

УДК 539.213:669.539.319

© 1990

## ДЕФОРМАЦИЯ КРУЧЕНИЕМ И ВОЗВРАТ ФОРМЫ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА $Ni_{60}Nb_{40}$

В. А. Кузьмищев, И. В. Золотухин, А. Т. Косилов,  
В. А. Хоник, Г. А. Дзюба

Исследована деформация кручением микрообразцов металлического стекла  $Ni_{60}Nb_{40}$ . В условиях знакопеременного нагружения обнаружен эффект Баушингера. Установлено наличие инициируемого нагревом возврата формы деформированных образцов, который интерпретируется в рамках предвставлений о структурной релаксации и эволюции пластических сдвигов в полях далекодействующих внутренних напряжений деформированного материала.

Исследование пластического течения металлических стекол (МС) является предметом неослабевающего интереса. Несмотря на определенный прогресс, многие аспекты физики деформации остаются неисследованными и малопонятными. Одна из причин этого обусловлена низкой информативностью испытаний растяжением ленточных образцов вследствие макроскопически хрупкого характера разрушения при низких температурах. Значительная пластичность наблюдается при осевом сжатии, однако пригодные для таких испытаний цилиндрические образцы достаточно большого диаметра могут быть получены лишь из крайне ограниченного круга сплавов на основе палладия. Следует также отметить, что относительно низкая точность регистрации деформации при испытаниях растяжением или сжатием не позволяет разрешить тонкие эффекты кинетики пластического формоизменения. Существенно более высокая точность измерений может быть обеспечена при деформации кручением. Несмотря на это очевидное преимущество, такие испытания практически не использовались для исследования пластической деформации МС, что связано с рядом возникающих методических трудностей. Нам известна лишь одна работа [1], в которой получены диаграммы кручения проволочных образцов МС. Результаты этой работы свидетельствуют о значительной пластичности МС при низкотемпературном кручении. В настоящей работе получены диаграммы кручения и впервые исследован инициируемый нагревом возврат формы микрообразцов МС  $Ni_{60}Nb_{40}$ .

### 1. Методика эксперимента

Исследовался аморфный сплав  $Ni_{60}Nb_{40}$ , полученный методом сплинигования в виде ленты шириной 2—3 мм и толщиной 35—40 мкм. Аморфность структуры контролировалась методами рентгенографии и электронной микроскопии. Образцы для исследований шириной 40—50 мкм и длиной 5—7 мм вырезались из ленты с помощью специального устройства типа гильотинных ножниц. Диаграммы кручения и кривые возврата были получены с помощью установки, аналогичной описанной в [2]. Крепление образцов осуществлялось с помощью термостойкого клея на основе каулина. Рабочая длина образцов измерялась оптическим микроскопом и составляла 2—2.5 мм. Регистрация угловых перемещений осуществлялась оптическим методом с точностью  $2 \cdot 10^{-4}$  рад. Измерение приложенного

к образцу момента сил  $M$  производилась с помощью упрямого кварцевого элемента, соединенного последовательно с исследуемым образцом. Погрешность измерения  $M$  составляла  $5 \cdot 10^{-8}$  Н·м. Величина деформации в приповерхностном слое рассчитывалась по формуле  $\epsilon = \varphi d / 4l$ , где  $\varphi$  — угол закручивания;  $l$ ,  $d$  — рабочая длина и условный диаметр образца. В описанных ниже экспериментах образцы имели сечение, близкое к квадратному  $(36 \pm 2) \cdot (44 \pm 4)$  мкм<sup>2</sup>. В расчетах принималась цилиндрическая форма образца с диаметром, равным 40 мкм. Скорость деформации при кручении составляла  $1 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. Для измерений возврата образцы после деформации разгружались, и в процессе последующего нагрева фиксировалось изменение угла закручивания, которое затем пересчитывалось в деформацию возврата по вышеприведенной формуле. Температурные зависимости внутреннего трения измерялись в консольно закрепленных образцах на частоте  $\sim 600$  Гц. Кривые теплового расширения были получены по методике [3]. Все измерения проводились в вакууме  $\sim 10^{-4}$  Тор. Скорости нагрева во всех случаях составляли 10 К/мин.

## 2. Результаты эксперимента и их обсуждение

Диаграммы кручения. На рис. 1, I показаны диаграммы кручения исследуемого МС в исходном состоянии при комнатной температуре. Макроскопический предел упругости (точка I) наблюдается при

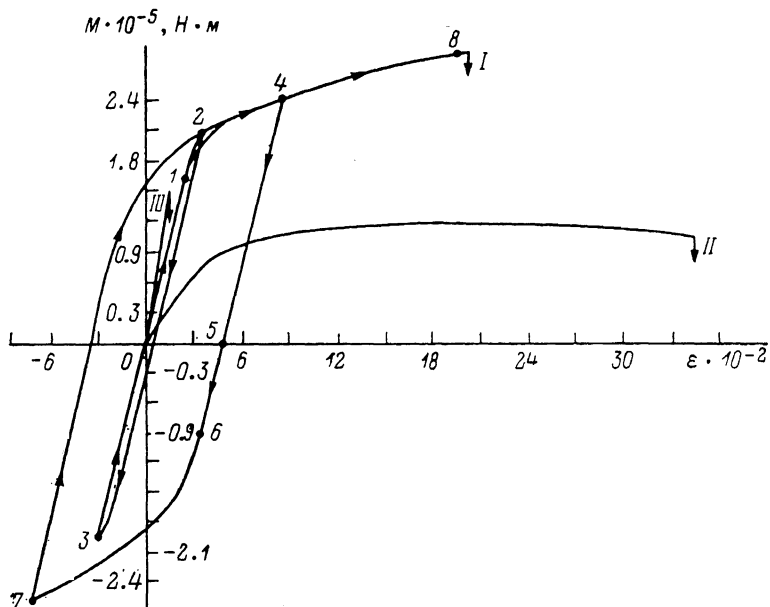


Рис. 1. Диаграммы кручения образцов МС Ni<sub>60</sub>Nb<sub>40</sub>.

I — исходный материал при комнатной температуре, порядок нагружения 0—1—2—3—0—1—4—5—6—7—2—4—8; II — сразу после нагрева до 823 К; III — при комнатной температуре после кристаллизации при 1373 К.

деформации  $\epsilon_y \approx 2 \cdot 10^{-2}$ , что находится в хорошем соответствии с результатами, получаемыми при деформации растяжением. Знакопеременная деформация при  $\epsilon > \epsilon_y$  сопровождается появлением петель гистерезиса, ширина которых увеличивается с ростом амплитуды деформации. Как видно, исследуемый сплав проявляет значительную пластичность при кручении. Момент сил на стадии пластического течения существенно возрастает с ростом деформации. Однако этот рост нельзя однозначно связать с наличием деформационного упрочнения, так как даже для идеально упругопластичного тела величина  $dM/d\epsilon > 0$  при кручении [4]. Вторая важная особенность диаграмм кручения (рис. 1) заключается в их асимметрии. Как видно, предел упругости предварительно деформированного

образца существенно уменьшается при изменении знака деформации (отрезок 0—1 примерно вдвое больше отрезка 5—6). Это явление, хорошо известное для кристаллических металлов как эффект Баушингера, свидетельствует о том, что с ростом угла закручивания происходит увеличение внутренних дальнодействующих полей напряжений, которые способствуют снижению напряжения начала пластического течения при изменении знака деформации.

Прежде чем рассмотреть деформационное поведение и возврат формы при температурах выше комнатной, изложим результаты исследования термической стабильности исследуемого МС dilatометрическим методом и методом внутреннего трения (ВТ). На рис. 2 показаны кривые теплового

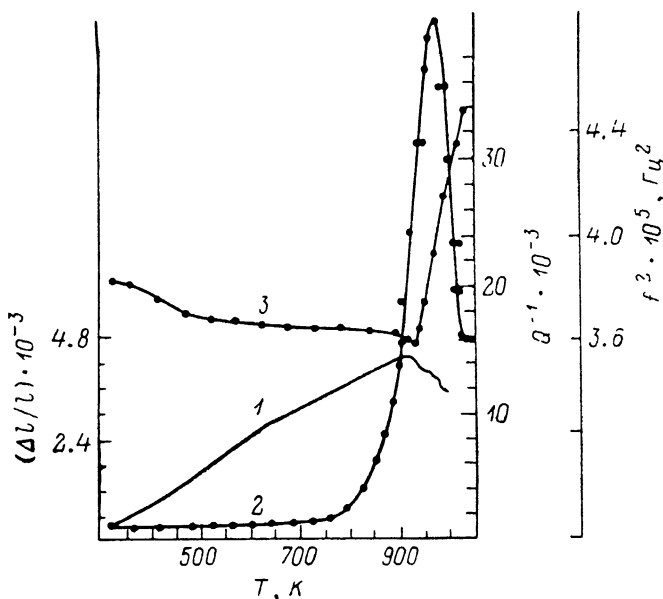


Рис. 2. Кривая теплового расширения (1), температурные зависимости внутреннего трения (2) и квадрата резонансной частоты (3).

расширения, температурные зависимости ВТ и квадрата резонансной частоты  $f$  (пропорционального модулю Юнга). До  $T \approx 600$  К кривая теплового расширения имеет стандартный вид (коэффициент теплового расширения слабо растет с температурой). Выше этой температуры наряду с тепловым расширением происходит сжатие материала, обусловленное процессами структурной релаксации и приводящее к отклонению от стандартного хода. Кристаллизация начинается при  $T \approx 915$  К и сопровождается уменьшением объема материала. Температура начала кристаллизации фиксируется и на зависимости  $f^2(T)$ : резкое увеличение  $f^2$  начинается вблизи 925 К. Внутреннее трение в исследуемом МС практически не зависит от температуры до  $T \approx 750$  К, при более высоких температурах наблюдается экспоненциальный рост потерь. Пик ВТ, наблюдающийся вблизи 975 К, формируется в результате конкуренции двух процессов: экспоненциального роста с температурой фона ВТ, отражающего термоактивируемые перестройки в аморфном состоянии в поле знакопеременных напряжений, и кристаллизации, приводящей к исчезновению источников релаксации.

Повышение температуры деформации (в аморфном состоянии) приводит, во-первых, к понижению уровня деформирующего момента сил  $\dot{\epsilon}$ , во-вторых, к снижению величины  $dM/d\epsilon$  на стадии пластического течения. На рис. 1, II в качестве примера показана диаграмма кручения при 823 К. Закристаллизованные образцы при комнатной температуре разрушаются хрупко. Зависимость  $M(\epsilon)$  (рис. 1, III) получена для образца

предварительно отожженного при 1373 К в течение 5 мин. В результате такой термообработки модуль сдвига возрастает на 48%. При высоких температурах (более 900 К) закристаллизованные образцы проявляют значительную пластичность.

**Возврат формы.** Нагрев предварительно деформированных образцов сопровождался изменением угла закручивания. На рис. 3, 1—7 показаны температурные зависимости деформации возврата  $\epsilon_r$  для различных степеней предварительной пластической деформации  $\epsilon_0$ . Кривые 1, 1' соответствуют образцам, которые не подвергались предварительной деформации кручением. Наблюдаемые незначительные отклонения  $\epsilon_r$  от нуля при  $T > 790$  К связаны, очевидно, с некоторой деформацией образцов при их вырезке из ленты. Зависимость  $\epsilon_r(T)$  предварительно закрученных образцов в условиях изохронного нагрева вплоть до  $T \approx 1373$  К по-

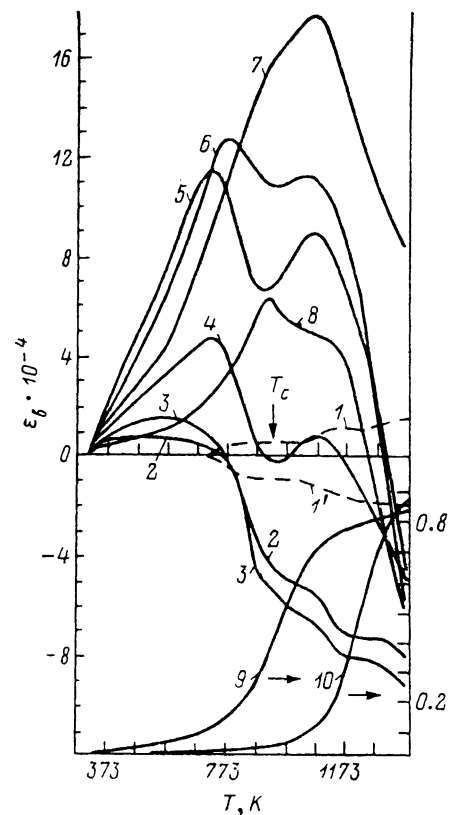


Рис. 3.

1, 1' — кривые возврата формы образцов в исходном состоянии, 2—7 — после предварительной пластической деформации кручением;  $\epsilon_0 = 2 \cdot 10^{-3}$  (2),  $8 \cdot 10^{-3}$  (3),  $1.5 \times 10^{-2}$  (4),  $3 \cdot 10^{-2}$  (5),  $6 \cdot 10^{-2}$  (6),  $12 \cdot 10^{-2}$  (7); 8 — после предварительного отжига при 823 К в течение 15 мин и деформации при комнатной температуре на  $\epsilon_0 = 2 \times 10^{-2}$ ; 9, 10 — возврат формы в кристаллическом состоянии; образцы предварительно отжигались при 973 (9) или 1373 К (10) в течение 15 мин, деформировались на  $\epsilon_0 = 1 \cdot 10^{-2}$  и охлаждались в нагруженном состоянии.

сит стадийный, немонотонный характер. До температуры начала кристаллизации  $T_c \approx 915$  К наблюдаются последовательно две стадии возврата: на первой стадии происходит раскручивание образца (нормальный возврат), на второй — закручивание (аномальный возврат). В слабodeформированных образцах ( $\epsilon_0 = 2 \cdot 10^{-3}$  и  $8 \cdot 10^{-3}$ , кривые 2, 3) аномальное закручивание, начинающееся при  $T \sim 670-720$  К, превосходит по величине возврат формы на первой стадии, и к началу кристаллизации суммарная деформация превышает  $\epsilon_0$ . Столь необычная реакция на температурное воздействие в кристаллических металлах не наблюдается.

С ростом  $\epsilon_0$  температура начала стадии аномального возврата увеличивается до 720—770 К, а величина аномального возврата уменьшается (кривые 4—6), и в сильнодеформированном образце ( $\epsilon_0 = 12 \cdot 10^{-2}$ , кривая 7) аномальный возврат не наблюдается вообще.

соответствуют образцам, которые не подвергались предварительной деформации кручением. Наблюдаемые незначительные отклонения  $\epsilon_r$  от нуля при  $T > 790$  К связаны, очевидно, с некоторой деформацией образцов при их вырезке из ленты. Зависимость  $\epsilon_r(T)$  предварительно закрученных образцов в условиях изохронного нагрева вплоть до  $T \approx 1373$  К по-

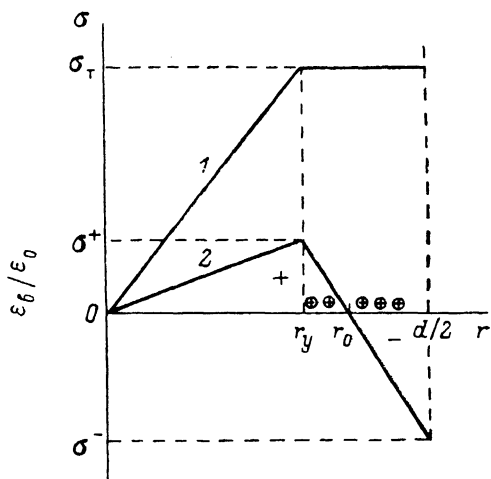


Рис. 4. Радиальные эпюры напряжений, реализующиеся при нагружении (1) и разгрузке (2) цилиндрического образца, проявляющего идеальную упругопластичность.

Кристаллизация образцов при 915 К совпадает с началом еще одной стадии возврата. Выяснение природы возврата выше температуры  $T_c$  выходит за рамки настоящей работы и является предметом отдельного исследования.

Было проведено исследование влияния структурной релаксации на характер кривых возврата. Образцы отжигались при 823 К в течение 15 мин (рентгеновский анализ не зафиксировал следов кристаллизации после такой термообработки, а на кривой теплового расширения исчезли связанные со структурной релаксацией аномалии), охлаждались до комнатной температуры, деформировались до различных величин  $\epsilon_0$ , и в процессе последующего нагрева измерялся возврат. Полученная зависимость  $\epsilon_v(T)$  для случая  $\epsilon_0 = 2 \cdot 10^{-2}$  дается кривой 8 на рис. 3, откуда видно, что структурная релаксация приводит к существенному уменьшению скорости нормального возврата в области 270—570 К и исчезновению стадии аномального возврата. Аналогичные изменения имели место и при других  $\epsilon_0$ .

Следует отметить также, что если в аморфном состоянии максимальная величина возврата составляет примерно 4 % от  $\epsilon_0$  (это соответствует первому максимуму кривой 5 на рис. 3), то в кристаллическом состоянии величина  $\epsilon_v/\epsilon_0$  может достигать 80 % (кривые 9, 10 на рис. 3).

Наблюдаемый возврат формы может быть объяснен только на основе представлений о наличии дальнедействующих полей упругих напряжений в деформированном материале, которые остаются стабильными не только после снятия нагрузки, но и при нагреве вплоть до температуры кристаллизации. Развитие этих представлений требует выбора определенной физической концепции пластического течения МС, учитывающей формирование и эволюцию дальнедействующих полей напряжений. Наличие этих полей естественным образом объясняется в рамках дислокационных представлений [5, 6], которые получили определенное теоретическое развитие [7, 8], а также подтверждены рядом косвенных экспериментальных данных [6, 9-11] и машинным моделированием [12]. По нашему мнению, эта концепция в настоящее время наиболее полно объясняет (хотя в основном качественно) совокупность известных экспериментальных данных. Основываясь на ней, можно предложить следующую интерпретацию вышеизложенных результатов.

На рис. 4 схематически показана радиальная эпюра сдвиговых напряжений  $\sigma(r)$  [4], реализующаяся при нагружении (1) и разгрузке (2) цилиндрического образца, проявляющего идеальную упругопластичность. Радиус  $r_r$  ограничивает упругодеформированную область, при  $r_r < r < d/2$  материал деформируется пластически ( $\sigma_r$  — предел текучести). Распределение внутренних напряжений в разгруженном образце характеризуется наличием двух областей, в которых  $\sigma$  имеет противоположный знак. При  $r$ , меньшем некоторого  $r_0$ , эти напряжения упруго закручивают образец, а при  $r > r_0$  раскручивают его. Равенство нулю создаваемого ими суммарного момента сил определяет максимальное закручивающее  $\sigma^+$  и максимальное раскручивающее  $\sigma^-$  напряжения. Следуя Ли [13], фронт пластического сдвига можно представить в виде дислокации Соммианы. В этом случае следует считать, что пластическая зона формируется как результат вхождения в образец системы дислокаций винтового типа, схематически показанной на рис. 4. Распределение этих дислокаций после разгрузки и определяет поле внутренних напряжений. При нагреве под действием внутренних напряжений термоактивируемые пластические сдвиги, локализованные в области  $r_0 < r < d/2$ , обеспечивают раскручивание образца, в то время как сдвиги, локализованные в области  $0 < r < r_0$ , вызывают его закручивание. Конкуренция этих процессов определяет макроскопическую деформацию возврата  $\epsilon_v$ . Интенсивность их протекания зависит как от температуры, так и от  $\epsilon_0$ . Возникает вопрос о природе указанных сдвигов. Если предположить, что с повышением температуры основной вклад в  $\epsilon_v$  вносят обратимые пластические сдвиги за счет дислокаций, сформированных в процессе предварительной дефор-

мации, то нормальный возврат в этом случае должен быть доминирующим, как это и имеет место для кристаллических металлов. Ярко выраженный аномальный эффект особенно для малых степеней деформации и его отсутствие после термообработки свидетельствуют о том, что движение дислокаций к поверхности в поле внутренних напряжений периферийной области образца не играет определяющей роли в формировании стадий возврата. Лишь незначительные их смещения в поле  $\sigma^-$  на начальных этапах нагрева приводят к частичной релаксации этих полей и появлению первой нормальной стадии возврата. Дальнейшее повышение температуры сопровождается структурной релаксацией всего образца в полях внутренних напряжений и, как следствие, уменьшением этих полей. Если принять во внимание гетерогенный характер пластического течения и его локализацию в приповерхностном слое образца, можно прийти к выводу о том, что основной объем материала находится в состоянии упругого закручивания, а релаксация этих полей приведет к аномальному возврату. Можно отметить в этой связи, что в слабдеформированных образцах стадия аномального возврата совпадает с температурным интервалом, в котором структурная релаксация фиксируется дилатометрически (рис. 2).

1. Установлено, что в условиях деформации кручением  $MC Ni_{60}Nb_{40}$  наблюдается продолжительная стадия пластического течения. Показано, что знакопеременное кручение приводит к появлению эффекта Баушингера — снижению предела упругости после предварительной деформации противоположного знака.

2. Обнаружены эффекты нормального и аномального формоизменения деформируемых кручением образцов при изохронном нагреве, вызванные релаксацией дальнедействующих полей внутренних напряжений, создаваемых в материале при деформации. Предполагается, что за нормальный возврат ответственны реверсивные процессы сдвигообразования в приповерхностном слое, за аномальный возврат — структурная релаксация в поле внутренних напряжений.

#### Список литературы

- [1] Кимура Х., Масумото Т. Аморфные металлические сплавы / Под ред. Ф. Е. Люборского. М.: Металлургия, 1987. С. 183—228.
- [2] Косилов А. Т., Дрожжин А. И., Шенилов В. Б. // Вопросы физики твердого тела. Воронеж, 1969. N 1. С. 227—230.
- [3] Хоник В. А. // Новые материалы электронной техники. Сб. науч. тр. Воронеж, 1983. С. 35—39.
- [4] Малинин Н. Н. Прикладная теория пластичности и ползучести. М.: Машиностроение, 1968. 400 с.
- [5] Gilman J. J. // J. Appl. Phys. 1973. V. 14. N 2. P. 675—679.
- [6] Li J. C. M. // Met. Trans. 1985. V. 16A. N 7—12. P. 2227—2230.
- [7] Овидько И. А. // Металлофизика. 1989. Т. 11. № 2. С. 35—40.
- [8] Овидько И. А. // ФММ. 1989. Т. 67. № 4. С. 649—654.
- [9] Золотухин И. В., Белявский В. И., Хоник В. А. // ФТТ. 1985. Т. 27. № 6. С. 1788—1794.
- [10] Белявский В. И., Хоник В. А., Рябцева Т. П. // Металлофизика. 1989. Т. 11. № 3. С. 106—111.
- [11] Lakshmanan V., Li J. C. M. // Mater. Sci. Eng. 1988. V. 98. P. 483—486.
- [12] Чаудхари П., Спаенен Ф., Штейнхард П. Металлические стекла. Атомная структура и динамика, электронная структура, магнитные свойства. М.: Мир, 1986. С. 151—198.
- [13] Ли Дж. С. М. Металлические стекла / Под ред. Дж. Дж. Гилмана. М.: Металлургия, 1984. С. 173—191.