно для анализа и минимально увеличивает время вычислений. Влияние двух оставшихся параметров на K_{max} приведено в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Результаты измерения минимального значения коэфф. корреляции K_{max} при измерении поля смещений ПС

Поле сравнения, пикселей ²	Шаг сетки, пикселей ²						Примечание
	1×1		3×3		5×5		
	Минимальный K_{max} и прирост K_{max} в %						
10×10	0,7379	-	0,7494	-	0,8085	-	прирост >1%
20×20	0,9056	17	0,9096	16	0,9184	11	
30×30	0,9579	5,2	0,9607	5,1	0,9621	4,4	
40×40	0,9736	1,6	0,9737	1,3	0,9740	1,2	«насыщение»
50×50	0,9792	0,5	0,9792	0,5	0,9792	0,5	прирост <1%
Примечание	артефакт измерения		оптимальный шаг		низкое разрешение		

K_{max} чувствителен не только к контрастности пиксельного рисунка, но и к его изменению. Изменение пиксельного рисунка снижает корреляцию, т.е. похожесть его на исходный рисунок. Эта особенность полезна при детектировании незаметных глазу изменений в материале, например, трещин или ПС. Как видно на рисунке 2.22з, вокруг ПС существует область пониженной корреляции, которая, как правило, исключается из расчета в силу пониженной достоверности [159]. Ширина этой области равна размеру поля сравнения, следовательно, поле сравнения должно быть как можно меньше, чтобы минимизировать потерю данных. В то же время, поле сравнения должно быть достаточно большим, чтобы обеспечить высокий K_{max} . Оптимальное значения поля сравнения является компромиссом между двумя условиями и, как

видно в таблице 3.1, равно 40×40 пикселей². При этом значении K_{max} выходит на уровень «насыщения», т.е. дальнейшее увеличение поля дает прироста достоверности менее 1%. Шаг сетки должен быть по возможности минимальным для обеспечения максимального разрешения. Минимально возможный шаг сетки (1×1) приводит к артефактам измерения в виде полосчатости. Шаг сетки 3×3 – наименьший без артефакта полосчатости, а потому принят как оптимальный.

3.2 Измерение планарных полей смещения ПС методом КЦИ

Как уже было отмечено в п. 2.1.3, всего было испытано 16 образцов различной формы, однако полезные экспериментальные данные удалось получить лишь на образцах №3 и №5 по таблице 2.1. В качестве примера результатов измерений представлено по три наиболее репрезентативных ПС из серии испытаний образцов с радиальным (рисунок 3.1) и прямоугольным (рисунок 3.2) надрезом.

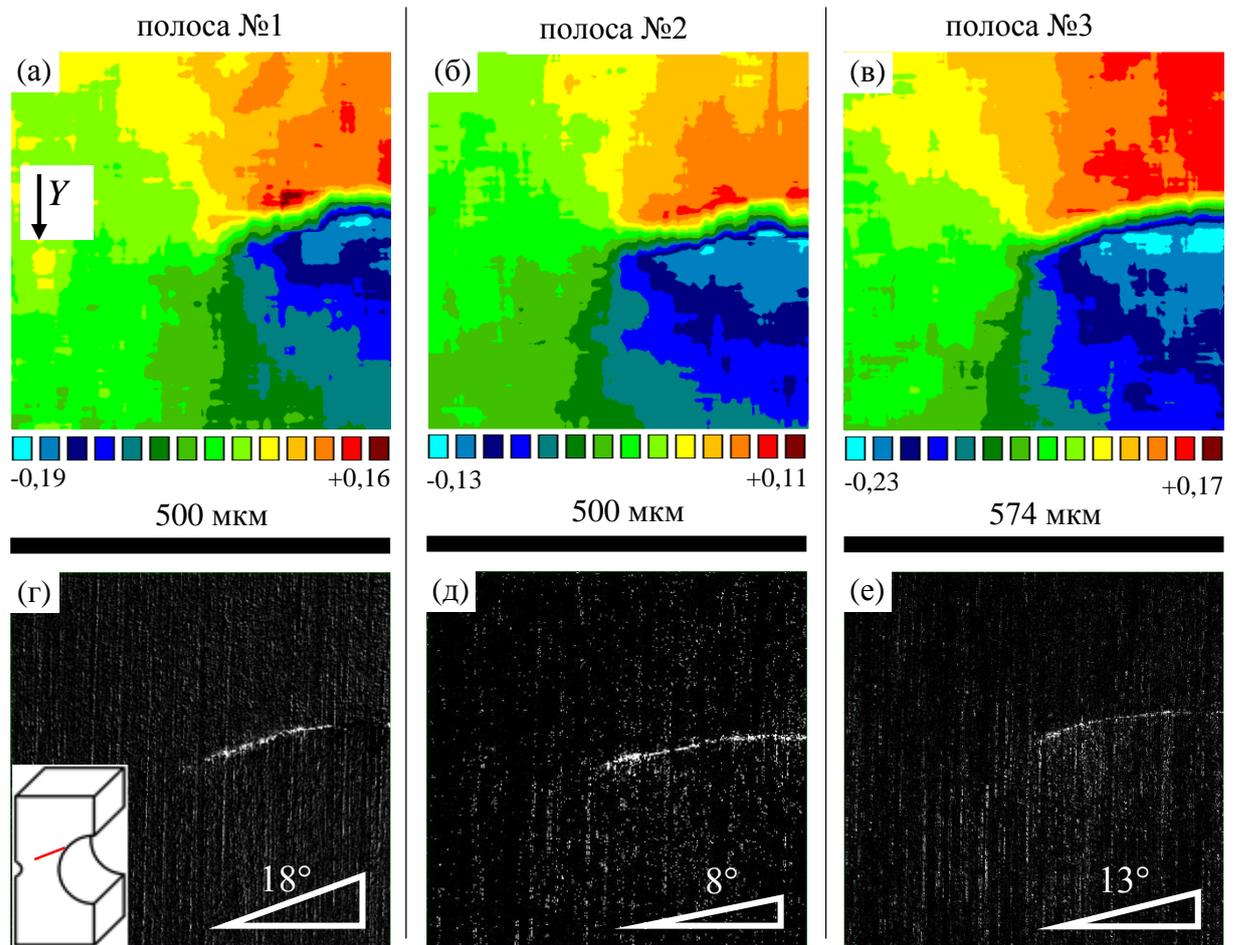


Рисунок 3.1 – Результат вычисления абсолютной деформации в вершине ПС, образуемой при сжатии образца с радиальным надрезом (вставка в (г)) на примере трех ПС: цветовая индикация в мкм (а-в) смещения по оси Y (вставка на (а)). Под каждым полем деформации (а-в) указан размер изображения и результат вычитания кадров до и после сдвига (г-д) и угол наклона ПС

На рисунках 3.1, 3.2 представлена только вертикальная компонента смещения (по Y), т.к. она является максимальной по амплитуде и наиболее репрезентативна.

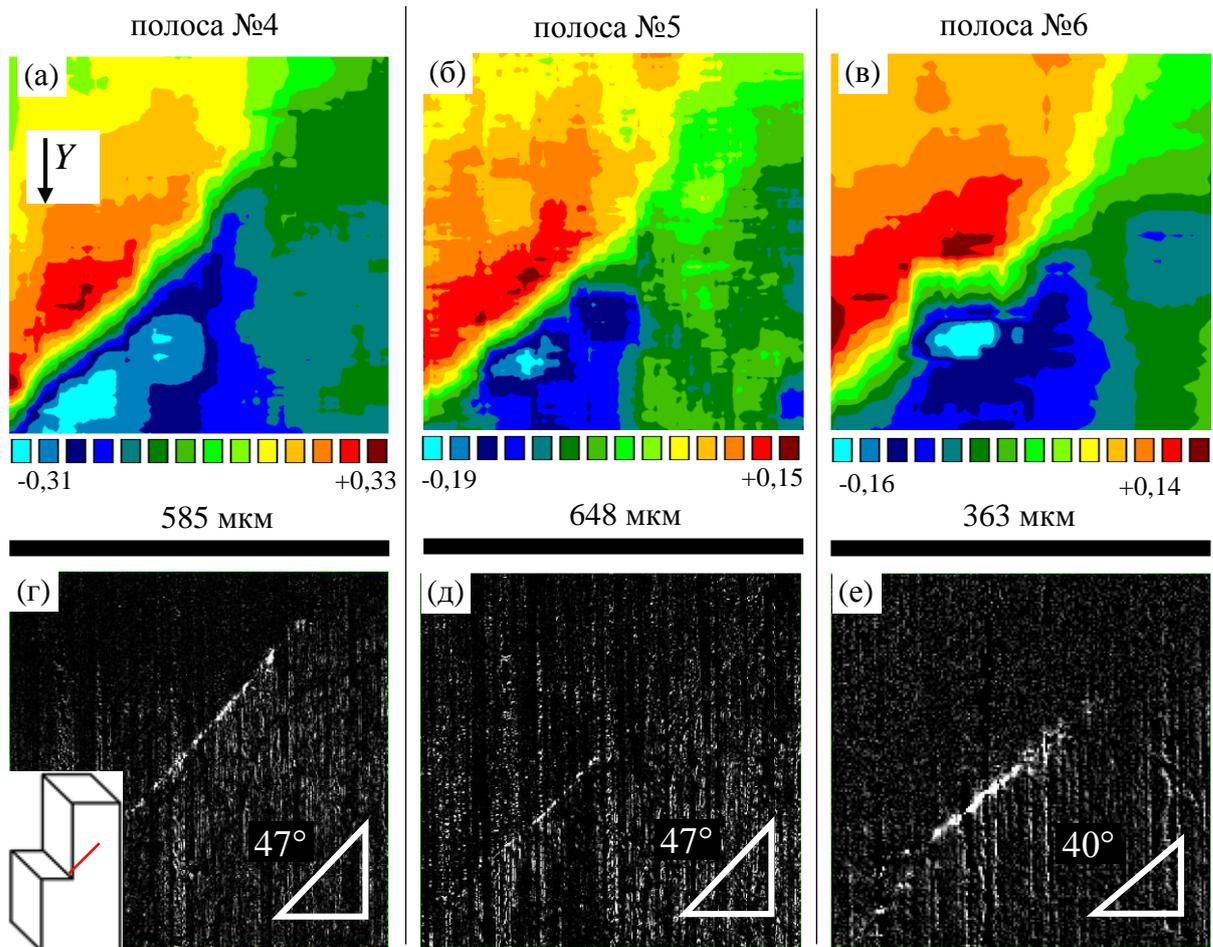


Рисунок 3.2 – Результат вычисления абсолютной деформации в вершине ПС, образуемой при сжатии образца с прямоугольным надрезом (вставка в (г)) на примере трех ПС: цветовая индикация в мкм (а-в) смещения по оси Y (вставка на (а)). Под каждым полем деформации (а-в) указан размер изображения и результат вычитания кадров до и после сдвига (г-д) и угол наклона ПС

Деформация в ПС в обоих случаях (и 3.1, и 3.2) представляет собой движение берегов ПС навстречу друг другу в проекции на вертикальную ось Y . Однако если ПС лежит под произвольным углом, то смещение вдоль ее берегов является суммой проекций смещений на оси координат. В зависимости от проекции смещения на ось X результат может означать следующее:

- напользание одного берега на другой, если деформация по X незначительна, что говорит о винтовом характере сдвига;
- скольжение одного берега относительно другого, если деформация по X значительна, что говорит о краевом характере сдвига.

Для определения характера сдвига необходимо учесть обе компоненты и развернуть поле деформации так, чтобы ось X лежала вдоль ПС. Разворот декартовой системы координат (ДСК) на угол α производится согласно матрице поворота. С учетом дополнительного разворота оси Y на 90° формула имеет вид:

$$U_x' = U_x \cos \alpha - U_y \sin \alpha, \quad U_y' = -(U_y \cos \alpha + U_x \sin \alpha), \quad (10)$$

где U_x и U_y – смещения по осям X и Y исходных координат,

U_x' и U_y' – смещения по осям X' и Y' развернутых координат.

Для нахождения положения ПС использовался алгоритм вычитания изображений. Вычислялась разность между интенсивностью градации серого кадров до и после возникновения ПС. Прямая линия на черном фоне ((г-е) на рисунках 3.1, 3.2) позволяла точно определить угол α , необходимый для разворота полей деформации. Вычисление полей смещений U_x' и U_y' по формуле (10) показало, что ПС в образце с радиальным надрезом являются винтовыми, т.к. смещение вдоль ПС практически отсутствует, т.е. $U_y' \gg U_x'$ (рисунок 3.3).

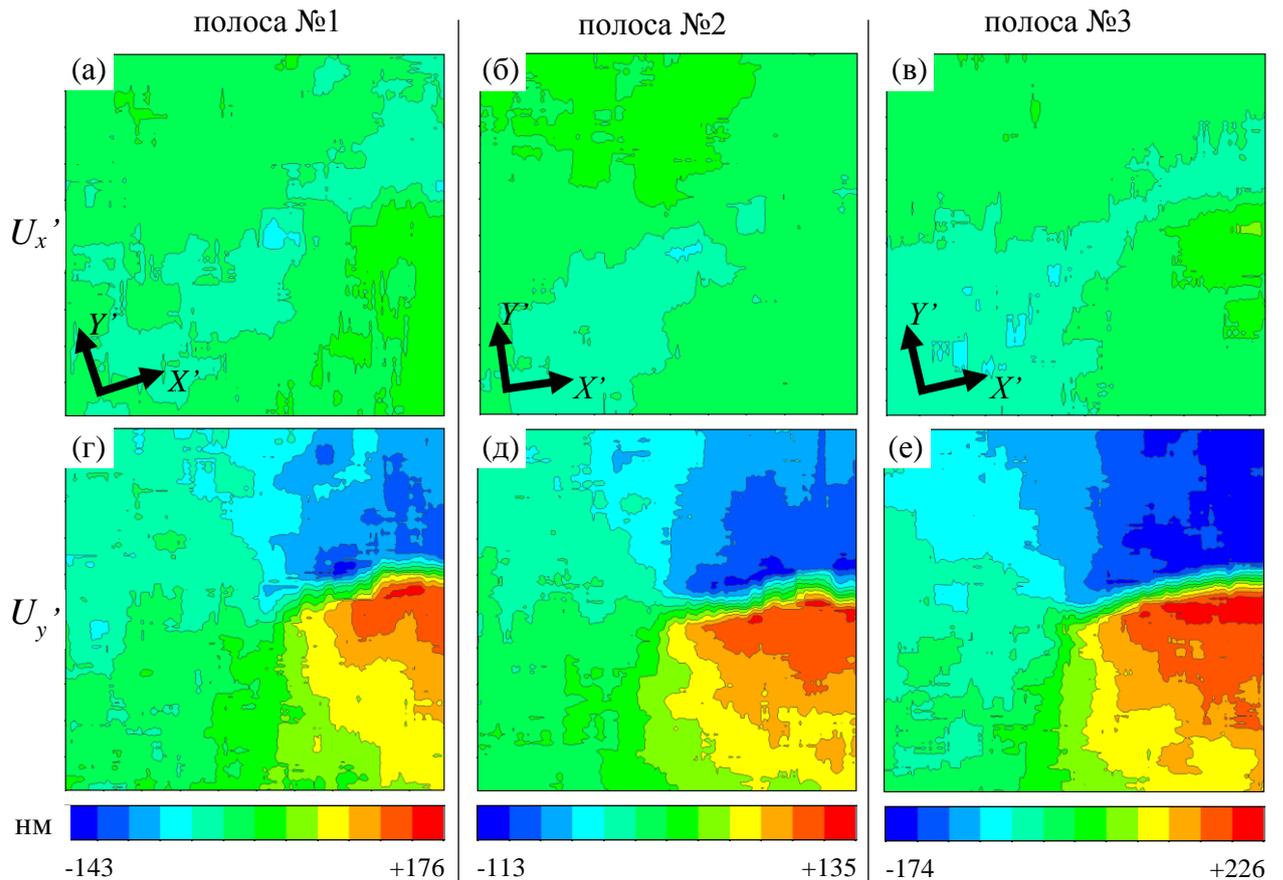


Рисунок 3.3 – Результат вычисления полей смещений U_x' (а-в) и U_y' (г-д) в вершине ПС, образуемых при сжатии образца с радиальным надрезом: цветовая индикация смещения указана в нм, система координат повернута так, что ось X лежит по ПС, масштаб изображений согласно рисунку 3.1

Наползание одного берега ПС на другой возможно лишь в случае, если плоскость ПС лежит под углом к плоскости наблюдения, на которую проецируется винтовое смещение. Для моделирования такого сдвига необходимо измерение угла поворота плоскости ПС относительно плоскости наблюдения. Вычисление полей смещений U_x' и U_y' для образцов с прямоугольным надрезом показало, что сдвиг в них является краевым: смещение поперек ПС в ее вершине практически отсутствует, т.е. $U_x' \gg U_y'$ (рисунок 3.4). В данном случае значение угла между ПС и плоскостью наблюдения не играет роли, т.к. вектор смещения в любом случае лежит в плоскости наблюдения.

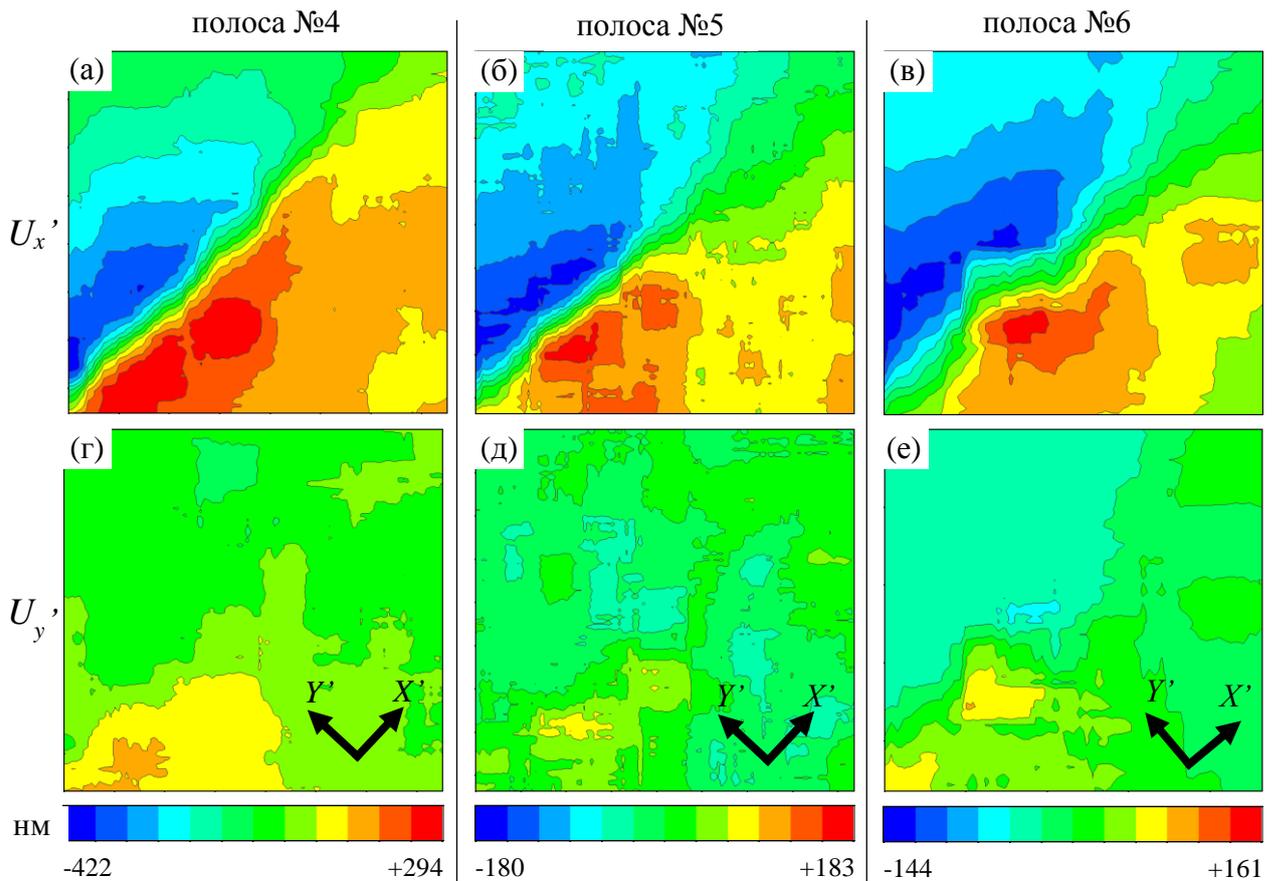


Рисунок 3.4 – Результат вычисления полей смещений U_x' (а-в) и U_y' (г-д) в вершине ПС, образуемых при сжатии образца с прямоугольным надрезом: цветовая индикация смещения указана в нм, система координат повернута так, что ось X лежит по ПС, масштаб изображений согласно рисунку 3.2

Обнаруженные поля смещений свидетельствуют о наличии винтового (рисунок 3.3) и краевого (рисунок 3.4) сдвига. Это может быть связано с появлением трещины либо дислокации Вольтерра общего вида, также называемой дисторсией (подробнее в п. 1.4.3). После снятия приложенной на образцы нагрузки ПС сохранялись неизменными. Это означает, что рассматриваемые сдвиги не являются упругими трещинами, т.к. последние срелаксировали бы. Как уже было отмечено в п. 1.3.2, оставшихся варианта два:

1) сдвиг в ПС является сдвигом дислокационного типа;

2) сдвиг является трещиной, напряжение которой срелаксировано пластической деформацией в вершине.

Таким образом, необходимы стереометрические и топографические измерения, позволяющие определить:

- угол между плоскостью ПС и наблюдаемой поверхностью образца;
- наличие / отсутствие зоны пластической деформации в вершине (характеризуется выпячиванием / провалом на плоской поверхности);
- наличие / отсутствие угла раскрытия (в отличие от модельных, реальные трещины практически всегда имеют угол раскрытия θ , т.е. являются трещинами смешанного типа).

3.3 Измерение стереометрии ПС с помощью микроскопии и интерферометрии

Фактический угол наклона β между плоскостью сдвига и наблюдаемой поверхностью образца измерялся при помощи сканирующей электронной микроскопии СЭМ образца после снятия нагрузки. Измеренная на плоскости образца с радиальным надрезом компонента смещения U_y винтового сдвига стала не равна нулю из-за наклона сдвига на угол β . Компонента U_z спроецировалась на U_y . Исследование образцов с радиальным надрезом (рисунок 3.5а) показало, что плоскости сдвига, выходят на поверхность образца в виде ступеньки (рисунок 3.5б). Смещение в плоскости поверхности измерялось методом ЦКИ (рисунок 3.3), однако угол наклона β для всех измеренных ПС равен $45 \pm 2^\circ$ (рисунок 3.5г), как и ожидалось: угол 45° является углом максимальных сдвиговых напряжений.

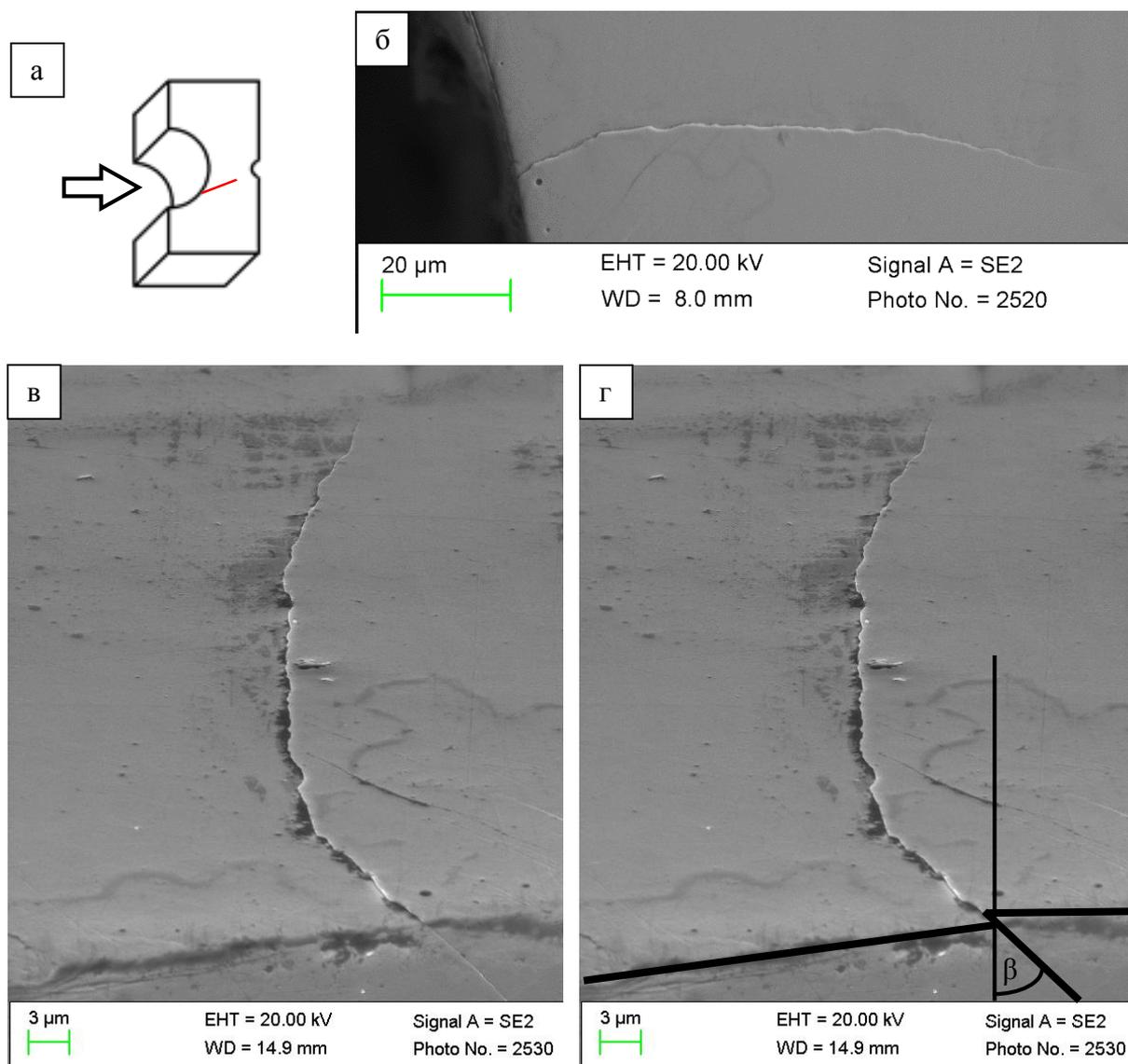


Рисунок 3.5 – ПС на поверхности образца с радиальным надрезом (а), возникшая во время сжимающей нагрузки: СЭМ изображения, полученные нормально (б) и под углом (в-г) к поверхности образца. Схема (г) иллюстрирует измеренный угол наклона β

Появление трещины в образцах МС при механических испытаниях в большинстве случаев приводило к мгновенному разрушению. Это свидетельствует в пользу того, что исследованные ПС не являются трещинами, однако не является доказательством. Несколько образцов не разрушились с появлением видимой трещины и были исследованы с целью обнаружения отличительных свойств между ПС и трещиной. СЭМ образца с радиальным надрезом малого радиуса (0,25 мкм, вставка на рисунке 3.6а) выявило угол раскрытия трещины (рисунок 3.6а). Полосы сдвига не показывают каких-либо разрывов – только яркие линии сдвига, наклоненных под углом 45° к поверхности (рисунок 3.6б).

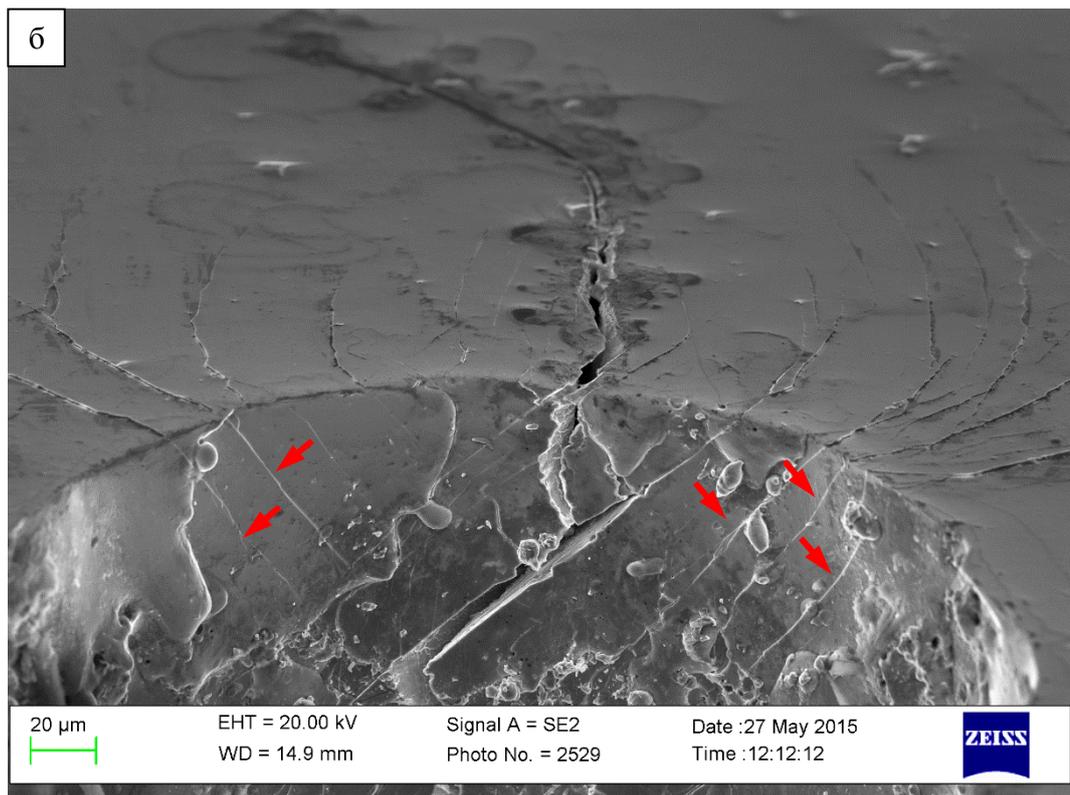
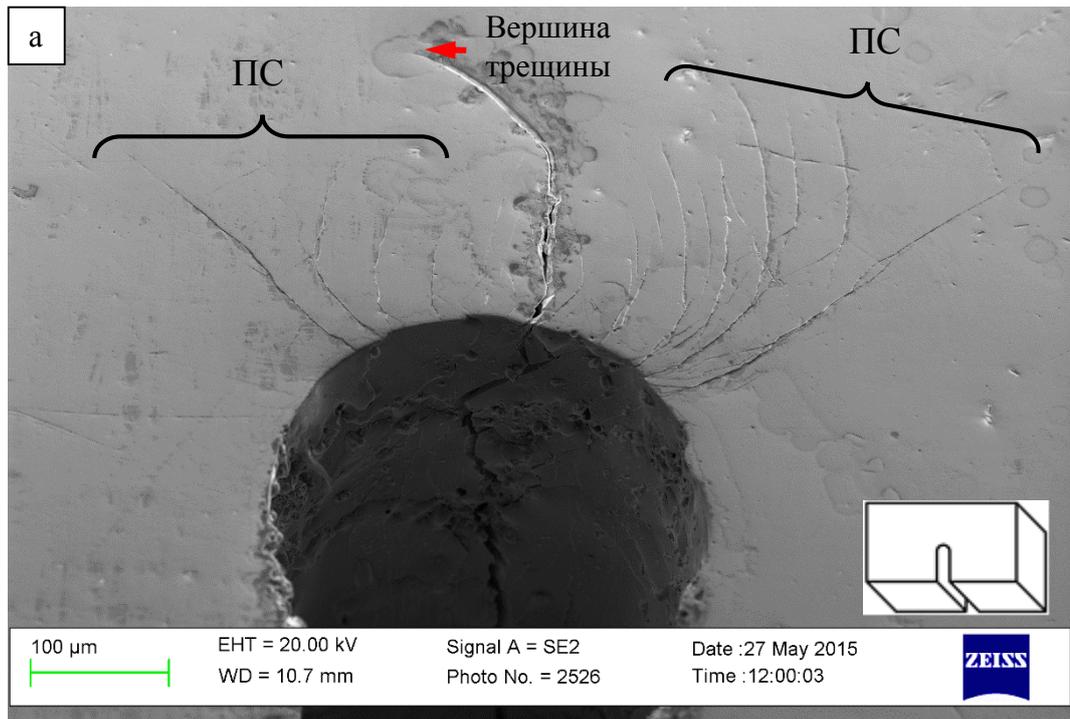


Рисунок 3.6 – СЭМ изображения образца (схема образца на вставке) после нагрузки: наклон электронного пучка к поверхности образца 45° (а) и 75° (б) обнаруживают трещину в центре и множество ПС, обозначенных стрелками, с углом наклона к поверхности, равным 45°

Для более тщательного исследования использовался сканирующий интерферометр белого света (SWLI) Zygo NewView 7100. Сканирование поверхности вокруг вершины трещины (рисунок 3.6б) обнаруживает разрыв между краями винтового сдвига (рисунок 3.7а). Это

означает, что трещина смешанного типа I (отрыв) и III (сдвиг). На карте наклона (рисунок 3.7б) ясно видна зона пластической деформации в вершине трещины (красное пятно). Сечение, проходящее через вершину трещины (рисунок 3.7в) показывает «выпячивание» ранее плоской поверхности, что также говорит о наличии пластической деформации в вершине трещины. Эта деформация и разрыв сплошности являются свидетельством того, что вся упругая деформация трещины сrelаксировала посредством пластической, благодаря чему смещение трещины сохранилось после снятия нагрузки, а упругая деформация обратилась в ноль.

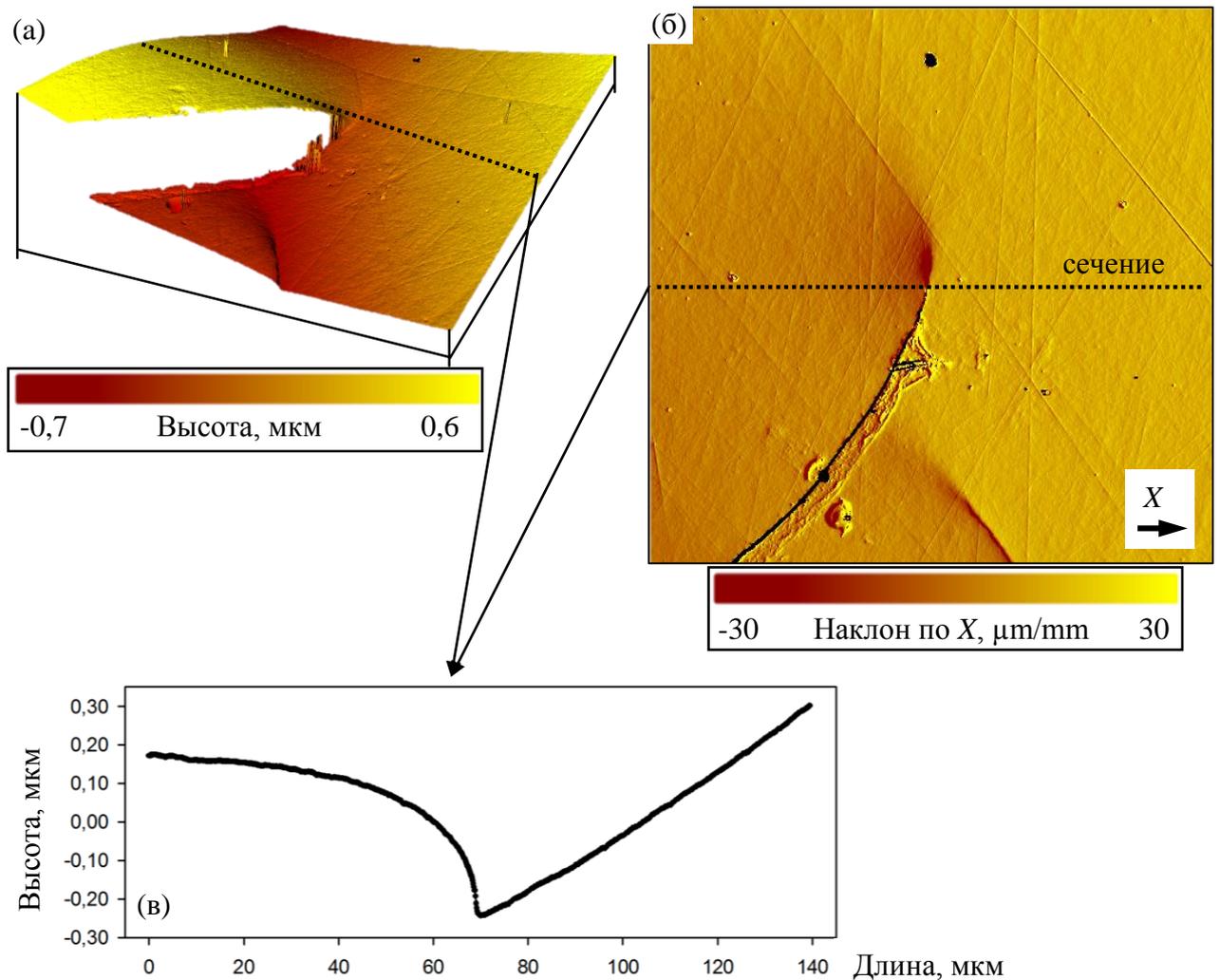


Рисунок 3.7 – Сканирующая интерферометрия области 150×150 мкм вокруг вершины трещины: 3D-поверхность (а), карта наклона по оси X (б) и сечение карты наклона (в) через вершину трещины вдоль пунктирной линии

Аналогичное сканирование было сделано в области 150×150 мкм вокруг ПС (рисунок 3.8). 3D-поверхность винтового сдвига не обнаруживает разрыва между берегами (рисунок 3.8а). Навесной сдвиг под углом 45° не может быть виден при сканировании и поэтому выглядит как отвесная ступенька (рисунок 3.8в). Карта наклона вдоль оси Y не обнаруживает пластических зон

в вершинах ПС, в отличие от вершины трещины (рисунок 3.7б). Сечение через вершину ПС также не обнаруживает пластической зоны даже в нанометровом масштабе (рисунок 3.7в).

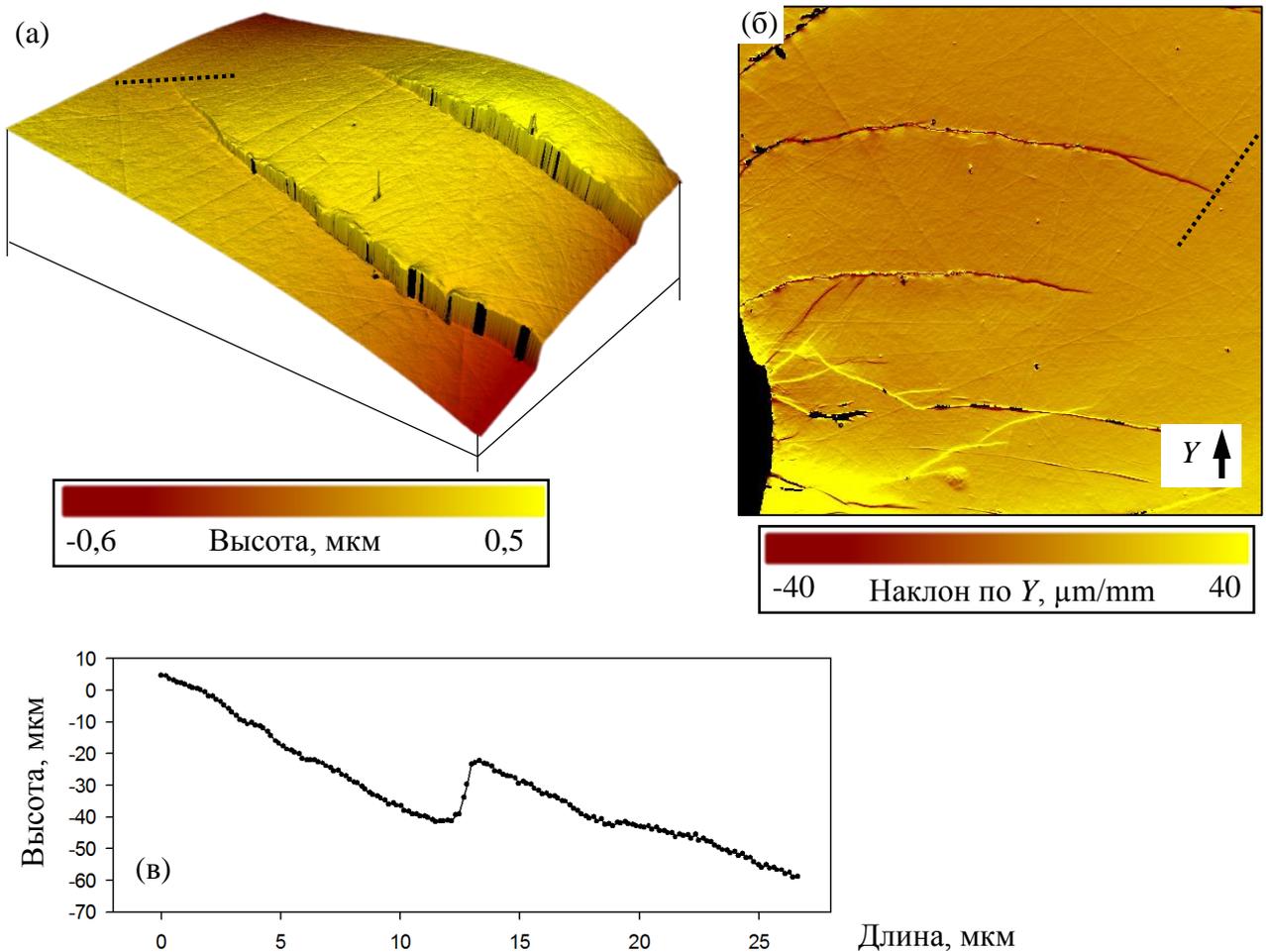


Рисунок 3.8 – Сканирующая интерферометрия области 150×150 мкм вокруг вершины ПС: 3D-поверхность (а), карта наклона по оси X (б) и сечение карты наклона (в) через вершину трещины вдоль пунктирной линии

Таким образом, сравнивая трещину сдвига и полосу сдвига, экспериментально исследованных выше, можно утверждать следующее:

- Угол раскрытия присутствует в трещине сдвига и отсутствует в ПС;
- В вершине трещины сдвига присутствует зона пластической деформации, тогда как в вершине исследуемых ПС такие зоны отсутствуют.

Это говорит о том, что ПС в МС является планарным дефектом, берега которого сохраняют связь между собой. Также сохраняется упругое поле в вершине ПС, которое порождается смещением берегов, измеренное методом ЦКИ. С целью подтверждения дислокационной гипотезы ПС, сравним краевой и винтовой сдвиги с модельными сдвигами от краевой и винтовой дислокации соответственно.

3.4 Моделирование упругого сдвига в МС макродислокацией

Для сравнения наблюдаемых результатов с моделью макро-дислокации, должна быть принята во внимание фактическая стереометрия сдвига и, в первую очередь, наклон плоскости сдвига к поверхности измерения (рисунок 3.9г). Рассмотрим поле смещений винтовой дислокации (рисунок 3.9а), с вектором Бюргерса перпендикулярным плоскости наблюдения XU [161]:

$$u_x = u_y = 0; \quad u_z = \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \left(\frac{y}{x} \right) = \frac{b}{2\pi} \varphi, \quad (11)$$

где u_x, u_y, u_z – смещения в ДСК XUZ ,

b – модуль вектора Бюргерса, направленный вдоль оси Z ,

φ – полярный угол в плоскости XU , связанный с переходом от декартовой к полярной системе координат. Если дислокация наклонена под углом β в плоскости YZ (рисунок 3.9б), то вектор Бюргерса b' связан с локальной ДСК $X'U'Z'$, полученной поворотом ДСК XUZ на угол β . В новой ДСК смещение задается как:

$$u'_x = u'_y = 0; \quad u'_z = \frac{b'}{2\pi} \tan^{-1} \left(\frac{y'}{x'} \right) = \frac{b'}{2\pi} \varphi', \quad (12)$$

где φ' – полярный угол, связанный с плоскостью $X'U'$. В результате поворота появляются ненулевые компоненты смещения на плоскости XU , (рисунок 3.9б):

$$u'_x = u_x = 0; \quad u_y = u'_z \sin \beta; \quad u_z = u'_z \cos \beta \quad (13)$$

Таким образом, после элементарных преобразований компонента смещения u_y , возникающая вокруг винтовой дислокации с вектором Бюргерса, наклонным к поверхности наблюдения определяется как:

$$u_y = \frac{b' \sin \beta}{2\pi} \varphi' = \frac{b' \sin \beta}{2\pi} \arctg \left(\frac{\operatorname{tg} \varphi}{\cos \beta} \right), \quad (14)$$

где $b' \sin \beta$ вычисляется из данных ЦКИ по измерению смещения:

$$b' \sin \beta = |\max(u_y)| - |\min(u_y)| \quad (15)$$

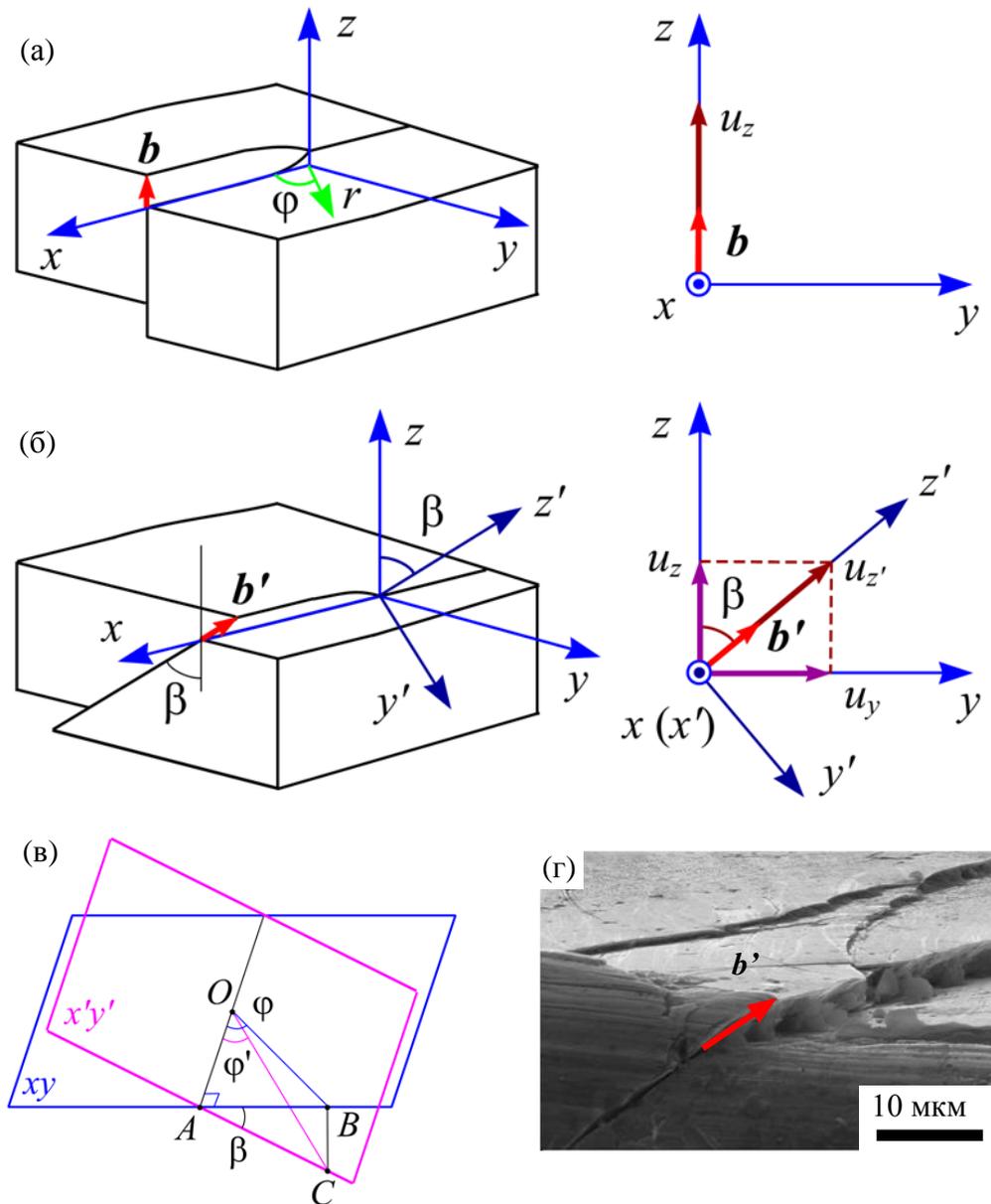


Рисунок 3.9 – Моделирование винтового сдвига: геометрия нормальной (а) и наклонной (б) винтовых дислокаций в однородном твердом теле, связь нормальной и наклонной систем координат (в) и СЭМ изображение ПС, показывающее совпадение вектора сдвига (красная стрелка) и модельного вектора Бюргерса (г)

Размер исследуемых ПС сравним с размером образцов, в которых они появляются. При данных обстоятельствах «сила изображения», противодействующая упругому полю дислокации будет существенно влиять на результирующее поле напряжений и смещений. Рассмотрим функцию Φ , которая преобразует 2-D декартовы координаты в полярные без разрывов:

$$\Phi(m, n) = \begin{cases} \tan^{-1} \frac{m}{n}, & m > 0; \\ \pi - \tan^{-1} \frac{m}{|n|}, & m < 0, n > 0; \\ -\pi + \tan^{-1} \frac{|m|}{|n|}, & m < 0, n < 0. \end{cases} \quad (16)$$

После этого уравнение смещения компоненты Y от наклонной винтовой дислокации (14) примет форму:

$$u_y^s = \frac{b' \sin \beta}{2\pi} \Phi(y, x \cos \beta); \quad (17)$$

Винтовая дислокация изображения будет равна:

$$u_y^{ims} = \frac{b' \sin \beta}{2\pi} \Phi(-y, -(x + 2d) \cos \beta), \quad (18)$$

где d представляет собой расстояние между ядром дислокации на поверхности образца (т.е. вершиной ПС) и краем образца. С учетом упругого взаимодействия с дислокацией изображения, результирующее уравнение Y -компоненты смещения винтовой дислокации примет вид:

$$\begin{aligned} u_y^{res s} &= u_y^s + u_y^{ims} = \\ &= \frac{b' \sin \beta}{2\pi} (\Phi(y, x \cos \beta) + \Phi(-y, -(x + 2d) \cos \beta)) \end{aligned} \quad (19)$$

Образцы с прямоугольным надрезом, формируют сдвиг, напоминающий краевую дислокацию (рисунок 3.4). Теоретические расчеты были выполнены аналогично предыдущему случаю винтовых дислокаций и также были скорректированы с учетом дислокации изображения. Компоненты смещения краевой дислокации, ориентированной по оси X [161] равны:

$$\begin{aligned} u_z &= 0; \quad u_x = \frac{b}{2\pi} \left[\tan^{-1} \left(\frac{y}{x} \right) + \frac{xy}{2(1-\nu)(x^2+y^2)} \right]; \\ u_y &= -\frac{b}{2\pi} \left[\frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \ln(x^2 + y^2) + \frac{x^2-y^2}{4(1-\nu)(x^2+y^2)} \right]; \end{aligned} \quad (20)$$

где ν – коэффициент Пуассона. С помощью уравнения (16) компонента смещения X краевой дислокации примет вид:

$$u_x^e = \frac{b}{2\pi} \left[\Phi(y, x) + \frac{xy}{2(1-\nu)(x^2+y^2)} \right] \quad (21)$$

Краевая дислокация изображения равна:

$$u_x^{ime} = \frac{b}{2\pi} \left[\Phi(-y, x + 2d) - \frac{y(x+2d)}{2(1-\nu)((x+2d)^2+y^2)} \right] \quad (22)$$

Таким образом, результирующее уравнение X -компоненты смещения краевой дислокации примет вид:

$$\begin{aligned} u_x^{res e} &= u_x^e + u_x^{ime} = \\ &= \frac{b}{2\pi} \left[\Phi(y, x) + \Phi(-y, x + 2d) + \frac{xy}{2(1-\nu)(x^2+y^2)} - \frac{y(x+2d)}{2(1-\nu)((x+2d)^2+y^2)} \right] \end{aligned} \quad (23)$$

3.5 Сравнение экспериментальных и теоретических данных

Используя экспериментальные данные геометрии сдвигов (всего более 20, шесть наиболее репрезентативных представлены в п. 3.2) были вычислены поля смещений (абсолютных деформаций), а также их модельные дислокационные аналоги согласно формулам п. 3.4. Сравнение экспериментально вычисленных и модельных полей деформации максимальной величины сдвига показаны на рисунках 3.10 (винтовой сдвиг) и 3.11 (краевой сдвиг). Остальные четыре сравнения сдвигов аналогичны представленным на рисунках и поэтому вынесены в приложение 11 (винтовые сдвиги) и 12 (краевые сдвиги). Экспериментальные (рисунки 3.10(а) и 3.11(а)) и модельные (рисунки 3.10(б) и 3.11(б)) поля смещения обнаруживают качественное сходство в совпадении амплитуды смещения, положения линии сдвига и линии нулевых смещений. Для количественного анализа сравнивались значения смещений по радиальному сечению вокруг вершины ПС/ядра модельной дислокации (рисунки 3.10(в) и 3.11(в)).

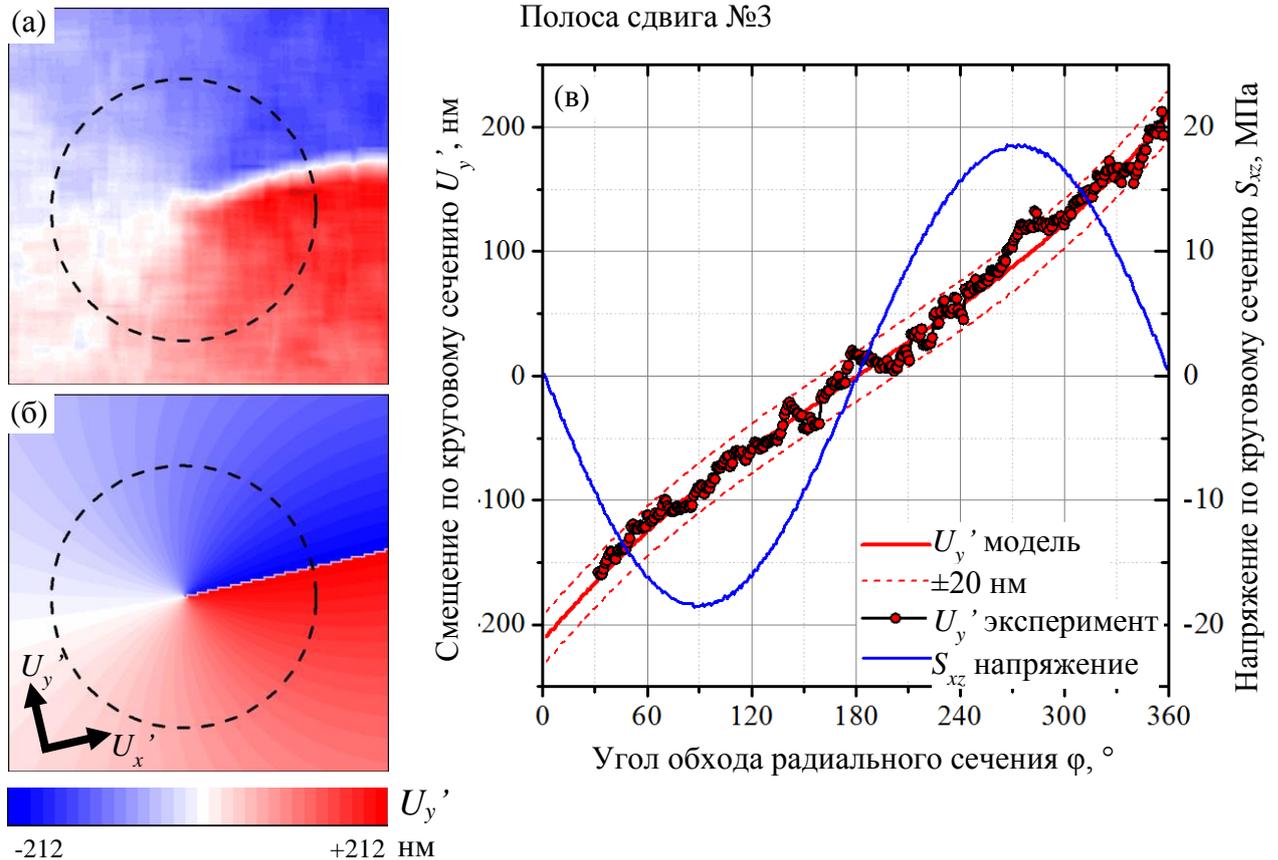


Рисунок 3.10 – Сравнение экспериментального (а) и модельного (б) полей смещений U_y' (размер полей 574 мкм) в вершине ПС винтового типа. Плоскость сдвига наклонна к наблюдаемой под углом $\beta = 45^\circ$. Сечение радиусом 193 мкм вокруг вершины ПС обозначено пунктирной линией на (а) и (б) и обнаруживает совпадение эксперимента и модели (в). Синяя линия показывает тензор напряжения S_{xz} в указанном сечении при заданной деформации

Анализ шести сдвигов показал, что не менее 95% экспериментальных точек ложатся на модельную кривую в пределах абсолютной погрешности ± 20 нм и относительной погрешности 10%. Это означает, что экспериментальные данные совпадают не только качественно, но и количественно, т.е. ПС в МС успешно описываются в рамках дислокационной концепции.

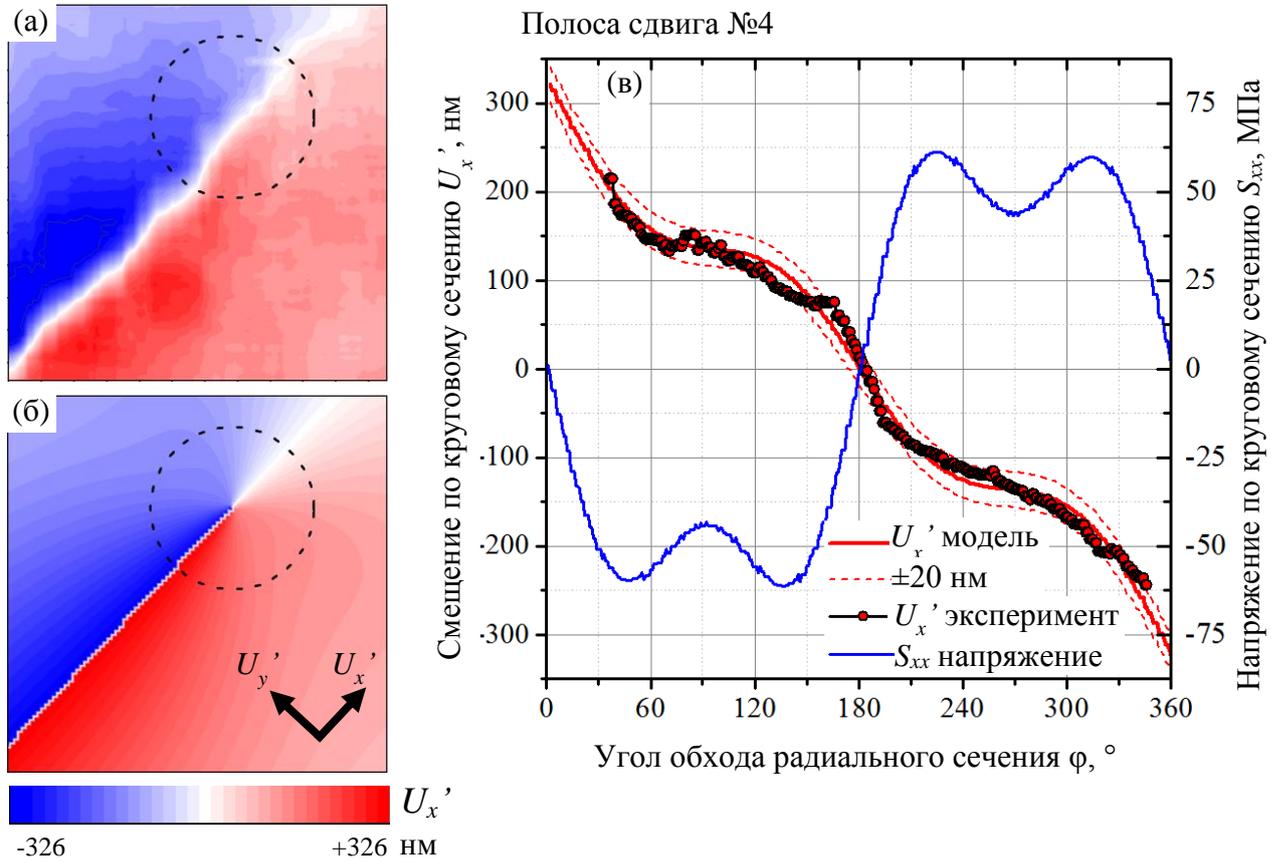


Рисунок 3.11 – Сравнение экспериментального (а) и модельного (б) полей смещений U_y' (размер полей 585 мкм) в вершине ПС краевого типа. Сечение радиусом 148 мкм вокруг вершины ПС обозначено пунктирной линией на (а) и (б) и обнаруживает совпадение эксперимента и модели (в). Синяя линия показывает тензор напряжения S_{xx} в указанном сечении при заданной деформации

Отсюда следует, что ПС в МС обладают дальнедействующими полями напряжений. Оценка этих напряжений была также выполнена по заданному в каждом сдвиге сечению. Тензорами напряжения максимальной величины являются компонента S_{xz} в винтовой и компонента S_{xx} в краевой дислокациях, равные [161]:

$$S_{xz}^s = \frac{Gb}{2\pi} \frac{y}{x^2 + y^2} = \frac{Gb \sin \varphi}{2\pi R};$$

$$S_{xx}^e = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} y \frac{3x^2 + y^2}{(x^2 + y^2)^2} = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} \frac{\sin \varphi (2 + \cos \varphi)}{R}; \quad (24)$$

где ν – коэфф. Пуассона, G – модуль сдвига. С учетом поворота плоскости сдвига и влияния полей напряжения от дислокаций изображения, уравнения примут вид:

$$S_{xz}^s = \frac{Gb' \sin \beta}{2\pi} \left(\frac{y}{x^2 + y^2} - \frac{y}{(x + 2d)^2 + y^2} \right);$$

$$S_{xx}^e = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)} y \left(\frac{3x^2 + y^2}{(x^2 + y^2)^2} - \frac{3(x + 2d)^2 + y^2}{((x + 2d)^2 + y^2)^2} \right); \quad (25)$$

Величина тензоров напряжения обратно-пропорциональна расстоянию от ядра дислокации и составляет от сотен до десятков МПа при величине вектора Бюргерса в $\sim 0,5$ мкм. Напряжений такой величины вполне достаточно для объяснения ветвления и изгиба ПС при распространении. Так, поле напряжения с максимумами, расположенными перпендикулярно направлению сдвига, отклоняет сдвиг от прямолинейного распространения. Наблюдаемое экспериментальное поле смещений вокруг ПС в МС согласуется с экспериментальными исследованиями полей смещений вокруг дислокации в кремнии и алюминии методом просвечивающей электронной микроскопии и геометрического фазового анализа [117,162].

Отсутствие упрочнения в МС часто используется в качестве контраргумента против наличия дислокаций. Однако, упрочнение в кристаллах вызывает взаимодействие множества дислокаций, в то время как ПС в МС интерпретируется как единая макро-дислокация, не взаимодействующая с другими (или таким взаимодействием пренебрегают). В случае же интенсивной деформации взаимодействие между ПС, по-видимому, является причиной упрочнения. Это происходит, когда пересекаются ПС разных плоскостей скольжения (п. 1.3.1). Кроме того, распространение ПС не обязательно должно приводить к разупрочнению, если предположить, что ПС приводится в движение взаимодействием внешнего приложенного поля напряжений и собственного поля напряжения дислокации. Разупрочнение связано с образованием избыточного свободного объема (дилатацией), что подтверждается нано-индентированием вдоль ПС [28]. В свете полученных результатов, рассмотрим явление дилатации в ПС как результат дислокационного скольжения.

3.6 Применение дислокационного подхода к описанию дилатации в ПС

Различные оценки [37,163,164] показывают, что содержание свободного объема в ПС составляет 0,5...10 %. Следует обратить внимание на то, что дилатация является характерной чертой дислокационного ядра [165–167] – это следует из фундаментальных свойств дислокации [168]. С помощью теории упругости изотропных тел второго порядка, Кнесл выразил объемную

дилатацию в ядре дислокации как линейную функцию удельной энергии дислокации на единицу длины E_S и E_E для винтовой и краевой дислокации, соответственно [167]:

Согласно работе Кнесла [167] объем дилатации на единицу длины дислокации задается формулами:

$$\delta v_s = \frac{1}{G} \left(\frac{dG}{dp} - \frac{G}{K} \right) E_S; \quad (26)$$

$$\delta v_E = \frac{1}{3} \left[\frac{1-\nu-\nu^2}{1-\nu} \frac{1}{K} \left(\frac{dK}{dp} - 1 \right) + \frac{1-\nu+\nu^2}{1-\nu} \frac{2}{G} \left(\frac{dG}{dp} - \frac{G}{K} \right) \right] E_E; \quad (27)$$

где E_S, E_E – полные энергии винтовой и краевой дислокаций, соответственно;

G, K, ν – упругие константы материала – модуль сдвига, модуль объемного сжатия, коэфф. Пуассона, соответственно;

p – гидростатическое давление.

Поскольку приведенные уравнения рассчитаны согласно линейной теории упругости, то справедливо следующее соотношение:

$$G = K \frac{3(1-2\nu)}{2(1+\nu)}; \quad (28)$$

Преобразуем (26) и (27) с учетом (28):

$$\delta v_s = \xi(p) E_S = \frac{1}{K} \left(\frac{dK}{dp} - 1 \right) E_S; \quad (29)$$

$$\delta v_e = \xi(p) E_S = \frac{1}{K} \left(\frac{dK}{dp} - 1 \right) E_e; \quad (30)$$

где $\xi(p)$ – дилатационная функция гидростатического давления [167].

Согласно данным рентгеновской дифракции [169], при малых гидростатических давлениях ($p \approx 1$ ГПа) значение функции $\xi(p)$ составляет $0,042 \text{ ГПа}^{-1}$ (рисунок 3.12).

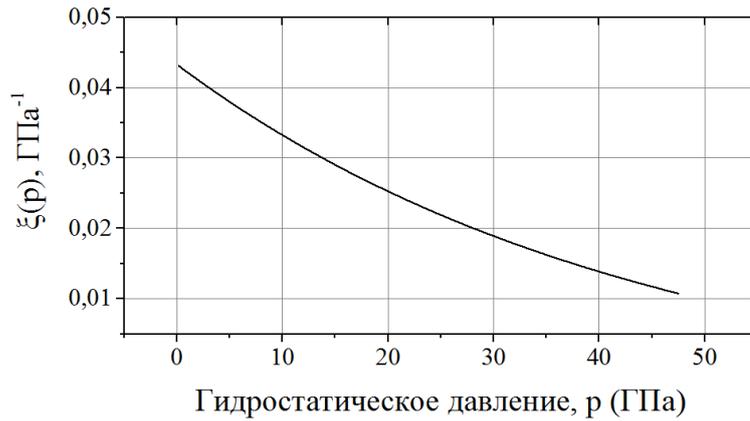


Рисунок 3.12 – Функция гидростатического давления $\xi(p)$ сплава $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ для расчета дилатации дислокации, рассчитанная согласно данным Маттерна и соавторов [169], Лью и Жанга [2]

Энергия винтовой и краевой дислокации на единицу длины известна [161]:

$$E_s \cong \frac{Gb^2}{2}; \quad E_e \cong \frac{Gb^2}{2(1-\nu)}; \quad \langle E \rangle = \frac{E_s + E_e}{2} \cong \frac{Gb^2}{4} \left(\frac{1}{(1-\nu)} + 1 \right); \quad (31)$$

где $\langle E \rangle$ – средняя энергия смешанной дислокации на единицу длины.

Рассчитаем длину дислокации. Для этого рассмотрим сдвиг в МС, зарождающийся в грани образца с прямоугольным сечением, как замкнутую петлю макро-дислокации (рисунок 3.13). Такая петля макро-дислокации будет иметь центр в углу образца, величина радиуса R будет равна длине видимых на поверхности ПС, а участок петли внутри образца будет равен четверти длины окружности радиуса R . Общую длину петли макро-дислокации L можно записать как:

$$L = 2R + \frac{\pi}{2}R = R \left(\frac{\pi}{2} + 2 \right); \quad (32)$$

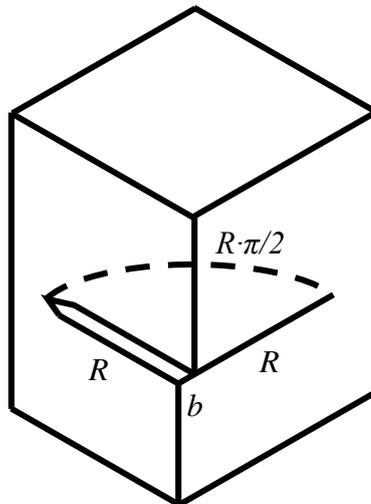


Рисунок 3.13 – Дислокационный подход к рассмотрению ПС как смешанной макро-дислокации общего вида с вектором Бюргерса b и радиусом петли R

Таким образом, доля свободного объема α_f , генерируемого одним актом сдвига, измеренным в данной работе, задается формулой:

$$\alpha_f = \frac{\xi(p)\langle E \rangle}{Lh} = \frac{\frac{1}{K} \left(\frac{dK}{dp} - 1 \right) \frac{Gb^2}{4} \left(\frac{1}{(1-\nu)} + 1 \right)}{Rh \left(\frac{\pi}{2} + 2 \right)} \cdot 100\% \cong 0,9\%, \quad (33)$$

- где упругие константы сплава Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀: $G = 35,5$ ГПа, $K = 172,6$ ГПа, $\nu = 0,4$ [2];
- размер вектора Бюргера макро-дислокации $b \approx 400$ нм – средняя величина сдвига, вычисленная в п. 3.5;
- величина радиуса $R \approx 0,5$ мм средняя длина ПС, измеренных в п. 3.5;
- толщина ПС $h \approx 10$ нм – согласно результатам прямых измерений [18].

Важно отметить, что в процессе локализованной деформации очередные сдвиги зачастую проходят в плоскости предыдущих. Таким образом, с каждым последующим сдвигом в плоскости накапливается избыточный свободный объем, т.е. $\alpha_f \sim nb^2$, где n – количество сдвигов величиной b в данной ПС. Как показали видео-исследования, перед разрушением в по магистральной ПС проходит до 10 сдвигов, т.е. накопленный свободный объем доходит до 10 %. Такая оценка α_f находится в согласии с оценками других исследователей [37,163,164], согласно которым содержание свободного объема в ПС составляет 0,5...10 %. Принципиальным является то, что в предлагаемом подходе увеличение свободного объема в ПС является следствием локализации деформации при движении дефекта дислокационного типа, а не его причиной.

Существенное различие между дислокациями в кристаллических и аморфных металлах возникает из-за микроструктурных изменений, которые дислокации оставляют после перемещения. Кристаллическая решетка остается неизменной после дислокационного скольжения вдоль плоскости скольжения в кристаллах, в то время как в аморфных металлах при перемещении супер-дислокации накапливаются изменения малого и среднего порядка. Это объясняет существенное отличие структур аморфной матрицы и ПС [92]. Маасс и соавторы показали, что материал вблизи ПС (на расстоянии десятков мкм) обнаруживает изменения твердости и модуля упругости [28,170]. Маасс и соавторы объясняют этот феномен не изменением в микроструктуре вблизи ПС (толщина которой ~ 10 нм), но результатом дальнедействующих полей напряжений вокруг ядра ПС, что также подтверждается результатами настоящей работы. Кроме того, результаты настоящей работы находятся в согласии с универсальными концепциями пластичности конденсированных сред, например, с теорией среднего поля, предполагающей, что деформация кристаллов, стекол и земной коры управляется аналогичными механизмами [32].

Утверждение, что дислокации не существуют в металлических стеклах из-за отсутствия периодической кристаллической решетки в аморфной структуре не может быть принято всерьез. Вольтерра первым ввел понятие дислокаций и дисклинаций в строгом математическом смысле, используя лишь линейную механику сплошных сред [114]. Таким образом, существование дислокаций не требует наличия кристаллической структуры. Дефекты в твердых телах должны описываться не геометрическими позициями отдельных атомов или других составляющих структурных элементов, а создаваемыми ими упругими полями. Итак, если ПС в МС рассматривается как линейный дислокационно-подобный дефект, то она должна создавать упругое смещение, аналогичное смещению классической дислокации Вольтерра. Это смещение должно порождать поле напряжения S , причем $S \sim 1/R$, где R – расстояние от ядра дислокации. Вышеописанные поля смещений и напряжений получены в настоящей работе, что подтверждает дислокационную природу ПС. Наличие дислокаций в кристаллах, земной коре [116,171] и аморфных металлах является сильным аргументом в пользу универсальности механизмов пластичности конденсированных сред. Результаты 3 главы опубликованы в работах [148,172], апробация представлена в [173].

3.7 Выводы по 3 главе

1. Параметрами КЦИ, обеспечивающие оптимальное соотношение между точностью и потерей данных при исследовании деформации МС, являются: поле сравнения 40×40 и шаг сетки 3×3 пикселя².
2. Для получения изолированных сдвигов краевого и винтового типа в МС оптимально применение сжатия образцов в форме параллелепипеда квадратного сечения с соотношением высоты к основанию 2:1 и надрезом прямоугольного либо радиального типа соответственно.
3. Полоса сдвига, в отличии от трещины, сохраняет высоту ступеньки сдвига после снятия нагрузки и не имеет в своей вершине зоны пластической деформации».
4. Экспериментально измеренные поля абсолютной деформации сдвигов краевого и винтового типа в МС количественно совпадают с теоретически рассчитанными краевыми и винтовыми дислокациями, т.е. ПС в МС являются дефектами дислокационного типа.
5. В рамках дислокационного подхода к ПС показано, что (1) ветвление, изгиб, взаимодействие ПС и деформационное упрочнение может быть объяснено наличием у них дальнедействующих упругих полей; (2) наличие избыточного свободного объема в ПС может быть объяснено прохождением в плоскости сдвига дислокации.

4 ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ОБЪЕМНОМ МЕТАЛЛИЧЕСКОМ СТЕКЛЕ

Как было описано в п.2.2.2, устройство цифровой высокоскоростной видеокамеры налагает ограничение на объем получаемых данных. Вследствие этого, режим съемки является компромиссом между оптическим разрешением, временным разрешением (скорости съемки), длительностью съемки и площадью обзора (приложения 5-7). Площадь обзора должна, как минимум, полностью вмещать в себя исследуемую ПС. Минимальная длительность съемки (~2 с) достаточна для регистрации высокоскоростных событий, т.к. применяется запись по триггеру. Кинетические исследования разделены на два типа, согласно двум вариантам компромисса между двумя оставшимися параметрами:

- максимальное оптическое разрешение (1 Мпкс, 2,16 мкм/пкс) при относительно низкой скорости съемки (до 6000 к/с) позволило исследовать изменение морфологии ПС;
- максимальная скорость съемки (до 30 000 к/с) при минимально возможном оптическом разрешении (4,53 мкм/пкс) позволило исследовать кинетику эволюции ПС.

4.1 Исследование кинетики полос сдвига с максимально возможным оптическим разрешением

При исследовании кинетики с максимально возможным оптическим разрешением успешно зарегистрировано более 20 ПС. Были выявлены общие особенности, представленные на примере двух типичных случаев эволюции ПС (рисунок 4.1). Развитие ПС можно условно разделить на два процесса:

1) Формирование ПС, которое может произойти либо в области ранее не подвергнутой локализованной деформации (рисунок 4.1а), либо в виде «продолжения» ранее сформированной ПС (рисунок 4.1б). В последнем случае наблюдается суммарный прирост ПС как по длине, так и по высоте ступеньки, т.е. по величине сдвигового смещения. Следует отметить, что каждый такой прирост сопровождается не просто добавлением сдвига в «новой» области, но изменением по всей длине очередной ПС включая участок «старой» ПС: каждый раз ПС как бы проходит весь путь заново. Что примечательно, траектория «новой» ПС далеко не всегда совпадает со «старой». Как правило, с каждым приростом ПС, предыдущий участок не сильно, но заметно видоизменяется: «новая» ПС огибает некоторые участки «старой». Примеры этого явления наглядно представлены на рисунке 4.1б и отмечены стрелками: формирование Z-образного изгиба (кадр 2) и обходного пути (кадр 3). Такая особенность морфологии может быть объяснена тем, что в плоскости сдвига существуют упрочненные участки, которые ПС вынужденно огибает.

В случае же отсутствия таких участков упрочнения, т.е. наличия в ПС только разупрочнения данный феномен не имел бы физического обоснования. Сдвиг формируется в области максимальных напряжений и стремление ПС из области пониженной прочности в область повышенной прочности энергетически не выгодно. Кроме того, наличие в ПС более плотных и сжатых областей экспериментально подтверждается Бинковски, Рёснером [92,93].

2) Сдвиг (скольжение) по формируемой ПС, сопровождающийся видимым изменением контраста и толщины ПС, что хорошо видно на рисунке 4.1а (кадры 2 и 3). Сдвиг начинается одновременно с появлением ПС (иначе ПС бы не было видно) и занимает, как и стадия формирования, 1-2 кадра (при скорости съемки 6000 к/с). Эта особенность позволяет говорить о том, что распространение ПС и сдвиг в ПС непосредственно связаны между собой и происходят одновременно.

Механизм формирования распространяющейся ПС мало изучен и до сих пор остается открытым вопросом. Прерывистое скольжение по плоскости, разделяющей образец на две части (в т.н. терминальной ПС) является процессом более медленным и хорошо изучено как оптическими, так и тензометрическими методами (п. 1.3.4). Скорость сдвига (скольжения) в терминальной ПС при н.у. оценивается как величина порядка 1...10 мм/с. Разумно предположить, что скорость скольжения не должна изменяться в силу изменения площади ПС. Оценим скорость скольжения по имеющимся данным.

Наблюдение морфологии ПС в сканирующем электронном микроскопе свидетельствует о том, что сдвиг происходит под углом $\sim 45^\circ$ к наблюдаемой плоскости (рисунок 4.1в). Высота ступеньки такой полосы после единичного акта сдвига составляет ~ 1 мкм у края образца, а значит, величина сдвига составляет $\sim 1 \text{ мкм} / \sin(45^\circ) \approx 1,4 \text{ мкм}$. Время скольжения, согласно видеоданным, составляет ~ 333 мкс (т.е. 2 кадра по 167 мкс). Время сброса нагрузки существенно медленнее (100 ± 200 мс), что, по-видимому, является результатом относительно медленного отклика тензометрического датчика нагрузки и упругого последствия механической системы. Отсюда, величина скорости сдвига составляет $1,4 \text{ мкм} / 3,33 \cdot 10^{-4} \text{ с} \approx 4,2 \text{ мм/с}$, что согласуется с экспериментальными результатами Сонга и соавторов ($2,2 \dots 4,2 \text{ мм/с}$) [35]. Таким образом, средняя скорость скольжения не зависит от величины площади сдвига и стадии развития ПС. При равной скорости, величина сдвига в терминальной ПС существенно больше, т.к. занимает больше времени. Это становится возможным благодаря тому, что образец, фактически, разделяется на две части и наблюдается некая аналогия трения двух тел с вязким промежуточным слоем. Такое скольжение хоть и интересно с научной точки зрения, однако не несет особой пользы для прогнозирования работоспособности материала, т.к. рассматривает процессы, происходящие уже после нарушения целостности образца. Гораздо важнее процессы, предшествующие

формированию терминального сдвига, т.е. закономерности формирования распространяющихся ПС. Именно механизмы распространения ПС и их взаимодействия определяют прочностные свойства МС.

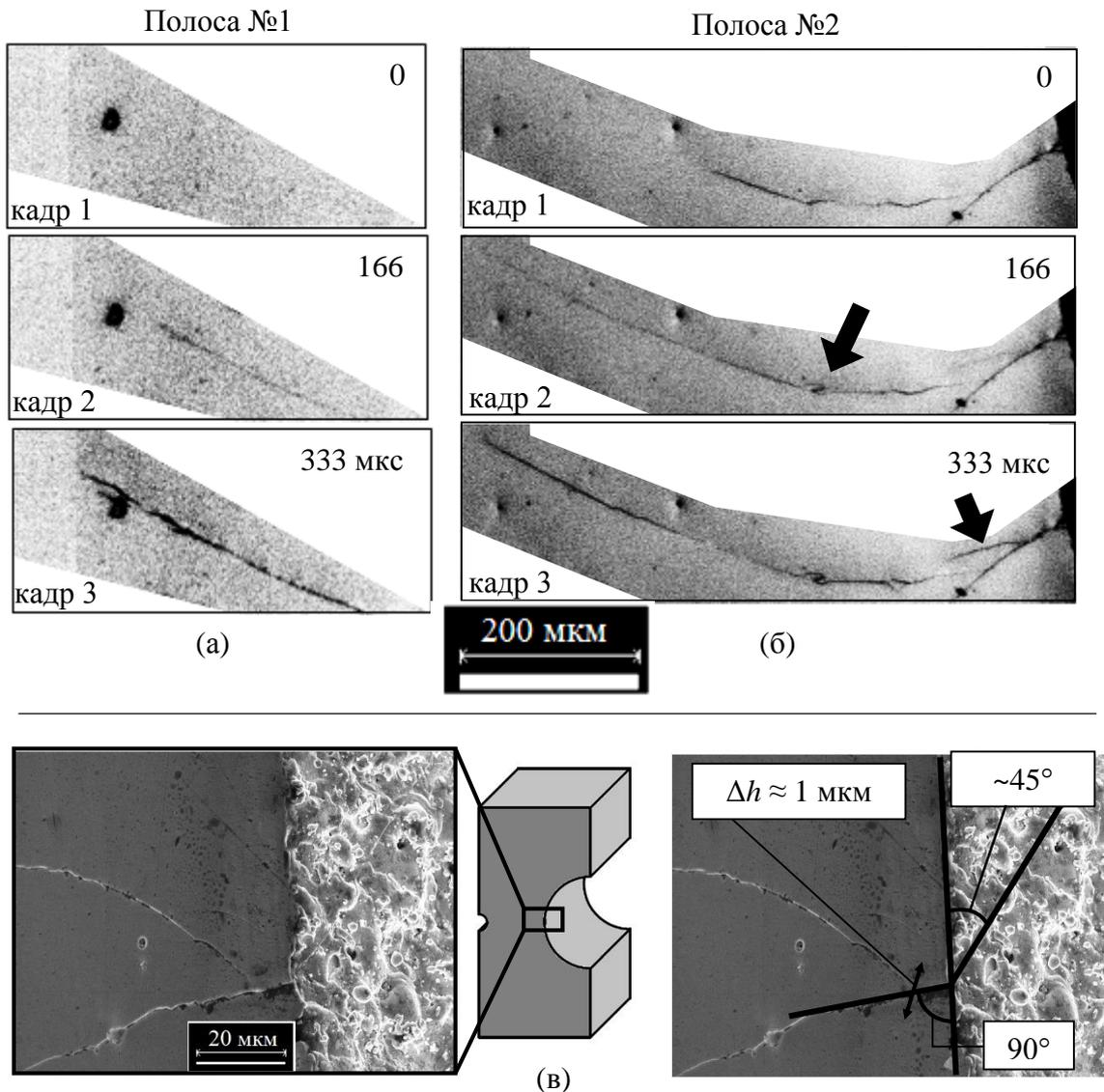


Рисунок 4.1 – Изменение морфологии ПС при сжатии образцов с радиальным надрезом: серии кадров (а) и (б) – типичная картина развития полос сдвига. Стрелками указано изменение морфологии «старых» полос при их подрастании. Скорость съемки 6000 к/с. (в) Результаты измерений методом электронной микроскопии углов ПС относительно граней образца и высоты ступеньки сдвига h .

Результаты видеосъемки с частотой 6 000 кадров в секунду показали, что формирование полос в широком диапазоне длин (от 50 до 500 мкм) происходит в течение одного-двух кадров. Возникновение наиболее протяженной ПС ($\sim 1 \text{ мм}$) представлено на рисунке 4.2, где траектория новой ПС (в) выявлена с помощью вычитания кадра (а) из кадра (б). Т.к. формирование данной

ПС произошло в течение одного кадра, время формирования лежит в диапазоне $[0...166]$ мкс. Соответственно, возможна лишь оценка нижнего порога скорости, который составляет 5,56 м/с.

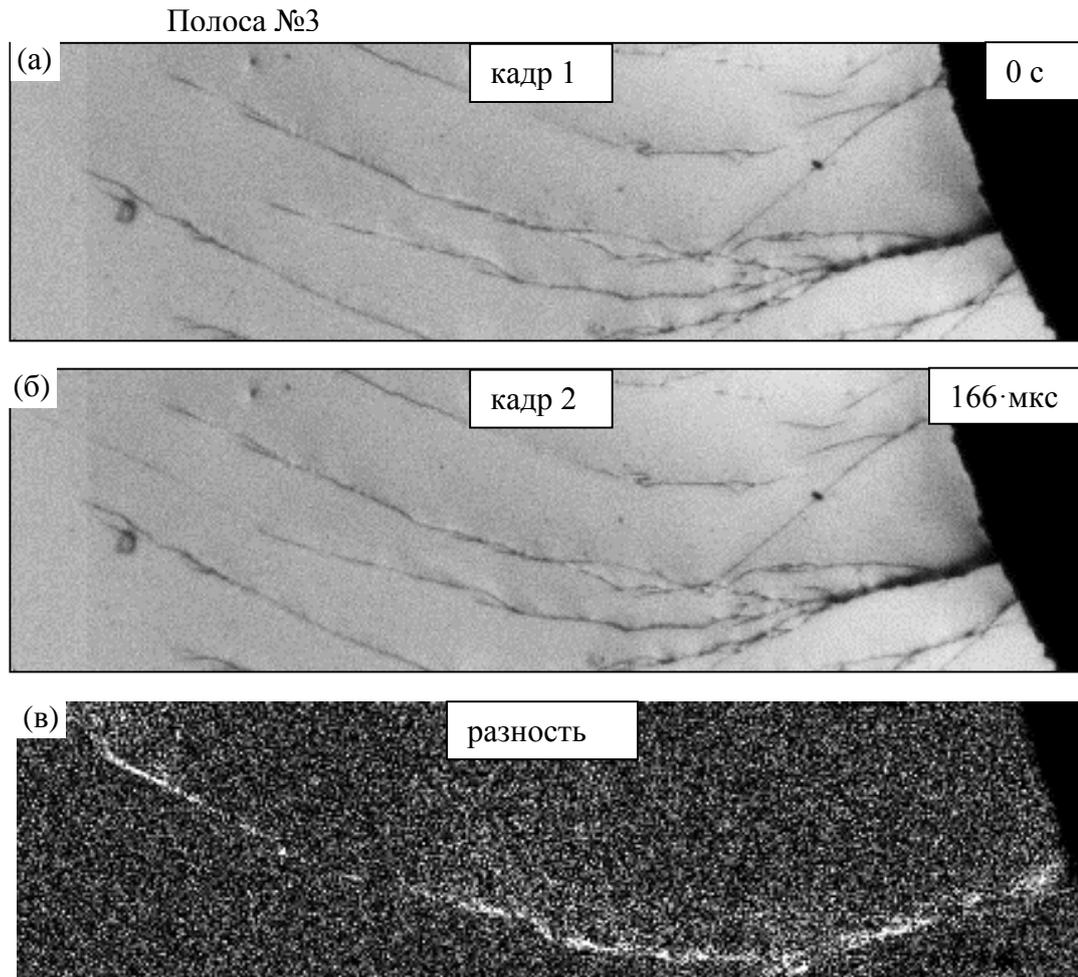


Рисунок 4.2 – Кадры видеосъемки (размер 930×130 мкм) с частотой 6 000 к/с (а, б) и разность между кадрами, обнаруживающая полосу длиной ≈ 930 мкм

Измеренная величина отлично согласуется с данными измерений акустической эмиссии [45], которая, по определению, может возникать только в результате быстропротекающих процессов. Так, скорости в 4,2 мм/с недостаточно для образования импульсной АЭ, тогда как 5,56 м/с – скорость вполне достаточная для наблюдения высокоамплитудной АЭ.

Обработка акустических, механических и видеоданных с их последующим совместным анализом выявила следующие особенности. Величина сброса нагрузки в результате сдвига коррелирует с длиной ПС (рисунок 4.3а), непосредственно связанной с площадью, заметаемой скольжением. Корреляции же между сбросом нагрузки и амплитудой сигнала АЭ, напротив, не наблюдается (рисунок 4.3б). Это говорит о том, что акустический импульс связан напрямую не со скольжением, обеспечивающим сброс нагрузки, но с неким начальным этапом формирования плоскости сдвига. Данный вывод также согласуется с выводами Лазарева и соавторов [174], Маасса и Лёфлера [41].

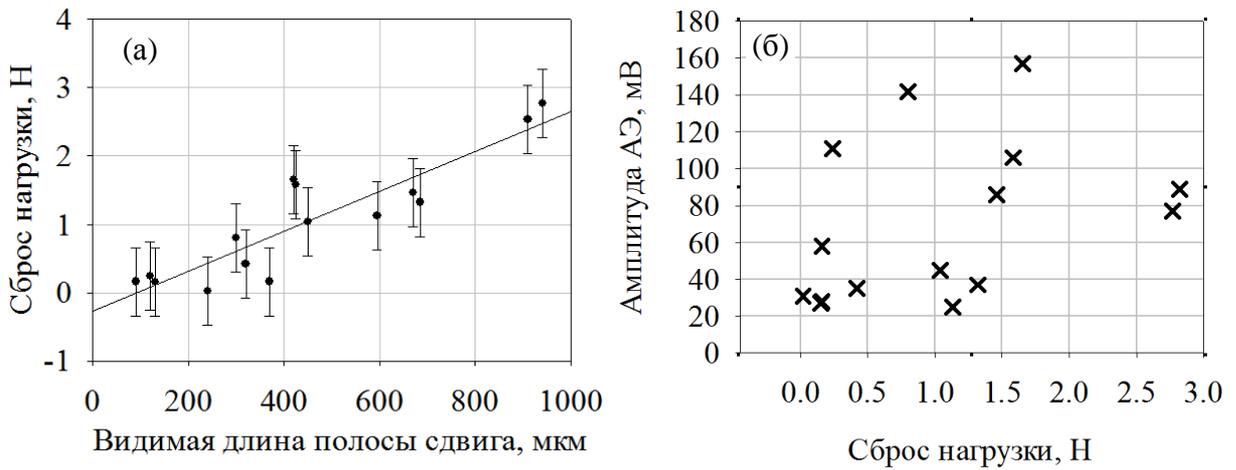


Рисунок 4.3 – Результаты совместного анализа полученных данных: (а) зависимость величины сброса нагрузки от видимой длины ПС, (б) график амплитуды АЭ от сброса нагрузки

На представленных видеокдрах видно, что ПС представляют собой линии, толщина и контраст которых может сильно изменяться по длине вплоть до «исчезновения». Например, полосы на рисунке 4.2 выглядят так, как будто их вершина отделена от основной части. Для выяснения причин данного явления, было проведено детальное исследование морфологии ПС на образцах после механических испытаний при помощи сканирующего интерферометра Zygotlot 7100.

4.2 Исследование морфологии полос сдвига после высокоскоростной видеосъемки

Результатом работы сканирующего интерферометра является трехмерная поверхность, заданная координатами XYZ . Оптимальным инструментом анализа резких перепадов высот на плоскости (таких, как ступеньки ПС) является вычисление величины наклона. На рисунке 4.4 представлено оптическое изображение, полученное при помощи видеокамеры (а) и карта цветовой индикации амплитуды наклона (б). Если предположить, что отсутствие контраста в середине ПС вызвано исчезновением ступеньки (т.е. произошел сдвиг обратного направления), то на карте наклона такой участок также будет отмечен прерыванием ПС. Однако, отчетливо видно, что прерывания ПС, наблюдаемые на видеокдрах, отсутствуют на карте наклона. Таким образом, изменение контраста по длине ПС не связано с изменением величины сдвига или с явлением обратного сдвига. По-видимому, этот эффект связан с особенностями освещения и методом получения оптического изображения. В связи с этим, толщина и контраст ПС, наблюдаемые на видеокдрах, хоть и связаны напрямую с актами сдвига, не могут быть использованы для оценки величины сдвигов. Тем не менее, отслеживаемые изменения в длине ПС могут быть использованы при исследовании кинетики, т.е. оценки времени, затраченного на процесс формирования ПС.

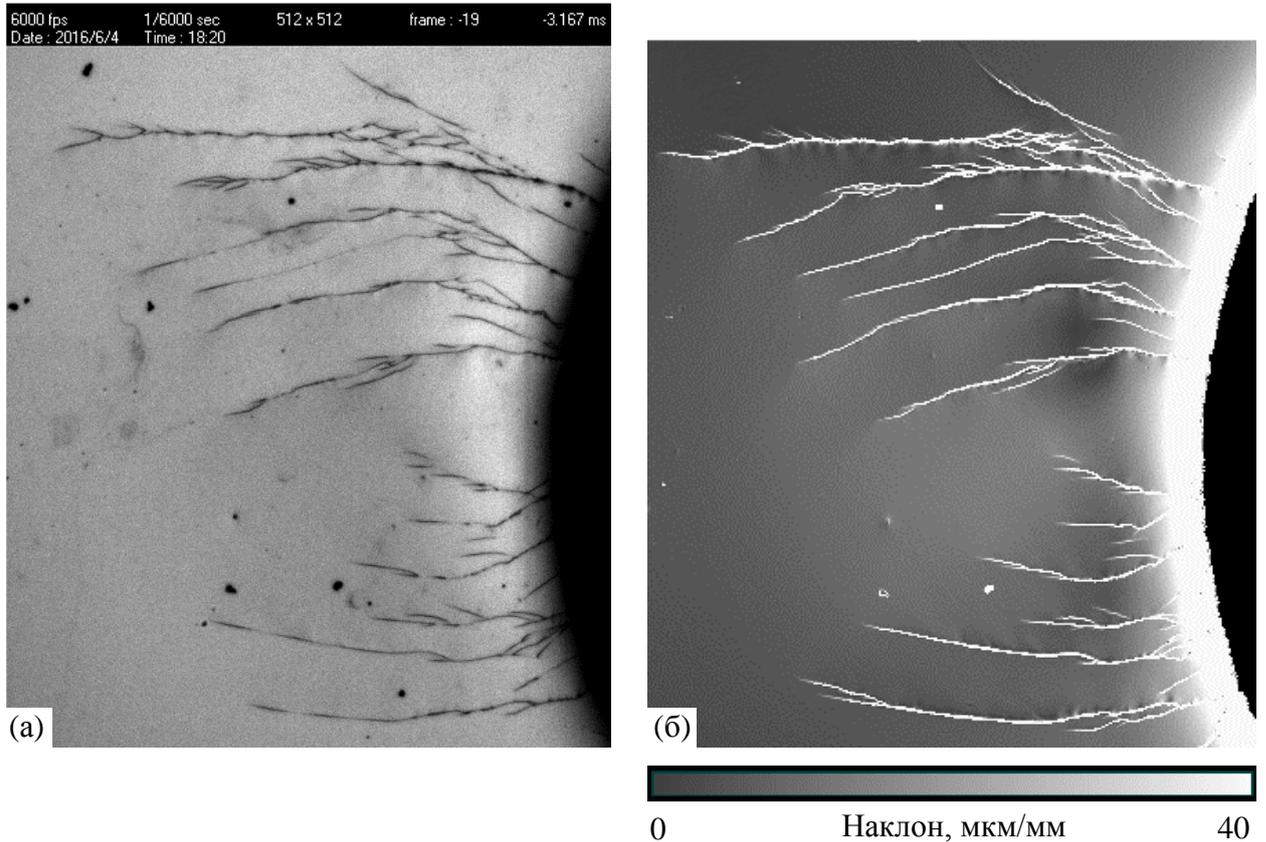


Рисунок 4.4 – Сравнение изображений (размер $1 \times 1,25$ мм) морфологии ПС после испытаний на сжатие, полученных при помощи оптической видеосъемки (а) и сканирующей интерферометрии (б). Отличие в длине некоторых ПС обусловлено тем, что между состоянием (а) и (б) произошло несколько актов сдвига

Еще одна особенность, выявленная при детальном анализе морфологии ПС, заключается в том, что высота ступеньки сдвига не является монотонной величиной. Практически все «старые» ПС (т.е. полосы, сформированные более чем одним актом сдвига) обнаруживают синусоидальные отклонения по накопленной амплитуде сдвига. Эти отклонения хорошо видны на карте наклона вдоль ПС (рисунок 4.5а). Для количественной оценки величины отклонений был выбран участок одной из ПС (рисунок 4.5б) вдоль которой измерена геометрия по сечению (рисунок 4.5в). Синусоидальные отклонения высоты ступеньки варьируются как по протяженности (5...30 мкм), так и по амплитуде (10...500 нм) и могут достигать 30% от средней величины амплитуды. Известно, что количество свободного объема напрямую связано со скольжением в ПС. Локальные неоднородности амплитуды сдвига свидетельствует о локальных неоднородностях концентрации свободного объема в плоскости сдвига. Несмотря на то, что ступеньки «новых» ПС практически линейны, возникновение и накопление отклонений все же происходит. Это свидетельствует в пользу того, что структура ПС является неоднородной, что было подтверждено экспериментально Рёснером и соавторами и Бинковски и соавторами [92,93].

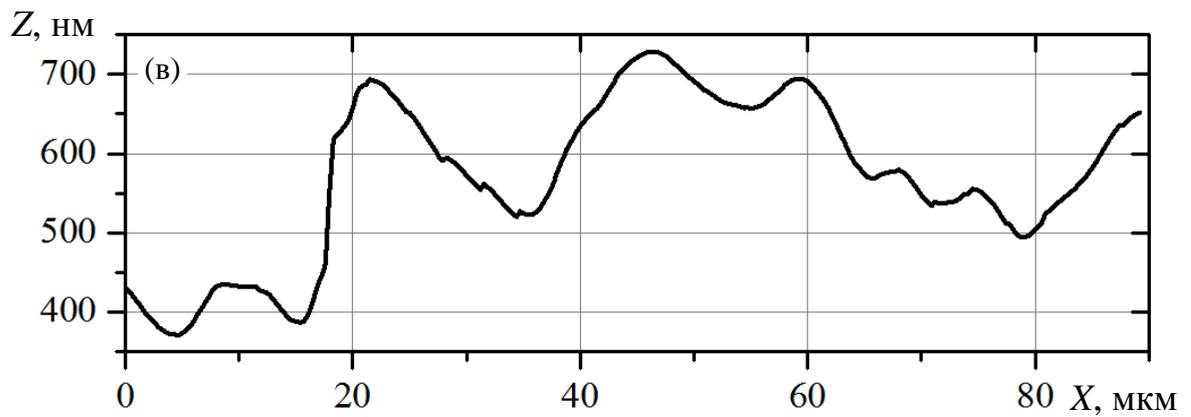
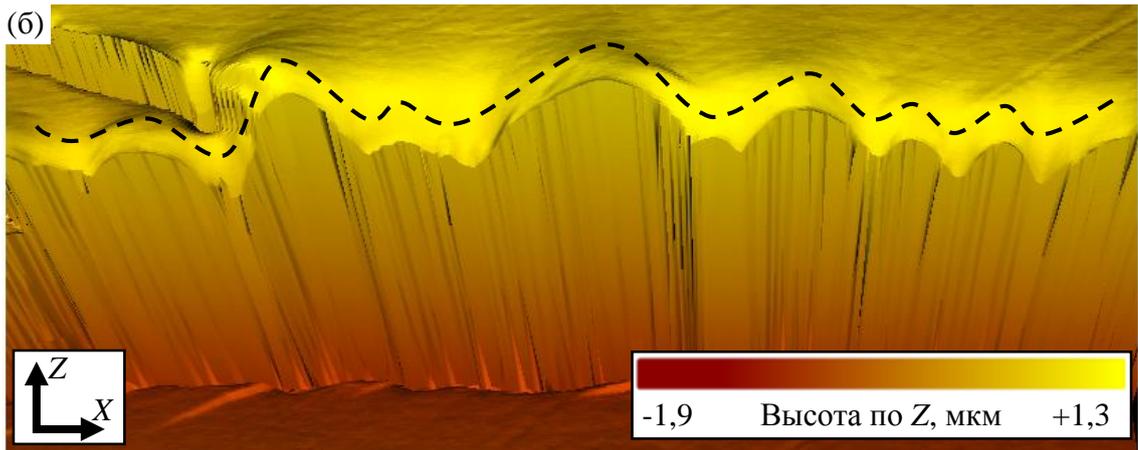
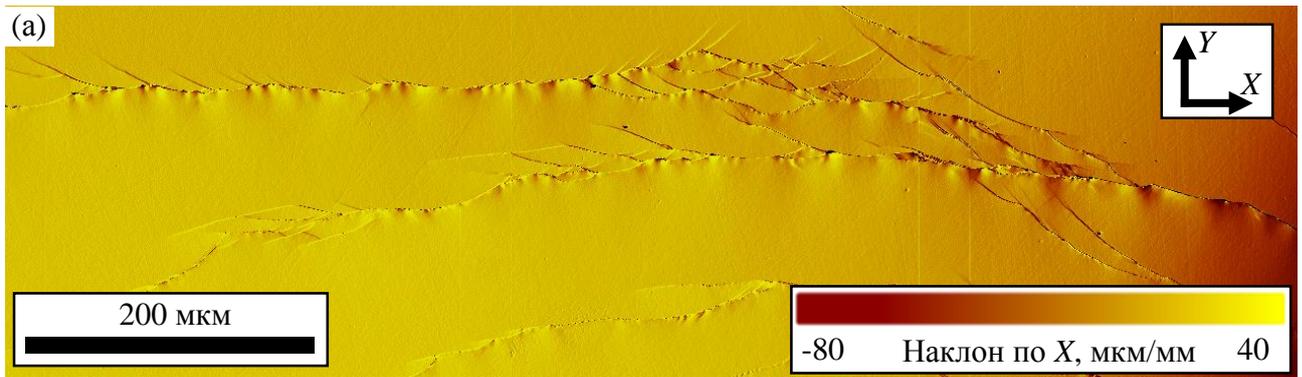


Рисунок 4.5 – Локальные отклонения высоты ступенек ПС: карта наклона (а), крупный план участка одной из ПС на 3D поверхности (б), где пунктирная линия указывает на местоположение сечения, представленного на (в)

4.3 Исследование кинетики полос сдвига с максимально возможным временным разрешением

Для того, чтобы следить за развитием локализованной деформации сдвига, была применена обработка изображений. Последовательные видеокadres в градации серого были обработаны с использованием пиксельного вычитания контраста. В результате вычитания, области изображения, претерпевающие сдвиговое смещение выглядят белыми, тогда как недеформированные области выглядят черными (рисунок 4.6, средний столбец). Скорость распространения ПС оценивалась путем деления длины ПС, которая появляется в течение данного кадра к временной длительности кадра. Почти все сдвиговые события наблюдались в течение по меньшей мере двух кадров. Первые кадры не были использованы для вычисления скорости, чтобы приращение сдвига начиналось одновременно с началом кадра. Более 200 сдвиговых событий были зарегистрированы и проанализированы.

В первом приближении ПС можно рассматривать как плоский дефект, который появляется в плоскости максимального напряжения сдвига [65]. При наблюдении поверхности образца МС деформируемого сдвигом, видна лишь линия пересечения между плоскостью сдвига и поверхностью образца. Ступенька смещения на поверхности используется для оценки направления и величины сдвига. Если предположить, что сдвиговой фронт стартует из определенной точки инициации (ТИ), распространяется вдоль плоскости максимальных напряжений во всех направлениях и, наконец, останавливается, то в итоге получим плоскость сдвига в форме диска. В зависимости от местоположения ТИ в образце в форме параллелепипеда можно выделить два альтернативных сценария развития зоны сдвига, соответствующие двум типам наблюдаемых геометрии сдвига:

- 1) фронт распространяется в двух направлениях, если ТИ находится на поверхности образца (рисунок 4.6а);
- 2) фронт распространяется в одном направлении, если ТИ находится на ребре образца, (рисунок 4.6а).

Почти все акты сдвига происходят в течение нескольких (двух или более) кадров и результаты, показанные на рисунке 4.6 представляют собой типичную картину распространения ПС в МС. Оценка скорости распространения сдвига дает величину ~ 1 м/с. Таким образом экспериментально выявлено, что ПС возникает не одновременно согласно перколяционной модели, а в результате последовательного распространения фронта сдвига.

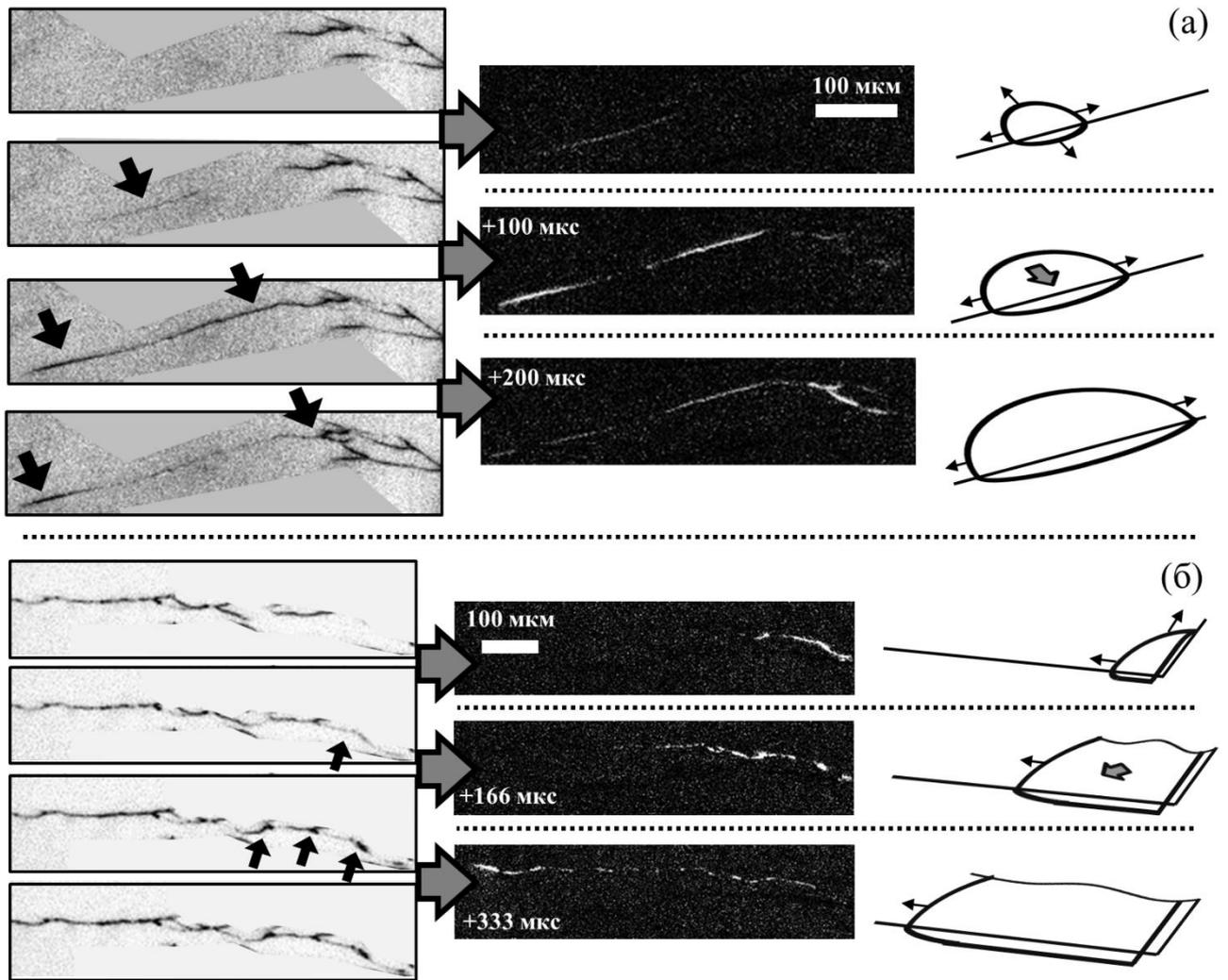


Рисунок 4.6 – Последовательное формирование ПС, стартующее с поверхности (а) и с ребра (б) образца МС на основе палладия при сжатии. Левая колонка: кадры видеосъемки, расположенные последовательно сверху вниз, где стрелки указывают на развитие сдвига. Центральная колонка: результат вычитания двух последовательных кадров из левой колонки. Число обозначает время, прошедшее между двумя последовательными кадрами в мкс. Правая колонка: модель распространения фронта сдвига, соответствующая наблюдениям, где широкая стрелка указывает направление сдвига и узкие стрелки соответствуют направлению распространения фронта сдвига

Оценка нижнего порога скорости распространения ПС по первым кадрам событий сдвига составляет ~ 5 м/с, т.е. не менее указанной величины. Вычисление скорости по вторым кадрам дает уже четко ограниченный диапазон возможных значений $\sim 0,1 \dots 2$ м/с, который является средней скоростью ПС в течение одного кадра (рисунок 4.7). Очевидно, что скорость фронта ПС снижается с течением времени и в первом приближении является импульсной: нарастание

от нуля до максимального значения (не менее ~ 5 м/с) в течение не более ~ 30 мкс (что также подтверждается данными АЭ), затем экспериментально подтвержденное затухание до нуля.

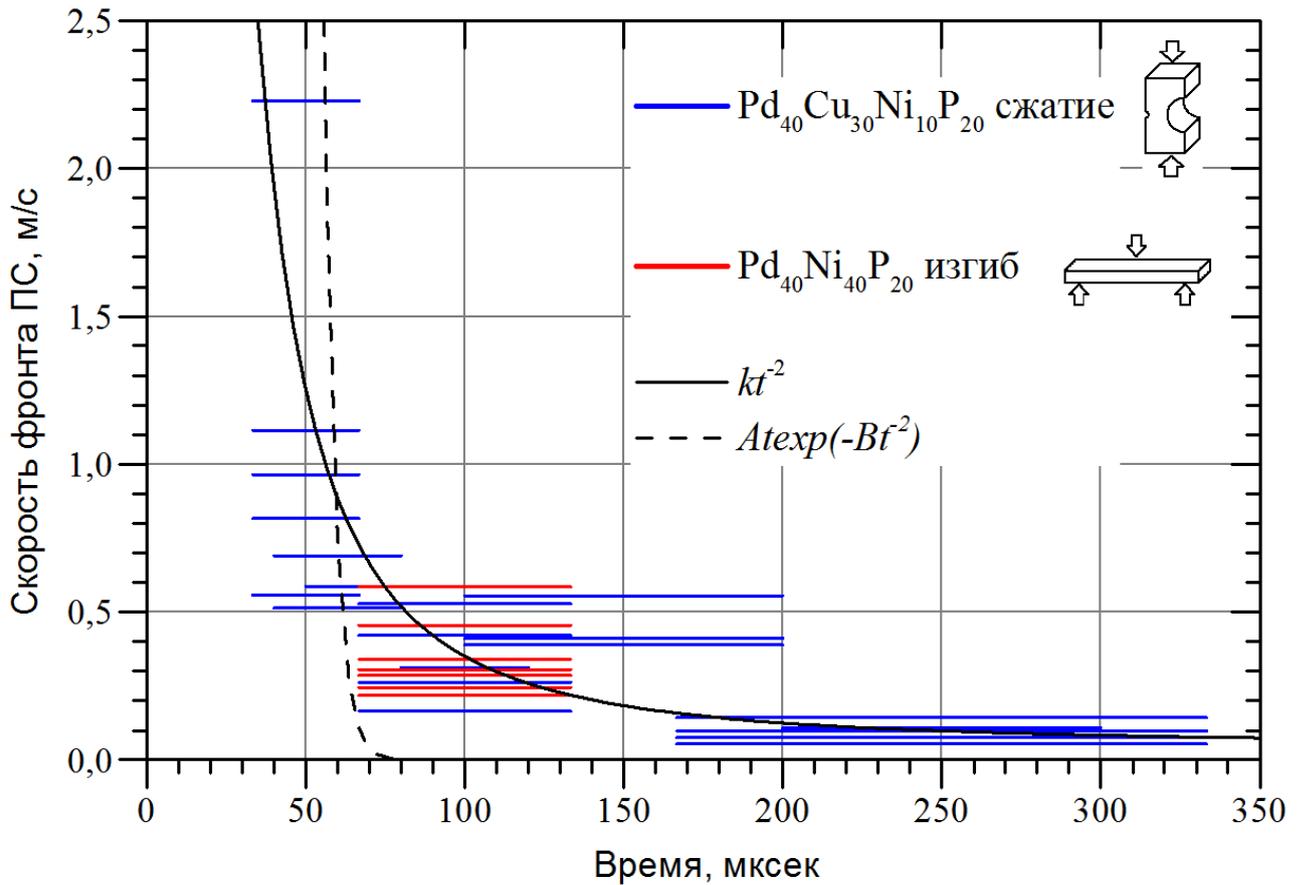


Рисунок 4.7 – Результаты оптического измерения средней скорости распространения фронта ПС при сжатии (синие линии) и изгибе (красные линии) образцов МС на основе палладия и аппроксимирующие функции (черные линии). Каждая точка соответствует отдельной ПС

В мировой литературе при изучении явления локализованной деформации МС существует некоторая путаница в определениях и понятиях, таких как скорость ПС, скорости сдвига и т.д. Определим явления, происходящие при локализованной деформации и классифицируем их по характерным скоростям, используя данные из литературы и экспериментально полученные в настоящей работе (рисунок 4.8).

1) Распространение сдвиговой трещины

В данном случае сдвиг немедленно приводит к разрушению. Очевидно, что целостность образца нарушается, т.к. теряется связь между плоскостями сдвига. В случае разрыва сплошности в материале в результате сдвига рационально использовать термин «трещина сдвига». Прямые наблюдения показывают, что трещина сдвига при растяжении МС распространяется с максимально возможной скоростью в материале, равной $0,9$ от скорости поперечной звуковой волны V_T [39]. Время t нарастания скорости от нуля до $0,9 \cdot V_T$ составляет не более 1 мкс, после

чего порядок скорости не изменяется вплоть до разрушения. Асимптотическое нарастание от нуля до фиксированной величины математически аппроксимируется функцией вида:

$$V(t) = 0,9V_T e^{-\frac{1}{t}}, \quad (34)$$

Согласно известным данным по разрушению МС при сжатии, нижний порог скорости трещины сдвига 170 м/с [38]. Время же нарастания сигнала АЭ, идентифицируемое со временем нарастания скорости сдвигового фронта, составляет ~30-50 мкс.

2) Распространение полосы сдвига

В случае, если сдвиг не приводит к разрушению, связь между плоскостями сдвига сохраняется.

Наблюдаемый процесс представляет собой формирование плоскости сдвига посредством распространения фронта сдвига. Высокоскоростная видеосъемка позволяет зарегистрировать лишь стадию затухания скорости фронта сдвига. Однако, не вызывает сомнения, что в начале времени отсчета скорость равна нулю, т.е. $V_T(0) = 0$, а значит имеет место стремительное нарастание скорости от нуля до максимума за короткий промежуток времени (≤ 30 мкс). При этом, затухание скорости от максимума до нуля происходит за время, на порядок большее (~300 мкс) (рисунок 4.7). Такая асимметрия импульса связана, по-видимому, с диссипацией (рассеянием) энергии сдвига в результате «трения» в плоскости сдвига. Функция, подходящая под описание такого импульса – т.н. функция Фишера [175], описанная в п. 1.4.7, которая применительно к скорости фронта ПС будет выглядеть как

$$V(t) = Ate^{-Bt^2} \quad (35)$$

где A и B – константы.

Однако, функция Фишера затухает слишком быстро (рисунок 4.7, пунктирная черная линия) и участок затухания наиболее близко описывает обратно-квадратичная зависимость (сплошная черная линия на рисунке 4.7):

$$V(t) = kt^n, n \cong -2 \quad (36)$$

где k, n – константы.

Обратно-квадратичная зависимость аппроксимирует лишь участок спада скорости до некоей максимальной величины

3) Скольжение в терминальной полосе сдвига

При рассмотрении скольжения берегов сдвига друг относительно друга максимальная скорость такого смещения составляет 1...10 мм/с. Длительность смещения (скольжения) в случае терминальной ПС, т.е. при перерезании образца на две части составляет 1...10 мс, что на порядок

больше, чем время формирования ПС. Поведение скорости скольжения имеет импульсный вид и для описания кинетики некоторыми исследователями используется функция Фишера (29) [139,140], либо функция «обратная» по поведению: с медленным нарастанием и резким затуханием [176].

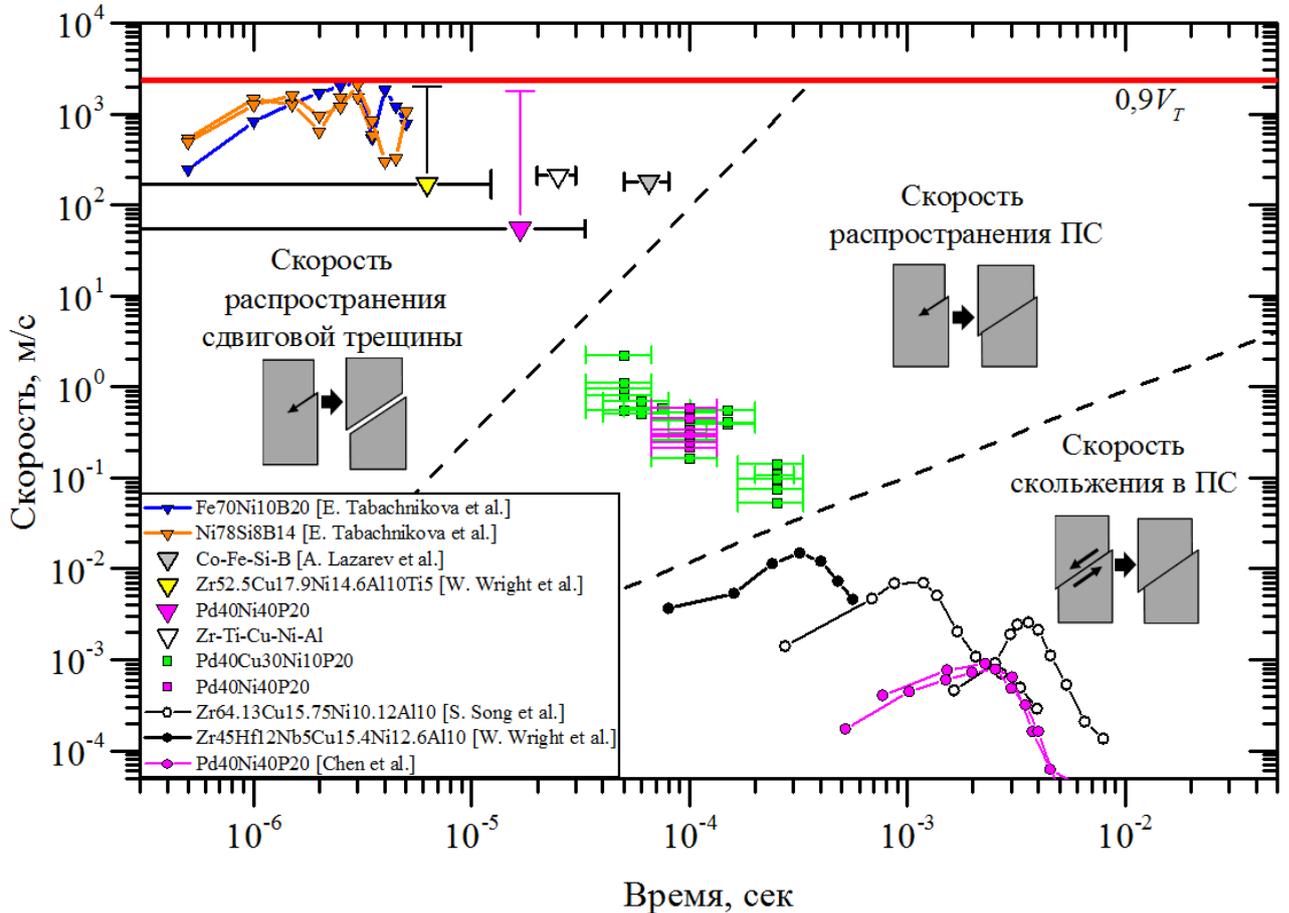


Рисунок 4.8 – Характерные скорости сдвиговых процессов в МС, где квадраты представляют собой прямые измерения скорости ПС в настоящей работе; треугольники – скорость сдвиговой трещины, оцененные по времени нарастания импульса АЭ (белый и серый) [174], а также по данным видеонаблюдения [38,39]; круги – скорости скольжения в терминальных ПС, измеренные методом ЦКИ [38,71,177]. Принципиальные схемы сдвиговых процессов обозначены для наглядности

Стоит еще раз отметить, что прерывистое скольжение в МС, которое исследуется и моделируется подавляющим большинством ученых, является скольжением в терминальной ПС, где фактически произошло разделение образца на две части. Эта финальная стадия локализации деформации в МС аналогична образованию шейки при растяжении поликристаллических металлов – она также является предвестником разрушения. Не менее важно исследование сдвига до образования терминальной ПС, когда образец или деталь далеки от разрушения и еще существует возможность упрочнения и повышения ресурса материала. Опять же, процесс

разрушения МС происходит на порядки быстрее скольжения, а значит моделирование кинетики скольжения не помогает напрямую в понимании механизма разрушения.

Нанесение трех типичных сдвиговых явлений и их принципиальных схем на один график (рисунок 4.8) ясно показывает их различие по скоростным и временным характеристикам. Тем не менее эти явления могут быть связаны общим механизмом, разработка которого является темой дальнейших работ.

Очевидно, что скольжение в ПС возникает в результате формирования ПС, т.е. в результате разрыва и ослабления атомных связей в плоскости скольжения. Таким образом, формирование ПС и скольжение в ПС непосредственно связаны друг с другом. Распространение фронта сдвига, по-видимому, в зависимости от начальных условий (скорость внешней нагрузки, температура, структурная и деформационная предыстория материала), может привести либо к разрушению, либо к формированию ПС. Так, если удельное количество энергии (в единицу времени и на единицу площади), высвобождаемое в результате сдвига, достаточно мало, чтобы система успела рассеять его, то процесс затормаживается с образованием ПС. Напротив, если удельное количество энергии выше некоего критического значения, то сдвиговой процесс переходит в автокаталитический режим: сдвиговое трение вызывает разогрев, разогрев снижает вязкость, падение вязкости облегчает сдвиг и т.д. Это заканчивается разрушением, которое всегда сопровождается расплавлением материала в плоскости сдвига.

4.4 Применение дислокационного подхода к описанию кинетики сдвигообразования

Экспериментальное подтверждение конечности скорости ПС также свидетельствует в пользу дислокационной природы ПС. Известно, что дислокация обладает эффективной массой $M \sim b^2$ [178] и энергией [161]. Эффективная масса дислокации M является мерой ее инерции и ограничивает скорость конечной величиной, меньшей скорости звука в материале. Рассматривая плоскость сдвига в МС как макро-дислокационную петлю с массой M , вектором Бюргерса b и скоростью V , получаем, что ПС обладает импульсом $P = MV$. Получив импульс при зарождении, ПС распространяется, однако, учитывая $M \sim b^2$, эффективная масса макро-дислокации ПС увеличивается с ростом ее вектора Бюргерса. Т.к. импульс ПС не может увеличиваться, ее скорость V должна падать пропорционально увеличению массы M , т.е. $V \sim b^{-2}$. Предполагая, что вектор Бюргерса ПС увеличивается линейно с течением времени, т.е. $b \sim t$, получим $V \sim t^{-2}$, что совпадает с эмпирически найденной зависимостью (рисунок 4.7). Записав второй закон Ньютона через импульс $F = dp/dt$, и учитывая изменение эффективной массы M , получим член $V \cdot dM/dt$, где $dM/dt \sim k$ – аналог коэффициента вязкого трения. Таким образом, исходя из дислокационной

природы ПС и общеизвестных уравнений, можно физически обосновать поведение скорости ПС и применимость уравнения вязкого трения к описанию кинетики ПС, которая до сих пор являлась открытым вопросом [41].

Возможность существования дислокации как линейного дефекта в твердом некристаллическом теле доказана для таких сред, как земная кора [171,179], гранулированные материалы [30], квазикристаллы [180], графен [181] и, согласно результатам данной работы, аморфные металлические сплавы. Несмотря на различие микроструктуры дислокаций в отсутствие кристаллической решетки, все они имеют ключевую определяющую особенность - характерное упругое поле, заданное деформацией и порождаемое им поле напряжений вокруг линии дислокации. Учитывая этот факт, для правомерности применения дислокационного подхода необходимо лишь наличие самонапряженного состояния в твердом теле, т.е. упругого сдвига, сохраняющегося после снятия нагрузки. Топология такого сдвига обнаруживается не только в кристаллических и аморфных металлах, минералах, но и, например, в земной коре, что свидетельствует о возможности применения континуального дислокационного подхода к описанию деформации упругих твердых тел не только с трансляционной симметрией кристаллической решетки, но и для тел с ее отсутствием (рисунок 4.9).

Отличительной чертой дислокационного подхода к кинетике сдвига в кристаллическом теле и в аморфном теле, является поведение вектора Бюргерса b . В кристаллической решетке вектор Бюргерса задан строго: величина его равна межплоскостному расстоянию, а направление ограничено кристаллографическими направлениями, т.е. $b = \text{const}$ (рисунок 4.9а, б). В изотропном упругом континууме вектор Бюргерса дислокации общего вида (дислокации Вольтерра) не ограничен ни по величине, ни по направлению, благодаря чему может изменяться в процессе сдвигообразования и принимает размеры, соответствующие размерам деформируемой системы (рисунок 4.9б, в).

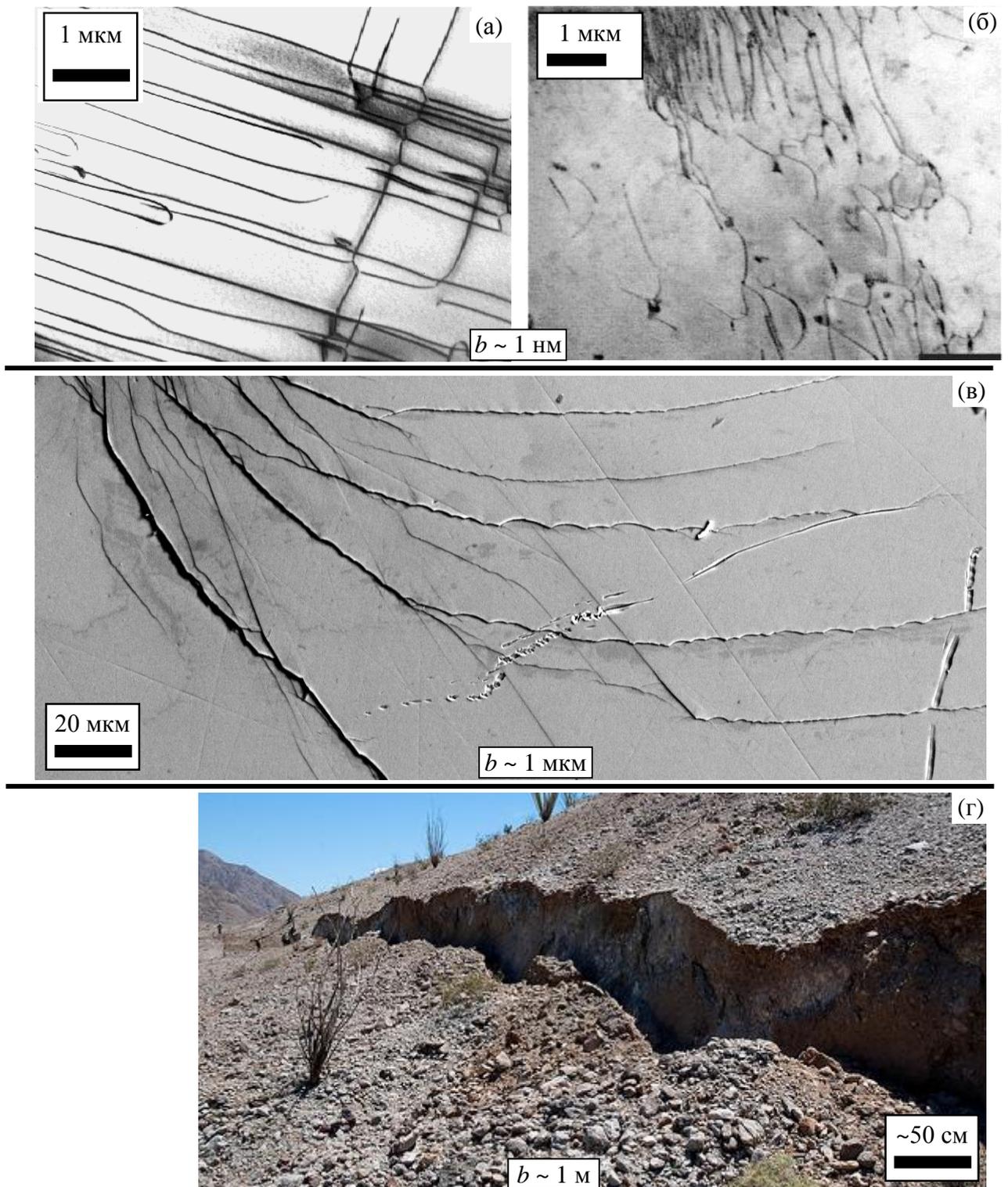


Рисунок 4.9 – Универсальность сдвиговой топологии различных материалов и масштабных уровней: ПЭМ изображения кристаллических дислокаций с $b \sim 1 \text{ nm}$ в минерале $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3$ (шпинель) [182] (а) и отожженной стали AISI 1010 [183] (б); полос сдвига с $b \sim 1 \text{ μm}$ в аморфном сплаве $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ (в); сдвиге земной коры с $b \sim 1 \text{ m}$ при землетрясении в Мексике, Эль-Майор — Куапа, 2010 г. (г)

4.5 Выводы по 4 главе

1. Скорость скольжения в формирующейся ПС при н.у. измеренная прямым методом составляет $\sim 3,9$ мм/с. Результат согласуется с экспериментальными результатами других исследователей (Сонг [35], Райт [38], Чен [177]).

2. При увеличении длины существующей ПС, ее траектория не совпадает полностью с предыдущей. Это говорит о том, что:

2.1 В плоскости сдвига существуют упрочненные участки, огибаемые ПС, что подтверждается исследованиями ЦКИ и ПЭМВР (Бинковски [93], Рёснер [92]).

2.2 Каждый акт сдвига вне зависимости от предыдущих заново формирует плоскость сдвига, которая может частично проходить через участки, разупрочненные предыдущими сдвигами.

3. Формирование ПС происходит не мгновенно по механизму перколяции, как предполагалось некоторыми исследователями (Сонг [71]), но с конечной скоростью по механизму распространяющегося фронта сдвига, что находится в согласии с компьютерной симуляцией Као [142].

4. Кинетика фронта сдвига обнаруживает асимметричный импульсный характер: быстрое (не более 30 мкс) нарастание скорости фронта от нуля до некоего максимального значения (не менее 5 м/с), а затем медленное (около 300 мкс) затухание по степенному закону, феноменологически представимому как $\sim t^n$ ($n \sim -2$). Скорость фронта ПС перед затуханием составляет $\sim 1 \dots 10$ м/с, что находится в согласии с тензометрическими измерениями Райт и соавторов ($\sim 2,8$ м/с [44]).

5. Результаты прямых наблюдений ПС, полученный с помощью высокоскоростной видеосъемки [154,184,185], находится в хорошем качественном и количественном согласии и косвенными данными измерений акустической эмиссии при образовании ПС в МС [45], а также с дислокационной природой ПС.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты, полученные в настоящей работе методом прямых наблюдений, дают ответы на два фундаментальных вопроса материаловедения металлических стекол, до настоящего времени являвшихся предметом дискуссий.

Во-первых, в работе показано, что упругие поля в вершине ПС количественно совпадают с полями дислокаций, рассчитанных для данных величин сдвига. Учитывая то, что тип дефекта определяется порождаемым им упругим полем, можно обоснованно утверждать, что ПС в МС являются дислокациями Вольтерра общего вида. Непопулярность дислокационной концепции применительно к МС обусловлена, в первую очередь, привычкой отождествлять дислокацию в кристалле с дислокацией в ее исходном понимании, физика которой основана на упругости изотропного тела. Подтверждение того, что дислокация есть дефект присущий не только кристаллам, но и аморфным сплавам, является аргументом в пользу универсальности дислокационного подхода к описанию механизмов пластичности конденсированных сред.

Во-вторых, установлено, что ПС формируется не мгновенно по механизму перколяции ЗСТ, но с конечной скоростью по механизму распространяющегося фронта сдвига, что также находится в согласии с дислокационным толкованием ПС. Выявлено, что кинетика ПС имеет асимметричный импульсный характер распределения во времени: время нарастания скорости сдвигового фронта меньше времени затухания как минимум на порядок. Показана правомерность применения дислокационного подхода к кинетике ПС.

Таким образом, обоснованно, что и статические, и динамические особенности ПС в МС логично описываются в рамках дислокационной концепции. В частности, показано, что формирование избыточного свободного объема в полосе сдвига может быть объяснено дислокационным скольжением. Существенно новым акцентом предложенного подхода являлось то, что увеличение свободного объема в полосе сдвига является следствием локализации деформации при движении дефекта дислокационного типа, а не его причиной.

Разумеется, получение вышеописанных результатов стало возможным благодаря разработке метода регистрации высокоскоростных видеоданных по триггеру сигнала АЭ и созданию соответствующей экспериментальной установки – универсального испытательного стенда (УИС). В настоящее время УИС, доказав свою эффективность в качестве исследовательского оборудования, активно используется в различных исследовательских проектах, в т.ч. для исследования деформационных процессов в магнии и магниевых сплавах.

ВЫВОДЫ

1. В рамках выполнения диссертационной работы разработан уникальный испытательный стенд (патент РФ на полезную модель № 155260 от 2015 г.) с возможностью одновременного механического испытания образцов с симметричной винтовой подачей нагрузки до 10 кН, высокоскоростной регистрацией видеоданных с частотой записи до 120 000 кадров в секунду; с микроскопическим увеличением до 45х и системой коаксиального освещения, а также регистрацией событий акустической эмиссии, сопровождающих быстропротекающие процессы в материале.

2. Для стенда разработана и успешно апробирована методика высокоскоростной микроскопической видеорегистрации процессов, происходящих при механических испытаниях материалов с синхронизацией по сигналу акустической эмиссии. Данная методика является оригинальным и эффективным способом исследования стохастических динамических явлений в материалах, в т.ч. микропроцессов деформации, сильно локализованных в пространстве и времени (полосы сдвига, двойники, трещины и т.д.).

3. В результате измерений поля деформации заторможенной полосы сдвига (скорость съемки 60 к/с, разрешение 2,16 мкм/пиксель) и последующей обработки экспериментальных данных методом корреляции цифровых изображений показано, что поля абсолютной деформации полосы сдвига как качественно, так и количественно совпадают с теоретически рассчитанным полем макродислокации, расположенной в вершине полосы сдвига.

4. Экспериментально доказанный факт того, что вершина полосы сдвига в металлическом стекле является линейным дефектом дислокационного типа с дальнедействующими полями напряжений ($\sim 1/r$), позволяет трактовать результаты статических и динамических экспериментов в металлических стеклах с позиций теории дислокаций.

5. В рамках дислокационного подхода описано существование объемной дилатации в полосе сдвига и показано, что формирование избыточного свободного объема в полосе сдвига может быть объяснено дислокационным скольжением. Существенно новым акцентом предложенного подхода являлось то, что увеличение свободного объема в полосе сдвига является следствием локализации деформации при движении дефекта дислокационного типа, а не его причиной. Полученное значение объемной дилатации на единицу длины дислокации $\alpha_f \approx 0,9\%$ находится в согласии с оценками Клаумюнцера (0,5 – 10%).

6. В результате измерений скорости движущейся полосы сдвига (скорость съемки 6 000 – 25 000 к/с, разрешение 2 – 4,5 мкм/пиксель) и последующей обработки экспериментальных данных методом вычитания цифровых изображений показано, что полоса сдвига формируется с конечной скоростью.

7. Выявлено, что зависимость скорости полосы сдвига от времени имеет асимметричный импульсный характер и условно состоит из двух этапов: (1) быстрое (менее 30 мкс) нарастание скорости фронта от нуля до некоторого максимального значения (не менее 5 м/с), а затем (2) медленное (около 300 мкс) затухание по степенному закону, феноменологически представимому как $\sim t^n$ ($n \sim -2$). Это свидетельствует о том, что полоса сдвига возникает не одновременно, как следует из перколяционной модели, а в результате последовательного распространения фронта сдвига.

8. Ряд вышеперечисленных экспериментальных подтверждений интерпретации фронта полосы сдвига как дефекта дислокационного типа свидетельствует о возможности применения континуального дислокационного подхода к описанию деформации упругих твердых тел не только с трансляционной симметрией кристаллической решетки, но и для тел с ее отсутствием вплоть до расширения подхода на сдвиговые процессы, происходящие в земной коре.

БЛАГОДАРНОСТИ

Выражаю искреннюю благодарность своему научному руководителю Алексею Юрьевичу Виноградову за то, что идейно вдохновил меня тематикой работы, предоставил материал для экспериментальных исследований, уделил большое количество времени обсуждению плана работ и полученных результатов, оказал неоценимую помощь в подготовке публикаций, передал ценный опыт в проведении исследований и способствовал обмену опытом с зарубежными коллегами.

Также огромную благодарность хочу выразить коллеге и соавтору Ясникову Игорю Станиславовичу за большой вклад в работу, помощь в теоретическом трактовании и обсуждении результатов, ценные советы, поддержку и рекомендации.

Хочу сказать отдельное спасибо своему руководителю Дмитрию Львовичу Мерсону за то, что в качестве заведующего кафедрой материаловедения воспитал во мне инженера и исследователя, принял в коллектив НИО-2, благодаря чему возникла возможность проведения настоящей работы.

Выражаю признательность коллективу НИО-2, в особенности Данюку Алексею Валерьевичу и Князеву Владимиру Юрьевичу за большую помощь в создании экспериментальной установки.

Благодарю также коллектив института материаловедения университета г. Мюнстер, в частности Герхарда Вильде за приглашение на стажировку, непосредственного научного руководителя Сергея Дивинского, который позволил использовать полученные в Мюнстере сплавы в настоящей работе, а также Изабель Бинковски за огромное количество времени, потраченное ей на мое обучение работе в лаборатории.

Наконец, благодарю своих близких за проявленное понимание, моральную поддержку и терпение к моей «повышенной отзывчивости» в периоды особой концентрации на работе.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Schroers J. Bulk metallic glasses for biomedical applications / J. Schroers [et al.] // JOM. 2009. Vol. 61, № 9. P. 21–29.
2. Liu Z. Q. Strengthening and toughening metallic glasses: The elastic perspectives and opportunities / Z. Q. Liu, Z. F. Zhang // J. Appl. Phys. 2014. Vol. 115, № 16. P. 163505.
3. Tao P. Enhanced wear resistance in Zr-based bulk metallic glasses by hydrogen / P. Tao [et al.] // Int. J. Hydrogen Energy. Elsevier Ltd, 2013. Vol. 38, № 21. P. 9052–9056.
4. Axinte E. Metallic glasses from “alchemy” to pure science: Present and future of design, processing and applications of glassy metals // Mater. Des. Elsevier Ltd, 2012. Vol. 35. P. 518–556.
5. Trexler M. M. Mechanical properties of bulk metallic glasses / M. M. Trexler, N. N. Thadhani // Prog. Mater. Sci. Elsevier Ltd, 2010. Vol. 55, № 8. P. 759–839.
6. Johnson W. L. Universal Criterion for Plastic Yielding of Metallic Glasses with a $(T/T_g)^{2/3}$ Temperature Dependence / W. L. Johnson, K. A. Samwer // Phys. Rev. Lett. 2005. Vol. 95, № 19. P. 195501.
7. Schroers J. Thermoplastic blow molding of metals / J. Schroers [et al.] // Mater. Today. 2011. Vol. 14, № 1–2. P. 14–19.
8. Telford M. The Case for bulk metallic glass // Mater. Today. 2009. Vol. 7, № 3. P. 36–43.
9. Liquidmetal technologies [Электронный ресурс]. URL: <http://liquidmetal.com/> (дата обращения: 03.11.2016)
10. Schroers J. Thermoplastic forming of bulk metallic glass—Applications for MEMS and microstructure fabrication / J. Schroers [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. 2007. Vol. 449–451. P. 898–902.
11. Diyatmika W. Thin film metallic glasses in optoelectronic, magnetic, and electronic applications: A recent update / W. Diyatmika [et al.] // Curr. Opin. Solid State Mater. Sci. Elsevier Ltd, 2015. Vol. 19, № 2. P. 95–106.
12. Huang J. C. Recent progress in metallic glasses in Taiwan / J. C. Huang, J. P. Chu, J. S. C. Jang // Intermetallics. Elsevier Ltd, 2009. Vol. 17, № 12. P. 973–987.
13. Demetriou M. D. Liquid-like platinum-rich glasses / M. D. Demetriou [et al.] // Scr. Mater. Acta Materialia Inc., 2011. Vol. 65, № 9. P. 799–802.
14. Eisenbart M. On the abnormal room temperature tarnishing of an 18 karat gold bulk metallic glass alloy / M. Eisenbart [et al.] // J. Alloys Compd. Elsevier B.V., 2013. Vol. 615, № 1. P. S118–S122.
15. Mozgovoy S. Investigation of mechanical, corrosion and optical properties of an 18 carat Au-Cu-Si-Ag-Pd bulk metallic glass / S. Mozgovoy [et al.] // Intermetallics. Elsevier Ltd, 2010. Vol. 18, № 12. P. 2289–2291.

16. Schroers J. Precious bulk metallic glasses for jewelry applications / J. Schroers [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. 2007. Vol. 449–451. P. 235–238.
17. Salimon A. I. Bulk metallic glasses: what are they good for? / A. I. Salimon [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. 2004. Vol. 375–377. P. 385–388.
18. Pekarskaya E. In situ transmission electron microscopy studies of shear bands in a bulk metallic glass based composite / E. Pekarskaya, C. P. Kim, W. L. Johnson // *J. Mater. Res.* 2011. Vol. 16, № 9. P. 2513–2518.
19. Zhao Y. Evolution of shear bands into cracks in metallic glasses / Y. Zhao [et al.] // *J. Alloys Compd.* Elsevier B.V., 2015. Vol. 621. P. 238–243.
20. Demetriou M. D. A damage-tolerant glass / M. D. Demetriou [et al.] // *Nat. Mater.* Nature Publishing Group, 2011. Vol. 10. P. 123–129.
21. Nollmann N. Impact of micro-alloying on the plasticity of Pd-based Bulk Metallic Glasses / N. Nollmann [et al.] // *Scr. Mater. Acta Materialia Inc.*, 2015. Vol. 111. P. 119–122.
22. Wang Z. T. Densification and Strain Hardening of a Metallic Glass under Tension at Room Temperature / Z. T. Wang [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* 2013. Vol. 111, № 13. P. 1–5.
23. Das J. “Work-Hardenable” Ductile Bulk Metallic Glass / J. Das [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* 2005. Vol. 94, № 20. P. 205501.
24. Xu Y. Evolution of shear bands, free volume, and structure in room temperature rolled Pd₄₀Ni₄₀P₂₀ bulk metallic glass / Y. Xu [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A.* Elsevier, 2015. Vol. 623. P. 145–152.
25. Shakur Shahabi H. Mapping of residual strains around a shear band in bulk metallic glass by nanobeam X-ray diffraction / H. Shakur Shahabi [et al.] // *Acta Mater.* Elsevier Ltd, 2016. Vol. 111. P. 187–193.
26. Mitrofanov Y. P. The impact of elastic and plastic strain on relaxation and crystallization of Pd–Ni–P-based bulk metallic glasses / Y. P. Mitrofanov [et al.] // *Acta Mater. Acta Materialia Inc.*, 2015. Vol. 90. P. 318–329.
27. Bouzakher B. In situ characterization of a crack trajectory and shear bands interaction in metallic glasses / B. Bouzakher [et al.] // *J. Alloys Compd.* 2007. Vol. 434–435, № SPEC. ISS. P. 52–55.
28. Maaß R. Long range stress fields and cavitation along a shear band in a metallic glass: The local origin of fracture / R. Maaß [et al.] // *Acta Mater.* 2015. Vol. 98. P. 94–102.
29. Gilman J. J. Flow via dislocations in ideal glasses // *J. Appl. Phys.* 1973. Vol. 44, № 2. P. 675.
30. Edwards S. F. Dislocations in amorphous materials / S. F. Edwards, A. Mehta // *J. Phys.* 1989. Vol. 50, № 18. P. 2489–2503.
31. Volterra V. On the equilibrium of multiply-connected elastic bodies. 1907. Vol. 24, № 3. P. 94.
32. Dahmen K. A. A simple analytic theory for the statistics of avalanches in sheared granular

- materials / K. A. Dahmen, Y. Ben-Zion, J. T. Uhl // *Nat. Phys.* Nature Publishing Group, 2011. Vol. 7, № 7. P. 554–557.
33. Yang B. In-situ thermographic observation of mechanical damage in bulk-metallic glasses during fatigue and tensile experiments / B. Yang [et al.] // *Intermetallics*. 2004. Vol. 12, № 10–11. P. 1265–1274.
 34. Dalla Torre F. H. Stick–slip behavior of serrated flow during inhomogeneous deformation of bulk metallic glasses / F. H. Dalla Torre [et al.] // *Acta Mater*. 2010. Vol. 58, № 10. P. 3742–3750.
 35. Song S. X. Capturing shear band propagation in a Zr-based metallic glass using a high-speed camera / S. X. Song, X.-L. Wang, T. G. Nieh // *Scr. Mater. Acta Materialia Inc.*, 2010. Vol. 62, № 11. P. 847–850.
 36. Li J. X. In situ SEM study of formation and growth of shear bands and microcracks in bulk metallic glasses / J. X. Li [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. 2003. Vol. 354, № 1–2. P. 337–343.
 37. Klaumünzer D. Probing Shear-Band Initiation in Metallic Glasses / D. Klaumünzer [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* 2011. Vol. 107, № 18. P. 185502.
 38. Wright W. J. High–speed imaging of a bulk metallic glass during uniaxial compression / W. J. Wright, R. R. Byer, X. Gu // *Appl. Phys. Lett.* 2013. Vol. 102, № 24. P. 241920.
 39. Tabachnikova E. D. High speed cinematography of cracks spreading under failure of amorphous metallic alloys / E. D. Tabachnikova [et al.] // *J. Phys. IV*. 1997. Vol. 7, № C3. P. 307–310.
 40. Neuhauser H. Rate of shear band formation in metallic glasses // *Scr. Metall.* 1978. Vol. 12. P. 471–474.
 41. Maass R., Loeffler J. F. Shear-band dynamics in metallic glasses / R. Maass, J. F. Loeffler // *Adv. Funct. Mater.* 2015. Vol. 25, № 16. P. 2353–2368.
 42. Homer E. R. Examining the initial stages of shear localization in amorphous metals // *Acta Mater. Acta Materialia Inc.*, 2014. Vol. 63. P. 44–53.
 43. Zhao M. Assessing the shear band velocity in metallic glasses using a coupled thermo-mechanical model / M. Zhao, M. Li, Y.-F. Zheng // *Philos. Mag. Lett.* 2011. Vol. 91, № 11. P. 705–712.
 44. Wright W. J. Studies of shear band velocity using spatially and temporally resolved measurements of strain during quasistatic compression of a bulk metallic glass / W. J. Wright [et al.] // *Acta Mater. Acta Materialia Inc.*, 2009. Vol. 57, № 16. P. 4639–4648.
 45. Vinogradov A. On shear band velocity and the detectability of acoustic emission in metallic glasses // *Scr. Mater. Acta Materialia Inc.*, 2010. Vol. 63, № 1. P. 89–92.
 46. Brailsford A. D. Effective mass of a dislocation // *Phys. Rev.* 1966. Vol. 142, № 2. P. 388–391.
 47. Pampillo C. A. Flow and fracture in amorphous alloys // *J. Mater. Sci.* 1975. Vol. 10. P. 1194–1227.
 48. Klement W. Non-crystalline Structure in Solidifies Gold-Silicon Alloys / W. Klement, R.

- H. Willens, P. Duwez // *Nature*. 1960. Vol. 187, № 4740. P. 869–870.
49. Duwez P. Continuous series of metastable solid solutions in silver-copper alloys / P. Duwez, R. H. Willens, W. Klement // *J. Appl. Phys.* 1960. Vol. 31. P. 1136–1137.
 50. Von Krebs H. Über die Struktur und Eigenschaften der Halbmetalle. VII.* Neubestimmung der Struktur des glasigen Selens nach verbesserten röntgenographischen Methoden / H. Von Krebs, F. Schultze-Gebhardt // *Acta Crystallogr.* 1955. Vol. 8. P. 412–419.
 51. Masumoto T. The mechanical properties of palladium 20 at/o silicon alloy quenched from the liquid state / T. Masumoto, R. Maddin // *Acta Metall.* 1971. Vol. 19. P. 725–741.
 52. Chen H. S. Mechanical Properties of Metallic Glasses of Pd-Si-Based Alloys / H. S. Chen, T. T. Wang // *J. Appl. Phys.* 1970. Vol. 41, № 1970. P. 5338.
 53. Leamy H. J. Plastic Flow and Fracture of Metallic Glass / H. J. Leamy, H. S. Chen, T. T. Wang // *Metall. Trans.* 1972. Vol. 3. P. 699–708.
 54. Polk D. E. Flow of melt and glass forms of metallic alloys / D. E. Polk, D. Turnbull // *Acta Metall.* 1972. Vol. 20. P. 493–498.
 55. Pampillo C. A. Comprehensive plastic deformation of a bulk metallic glass / C. A. Pampillo, H. S. Chen // *Mater. Sci. Eng.* 1974. Vol. 13. P. 181–188.
 56. Spaepen F. On the fracture morphology of metallic glasses // *Acta Metall.* 1975.
 57. Pampillo C. A. The fracture topography of metallic glasses / C. A. Pampillo, A. C. Reimschuessel // *J. Mater. Sci.* 1974. Vol. 9. P. 718–724.
 58. Ashby M. A first report on deformation-mechanism maps // *Acta Metall.* 1972. Vol. 20, № 7. P. 887–897.
 59. Spaepen F. A microscopic mechanism for steady state inhomogeneous flow in metallic glasses // *Acta Metall.* 1976. Vol. 25. P. 407–415.
 60. Li J. C. M. Dislocations in Amorphous Metals // *Metall. Trans. A.* 1985. Vol. 16A. P. 2227–2230.
 61. Chaudhari P. Edge and Screw Dislocations in an Amorphous Solid / P. Chaudhari, A. Levi // *Phys. Rev. Lett.* 1979. Vol. 43, № 20. P. 1517–1520.
 62. Morris R. C. Disclination-dislocation model of metallic glass structures // *Appl. Phys.* 1979. Vol. 50, № 5. P. 3250–3257.
 63. Argon A. S. Plastic flow in a disordered bubble raft / A. S. Argon, H. Y. Kuo // *Mater. Sci. Eng.* 1979. Vol. 39. P. 101–109.
 64. Inoue A. Stabilization of a metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys // *Acta Mater.* 2000. Vol. 48. P. 279–306.
 65. Greer A. L. Shear bands in metallic glasses / A. L. Greer, Y. Q. Cheng, E. Ma // *Mater. Sci. Eng. R Reports.* 2013. Vol. 74. P. 71–132.
 66. Hirata A. Geometric frustration of icosahedron in metallic glasses. / A. Hirata [et al.] // *Science*.

2013. Vol. 341, № 6144. P. 376–379.
67. Greer A. L. Metallic glasses // *Science*. 1995. Vol. 267, № 5206. P. 1947–1953.
 68. Greer A. L. Metallic glasses...on the threshold // *Mater. Today*. 2009. Vol. 12, № 1–2. P. 14–22.
 69. Prakash B. Abrasive wear behaviour of Fe, Co and Ni based metallic glasses // *Wear*. 2005. Vol. 258, № 1–4 SPEC. ISS. P. 217–224.
 70. Janik-Czachor M. Chemical reactivity of amorphous alloys // *Mater. Sci. Eng. A*. 1994. Vol. 179–180, № 93. P. 142–146.
 71. Song S. X. Direct measurements of shear band propagation in metallic glasses – An overview / S. X. Song, T. G. Nieh // *Intermetallics*. Elsevier Ltd, 2011. Vol. 19, № 12. P. 1968–1977.
 72. Wu F.-F. Size Effect on Shear Fracture and Fragmentation of a Fe_{57.6}Co_{14.4}B_{19.2}Si_{4.8}Nb₄ Bulk M / F.-F. Wu [et al.] // *Adv. Eng. Mater.* 2008. Vol. 10, № 8. P. 727–730.
 73. Schuster B. E. Bulk and microscale compressive properties of a Pd-based metallic glass / B. E. Schuster [et al.] // *Scr. Mater.* 2007. Vol. 57. P. 517–520.
 74. Ye J. C. Atomistic free-volume zones and inelastic deformation of metallic glasses. / J. C. Ye [et al.] // *Nat. Mater.* 2010. Vol. 9, № 8. P. 619–623.
 75. Volkert C. A. Effect of sample size on deformation in amorphous metals / C. A. Volkert, A. Donohue, F. Spaepen // *J. Appl. Phys.* 2008. Vol. 103, № 8.
 76. Jang D. Transition from a strong-yet-brittle to a stronger-and-ductile state by size reduction of metallic glasses. / D. Jang, J. R. Greer // *Nat. Mater.* Nature Publishing Group, 2010. Vol. 9, № 3. P. 215–219.
 77. Pampillo C. A. The strength and fracture characteristics of Fe, Ni-Fe and Ni-base glasses at various temperatures / C. A. Pampillo, D. E. Polk // *Acta Metall.* 1974. Vol. 22. P. 741–749.
 78. Chen Y. Collective evolution dynamics of multiple shear bands in bulk metallic glasses / Y. Chen, M. Q. Jiang, L. H. Dai // *Int. J. Plast.* Elsevier Ltd, 2013. Vol. 50. P. 18–36.
 79. Jana S. Subsurface deformation during Vickers indentation of bulk metallic glasses / S. Jana [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. 2004. Vol. 375–377, № 1–2 SPEC. ISS. P. 1191–1195.
 80. Keryvin V. Indentation and scratching mechanisms of a ZrCuAlNi bulk metallic glass / V. Keryvin [et al.] // *J. Phys. D. Appl. Phys.* 2008. Vol. 41, № 7. P. 74029.
 81. Xie S. Hardness and shear band evolution in bulk metallic glasses after plastic deformation and annealing / S. Xie, E. P. George // *Acta Mater.* 2008. Vol. 56, № 18. P. 5202–5213.
 82. Pan C. T. Study of scratching Mg-based BMG using nanoindenter with Berkovich probe / C. T. Pan [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. 2010. Vol. 527, № 9. P. 2342–2349.
 83. Martinez R. Hot rolling of bulk metallic glass in its supercooled liquid region / R. Martinez, G. Kumar, J. Schroers // *Scr. Mater.* 2008. Vol. 59, № 2. P. 187–190.
 84. Kanungo B. P. Characterization of free volume changes associated with shear band formation in

- Zr- and Cu-based bulk metallic glasses / B. P. Kanungo [et al.] // *Intermetallics*. 2004. Vol. 12, № 10–11. P. 1073–1080.
85. Bokeloh J. Tracer Measurements of Atomic Diffusion inside Shear Bands of a Bulk Metallic Glass / J. Bokeloh [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* 2011. Vol. 107, № 23. P. 235503.
86. Штремель М. А. Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур : моногр. / М. А. Штремель – М. : Изд. Дом МИСиС, 2015. – 976 с.
87. Beachem C. D. Electron Fractographic Studies of Mechanical Fracture Processes in Metals // *J. Basic Eng.* 1965. Vol. 87, № 2. P. 299.
88. Zhang Z. F. Fracture mechanisms in bulk metallic glassy materials. / Z. F. Zhang [et al.] // *Phys. Rev. Lett.* 2003. Vol. 91, № 4. P. 45505.
89. Qu R. T. Direct observations on the evolution of shear bands into cracks in metallic glass / R. T. Qu [et al.] // *J. Mater. Res.* 2009. Vol. 24, № 10. P. 3130–3135.
90. Sun C.-T. The Elastic Stress Field around a Crack Tip / C.-T. Sun, Z. Jin // *Fracture Mechanics*. Elsevier Science & Technology, 2012. P. 25–75.
91. Donovan P. E. The structure of shear bands in metallic glasses / P. E. Donovan, W. M. Stobbs // *Acta Metall.* 1981. Vol. 29, № 8. P. 1419–1436.
92. Rösner H. Density changes in shear bands of a metallic glass determined by correlative analytical transmission electron microscopy / H. Rösner [et al.] // *Ultramicroscopy*. Elsevier, 2014. Vol. 142. P. 1–9.
93. Binkowski I. Sub-micron strain analysis of local stick-slip motion of individual shear bands in a bulk metallic glass / I. Binkowski [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* 2016. Vol. 107, № 22. P. 221902.
94. Song S. X. Flow serration in a Zr-based bulk metallic glass in compression at low strain rates / S. X. Song [et al.] // *Intermetallics*. 2008. Vol. 16, № 6. P. 813–818.
95. Штремель М. А. Разрушение. В 2 кн. Кн. 1. Разрушение материала : моногр. / М. А. Штремель – М. : Изд. Дом МИСиС, 2014. – 670 с.
96. Wright W. J. Experimental evidence for both progressive and simultaneous shear during quasistatic compression of a bulk metallic glass / W. J. Wright [et al.] // *J. Appl. Phys.* 2016. Vol. 119, № 8.
97. Louzguine-Luzgin D. V. Evidence of the existence of two deformation stages in bulk metallic glasses / D. V. Louzguine-Luzgin [et al.] // *J. Non. Cryst. Solids*. Elsevier B.V., 2014. Vol. 396–397. P. 20–24.
98. Sun B. A. The Critical Criterion on Runaway Shear Banding in Metallic Glasses. / B. A. Sun [et al.] // *Sci. Rep.* Nature Publishing Group, 2016. Vol. 6, № February. P. 21388.
99. Lewandowski J. J. Temperature rise at shear bands in metallic glasses / J. J. Lewandowski, A. L. Greer // *Nat. Mater.* 2005. Vol. 5, № 1. P. 15–18.

100. Ketov S. V. Localized shear deformation and softening of bulk metallic glass: stress or temperature driven? / S. V. Ketov, D. V. Louzguine-Luzgin // *Sci. Rep.* 2013. Vol. 3. P. 2798.
101. Miracle D. B. Shear bands in metallic glasses: Size effects on thermal profiles / D. B. Miracle [et al.] // *Acta Mater. Acta Materialia Inc.*, 2011. Vol. 59, № 7. P. 2831–2840.
102. Wadley H. N. G. Acoustic Emission for Materials Processing : a Review / H. N. G. Wadley, R. Mehrabian // *Mater. Sci. Eng.* 1984. Vol. 65. P. 245–263.
103. Vinogradov A. Kinetics of deformation processes in high-alloyed cast transformation- induced plasticity/twinning-induced plasticity steels determined by acoustic emission and scanning electron microscopy: Influence of austenite stability on deformation mechanisms / A. Vinogradov [et al.] // *Acta Mater.* 2013. Vol. 61, № 7. P. 2434–2449.
104. Vinogradov A. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg – Zn – Zr alloy revealed by acoustic emission measurements / A. Vinogradov [et al.] // *Acta Mater.* 2013. Vol. 61, № 6. P. 2044–2056.
105. Khonik V. A. On the nature of homogeneous-inhomogeneous flow transition in metallic glasses: Acoustic emission analysis / V. A. Khonik, V. M. Mikhailov, A. Y. Vinogradov // *Scr. Mater.* 1997. Vol. 37, № 3. P. 377–383.
106. Vinogradov A. Localized and homogeneous plastic flow in bulk glassy Pd40Cu30Ni10P20: An acoustic emission study / A. Vinogradov, A. Danyuk, V. A. Khonik // *J. Appl. Phys.* 2013. Vol. 113, № 15. P. 1–8.
107. Khonic V. A. Mechanical relaxations in metallic glasses // *Solid State Phenom.* 2003. Vol. 89. P. 67–92.
108. Schuh C. Mechanical behavior of amorphous alloys / C. Schuh, T. Hufnagel, U. Ramamurty // *Acta Mater.* 2007. Vol. 55, № 12. P. 4067–4109.
109. Reynolds O. On the Dilatancy of Media composed of Rigid Particles in Contact // *Philos. Mag. Ser. 5.* 1885. Vol. 20, № 127. P. 469–481.
110. Rowe P. W. The Stress-Dilatancy Relation for Static Equilibrium of an Assembly of Particles in Contact // *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* 1962. Vol. 269, № 1339. P. 500–527.
111. Francois B. Finite width of shear zones / B. Francois, F. Lacombe, H. J. Herrmann // *Phys. Rev. E - Stat. Nonlinear, Soft Matter Phys.* 2002. Vol. 65, № 3. P. 1–7.
112. Taylor D. W. Fundamentals of soil mechanics. / D. W. Taylor – New York: John Wiley & Sons Inc., 1948. 700 p.
113. Chen K. Self-organized criticality in a crack-propagation model of earthquakes / K. Chen, P. Bak, S. P. Obukhov // *Phys. Rev. A.* 1991. Vol. 43, № 2. P. 625–630.
114. Volterra V. Sur l'équilibre des corps elastiques multiplement connexes // *Ann. Sci. l'E.N.S.* 1907. Vol. 24, № 3. P. 401–517.

115. Taylor G.I. The Mechanism of Plastic Deformation of Crystals. Part I. Theoretical // Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci. 1934. Vol. 145, № 855. P. 362–387.
116. Cordier P. Disclinations provide the missing mechanism for deforming olivine-rich rocks in the mantle. / P. Cordier [et al.] // Nature. 2014. Vol. 507, № 7490. P. 51–56.
117. Hytch M.J. Measurement of the displacement field of dislocations to 0.03 Å by electron microscopy / M.J. Hytch, J.-L. Putaux, J.-M. Penisson // Nature. 2003. Vol. 423. P. 270–273.
118. Levengood W.C. Spiral Dislocations on Glass Fracture Surfaces / W.C. Levengood, T.S. Vong // J. Appl. Phys. 1960. Vol. 31, № 8. P. 1416.
119. Lay S. HRTEM investigation of dislocation interactions in WC // Int. J. Refract. Met. Hard Mater. Elsevier B.V., 2013. Vol. 41. P. 416–421.
120. Ashby M.F. The dislocated random network: dislocation and disjunctions / M.F. Ashby, J. Logan // Scr. Metall. 1973. Vol. 7, № 5. P. 513–522.
121. Brinkman H.C. On the theory of liquids // Physica. 1940. Vol. 7, № 8. P. 747–752.
122. Turnbull C. Free-Volume Model of the Amorphous Phase: Glass Transition / C. Turnbull, H. D. Morrel // J. Chem. Phys. 1961. Vol. 34, № 1. P. 120–125.
123. Turnbull D. On the Free-Volume Model of the Liquid-Glass Transition // J. Chem. Phys. 1970. Vol. 52, № 6. P. 3038–3041.
124. Ju J. D. An atomically quantized hierarchy of shear transformation zones in a metallic glass / J. D. Ju [et al.] // J. Appl. Phys. 2011. Vol. 109, № 5. P. 53522.
125. Pan D. Experimental characterization of shear transformation zones for plastic flow of bulk metallic glasses. / D. Pan [et al.] // Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A. 2008. Vol. 105, № 39. P. 14769–14772.
126. Liu Z. Y. Yielding and shear banding of metallic glasses / Z. Y. Liu, Y. Yang, C. T. Liu // Acta Mater. Acta Materialia Inc., 2013. Vol. 61, № 16. P. 5928–5936.
127. Шредер М. Фракталы, хаос, степенные законы. Миниатюры из бесконечного рая. / М. Шредер – Ижевск: НИЦ “Регулярная и хаотическая динамика”, 2001. – 528 с.
128. Argon A. S. Development of visco-plastic deformation in metallic glasses / A.S. Argon, L.T. Shi // Acta Metall. 1983. Vol. 31, № 4. P. 499–507.
129. Dalla Torre F. H. Shear striations and deformation kinetics in highly deformed Zr-based bulk metallic glasses / F. H. Dalla Torre [et al.] // Acta Mater. 2008. Vol. 56, № 17. P. 4635–4646.
130. Shimizu F. Yield point of metallic glass / F. Shimizu, S. Ogata, J. Li // Acta Mater. 2006. Vol. 54, № 16. P. 4293–4298.
131. Gutenberg B. Magnitude and energy of earthquakes / B. Gutenberg, C. F. Richter // Ann. Geophys. 1956. Vol. 9, № 1. P. 1–15.
132. Omori F. On the aftershocks of earthquakes // J. Coll. Sci. Imp. Univ. Tokyo. 1895. Vol. 7. P. 111–

- 200.
133. Turcotte D. L. Chaos in geology and geophysics. New York: Cambridge University Press, 1997. 398 p.
 134. Bak P. Self-Organized Criticality: An Explanation of 1/f Noise / P. Bak, C. Tang, K. Wiesenfeld // Phys. Rev. Lett. 1987. Vol. 59, № 4. P. 381–384.
 135. Ben-Zion Y. Key formulas in earthquake seismology // International handbook of earthquake and engineering seismology. Los Angeles, California, USA: University of Southern California, 2003. Vol. 81B. P. 1857–1875.
 136. Aki K. Generation and Propagation of G Waves from the Niigata Earthquake of June 16, 1964. Part 2. Estimation of earthquake moment, released energy, and stress-strain drop from the G wave spectrum. // Bull. Earthq. Res. Inst. 1966. Vol. 44. P. 73–88.
 137. Dahmen K. Gutenberg-Richter and characteristic earthquake behavior in simple mean-field models of heterogeneous faults / K. Dahmen, D. Ertas, Y. Ben-Zion // Phys. Rev. E. 1998. Vol. 58, № 2. P. 1494–1501.
 138. Wesnousky S. G. The Gutenberg-Richter or characteristic earthquake distribution, which is it? // Bull. Seismol. Soc. Am. 1994. Vol. 84, № 6. P. 1940–1959.
 139. Mehta A. P. Universal mean moment rate profiles of earthquake ruptures / A. P. Mehta, K. A. Dahmen, Y. Ben-Zion // Phys. Rev. E - Stat. Nonlinear, Soft Matter Phys. 2006. Vol. 73, № 5. P. 1–8.
 140. Antonaglia J. Bulk Metallic Glasses Deform via Slip Avalanches / J. Antonaglia [et al.] // Phys. Rev. Lett. 2014. P. 1–27.
 141. Qu R. T. Progressive shear band propagation in metallic glasses under compression / R. T. Qu [et al.] // Acta Mater. 2015. Vol. 91. P. 19–33.
 142. Cao A. J. Structural processes that initiate shear localization in metallic glass / A. J. Cao, Y. Q. Cheng, E. Ma // Acta Mater. Acta Materialia Inc., 2009. Vol. 57, № 17. P. 5146–5155.
 143. Seleznev M. Shear band diffusion in cold rolled Pd40Ni40P20 bulk metallic glass micro-alloyed with Co / M. Seleznev [et al.] // DPG Spring Meeting. Regensburg, Germany: Deutsche Physikalische Gesellschaft, 2016. P. 346.
 144. Селезнев М. Н. Структурные и диффузионные исследования объемных металлических стекол на основе палладия после пластической деформации / Селезнев М. Н. [и др.] // Сборник научных трудов XVI Международной научно-технической уральской школы-семинара металловедов-молодых ученых. Екатеринбург. 2015. С. 121–124.
 145. Селезнев М. Н. Исследование кинетики формирования полос сдвига в металлическом стекле с помощью скоростной видеосъемки / М. Н. Селезнев, А. Ю. Виноградов // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2013. Т. 25, № 3. С. 256–260.

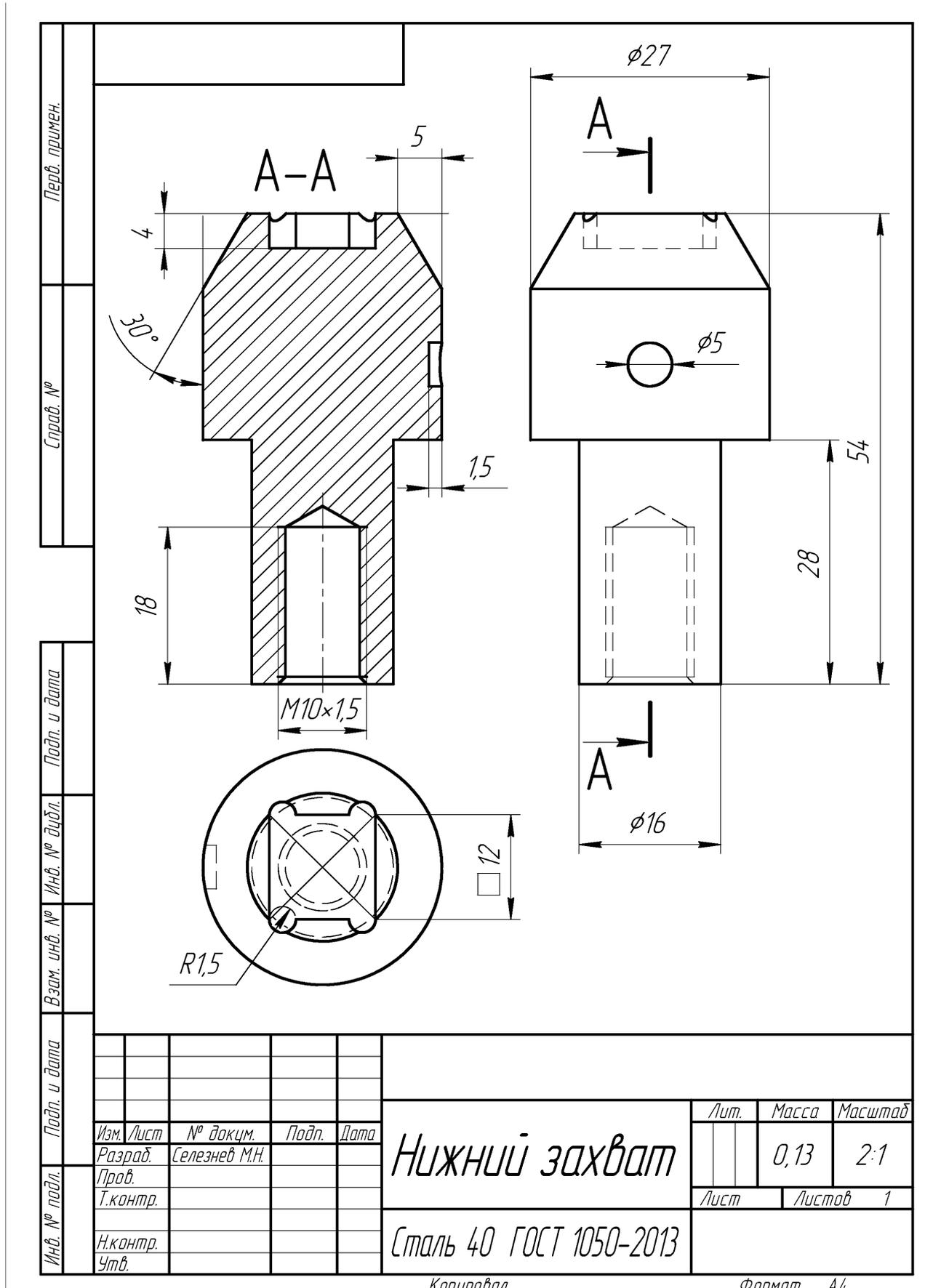
146. Seleznev M. Note: High-speed optical imaging powered by acoustic emission triggering / M. Seleznev, A. Vinogradov // *Rev. Sci. Instrum.* 2014. Vol. 85, № 7. P. 76103.
147. Виноградов А. Ю. Универсальный испытательный стенд: пат. 155260 Рос. Федерация: МПК G01N3/20 / А. Ю. Виноградов [и др.] // № 2015111379/28; опублик. 27.09.2015, 5 с.
148. Селезнев М. Н. Использование метода корреляции цифровых изображений для измерения локализованной деформации на примере двойникования магния и полос сдвига в металлическом стекле / М. Н. Селезнев, Е. В. Васильев, А. Ю. Виноградов. // *Вектор Науки Тольяттинского государственного университета.* 2016. Т. 36. №4. С. 45-51.
149. Vinogradov A. On the limits of acoustic emission detectability for twinning / A. Vinogradov [et al.] // *Mater. Lett. Elsevier*, 2016. Vol. 183. P. 417–419.
150. Vinogradov A. Characterization of twinning in magnesium alloys by acoustic emission measurements and direct video observations / A. Vinogradov [et al.] // *The international conference “Advanced Materials Week-2015.” Togliatti - St. Petersburg, Russia: Togliatti State University*, 2015. P. 15.
151. Vinogradov A. Kinetics of deformation processes in high-alloyed cast transformation-induced plasticity / twinning-induced plasticity steels determined by acoustic emission and scanning electron microscopy : Influence of austenite stability on deformation mechanisms / A. Vinogradov [et al.] // *Acta Mater.* 2013. Vol. 61. P. 2434–2449.
152. Vinogradov A. Effect of grain size on the mechanisms of plastic deformation in wrought Mg–Zn–Zr alloy revealed by acoustic emission measurements / A. Vinogradov [et al.] // *Acta Mater.* 2013. Vol. 61. P. 2044–2056.
153. Shibkov A. A. Acoustic and optical monitoring of Lüders band in aluminum-magnesium 5456 alloy / A. A. Shibkov, A. E. Zolotov // *Crystallogr. Reports.* 2011. Vol. 56, № 1. P. 141–148.
154. Селезнев М. Н. Высокоскоростная видеорегистрация локальных актов деформации в материалах // *Сборник научных трудов XV Международной научно-технической уральской школы-семинара металловедов-молодых ученых.* Екатеринбург. 2014. С. 58–61.
155. Niezrecki C. A Review of Digital Image Correlation Applied to Structural Dynamics / C. Niezrecki [et al.] // *AIP Conf. Proc.* 2010. Vol. 219. P. 219–232.
156. Chu T. C. Applications of Digital Image-Correlation Techniques to Experimental Mechanics / T. C. Chu [et al.] // *Experimental Mech.* 1985. P. 232–244.
157. Tong W. An Evaluation of Digital Image Correlation Criteria for Strain Mapping Applications // *Strain.* 2005. Vol. 41, № 4. P. 167–175.
158. Yilmaz A. The Portevin – Le Chatelier effect: a review of experimental findings // *Sci. Technol. Adv. Mater.* 2011. Vol. 12. P. 1–16.
159. Tung S. Application of digital-image-correlation techniques in analysing cracked cylindrical pipes

- / S. Tung, C. Sui // *Sādhanā*. 2010. Vol. 35, № 5. P. 557–567.
160. Sousa A. M. R. Processing discontinuous displacement fields by a spatio-temporal derivative technique / A. M. R. Sousa [et al.] // *Opt. Lasers Eng.* Elsevier, 2011. Vol. 49, № 12. P. 1402–1412.
161. Hirth J. P. Theory of dislocations. 2nd ed. / J. P. Hirth, J. Lothe – Virginia. : Krieger Publ. Comp., 1982. – 857 p.
162. Zhao C. W. Experimental examination of displacement and strain fields in an edge dislocation core / C. W. Zhao [et al.] // *Acta Mater.* 2008. Vol. 56, № 11. P. 2570–2575.
163. Donovan P. On dilatation and plastic flow in metallic glasses / P. Donovan, W. Stobbs // *Philos. Mag. B*. 1983. Vol. 47, № 4. P. 537–546.
164. Pan J. Softening and dilatation in a single shear band / J. Pan [et al.] // *Acta Mater.* 2011. Vol. 59, № 13. P. 5146–5158.
165. Hirth J. P. Some current topics in dislocation theory // *Acta Mater.* 2000. Vol. 48, № 1. P. 93–104.
166. Chou Y. T. Stress and dilatation fields of the 111 dislocation in cubic crystals / Y.T. Chou, T.E. Mitchell // *J. Appl. Phys.* 1967. Vol. 38, № 4. P. 1535–1540.
167. Knésl Z. Volume dilatation caused by dislocations // *Czechoslov. J. Phys. B*. 1972. Vol. 22. P. 560–565.
168. Clouet E. Dislocation core energies and core fields from first principles / E. Clouet, L. Ventelon, F. Willaime // *Phys. Rev. Lett.* 2009. Vol. 102, № 5. P. 1–4.
169. Mattern N. Structural behaviour of Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ metallic glass under high pressure / N. Mattern [et al.] // *Intermetallics*. Elsevier Ltd, 2013. Vol. 38. P. 9–13.
170. Maaß R. A single shear band in a metallic glass: Local core and wide soft zone / R. Maaß [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* 2014. Vol. 105, № 17. P. 8–12.
171. Zebker H. A. On the derivation of coseismic displacement fields using differential radar interferometry: The Landers earthquake / H. A. Zebker [et al.] // *J. Geophys. Res.* 1994. Vol. 99, № B10. P. 19617.
172. Vinogradov A. Dislocation Characteristics of Shear Bands in Metallic Glasses / A. Vinogradov, M. Seleznev, I. Yasnikov // *Scr. Mater.* 2017. Vol. 130. P. 138–142.
173. Селезнев М. Н. Измерение поля деформации полосы сдвига в металлическом стекле методом цифровой корреляции изображений / М. Н. Селезнев, А. Ю. Виноградов, И. С. Ясников // Сборник тезисов XIX Международной конференции «Физика прочности и пластичности материалов». Самара. 2015. С. 16.
174. Lazarev A. Comparative analysis of inhomogeneous plastic flow in bulk and ribbon metallic glasses monitored by acoustic emission / A. Lazarev, A. Vinogradov, S. Hashimoto // *J. Alloys Compd.* Elsevier B.V., 2010. Vol. 504. P. S60–S64.

175. Fisher D. S. Collective Transport: From Superconductors to Earthquakes // *Phys. Rep.* 1997. Vol. 301. P. 113–150.
176. Sun B. A. Serrated flow and stick-slip deformation dynamics in the presence of shear-band interactions for a Zr-based metallic glass / B. A. Sun [et al.] // *Acta Mater.* 2012. Vol. 60, № 10. P. 4160–4171.
177. Chen H. M. Flow serration and shear-band propagation in bulk metallic glasses / H. M. Chen [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* 2009. Vol. 94, № 14. P. 141914.
178. Ni L. The effective mass of an accelerating dislocation. University of California : PhD Thesis, accepted in 2005 / Luqun Ni. – San Diego, 2005. – 174 p.
179. Boschi E. Body Force , Body Couple and Heat Source Equivalents for Seismic Dislocations // *Pure Appl. Geophys.* 1973. Vol. 111. P. 2147–2157.
180. Gutkin M. Y. Energy characteristics of edge dislocations in quasicrystals / M. Y. Gutkin, I. A. Ovid'ko // *Phys. Solid State.* 1997. Vol. 39, № 11. P. 1791–1795.
181. Yazyev O. V. Topological defects in graphene: Dislocations and grain boundaries / O.V. Yazyev, S. G. Louie // *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* 2010. Vol. 81, № 19. P. 1–7.
182. Mitchell T. E. Dislocations and Mechanical Properties of MgO–Al₂O₃ Spinel Single Crystals // *J. Am. Ceram. Soc.* 1999. Vol. 82, № March. P. 3305–3316.
183. Aguilar M. T. P. The Effect of Cyclic Torsion on the Dislocation Structure of Drawn Mild Steel / M. T. P. Aguilar [et al.] // *Mater. Res.* 2006. Vol. 9, № 3. P. 345–348.
184. Селезнев М. Н. Особенности формирования полос сдвига в металлическом стекле на примере сплава Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ / М. Н. Селезнев, А. Ю. Виноградов // Сборник тезисов докладов X Всероссийской школы-конференции молодых ученых «КоМУ-2013». Ижевск. 2013. С. 78–79.
185. Селезнев М. Н. Исследование кинетики полос сдвига в металлических стеклах методом скоростной видеосъемки // Сборник научных статей XVII Международной научно-технической уральской школы-семинара металловедов-молодых ученых. – Екатеринбург. – 2016. – С. 270-275.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Чертеж нижнего захвата УИС



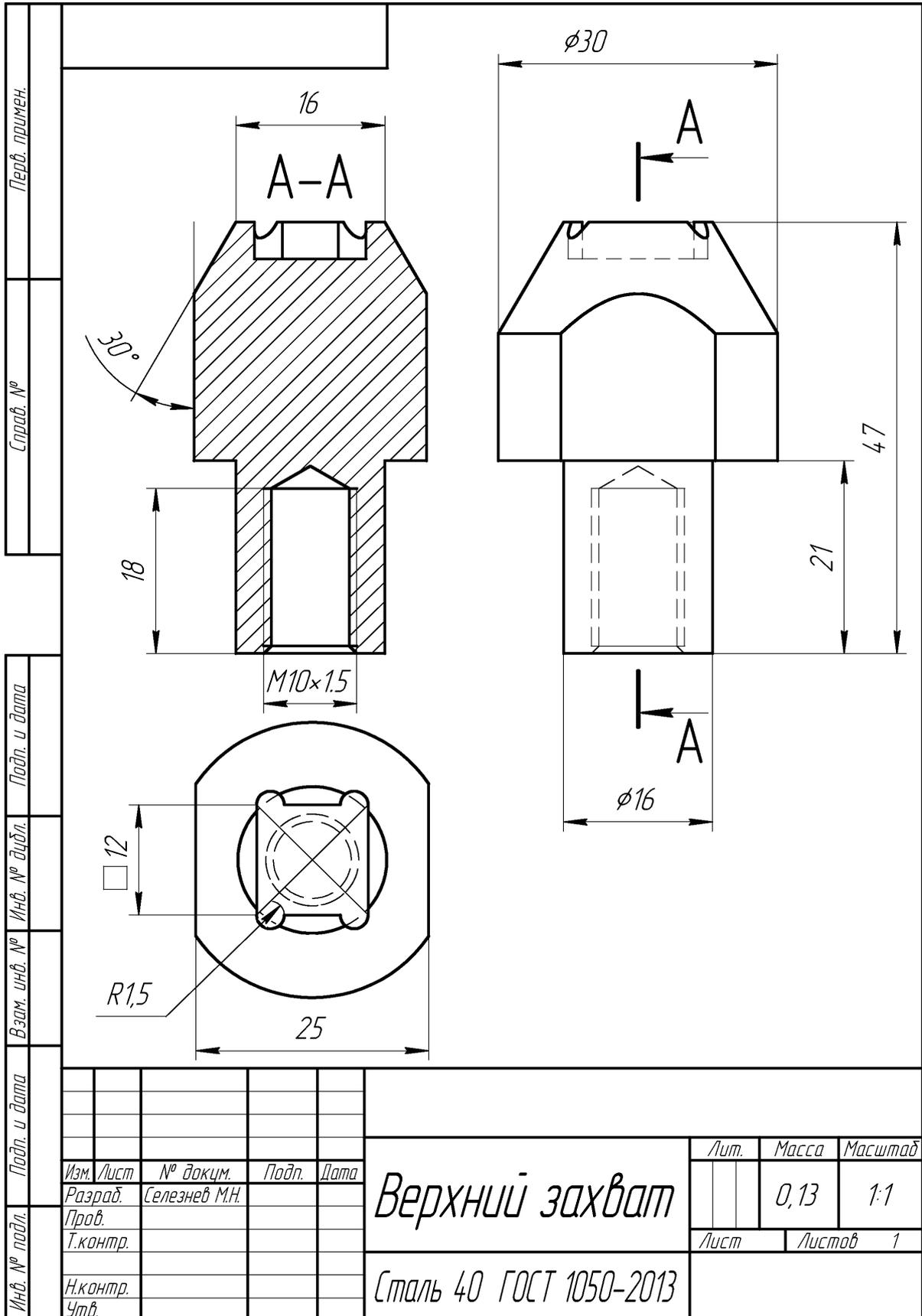
Перв. примен.	Справ. №	Подп. и дата	Инв. № дробл.	Взам. инв. №	Подп. и дата	Инв. № подл.
---------------	----------	--------------	---------------	--------------	--------------	--------------

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.		Селезнев М.Н.		
Пров.				
Т.контр.				
Н.контр.				
Чтв.				

<i>Нижний захват</i>			Лит.	Масса	Масштаб
				0,13	2:1
<i>Сталь 40 ГОСТ 1050-2013</i>			Лист	Листов 1	

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Чертеж верхнего захвата УИС



Перв. примен.
Справ. №

Подп. и дата
Инв. № дцкл.
Взам. инв. №

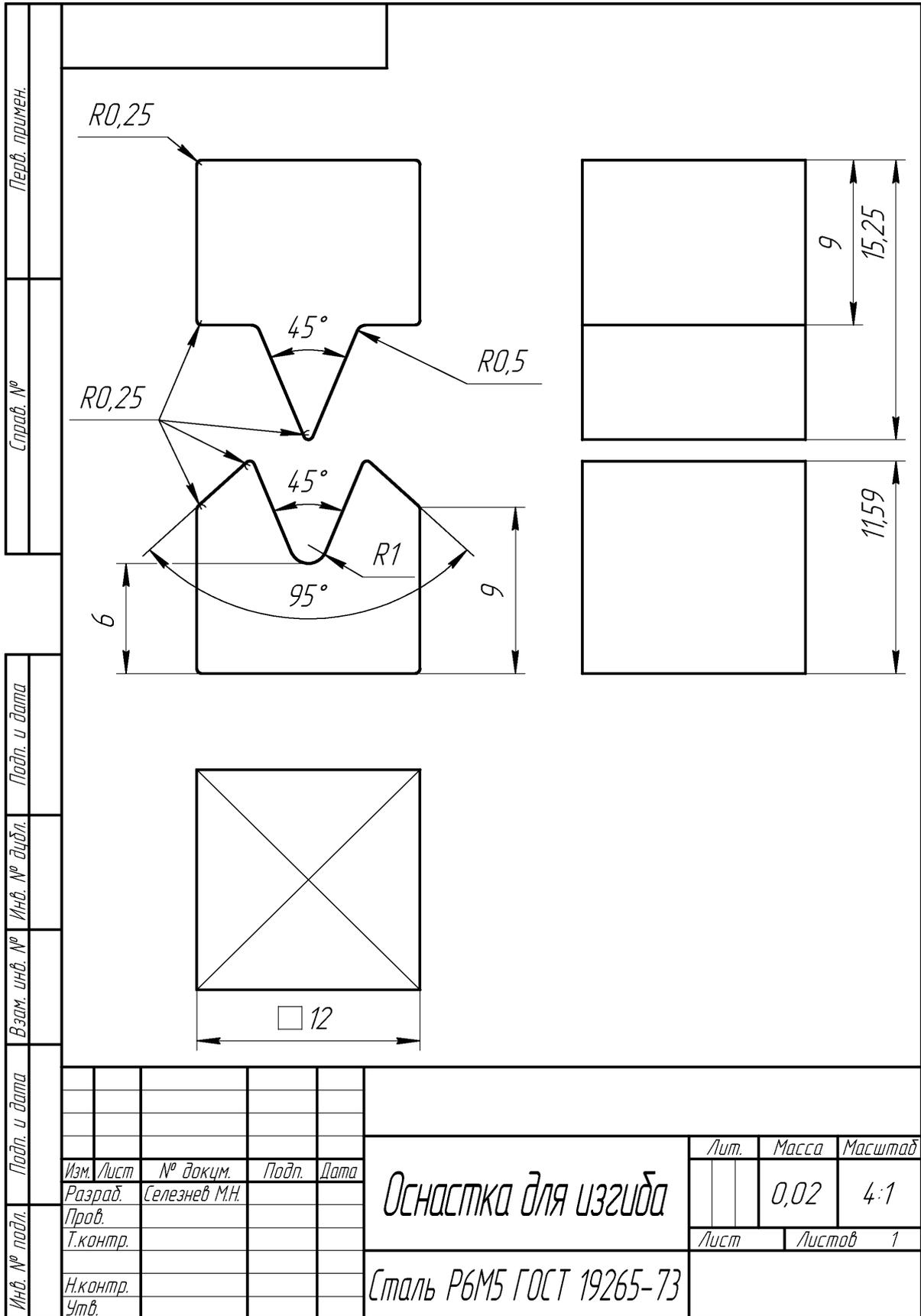
Подп. и дата
Инв. № подл.

Изм.	Лист	№ док.м.	Подп.	Дата
Разраб.		Селезнев М.Н.		
Проб.				
Т.контр.				
Н.контр.				
Утв.				

<i>Верхний захват</i>			Лит.	Масса	Масштаб
				0,13	1:1
<i>Сталь 40 ГОСТ 1050-2013</i>			Лист	Листов	1

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Чертеж оснастки трехточечного изгиба УИС



ПРИЛОЖЕНИЕ 4

Основные технические характеристики высокоскоростной видеокамеры Photron FASTCAM SA3

1.	Сенсор	12 -разрядный АЦП с размером пикселя 17 мкм
2.	Экспозиция	Электронная от 16,7 мс до 2 с
3.	Крепление объектива	F- крепление и C - крепление
4.	Память	4 Гб
5.	Видео выходы	NTSC / PAL композитный VBS (BNC)
6.	Управление камерой	Gigabit Ethernet
7.	Задержка триггера	Программируемая задержка на выбранные входные и выходные триггеры, разрешение 100 нс
8.	Синхронизация	Внутренние часы или внешний источник
9.	IRIG временной код	IRIG / GPS синхронизации записывается в режиме реального времени на каждом кадре
10.	Маркировка событий	До десяти в режиме реального времени
11.	Выбор разрядности записи	По выбору пользователя 12-битный (высокий динамический диапазон) или 8-битный (50%-ное увеличение кадра) режим записи
12.	Режимы триггера	Начало, Конец, Центр, Ручной
13.	Формат изображений	JPEG, AVI, TIFF, BMP, RAW, PNG, MOV, и FTIF
14.	Размеры	120×120×215,8 мм
15.	Вес	4,3 кг

ПРИЛОЖЕНИЕ 5

Взаимозависимость максимального разрешения, скорости и длительности съемки высокоскоростной видеокамеры Photron FASTCAM SA3

Скорость съемки, кадров в с.	Максимальное разрешение, пикселей		Длительность записи (12-бит)	
	Горизонтально	Вертикально	Время, с	Количество кадров
1 000	1,024	1,024	2.72	2 726
1 500	1,024	1,024	1.81	2 726
2 000	1,024	1,024	1.36	2 726
2 500	896	896	1.42	3 561
3 000	896	736	1.44	4 335
5 000	640	544	1.64	8 212
6 000	512	512	1.81	10 906
7 500	512	416	1.78	13 423
10 000	384	352	2.11	21 152
15 000	384	224	2.21	33 239
20 000	256	192	2.90	58 168
25 000	256	144	3.10	77 558
30 000	256	112	3.32	99 718
50 000	256	64	3.49	174 506
60 000	256	48	3.87	232 675
75 000	256	32	4.65	349 013
100 000	384	16	4.65	465 351
120 000	128	16	11.63	1 396 053

ПРИЛОЖЕНИЕ 6

Эксплуатационные характеристики оптической пары линза+адаптер в системе «Navitar Zoom 6000»

Линза + адаптер	Рабочее расстояние	Увеличение		Разрешение, микрон		Глубина резкости	
		мин.	макс.	мин.	макс.	мин.	макс.
0.5x+0.5x	175	0.18	1.13	15.15	4.76	4.13	0.41
0.5x + 1.0x	175	0.35	2.25	15.15	4.76	4.13	0.41
0.5x + 5.0x	175	1.75	11.25	15.15	4.76	4.13	0.41
нет + 0.5x	92	0.35	2.25	7.25	2.35	0.95	0.10
нет + 1.0x	92	0.70	4.50	7.25	2.35	0.95	0.10
нет+ 5.0x	92	3.50	22.50	7.25	2.35	0.95	0.10
1.5x + 0.5x	51	0.53	3.38	4.90	1.57	0.43	0.04
1.5x + 1.0x	51	1.05	6.75	4.90	1.57	0.43	0.04
1.5x + 5.0x	51	5.25	33.75	4.90	1.57	0.43	0.04
2.0x + 0.5x	36	0.70	4.50	3.62	1.17	0.24	0.02
2.0x + 1.0x	36	1.40	9.00	3.62	1.17	0.24	0.02
2.0x + 5.0x	36	7.00	45.00	3.62	1.17	0.24	0.02

ПРИЛОЖЕНИЕ 7

Масштаб цифровых изображений, получаемых при съемке системой «Navitar Zoom 6000»

Адаптер	Линза	Увеличение зум-объектива	Масштаб изображения, мкм / пиксель	
			Камера Pike	Камера Photron
1x	-	1x	7,59	17,40
		2x	4,01	9,18
		3x	2,61	6,00
		4x	1,90	4,40
1x	2x	1x	3,74	8,57
		2x	1,99	4,53
		3x	1,29	2,95
		4x	0,94	2,16
5x	-	1x	1,51	3,44
		2x	0,80	1,82
		3x	0,52	1,18
		4x	0,38	0,86
5x	2x	1x	0,75	1,71
		2x	0,40	0,90
		3x	0,26	0,59
		4x	0,19	0,43

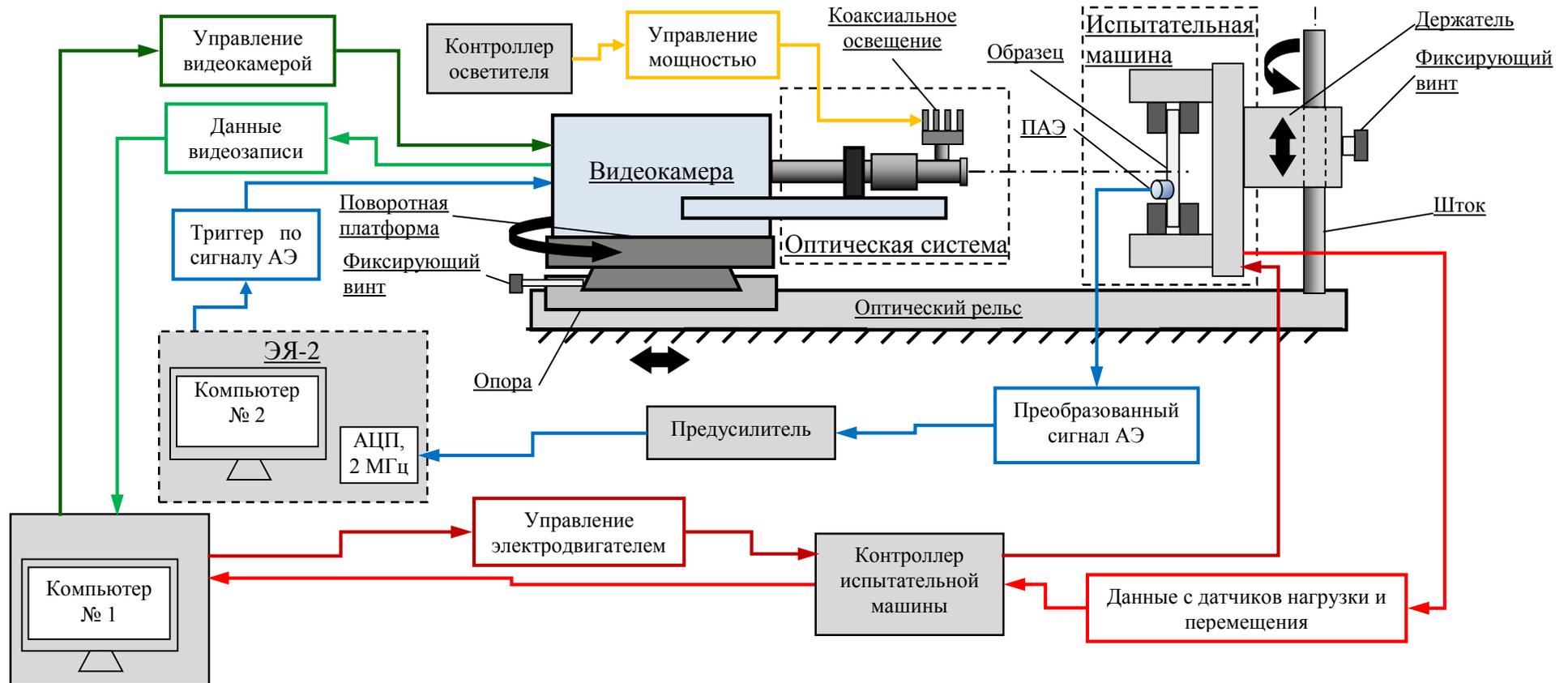
ПРИЛОЖЕНИЕ 8

Основные технические характеристики акустико-эмиссионной системы «ЭЯ-2»

Характеристика	Значение
Количество каналов регистрации акустико-эмиссионной информации:	2
Количество каналов регистрации параметрической информации:	3 (расширение до 16)
Разрядность АЦП каналов регистрации АЭ-информации:	12
Разрядность АЦП каналов регистрации параметрической информации:	14
Частота дискретизации АЦП каналов регистрации АЭ-информации:	390кГц – 50 МГц
Частота дискретизации АЦП каналов регистрации параметрической информации:	1 МГц
Размер одного непрерывного кадра АЦП для регистрации АЭ-информации:	4К слов – 128 К слов
Общий коэффициент усиления (плата регистрации с предусилителем MSAE-FA010, без учета усилителя встроенного в датчик):	до 10000 (80 dB)
Приведенный ко входу шум, не более:	10 мкВ
Диапазон частот регистрации АЭ (при неравномерности 6 дБ):	50 кГц – 1,2 МГц
Чувствительность параметрических каналов:	0.05 В – 10 В
Потребляемая мощность, не более:	250 Вт

ПРИЛОЖЕНИЕ 9

Принципиальная схема универсального испытательного стенда (УИС) для механических испытаний образцов с одновременной регистрацией АЭ и высокоскоростной видеосъемкой по триггеру от сигнала акустической эмиссии (АЭ). Для удобства управляющие контуры разделены по цветам: испытательная машина (красный), акустический тракт (синий), видеокамера (зеленый), система освещения (желтый). Черные стрелки указывают на степени свободы поворота и перемещения



ПРИЛОЖЕНИЕ 10

УТВЕРЖДАЮ
Директор НИИПТ Тольяттинского
государственного университета

Д.Л. Мерсон
« 20 » 10 20 15 г.

АКТ ВНЕДРЕНИЯ

результатов диссертационной работы
«ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННЫЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ОБЪЕМНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ»
Селезнева Михаила Николаевича

Комиссия в составе ведущего научного сотрудника Ясникова И.С. и начальника лаборатории Данюка А.В. составили настоящий акт о том, что универсальный испытательный стенд (УИС, патент 155260 РФ опубл. 27.09.2015), разработанный в рамках диссертационной работы «Пространственно-временные закономерности локализованной пластической деформации объемных металлических стекол» Селезнева Михаила Николаевича был внедрен в эксплуатацию в лабораторию прецизионной микроскопии, НИИПТ, ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет».

УИС позволяет:

- проводить механические испытания на растяжение, сжатие и изгиб с одновременной высокоскоростной видеозаписью и регистрацией широкополосной акустической эмиссии;
- определять основные физико-механические характеристики материалов: предел прочности, модуль упругости, пластичность, усталость и др.;
- исследовать сильно локализованные во времени (менее 20 миллисекунд) и пространстве (до 1 мкм) процессы деформации в материалах: двойникование, мартенситное превращение, локализация деформации в полосах сдвига, зарождение и рост трещин и т.д.;
- обнаруживать, отслеживать и регистрировать микроструктурные изменения и устанавливать связь между источниками и сигналами акустической эмиссии на всех стадиях деформации и разрушения материалов.

При помощи УИС получены уникальные результаты по исследованию особенностей деформации в материалах (металлические стекла, стали, магниевые сплавы и т.д.), в том числе по программам:

- 1) Федеральная целевая программа: Соглашение о предоставлении субсидии от 11.11.2015 г. № 14.586.21.0021. Тема: «Физические основы повышения механических свойств перспективных магниевых сплавов».
- 2) Российский научный фонд, проект № 15-19-30025 «Высокопрочные биорезорбируемые магниевые сплавы с управляемой микроструктурой».

Члены комиссии:

Ведущий научный сотрудник



И.С. Ясников, д. ф.-м.н.

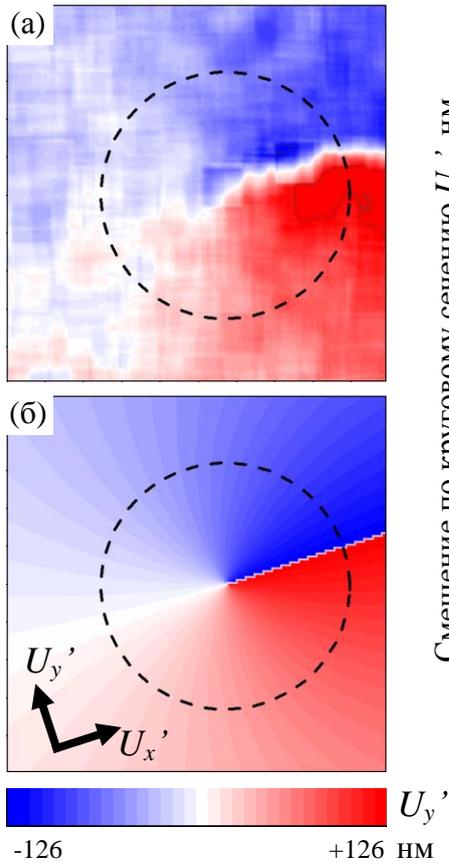
Начальник лаборатории



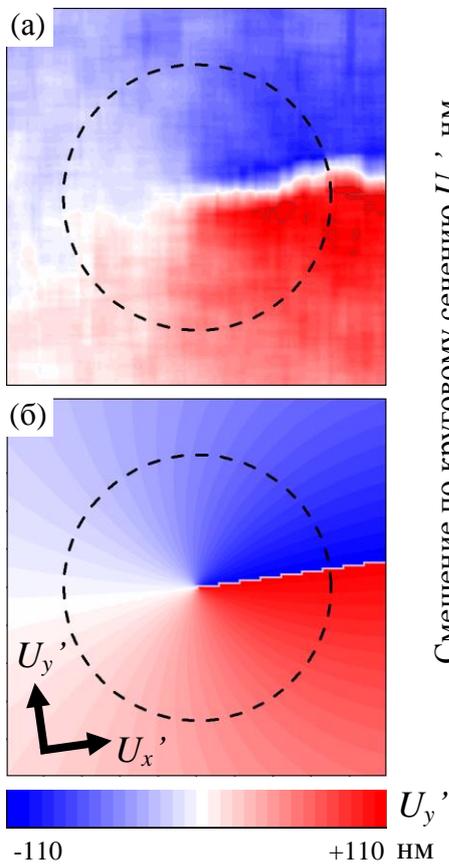
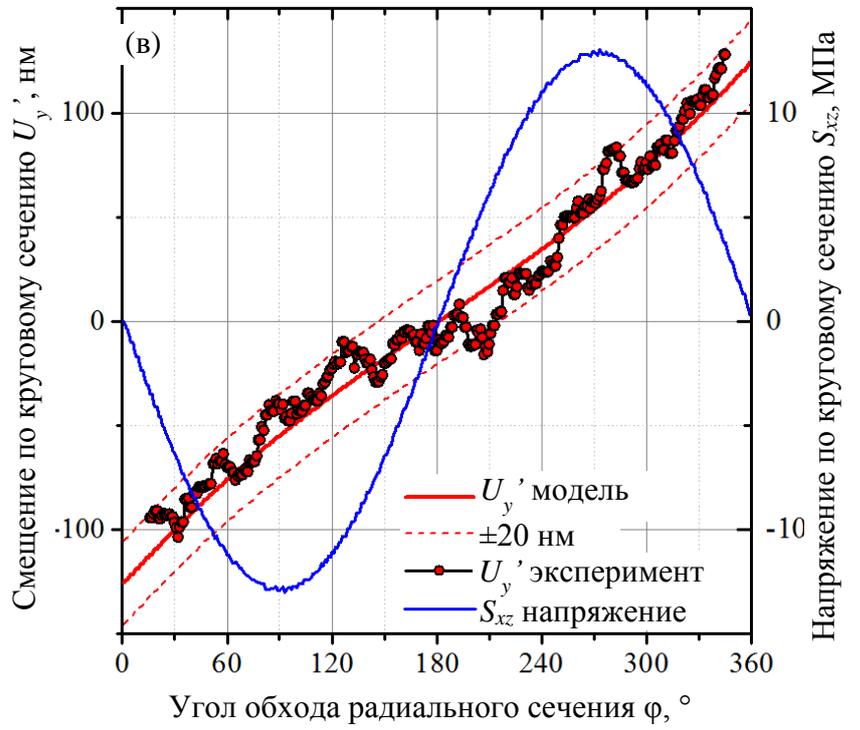
А.В. Данюк, к. ф.-м.н.

ПРИЛОЖЕНИЕ 11

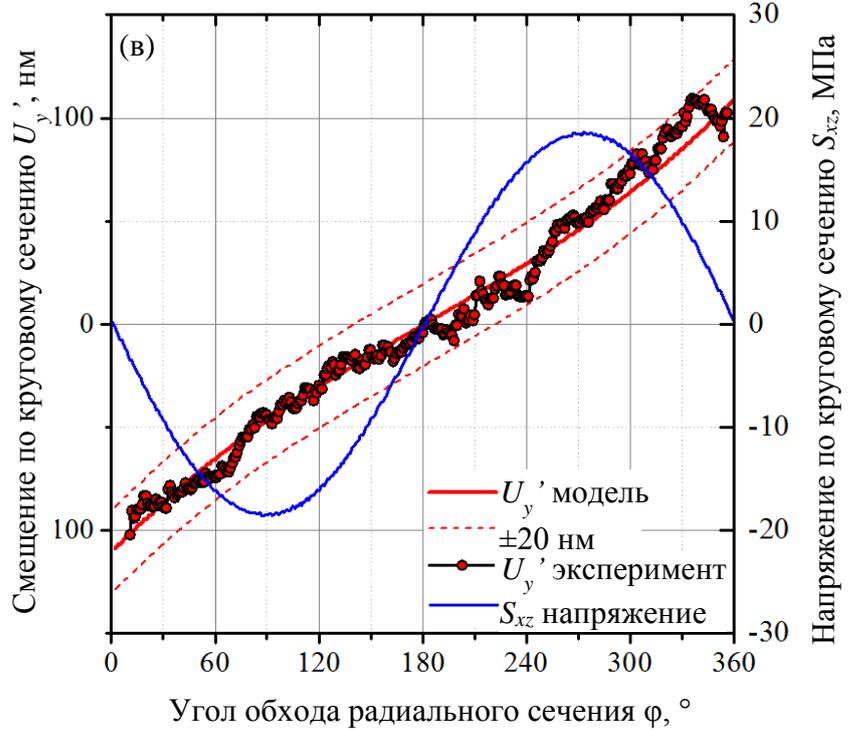
Результаты моделирования полос сдвига винтового типа



Полоса сдвига №1

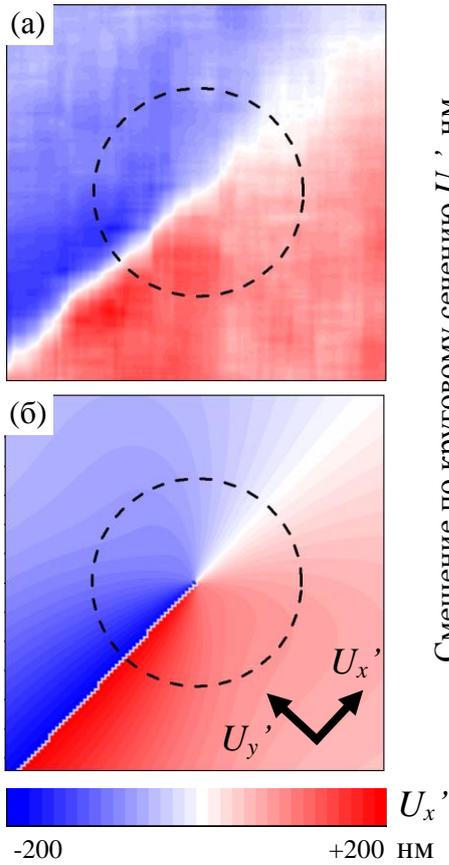


Полоса сдвига №2

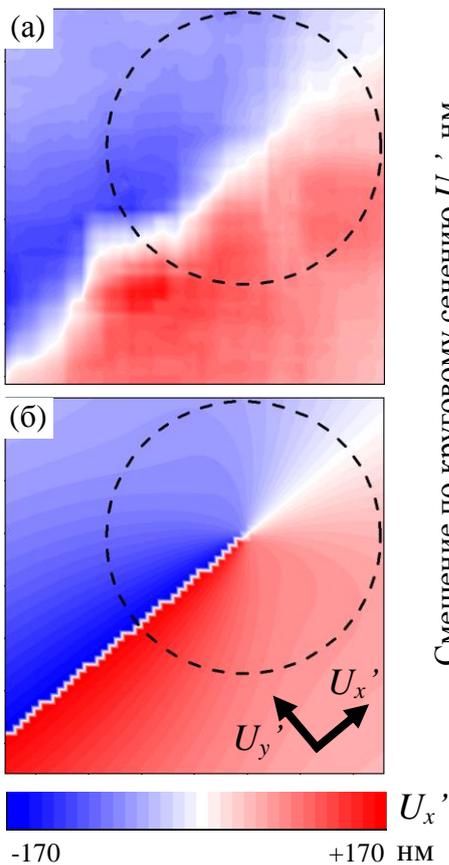
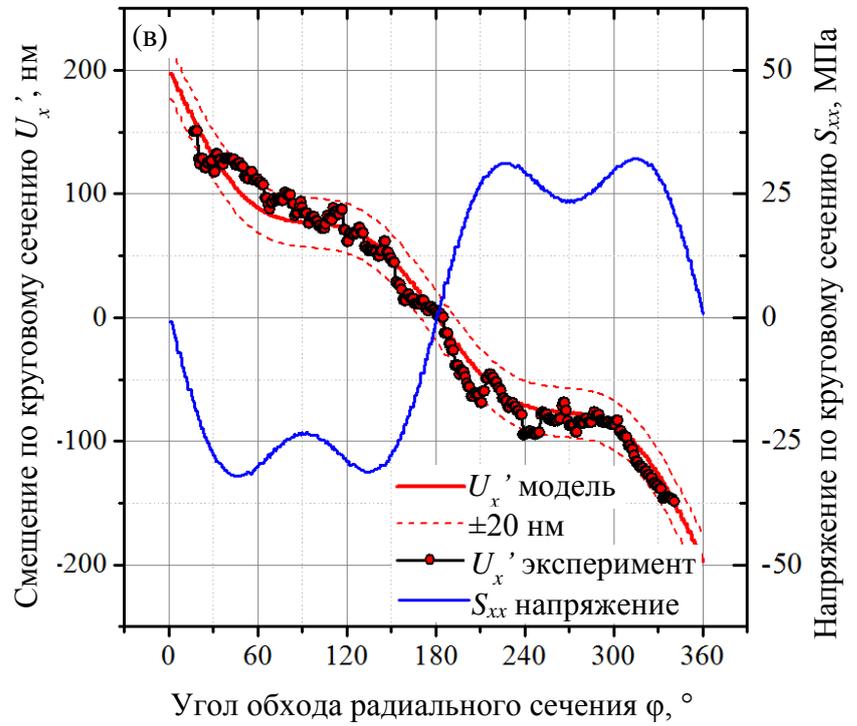


ПРИЛОЖЕНИЕ 12

Результаты моделирования полос сдвига краевого типа



Полоса сдвига №5



Полоса сдвига №6

