

На правах рукописи



Селезнев Михаил Николаевич

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

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Тольятти – 2017

Работа выполнена в НИО-2 «Физика прочности и интеллектуальные диагностические системы» Научно-исследовательского института прогрессивных технологий (НИИПТ) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Тольяттинский государственный университет» (ФГБОУ ВО ТГУ), г. Тольятти.

Научный руководитель: кандидат физико-математических наук,
Виноградов Алексей Юрьевич

Официальные оппоненты: **Хоник Виталий Александрович**,
доктор физико-математических наук, профессор,
Воронежский государственный педагогический университет
(ВГПУ), проректор по научной работе

Еникеев Нариман Айратович,
кандидат физико-математических наук, Научно-
исследовательский институт Физики перспективных
материалов ФГБОУ ВО «Уфимский государственный
авиационный технический университет», руководитель
сектора

Ведущая организация: Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования «Национальный
исследовательский технологический университет «МИСиС»,
г. Москва

Защита состоится « 29 » июня 2017 г. в 14.00 на заседании диссертационного
совета Д 002.080.03 при Федеральном государственном бюджетном учреждении науки
Институте проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, расположенном
по адресу: 450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью, просим высылать по адресу:
450001, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Ст. Халтурина, 39, ученому секретарю
диссертационного совета.
Факс: + 7 (347) 282-37-59

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте ИПСМ РАН по
адресу <http://www.imsp.ru/>

Автореферат разослан « _____ » _____ 2017 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,
доктор физико-математических наук



Имаев М. Ф.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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, прочностью, твердостью, износостойкостью, формуемостью и магнитной мягкостью. В то же время наличие преимущественно металлических связей, обладающих куда большей гибкостью, чем ковалентные, обуславливает некоторую пластичность материала, сравнимую с пластичностью высокопрочных сталей. При этом, отношение предела упругости к модулю Юнга, т.е. способность аккумулировать упругую энергию очень высоко и сравнимо с полимерами. 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.). Сегодня аморфные сплавы готовы к практическому использованию либо уже успешно применяются в следующих областях:

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

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. Такая сверхлокализация дестабилизирует пластическое течение материала и провоцирует раннее развитие микротрещин в полосах сдвига, 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, микролегирование, геометрическая локализация деформации или повышение гомогенности аморфной структуры. 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), рентгеновская дифракция, дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК), атомно-силовая микроскопия (АСМ). 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.

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, Эдвартс и др.), ПС обладают дальнедействующими полями напряжения дислокаций общего вида (т.е. дислокаций Вольтерра) и деформация МС описывается в рамках дислокационного подхода. Однако, в настоящее время, более популярной является теория среднего поля (ТСП, Дамен и соавторы), а также рассмотрение ПС как совокупности наноразмерных зон сдвиговой трансформации (ЗСТ) – точечных дефектов, не обладающих дальнедействующими 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, Ванг, Деметриу 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, метод акустической эмиссии (АЭ), регистрация фото- и электронных изображений. 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 мкс;
2. относительно медленное скольжение в ПС со скоростью ~ 4 мм/с, ответственное за сброс нагрузки и не сопровождающееся АЭ;
3. относительно быстрое разрушение со скоростью не менее 170 м/с в объемном образце и ~2000 м/с в ленте.

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, основные результаты которых представлены выше. При этом достигается либо высокое разрешение во времени (высокоскоростная съемка), либо высокое пространственное разрешение (СЭМ). Динамические методы исследования, основанные на измерении нагрузки и перемещения

важны для изучения кинетики ПС, однако сильно зависят от жесткости и инерционности испытательной механической системы. 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 мгновенно в результате перколяции ЗСТ. Согласно другой гипотезе, скорость возникновения ПС не может быть бесконечной и ограничена скоростью звука, 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. 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, с другой стороны должна иметь ограниченную скорость в силу инертности (массы) дислокации. 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 распространения ПС.

Объектом исследования являлись образцы объемных 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.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана актуальность работы, сформулированы ее цель и задачи, отмечены научная новизна и практическая значимость исследования, перечислены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен обзор научной литературы, посвященной исследованию металлических стекол (МС) и проблеме локализации деформации в полосах сдвига (ПС). **Параграф 1.1** посвящен истории открытия аморфных сплавов, обнаружения феномена локализации деформации в ПС и первым исследовательским работам по данной тематике. Перечислены ключевые характеристики механических свойств МС и основные особенности ПС. **В параграфе 1.2** подробно описаны структурные и механические свойства аморфных металлов в сравнении с кристаллическими металлами и аморфными неметаллами. Показаны основные преимущества и недостатки МС, среди которых одним из важнейших является локализация деформации в ПС, приводящая к падению пластичности. **В параграфе 1.3** рассмотрены методы исследования локализованной деформации МС: механические испытания, фрактография, микроскопия, видеосъемка, термография, а также метод акустической эмиссии (АЭ). Приведены наиболее важные результаты исследований вышеперечисленными методами, в т.ч. существование упрочнения в ПС и неоднородность нано-структуры ПС. Рассмотрена взаимосвязь результатов различных методов, их взаимное подтверждение и опровержение. **Параграф 1.4** посвящен рассмотрению концепций и моделей, применяемых к описанию локализованной пластической деформации МС. Показано, что ПС возникают, когда структурная релаксация неспособна обеспечить задаваемую скорость пластической деформации. Рассмотрены основные принципы механики гранулированного материала (дилатансия, мобилизация трения), подходящие для описания деформации МС. Кратко представлен механизм возникновения и аннигиляции свободного объема, объясняющий деформационное разупрочнение и структурную релаксацию МС, но не объясняющий деформационное упрочнение. Описана дислокационная концепция и конкурирующая с ней концепция зон сдвиговой трансформации (ЗСТ), которая в настоящее время является наиболее популярной. Упомянуты модели жидких ядер и ARGL, основанных

на жидкостном поведении материала в ПС, что не нашло подтверждения при термометрии. Рассмотрены особенности степенного распределения, его применение к описанию деформации МС и формирование модели среднего поля. Показаны два взаимоисключающих варианта зарождения ПС: (1) мгновенное (перколяция ЗСТ) и (2) последовательное (распространение фронта сдвига). **В параграфе 1.5** приведены основные выводы по первой главе, а также постановка целей и задач работы, выбор материала и методов исследований.

Во второй главе представлены материалы, оборудование и исследовательские методы, применявшиеся в диссертационной работе. **В параграфе 2.1** описано изготовление образцов и пробоподготовка. Указано, что в качестве основного материала исследования использовали аморфные сплавы на основе палладия $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ и $Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$, полученные индукционным сплавлением высокочистых компонентов, рафинированием в расплаве борного ангидрида B_2O_3 , закалкой в медную изложницу в среде инертного газа. Приведены результаты проверки и контроля химических (энерго-дисперсионная спектроскопия) и структурных свойств сплава, стабильности (калориметрия) и отсутствия кристаллической фазы (рентгеноструктурный анализ). Описано изготовление образцов. Образцы на сжатие из сплава $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ были изготовлены из стержня с сечением $2,66 \times 2,66 \text{ мм}^2$ методом электроискровой нарезки параллелепипедов размером $2,66 \times 2,66 \times 5,5 \text{ мм}^3$ с радиальным и прямоугольным вырезами для локализации деформации. Образцы на 3-х точечный изгиб с размерами $10 \times 2 \times 1 \text{ мм}^3$ были изготовлены из слитка $20 \times 10 \times 2 \text{ мм}^3$ сплава $Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$ при помощи прецизионной алмазной дисковой пилы методом плоскопараллельной нарезки с шагом в 1 мм. Далее, образцы для высокоскоростной съемки кинетики ПС шлифовались и полировались до зеркального блеска в механизированной полировальной машине TegraPol 11. **В параграфе 2.2** описана разработанная экспериментальная установка и методика проведения экспериментов. Показано, что для исследования таких явлений как ПС, т.е. стохастических, микроскопических и быстропротекающих, необходима экспериментальная установка с возможностью (1) механического испытания образцов, (2) in-situ высокоскоростной регистрации видеоданных с (3) микроскопическим увеличением и синхронизацией явлений и записи, а также (4) in-situ регистрации данных АЭ. Разработанный универсальный испытательный стенд (УИС, рис. 1), отвечает вышеназванным требованиям и выходит за рамки диссертационной работы, позволяя исследовать такие локализованные события микродеформации, как трещины, двойникование в магниевых сплавах, фазовые превращения в TRIP/TWIP сталях и т.д. Рассмотрены составляющие УИС компоненты: (1) микро-испытательная приставка сжатия-растяжения-изгиба Kammrath&Weiss (K&W, GmbH, Германия) с симметричной винтовой подачей нагрузки до 10 кН, благодаря которой центр образца не меняет положения; (2) высокоскоростная цифровая видеокамера Photron FASTCAM SA3 с частотой записи до 120 000 кадров в секунду; (3) модульная оптическая система «NavitarZoom 6000» с увеличением до 45x и системой коаксиального освещения; (4) Акустико-Эмиссионная система «ЭЯ-2» с предусилителем MSAE-FA010 и широкополосным (200–750 кГц) пьезоэлектрическим датчиком Pico (PAC). Основной особенностью УИС является синхронизация видеозаписи, ограниченной несколькими секундами, с исследуемым событием (ПС, двойник, трещина и т.д.) при помощи триггер-сигнала АЭ. Приведен алгоритм механических испытаний образцов МС: (1) измерение поля деформации ПС с со скоростью съемки 60 к/с при масштабе 2,16 мкм/пиксель; (2) измерение скорости ПС со скоростью съемки 6 000 – 25 000 к/с. при масштабе 2 – 4,5 мкм/пиксель. Скорость ПС измерялась как длина ПС на последовательных видеокдрах отнесенная к частоте видеосъемки. Измерение прироста длины ПС производилось в графическом редакторе с использованием функции вычитания изображений. Измерение поля деформации в вершине ПС производилось методом цифровой корреляции изображений (ЦКИ), подробно описанном **в параграфе 2.3**.

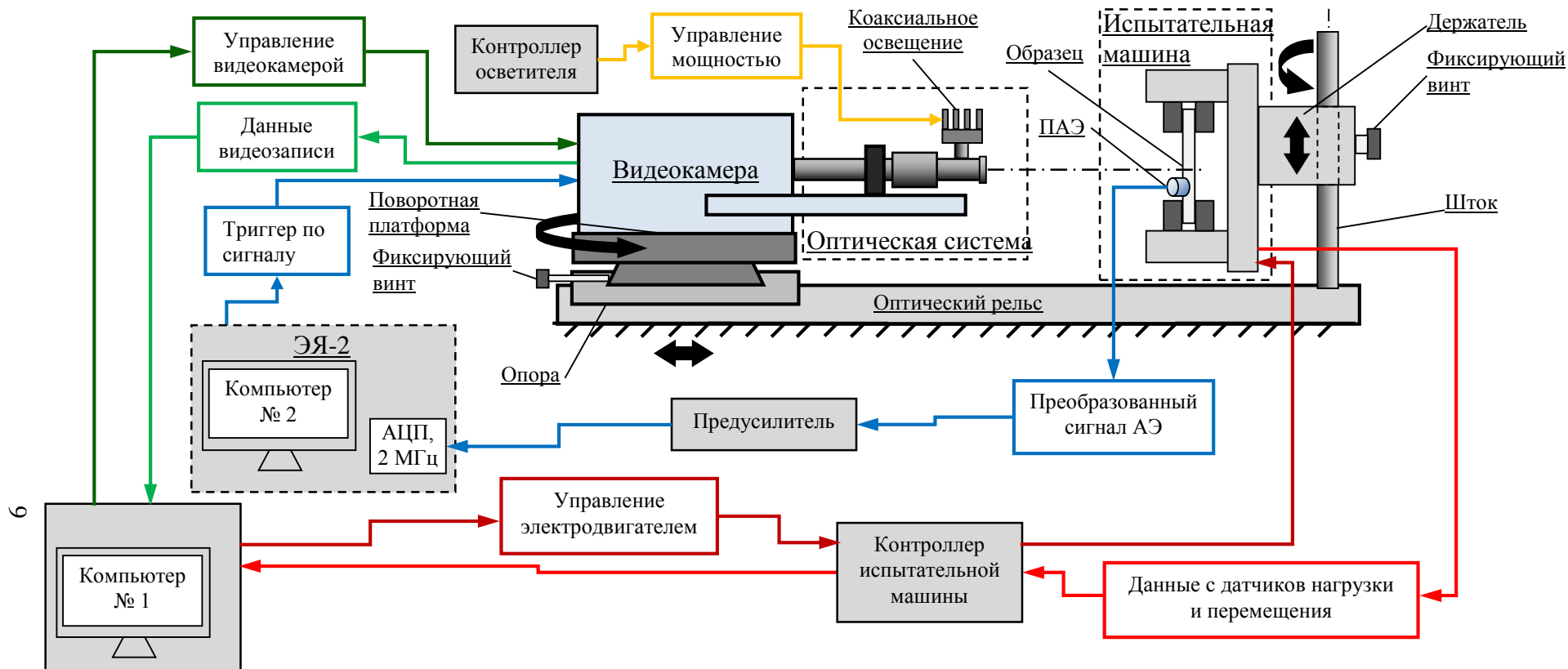


Рисунок 1– Принципиальная схема универсального испытательного стенда (УИС) для механических испытаний образцов с одновременной регистрацией АЭ и высокоскоростной видеосъемкой по триггеру от сигнала акустической эмиссии (АЭ). Для удобства управляющие контуры разделены по цветам: испытательная машина (красный), акустический тракт (синий), видеокамера (зеленый), система освещения (желтый). Черные стрелки указывают на степени свободы поворота и перемещения

Третья глава посвящена исследованию упругих полей ПС в МС методом КЦИ, полученных с помощью видеосъемки (60 кадров в секунду) и сравнение их с соответствующими модельными полями макродислокаций типа Вольтерра, сформированных в упругом континууме. **В параграфе 3.1** рассмотрен подбор оптимальных параметров КЦИ. Параметры должны обеспечивать максимальный коэффициент корреляции $K_{max} = 0 \dots 1$, где 0 и 1 соответствуют минимальной и максимальной достоверности вычисления смещения. Показано, что 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. **В параграфе 3.2** приведены результаты измерения планарных полей смещения ПС методом КЦИ. Типичные картины приведены на рис. Рисунок 2а, в. С помощью процедуры вычитания кадров до и после формирования ПС, было выявлено положение и угол наклона ПС (рис. Рисунок 2б, г). Далее полученные компоненты тензора деформации U_x, U_y были развернуты так, чтобы ось X совпадала с линией ПС.

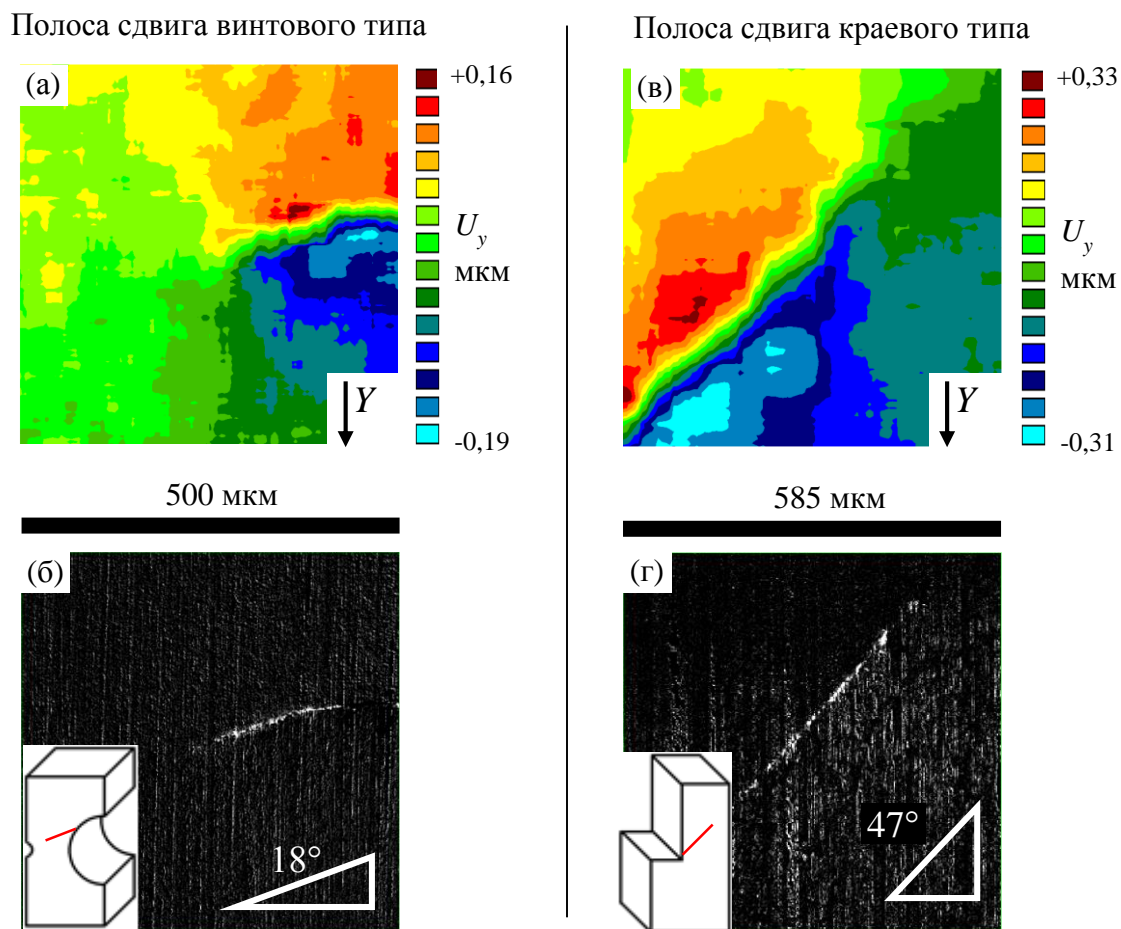


Рисунок 2 – Примеры результатов вычисления абсолютной деформации U_y в вершине ПС, образуемых при сжатии образцов с радиальным (а, б) и прямоугольным (в, г) надрезами. Верхний ряд: карты деформации (а, в) вдоль оси сжатия. Упредставлены согласно цветовой легенде в мкм. Нижний ряд: масштабный отрезок и результаты вычитания видеок кадров до и после акта сдвига (б, г), обнаруживающие ПС, угол наклона ПС и схемы испытуемых образцов, красная линия на которых обозначает ПС

В параграфе 3.3 проведено измерение стереометрии ПС с помощью микроскопии и интерферометрии. Показано, что исследуемые ПС (рис. 3а) не являются трещинами, т.к. (1) сохраняется сплошность, т.е. отсутствует угол раскрытия между берегами ПС, (2) отсутствует

зона пластической деформации в вершине ПС (рис. 3б), (3) сдвиг сохраняется после снятия нагрузки. В зависимости от геометрии образца в плоскости наблюдения регистрируются винтовые (радиальный надрез, рис. Рисунок 2б) либо краевые (прямоугольный надрез, рис. Рисунок 2г) сдвиги (рис. 3в). Обнаружено, что плоскость винтового сдвига лежит не перпендикулярно наблюдаемой поверхности XY, но под углом 45° к нему (рис. 3а). Благодаря этому компонента тензора смещения U_z проецируется на плоскость XY в виде компоненты U_y (рис. 3г). Таким образом при моделировании винтового сдвига, необходимо учитывать угол между системой координат (СК), связанной с наблюдаемой поверхностью и СК, связанной с плоскостью сдвига.

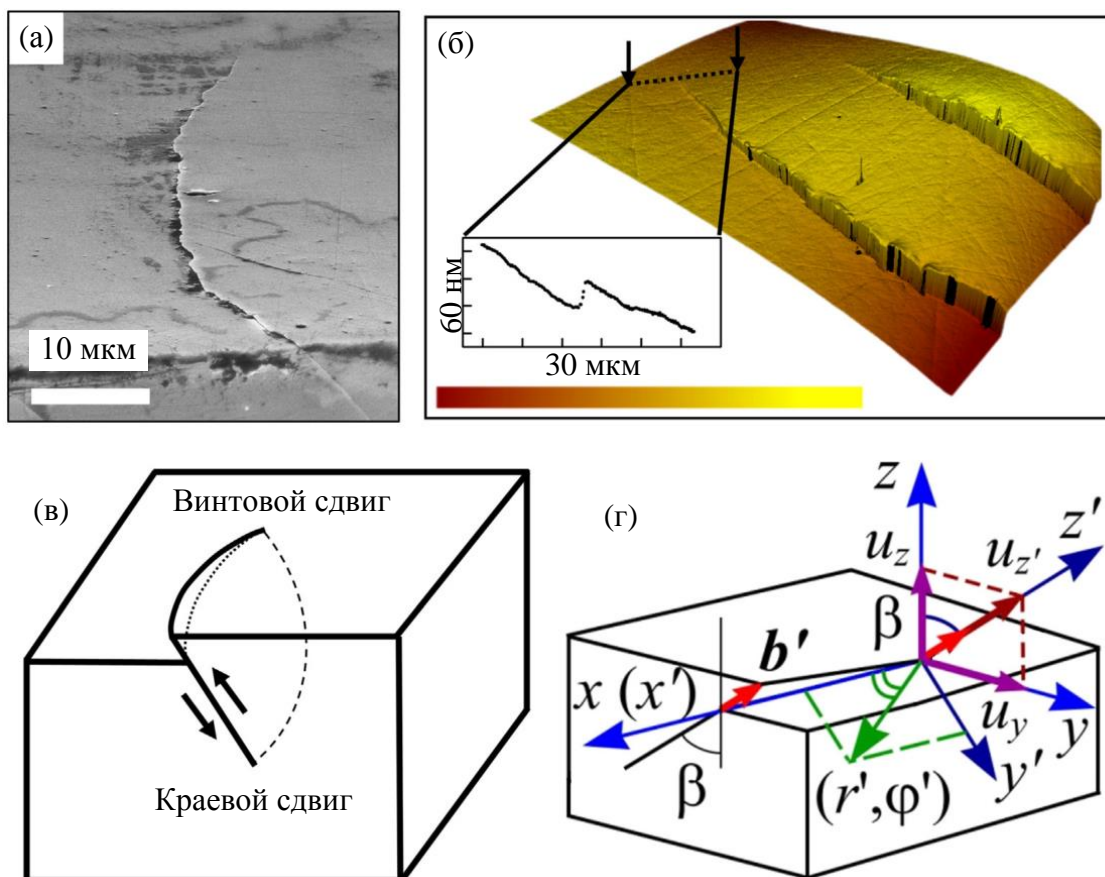


Рисунок 3 – Стереометрия исследуемых ПС: электронное изображение типичной ПС (а); 3D-поверхность с цветовой индикацией высоты (0,6...-0,5 мкм), с сечением вдоль вершины ПС(б), схема сдвига, содержащего как винтовую, так и краевую компоненты (в); геометрия наблюдаемого винтового сдвига и связанные с ним системы координат (г).

В параграфе 3.4 подробно рассмотрено моделирование упругого сдвига, произведенного в МС макродислокацией с учетом поворота СК и сил изображения, воздействующих на макродислокацию, размер которой соизмерим с размером образца. Конечная формула для дислокации винтового типа имеет вид:

$$U_{y'} = \frac{b' \sin \beta}{2\pi} (\Phi(y, x \cos \beta) + \Phi(-y, -(x + 2d) \cos \beta)) \quad (1)$$

где $\Phi(y, x)$ – функция, которая преобразует 2-D декартовы координаты в полярные без разрывов;

b' – модуль вектора Бюргерса повернутой СК (рис. 3г);

β – угол поворота СК (рис. 3г);

d – длина видимой части ПС.

Аналогично формуле (1), только без поворота СК на угол β , конечная формула для поля смещения, соответствующего дислокации краевого типа имеет вид:

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

В параграфе 3.5 представлены результаты сравнения экспериментальных полей абсолютных деформаций (смещений) ПС винтового (рис. 4) и краевого (рис. 5) типа и их дислокационных моделей. Экспериментальные (рис. 4а, 5а) и модельные (рис. 4б, 5б) 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 (рис. 4в, 5в). Показано, 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, представляющей ПС в виде континуальной макродислокации типа Вольтерра.

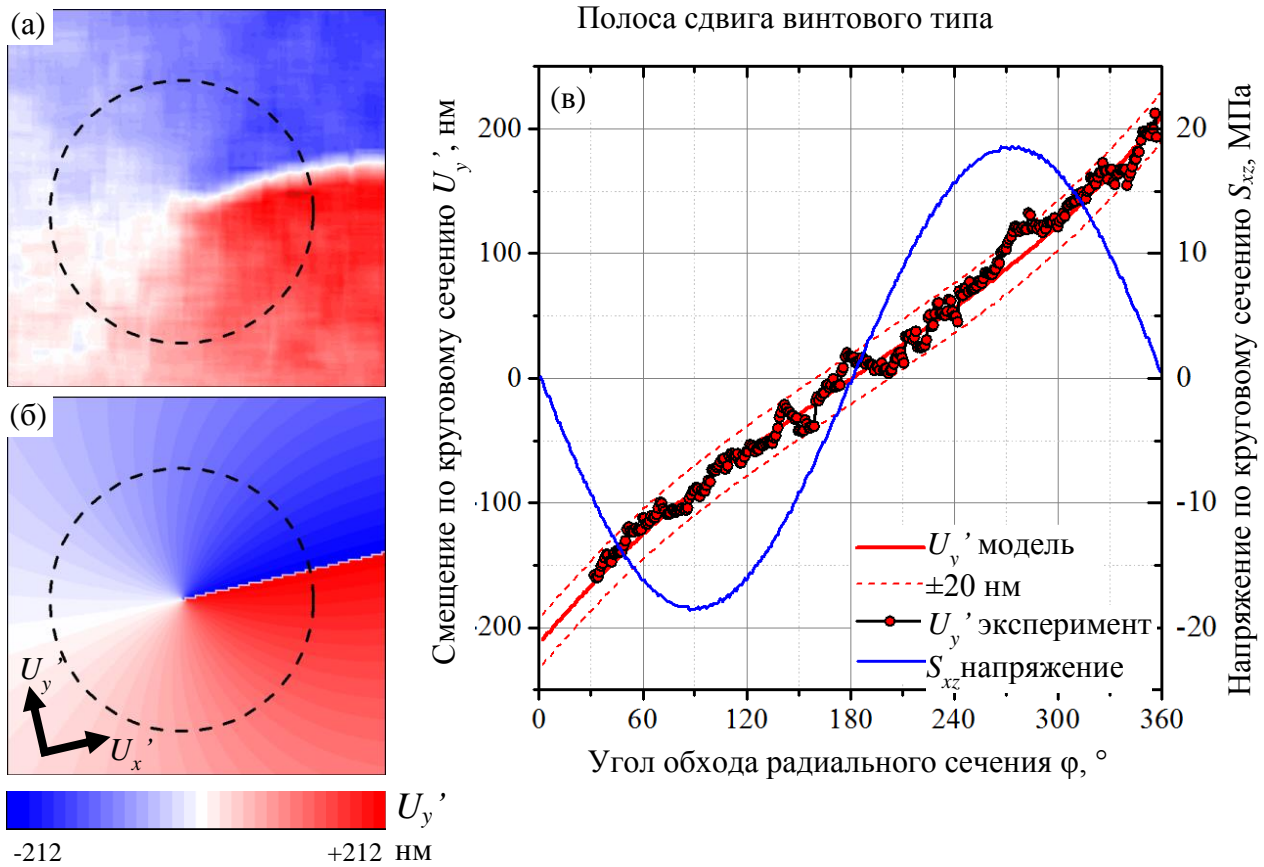


Рисунок 4– Сравнение экспериментального (а) и модельного (б) полей смещений U_y' (размер полей 574 мкм) в вершине ПС винтового типа. Плоскость сдвига наклонна к наблюдаемой плоскости $X'Y'$ под углом $\beta = 45^\circ$. Радиальное сечение (радиус 193 мкм) вокруг вершины ПС обозначено пунктирной линией на (а) и (б) и обнаруживает совпадение эксперимента и модели (в). Синяя линия показывает тензор напряжения S_{xz} в указанном сечении при заданной деформации

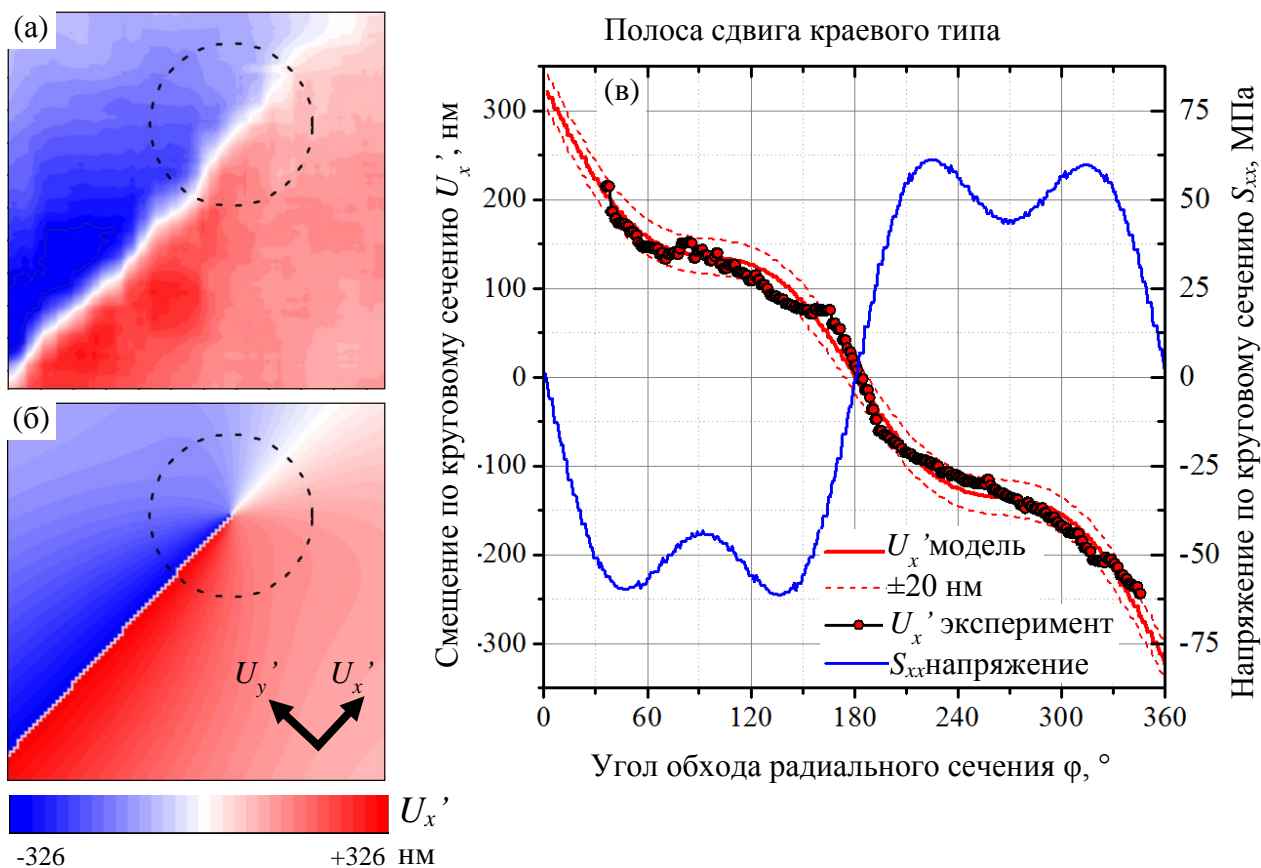


Рисунок 5– Сравнение экспериментального (а) и модельного (б) полей смещений U_y' (размер полей 585 мкм) в вершине ПС краевого типа. Радиальное сечение (радиус 148 мкм) вокруг вершины ПС обозначено пунктирной линией на (а) и (б) и обнаруживает совпадение эксперимента и модели (в). Синяя линия показывает тензор напряжения S_{xx} в указанном сечении при заданной деформации

В параграфе 3.6 описано применение дислокационного подхода к описанию дилатации в ПС. В рамках дислокационного подхода к ПС показано, что формирование избыточного свободного объема в ПС может быть объяснено дислокационным скольжением. Используя уравнения Кнесла для объемной дилатации на длину дислокации α_f , применительно к исследуемым в работе ПС получим:

$$\alpha_f = \left[\xi G b^2 \left(\frac{1}{(1-\nu)} + 1 \right) / 4 R h \left(\frac{\pi}{2} + 2 \right) \right] \cdot 100\% \cong 0,9\%; \quad (3)$$

где $\xi(p)$ – функция гидростатического давления p ; G, ν – упругие константы (35,5 ГПа и 0,4 соответственно), b – вектор Бюргера (400 нм); h – толщина ПС (10 нм); R – радиус плоскости сдвига (0,5 мм). Результат находится в согласии с оценкой Клаумюнцера и др (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. **В параграфе 3.7** приведены выводы по главе 3.

Четвертая глава посвящена исследованию кинетики локализованной деформации в МС методом высокоскоростной видеосъемки. Показано, что устройство цифровой высокоскоростной видеокамеры налагает ограничение на объем получаемых данных. Вследствие этого, выбрано два режима съемки: с максимальным оптическим разрешением и максимальной скоростью съемки. **В параграфе 4.1** описаны результаты исследований кинетики полос сдвига с максимально возможным оптическим разрешением (1 мегапиксель, 2,16 мкм/пиксель) при относительно низкой скорости съемки (до 6000 кадров/с). На примере

двух ПС показано, что формирование ПС происходит за 1-2 кадра, т.е. за 166-333 мкс (рис. 6а, б). Отмечено, что траектория «новой» ПС далеко не всегда совпадает со «старой». Примеры этого явления наглядно представлены на рисунке рис. 6б 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. Также была проведена оценка скорости скольжения берегов ПС относительно друг друга по результатам видеосъемки и электронным изображениям (рис. 6в). Оцененная скорость скольжения составила $\sim 4,2$ мм/с, что согласуется с результатами Сонга, Маасса и др.

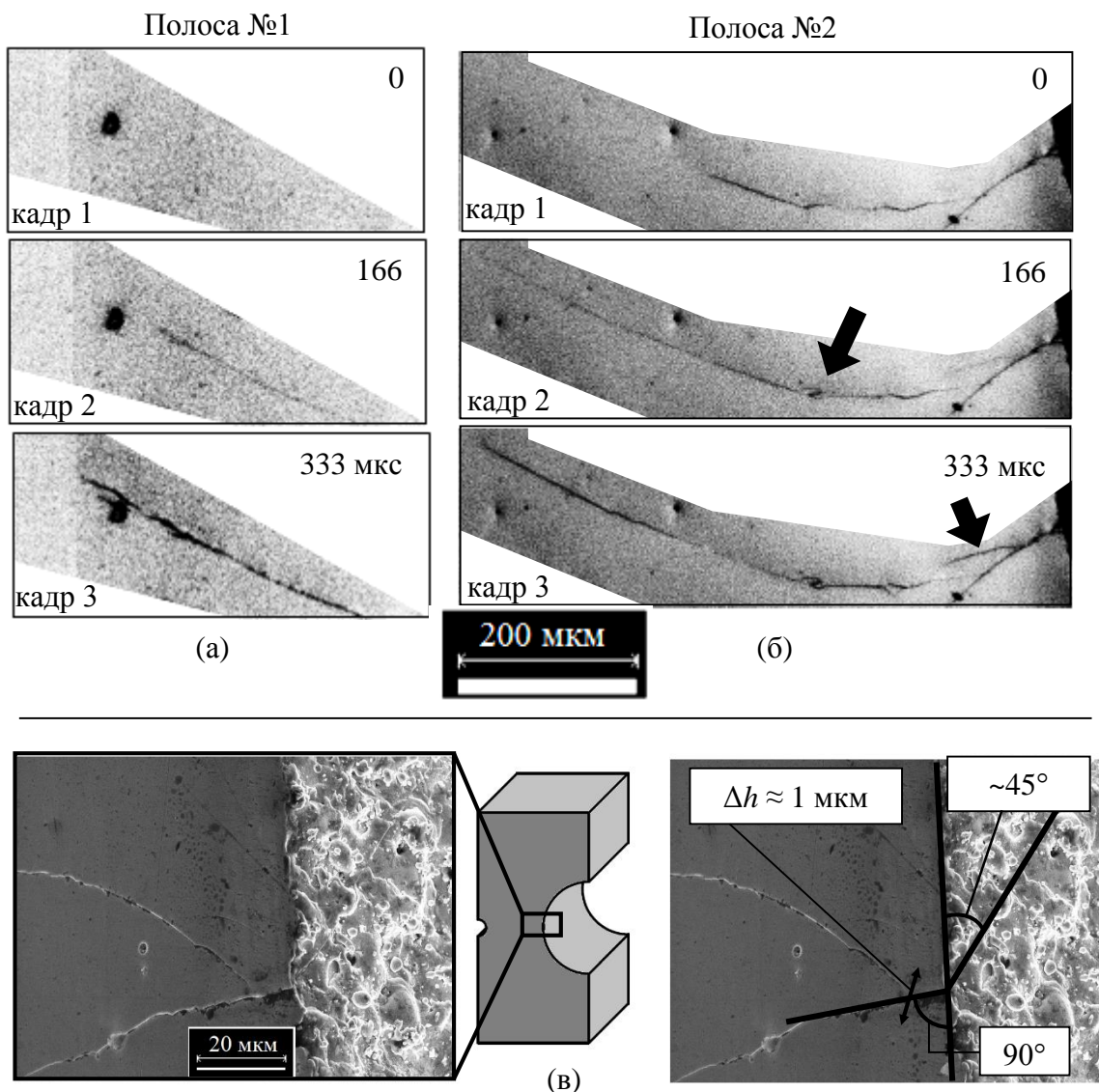


Рисунок 6– Изменение морфологии ПС при сжатии образцов с радиальным надрезом: серии кадров (а) и (б) – типичная картина развития полос сдвига. Стрелками указано изменение морфологии «старых» полос при их подрастании. Скорость съемки 6000 к/с. (в) Результаты измерений методом электронной микроскопии углов ПС относительно граней образца и высоты ступеньки сдвига h .

Наиболее протяженная ПС, зафиксированная в наблюдении (~ 1 мм) сформировалась в течение одного кадра, что дает нижнюю оценку порога скорости в 5,56 м/с – величина вполне достаточная для наблюдения высокоамплитудной АЭ, отмечаемой во многих работах.

Обработка акустических, механических и видеоданных с их последующим совместным анализом выявила, что величина сброса нагрузки в результате сдвига прямо связана с длиной ПС и не связана с амплитудой сигнала АЭ. Это говорит о том, что акустический импульс связан напрямую не со скольжением, обеспечивающим сброс нагрузки, но с неким начальным этапом формирования плоскости сдвига. В параграфе 4.2 представлены результаты исследования морфологии полос сдвига после высокоскоростной видеосъемки. Выявлено, что высота ступеньки ПС обнаруживает локальные синусоидальные неоднородности, величина которых может достигать до 30% от средней высоты ступеньки. Такие отклонения накапливаются по мере развития ПС. Это говорит о неоднородности структуры ПС, что согласуется с результатами Рёснера и Бинковски. Параграф 4.3 представляет результаты исследования кинетики полос сдвига с максимальной скоростью съемки (до 30 000 к/с) при минимально возможном оптическом разрешении (4,53 мкм/пиксель, рис. 7).

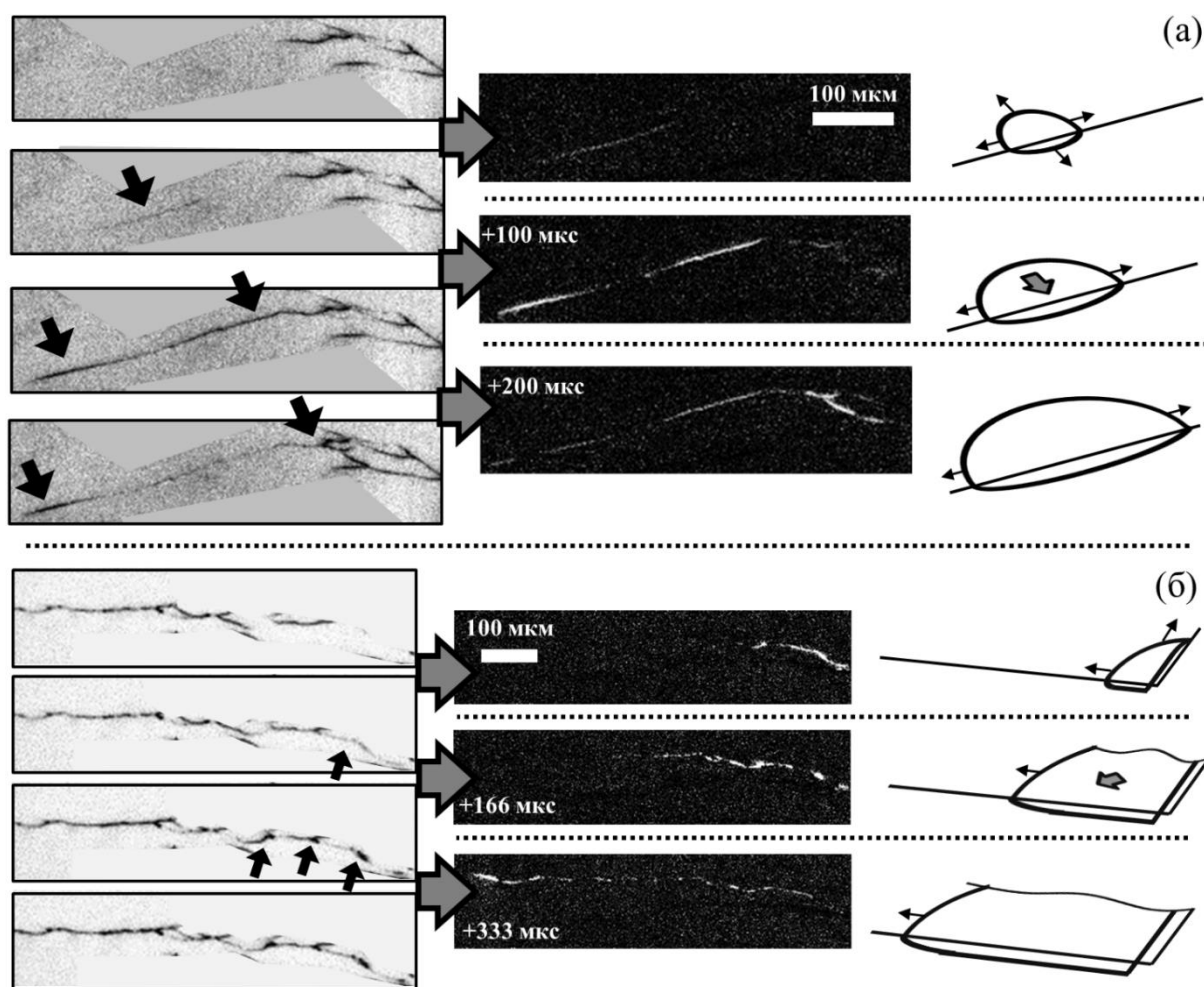


Рисунок 7– Последовательное формирование ПС, стартующее с поверхности (а) и с ребра (б) образца МС при сжатии. Левая колонка: кадры видеосъемки, расположенные последовательно сверху вниз, где стрелки указывают на развитие сдвига. Центральная колонка: результат вычитания двух последовательных кадров из 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

Скорость распространения ПС оценивалась путем деления длины ПС, которая появляется в течение данного кадра к временной длительности кадра. Первые кадры не были использованы для вычисления скорости, чтобы приращение сдвига начиналось одновременно с началом кадра. Показано, что в зависимости от местоположения точки инициации (ТИ) на поверхности или на грани образца ПС распространяется в двух (рис. 7а) направлениях либо в одном (рис. 7б), соответственно.

Вычисление скорости распространения ПС дает диапазон значений $\sim 0,1 \dots 2$ м/с, что является средней скоростью ПС в течение одного кадра (рис. 8). Выявлено, что скорость фронта ПС снижается с течением времени и является импульсной: нарастание от нуля до максимального значения (не менее ~ 5 м/с) в течение не более ~ 30 мкс, затем затухание до нуля в течение 250-300 мкс (рис. 8). Таким образом экспериментально выявлено, что ПС возникает не одновременно, согласно перколяционной модели, а в результате последовательного распространения фронта сдвига. Исследованный участок падения скорости сдвига наиболее близко аппроксимируется степенной зависимостью $\sim t^n$ ($n \sim -2$).

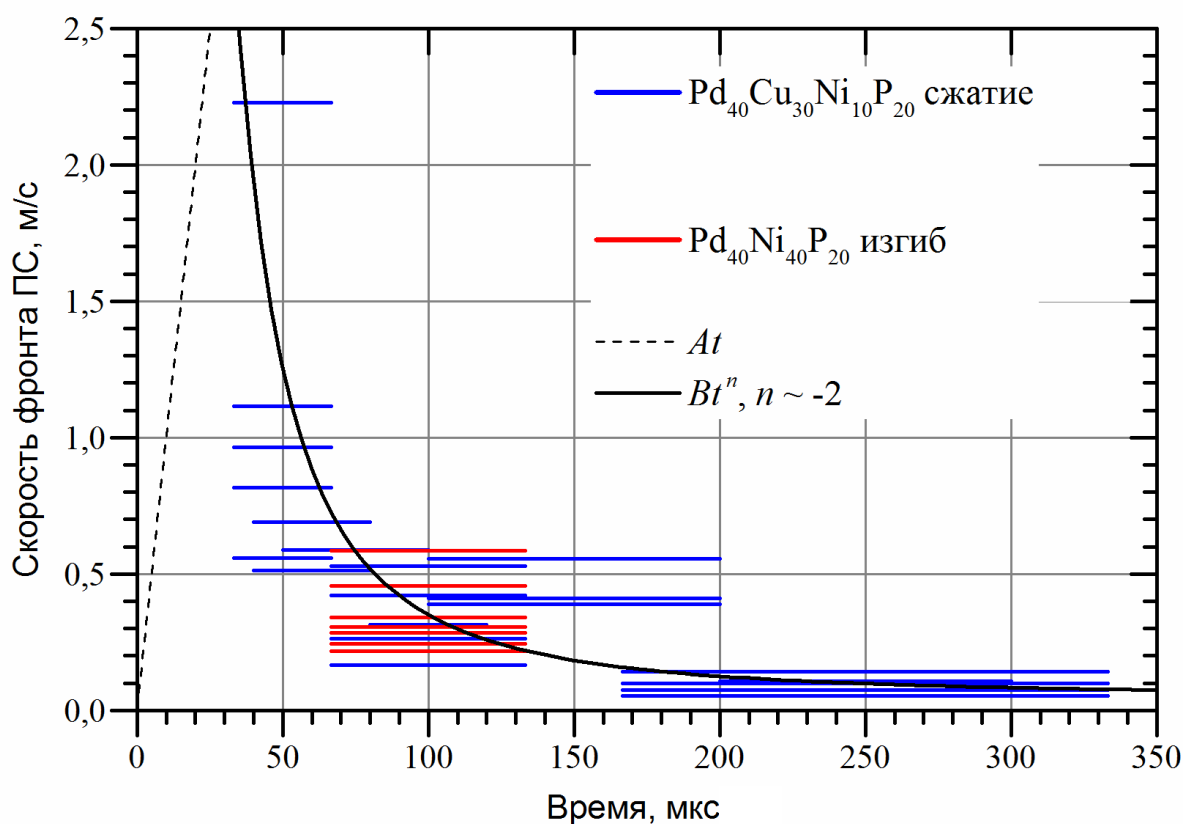


Рисунок 8 – Результаты оптического измерения средней скорости распространения фронта ПС при сжатии (синие линии) и изгибе (красные линии) образцов МС на основе палладия, аппроксимирующая функция затухания (сплошная линия) и возрастания (пунктирная линия) в первом приближении

В параграфе 4.4 представлено применение дислокационного подхода к описанию кинетики сдвигообразования. Показана универсальность дислокационной концепции на примере различных материалов и масштабных уровней. **В параграфе 4.5** приведены выводы по главе 4.

ОСНОВНЫЕ 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 единовременно, 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.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах, входящих в список ВАК и системы цитирования Web of Science и Scopus:

1. Vinogradov A. Dislocation characteristics of shear bands in metallic glasses / A. Vinogradov, M. Seleznev, I. Yasnikov // Scripta Materialia. 2017. Vol. 130. P. 138–142.
2. 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.
3. Vinogradov A. On the limits of acoustic emission detectability for twinning / A. Vinogradov, E. Vasilev, M. Seleznev, K. Máthis, D. Orlov, D. Merson // Materials Letters. 2016. Vol. 183. P. 417–419.
4. Seleznev M. Note: High-speed optical imaging powered by acoustic emission triggering / M. Seleznev, A. Vinogradov // Review of Scientific Instruments. 2014. Vol. 85. P. 76103.
5. 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.

Публикации в научных изданиях, не входящих в список ВАК:

6. Селезнев М. Н. Исследование кинетики полос сдвига в металлических стеклах методом скоростной видеосъемки / М. Н. Селезнев // Сборник научных статей XVII Международной научно-технической уральской школы-семинара металловедов-молодых ученых. Екатеринбург. 2016. С. 270-275.
7. Seleznev M. Shear band diffusion in cold rolled Pd40Ni40P20 bulk metallic glass microalloyed with Co / M. Seleznev, I. Binkowski, S. Divinskiy, G. Wilde // Proceedings of “DPG Spring Meeting”. Regensburg, Germany. 2016. P. 346.
8. Селезнев М. Н. Структурные и диффузионные исследования объемных металлических стекол на основе палладия после пластической деформации / М. Н. Селезнев, I. Binkowski, S. V. Divinski, G. Wilde // Сборник научных трудов XVI Международной научно-технической уральской школы-семинара металловедов-молодых ученых. Екатеринбург. 2015. С. 121–124.
9. 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.
10. Vinogradov A. Characterization of twinning in magnesium alloys by acoustic emission measurements and direct video observations / A. Vinogradov, E. Vasilev, M. Seleznev, D. L. Merson, Y. Estrin // Proceedings of International Conference “Advanced Mater. Week-2015”. Togliatti - St. Petersburg, Russia. 2015. P. 15.
11. Селезнев М. Н. Высокоскоростная видеорегистрация локальных актов деформации в материалах / М. Н. Селезнев // Сборник научных трудов XV Международной научно-технической уральской школы-семинара металловедов-молодых ученых. Екатеринбург. 2014. С. 58–61.
12. 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.

Патенты:

1. Универсальный испытательный стенд: пат. 155260 Рос. Федерация: МПК G01N3/20 / А. Ю. Виноградов, В. И. Костин, Д. Л. Мерсон, М. Н. Селезнев; № 2015111379/28; опубли. 27.09.2015, 5 с.