Аморфные полосы сдвига в деформированном TiNi-сплаве

© Е.В. Татьянин, Н.Ф. Боровиков, В.Г. Курдюмов, В.Л. Инденбом*

Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина Российской академии наук, 142092 Троицк, Московская обл., Россия *Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук, 117333 Москва. Россия

(Поступила в Редакцию 28 октября 1996 г. В окончательной редакции 4 февраля 1997 г.)

Изучены субструктура и деформационный рельеф TiNi-сплава после комбинированного деформирования: квазигидроэкструзия + одноосное сжатие. Показана сдвиговая природа аморфных полос, возникающих при таком деформировании. Обнаружена связь аморфных полос с деформационным рельефом.

Известно, что в ряде материалов появление аморфного состояния может происходить в результате деформирования [1-4]. Это один из случаев твердофазной аморфизации — так называемая деформационноиндуцированная аморфизация (ДИА), изученная, повидимому, в наименьшей степени. При исследовании ДИА в работах [5,6] показано, что на определенной стадии деформирования модифицированных сплавов TiNi и CoZr аморфная фаза наблюдается в виде аморфных каналов, ориентационно не связанных с ранее созданной деформационной структурой. Было выдвинуто предположение, что каналы — самостоятельно развивающиеся под действием приложенных напряжений аморфные области [6,7]. Если это дейстительно так, то можно ожидать, что появление аморфной фазы в виде каналов связано с локализованным сдвиговым процессом. Для проверки этого предположения и предпринята настоящая работа. Представляло интерес выяснить, не связаны ли указанные каналы с поверхностным сдвиговым рельефом, оценить величину сдвига и определить уровень напряжений, при котором они образуются.

1. Методика эксперимента

Исследование проводилось на сплаве Ti₄₀Ni₅₄Fe₄Zr₂ (В2-кристаллическая структура), в котором эволюция деформационной структуры до высоких степеней деформации изучена нами ранее [5,8]. Было обнаружено, что аморфные каналы в сплавах на основе TiNi возникали после высоких степеней деформации. Для получения таких деформаций в объемных образцах без их разрушения требовалось использование квазигидроэкструзии, в условиях которой получить деформационный рельеф не удается из-за взаимодействия материала со стенками аппарата. По этой причине деформирование осуществлялось в два этапа. Вначале деформирование сплава проводилось при квазигидроэкструзии с противодавлением (рабочая среда-индий или свинец) с целью создания в образце деформационной структуры, которая, как предполагалось, позволит осуществить введение аморфного состояния при дальнейшей небольшой деформации образца в хорошо контролируемых условиях нагружения. В данной работе для повторного деформирования использованы образцы с деформацией $\varepsilon = 1.3$ после гидроэкструзии (где $\varepsilon = \ln(S_0/S)$, S_0 и S — площадь поперечного сечения образца до и после гидроэкструзии). Повторное нагружение осуществлялось по схеме одноосного сжатия в машине для механических испытаний "Instron". Образцы для повторного деформирования размером 1.5 × 1.5 × 5 mm механически вырезались из гидроэкструдированного сплава, далее они шлифовались и полировались электролитически в растворе уксусной и хлорной кислот (92 и 8 vol.%). Направление сжатия образцов при повторном деформировании совпадало с осью вытяжки при квазигидроэкструзии. Деформирование проводилось со скоростью $\dot{\varepsilon} = 6 \cdot 10^{-2} \, \mathrm{s}^{-1}$ до разрушения образцов. Пластическая деформация до разрушения при сжатии достигала 3.5%. Пластическое течение начиналось при $\sigma = 3.0 \,\text{GPa}$, что на порядок выше, чем предел текучести исходного недеформированного сплава.

Возникающий при деформации рельеф и тонкая структура образцов исследованы при использовании методов растровой (РЭМ) и просвечивающей (ПЭМ) электронной микроскопии (Stereoscan 150 и JEM-100C). Объекты для ПЭМ готовились электролитическим методом при использовании двух электролитов: CH₃COOH:HClO₄ (92 и 8 vol.%) и HNO₃:HF (80 и 20 vol.%). Ионная бомбардировка (5 kV, аргон) применялась при медленном утонении уже готовых электронно-микроскопических объектов для последовательного изучения отдельных структурных элементов в разных областях образца.

2. Экспериментальные результаты

1) Поверхностный рельеф после одноосного сжатия. Типичный пример деформационного рельефа, возникающего на поверхности образца в результате развития полос сдвига при повторном деформировании, приведен на рис. 1. Анализ наблюдаемого рельефа на разных гранях показывает, что развитие сдвигов осуществлялось по плоскостям с наклоном ~ 45° к оси сжатия, т.е. по плоскостям, в которых действуют максимальные касательные напряжения при



Рис. 1. РЭМ-изображение деформированного рельефа на поверхности образца после одноосного сжатия.

данной схеме нагружения. Обычно в конкретной области образца наблюдается не одна система полос, а можно выделить большое количество полос с 45° отклонением следа от оси сжатия на одной грани (грань А на рис. 1) и приблизительно с 90° отклонением на сопряженной грани (грань В на рис. 1), т.е. для таких полос вектор сдвига почти параллелен грани А. Для электронно-микроскопических исследований выбиралась грань образца с большим количеством полос, имеющих вектор сдвига, почти параллельной этой грани, т.е. плоскость электронно-микроскопической фольги совпадала с гранью А в приведенном примере. Величина сдвиговой деформации изменяется как в отдельно взятой полосе по ее длине, так и от полосы к полосе, и по данным РЭМ составляет сотни процентов. Свдиг в полосе, определенный по высоте ступеньки, достигает нескольких микрометров.

2) Деформационная структура сплава до и после одноосного сжатия. После экструзии при степени деформации $\varepsilon > 1$ сплав содержит значительное количество аморфной фазы, присутствие которой легко регистрируется при ПЭМ-исследованиях. Деформационная структура на продольных срезах представляет собой ламели, вытянутые вдоль оси квазигидроэкструзии. Прослойки аморфной фазы, наблюдаемые в материале, имеют такую же направленность. Ламель это некий фрагмент сплава, в котором большинство областей имеет близкую кристаллическую ориентировку, хотя внутри ламелей может наблюдаться (114)двойникование. Межламельные границы являются высокоугловыми. Наряду с ламельной структурой могут наблюдаться более равноосные фрагменты кристаллической структуры, которые постепенно исчезают с ростом ε. На фольгах с поверхностью, перпендикулярной оси вытяжки, ламельная структура не имеет предпочтительной направленности. При увеличении степени деформации поперечный размер ламелей и их отклонение от оси вытяжки уменьшаются.

При ПЭМ-исследовании деформационной структуры после повторного нагружения (одноосное сжатие) наряду с вышеотмеченными были обнаружены новые элементы структуры, представляющие собой тонкие полосы с однородным серым контрастом по всей их длине (рис. 2, a). Контраст в светлом поле не изменялся при вращении вокруг оси наклона, перпендикулярной границе полос, и переходил в обычный дифракционный контраст при определенном наклоне, когда ось наклона образца совпадала с направлением полос. Последнее было связано с перекрытием изображения полосы близлежащим кристаллическим материалом. Такое поведение контраста указывает на аморфную природу полос. Это подтверждается и при изучении полос с использованием метода темного поля. На темнопольных изображениях в гало рассматриваемые полосы имеют повышенную яркость и характерный для аморфных материалов пятнистый контраст. Направление этих полос отличается от направления ламельной структуры, но наблюдается совпадение в ориентации аморфных полос и деформационного рельефа на соответствующей грани образца.



Рис. 2. Аморфные полосы сдвига в сплаве $Ti_{40}Ni_{54}Fe_4Zr_2$. Светлопольное ПЭМ-изображение, плоскость фольги совпадает с гранью A на рис. 1. a — одиночная аморфная полоса с большим сдвигом, b — полоса сдвига, состоящая из нескольких аморфных сдвиговых полос. α и β — разные участки двух ламелей.

При получении электронно-микроскопических фольг деформационный рельеф сглаживался и полностью исчезал в результате проведения электролитической полировки поверхности. Как и ионная, электролитическая полировка не приводила к выявлению аморфных полос или каких-либо других особых областей, связанных с локализованной деформацией. Но в ряде случаев использование меток на поверхности деформированного образца, сохраняющихся при дальнейшем приготовлении электронномикроскопических объектов, позволило провести сопоставление наблюдаемых при ПЭМ-исследовании аморфных полос с деформационным рельефом и получить совпадение в расположении некоторых полос и ступенек рельефа относительно этих меток.

Деформационная ламельная структура искажается при развитии аморфных полос, осуществляющих взаимное смещение областей материала, реализуемое вдоль полос. Изображение деформационной структуры явным образом меняется при переходе через аморфную полосу и для многих полос совпадение элементов ламельной структуры не просматривается на всем поле наблюдения $(\sim 10\,\mu{\rm m})$ вдоль полосы. В случае тонких аморфных полос их развитие приводит к хорошо наблюдаемому относительному сдвигу элементов деформационной структуры, расположенных по разные стороны от полосы (рис. 2, b), что может быть использовано для определения сдвига в полосе. Величина сдвига определена для ряда тонких полос и составляет 0.2-0.4 µm. При наблюдаемой ширине полос 10-20 nm отмеченный сдвиг дает значение сдвиговой деформации в аморфной полосе ~ 1000%. На самом деле полная сдвиговая деформация несколько иная, так как в ряде полос существует небольшая компонента сдвига, перпендикулярная плоскости наблюдения. При последовательном продвижении вдоль исследуемых полос с использованием многократного ионного утонения уже готовых электронномикроскопических объектов установлено, что эти области могут представлять собой как одиночные аморфные полосы, так и пакеты тонких аморфных полос. При своем развитии аморфные полосы не проходят полностью через все сечение образца.

Грубые оценки без учета теплоотвода и скорости распространения полос показывают возможность локального расплавления в полосе. Некоторые более реальные оценки (наример, с использованием [9]) не вносят достаточной ясности из-за отсутствия точных данных о скорости распространения полос. В то же время по электронно-микроскопическим данным структурное состояние сплава в прилегающих к аморфным полосам областях не изменяется при распространении аморфных полос, что указывает на отсутствие больших перегревов в этих областях.

Поскольку деформационная структура сплава при используемой в работе степени предварительной деформации еще достаточно неоднородна, наблюдаемые аморфные полосы при своем распространении иногда пересекали большие (размером в несколько µm) и слабоискаженные кристаллические области. Дифракционная картина от этих областей имеет незначительное размытие дифракционных пятен. Исходя из результатов электронномикроскопического исследования дислокационной структуры и интенсивности сверхотражений, можно утверждать, что плотность дислокаций и степень химического порядка в этих областях такие же, как в материале после деформации $\varepsilon = 0.5$, при которой аморфизация еще не наблюдается, т.е, увеличение внутренней энергии, связанное с дислокациями и химическим разупорядочением в рассматриваемых областях, является недостаточным для реализации перехода в аморфное состояние. Следовательно, необходимое для перехода в аморфное состояние увеличение энергосодержания материала происходит непосредственно в момент развития аморфной полосы под действием приложенных напряжений.

Таким образом, по-видимому, впервые, экспериментально продемонстрировано, что переход из кристаллического в аморфное состояние, по крайней мере на некоторой стадии деформационно-индуцированной аморфизации, связан с развитием полос сильнолокализованного сдвига. Аморфизация осуществляется в малом объеме на фронте развивающейся полосы сдвига. В расположенных рядом с появляющейся аморфной полосой областях плотность дислокаций и степень химического разупорядочения могут быть далеки от значений, ожидаемых в случае аморфизации посредством аккумуляции дефектов. Поскольку развитие отмеченного сдвигового процесса может быть изучено в условиях простого сжатия, это позволяет получить новые данные о механизме деформационно-индуцированной аморфизации и определить температурный и скоростной режимы при распространении аморфной полосы сдвига.

Авторы выражают свою признательность профессору Д. Кульман-Вильсдорф (Университет Вирджинии, США) за постоянный интерес и финансовую поддержку работы.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований.

Список литературы

- [1] Е.В. Татьянин, В.Г. Курдюмов, В.Б. Федоров. ФММ **62**, *1*, 133 (1986).
- [2] J. Koike, D.M. Parkin, M. Nastasi. J. Mater. Res. 5, 7, 1414 (1990).
- [3] R.B. Schwarz, C.C. Koch. Appl. Phys. Lett. 49, 3, 146 (1986).
- [4] E. Gaffet, M. Harmelin. J. Les-Comm. Met. 157, 2, 201 (1990).
- [5] Е.В. Татьянин. Автореф. канд. дис. ИФВД РАН, Троицк (1991). С. 19.
- [6] E.E. Novikova, Ye.V. Tatyanin, V.G. Kurdjumov. Scripta Met. Mater. 33, 6, 851 (1995).
- [7] J. Koike, K.M. Parkin, M. Nastasi. Phil. Mag. Lett. 62, 4, 257 (1990).
- [8] Ye.V. Tatyanin, V.G. Kurdjumov. Phys. Stat. Sol. (a) **121**, 455 (1990).
- [9] J.D. Eshelby, P.L. Pratt. Acta Met. 4, 1, 5 (1956).