

07,01

Деформационное поведение и структура квазикристаллического сплава i -Al–Cu–Fe в окрестности отпечатка наноиндентора

© Е.В. Шалаева¹, И.О. Селянин^{1,2}, Е.О. Смирнова³, С.В. Смирнов³, Д.Д. Новачек²

¹ Институт химии твердого тела УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

² Уральский федеральный университет им. Б.Н. Ельцина,
Екатеринбург, Россия

³ Институт машиноведения УрО РАН,
Екатеринбург, Россия

E-mail: shalaeva@ihim.uran.ru

(Поступила в Редакцию 19 июня 2017 г.)

Для квазикристаллического полизеренного сплава $Al_{62.4}Cu_{25.3}Fe_{12.3}$ с икосаэдрической структурой i выполнены тесты наноиндентирования, по диаграммам нагрузка (P)–смещение (h) оценены вклады пластической деформации (монотонной и прерывистой) и проведены электронно-микроскопические исследования структуры поперечных срезов в окрестности отпечатков индентора. Показано, что в упруго-пластической зоне в окрестности отпечатка формируется несколько систем деформационных полос по плотноупакованным плоскостям i -решетки с осями симметрии пятого и второго порядка, полосы нередко начинаются от трещин и проявляют признаки дислокационной структуры. Следы фазового превращения с образованием частиц β -фазы обнаружены только в тонком слое под индентором. Эффекты прерывистой деформации составляют до 50% от общей неупругой деформации и связываются с пластическим поведением квазикристалла — активацией и прохождением деформационных полос, а также с образованием подповерхностных микро- и наноразмерных трещин.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант 16-02-00085).

DOI: 10.21883/FTT.2018.02.45385.199

1. Введение

Недавние разработки дисперсно-упрочненных сплавов [1–2] и покрытий [3–4] на основе квазикристаллических фаз Al–Tm (Tm–Fe, Cu, Cr) с икосаэдрической структурой вновь привлекают внимание к изучению деформационного поведения квазикристаллов. Наибольший интерес вызывает деформационное поведение при пониженных температурах. Как известно, при высоких температурах, квазикристаллические фазы Al–Tm всегда пластичны, и для них возможен дислокационный механизм пластической деформации [4,5]. Термическая активация способствует движению дислокаций, затрудненному из-за кластерной структуры квазикристаллов и диффузионно-контролируемой фазонной компоненты вектора Бюргерса. Однако, при пониженных температурах механическое поведение квазикристаллов более существенно зависит от схемы деформации. В отличие от хрупкого поведения в тестах на сжатие и растяжение [4], i -квазикристаллы Al–Tm демонстрируют пластичность в условиях литостатического давления (confining pressure), когда одноосная нагрузка сочетается с высоким гидростатическим давлением до ~ 10 GPa [6,7]. В этом случае электронно-микроскопические исследования обнаружили дислокационные полосы сдвига, индивидуальные дислокации в полизеренных сплавах i -Al–Pd–Mn и i -Al–Cu–Fe, что позволило предположить дислокационный механизм

пластической деформации и атермическую активацию движения дислокаций в квазикристаллах в условиях confining pressure [6,7].

Схема деформации, подобная условиям confining pressure, как предполагают, реализуется и в тестах наноиндентирования, но в ограниченном объеме материала [8]. В тестах индентирования, согласно зависимостям нагрузка (P)–смещение индентора (h), квазикристаллические моно- и полизеренные сплавы, в том числе i -Al–Tm, также демонстрируют существенный вклад неупругой деформации при комнатных температурах [8–12]. Механизмы неупругой деформации квазикристаллов при наноиндентировании окончательно не выяснены. Вопрос осложняется также возможностью фазовых превращений под индентором, индуцированных высоким давлением [13,14]. Данные о структуре деформированных квазикристаллических сплавов ограничены. Электронно-микроскопические исследования поперечных срезов квазикристалла в окрестности отпечатка индентора выполнены только для сплава i -Al–Pd–Mn [15]. В зоне под отпечатком индентора не обнаружено следов фазового превращения, наблюдалось множество границ, нанотрещин, индивидуальные дислокации. В отличие от работ по тестам confining pressure был предложен бездислокационный механизм неупругой деформации квазикристаллов при пониженных температурах [15].

Для других квазикристаллических сплавов, в том числе и сплава i -Al–Cu–Fe, представления о механизме неупругой деформации при наноиндентировании основываются на анализе эффектов неустойчивости в виде множественных ступеней, часто наблюдаемых на диаграммах нагрузка–смещение [8–10,12,14,16]. Отдельные авторы связывают эти эффекты с собственными пластическими свойствами квазикристаллов, а именно, с образованием деформационных полос [12,14] или с движением индивидуальных дислокаций [16]. В ряде работ множественные ступени рассматриваются как результат индуцированных высоким давлением фазовых превращений квазикристалла в более пластичную кристаллическую фазу [8–10]. В качестве обоснования принимаются результаты электронно-микроскопического исследования поверхностного слоя толщиной не более $0.1 \mu\text{m}$ полизеренного сплава i -Al–Cu–Fe после скретч-теста (царапание наноиндентором) [17]. В поверхностном слое были обнаружены модулированная i -фаза, это переходное состояние превращения в кристаллический аппроксимант, и частицы β -фазы Al–Cu–Fe. Однако, как следует из моделей состояния материала под отпечатком индентора [13] и результатов для сплава Al–Pd–Mn [15], зона упруго-пластической деформации существенно больше для характерных размеров отпечатков порядка нескольких микрон, а превращение может протекать только в узкой зоне гидростатического давления непосредственно под отпечатком. Таким образом, данные о структуре и характере деформации в области под отпечатком наноиндентора противоречивы, особенно это касается сплава i -Al–Cu–Fe, важного с точки зрения практических приложений.

В данной работе для того, чтобы прояснить микроскопические механизмы пластической деформации квазикристаллического сплава i -Al–Cu–Fe при наноиндентировании, были получены диаграммы нагрузка (P)–смещение (h) и проведены оценки вкладов пластической деформации (монотонной и прерывистой). Параллельно выполнены электронно-микроскопические исследования деформированного состояния сплава в окрестности полученных отпечатков индентора с использованием методики поперечных срезов. Показано, что в основной упруго-пластической зоне в окрестности отпечатка формируется несколько систем деформационных полос с признаками дислокационной структуры. Признаки фазового превращения с образованием частиц β -фазы обнаружены только в тонком слое под индентором. Эффекты прерывистой деформации с вкладом до 50% в общую неупругую деформацию предлагается связывать с активацией и прохождением наблюдаемых деформационных полос, и частично, с образованием отдельных подповерхностных микро- и наноразмерных трещин, обнаруженных в упруго-пластической зоне.

2. Методическая часть

2.1. Методики приготовления и анализа квазикристаллического сплава. Детали приготовления квазикристаллического сплава Al–Cu–Fe изложены в работе [18]. Локальный химический анализ выполнен методом электронно-зондового микроанализа на микроанализаторе Cameca SX 100 с ускоряющим напряжением 15 кВ и током 29 нА. Сплав имел состав $\text{Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$, стандартные отклонения в содержании компонентов Al, Fe, Cu составляли 0.14, 0.09 и 0.15 at.% соответственно.

Совершенство квазикристаллической структуры и микроструктура сплава $\text{Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ исследованы методом просвечивающей электронной микроскопии на приборе JEM 200-CX. Для электронно-микроскопического исследования образцы сплава электролитически полировались в стандартной смеси (60% метанол + 40% азотная кислота) после предварительного механического утонения. Для анализа электронно-дифракционных картин и обратной решетки квазикристаллической фазы использован метод проекций и сечений из 6-мерного пространства [19,20]. Расчетные сечения обратной решетки икосаэдрической фазы получены в трехмерной кубической системе координат с использованием матрицы проектирования (3×6). Индексирование дифракционных векторов \mathbf{g}_{\parallel} ($h/h', k/k', l/l'$) для i -фазы AlCuFe (в обратном пространстве 6D-решетка ОЦК-типа) произведено в рамках ячейки, предложенной в работе [21]. Сопоставление расчетных и экспериментальных дифракционных картин выполнено с использованием алгоритмов обучения нейронных сетей.

По данным просвечивающей электронной микроскопии исходный отожженный сплав $\text{Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ являлся однофазным, имел квазикристаллическую икосаэдрическую структуру. Размеры зерен составляли от 5 до $10 \mu\text{m}$, наблюдались единичные внутриверенные дислокации. Типичное светлопольное электронно-микроскопическое изображение и микродифракционная картина приведены на рис. 1, а.

2.2. Методика индентирования и исследования структуры сплава в окрестности отпечатка. Тест наноиндентирования проведен на электролитически полированных образцах квазикристаллического сплава $\text{Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$. Диаграммы нагружения P – h получены в режиме регистрации силы вдавливания (P) и глубины отпечатка (h) в процессе индентирования. Измерения выполнены с использованием комплекса для наномеханических испытаний TRIBOINDENTER T1900 и индентора FICHERSCOPE HM2000. В комплексе TRIBOINDENTER T1900 использован индентор Берковича с радиусом закругления 100 нм. В приборе FICHERSCOPE измерения выполнены с использованием индентора Виккерса. Пиковые нагрузки составляли 50 и 75 мН, скорость нагружения — $2.5 \text{ mN} \cdot \text{s}^{-1}$. Измерительные комплексы оснащены программой обработки кривых нагружения P – h

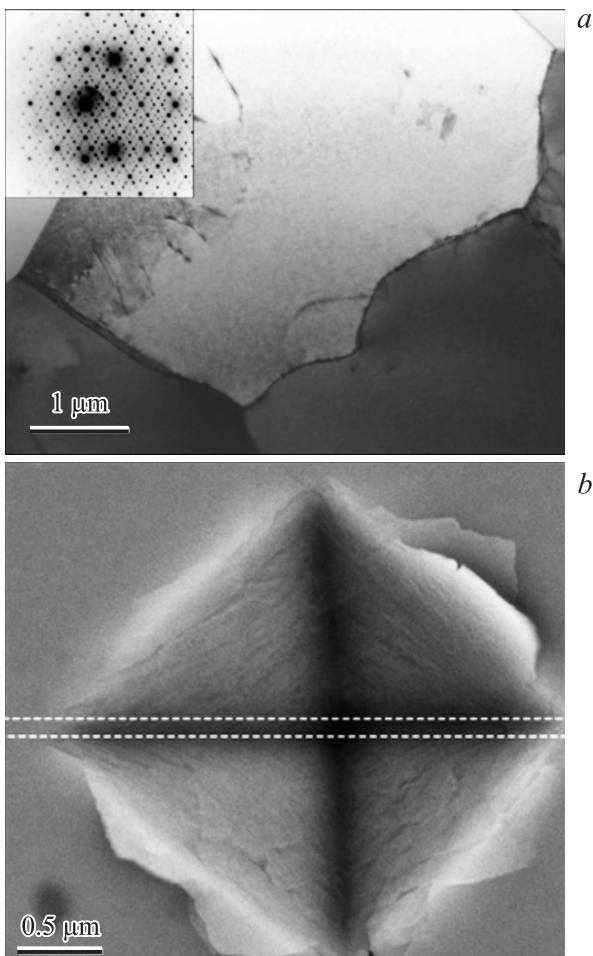


Рис. 1. Светлопольное электронно-микроскопическое изображение и микродифракционная картина (на вставке) квазикристаллического полизеренного сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$, ориентация фольги в направлении оси второго порядка A_2 (a). Изображение отпечатка индентора, нанесен след поперечного среза, выполненного методом сфокусированного ионного пучка (FIB) (b).

по методике Оливера–Фарра, оценивающей значения контактной твердости (H) и модуля упругости (E) [22]. Экспериментальные значения H, E определялись по серии диаграмм нагружения (от 4 до 7). Контактное давление под индентором, рассчитанное из диаграмм $P-h$, имело значения в диапазоне от 13 до 8 ГПа.

Изображения отпечатков индентора получены на сканирующем электронном микроскопе MIRA3 TESCAN. Следы трещин на изображениях поверхности отпечатков не выявлены (рис. 1, b). Структура квазикристаллического сплава в окрестности отпечатка индентора исследована методом просвечивающей электронной микроскопии (JEM 200-CX). Для этого приготовлены поперечные срезы, проходящие через диагонали отпечатков (рис. 1, b). Образцы были вырезаны и утонены непосредственно в двухлучевом электронно-ионном микроскопе ZEISS CrossBeam AURIGA с использованием сфокуси-

рованного ионного пучка (ионы Ga). Утоненные образцы размером $5 \times 12 \mu\text{m}$ приваривались к электронно-микроскопической медной сеточке.

3. Результаты и обсуждение

3.1. ТЕМ-исследование квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ в окрестности отпечатка индентора. ТЕМ-исследование поперечного среза в окрестности отпечатков индентора обнаруживает область напряженно-деформированного состояния квазикристаллического сплава. При пиковых нагрузках 50 и 75 мН радиус этой области под отпечатком индентора составляет около 1.5 размера отпечатка ($\sim 3-4 \mu\text{m}$). Согласно модели Джанокпулоса и Суреша для отпечатка с острым индентором [14,23], указанная область включает зону гидростатического давления около нескольких десятых размера отпечатка, то есть непосредственно под отпечатком, и располагающуюся ниже упругопластическую зону. Рассмотрим сначала результаты ТЕМ-исследований для пластической зоны. Именно в пластической зоне структурное состояние может определяться деформационным поведением, связанным с собственными механическими свойствами, а не с возможными фазовыми превращениями, индуцированными высоким давлением. В этом случае фазовые превращения происходят только в гидростатической зоне и вблизи нее [13].

На светлопольных и темнопольных изображениях в области упругопластической деформации индентированного квазикристаллического сплава наблюдается ряд систем параллельных линий — границ. Анализ показывает, что эти границы всегда параллельны следам наиболее плотноупакованных плоскостей с осями симметрии пятого (A_5) и второго (A_2) порядка. На рис. 2 представлены темнопольные и светлопольные изображения структуры квазикристаллического сплава в окрестности отпечатка в пластической зоне ($P_{\text{max}} = 75 \text{ mN}$, индентор Берковича). Можно выделить две системы границ, каждая из которых образует почти параллельные блоки (рис. 2, a, b). Стереографический анализ показал, что эти границы параллельны следам наиболее плотноупакованных плоскостей квазикристаллической структуры с осями симметрии пятого порядка A_5 . В окрестности границ наблюдаются сильные экстинкционные контуры (рис. 2, a), что указывает на высокие упругие напряжения. На отдельных участках границ с осями A_{5_1} наблюдается контраст, отвечающий дислокациям (рис. 2, b).

Микродифракционные картины (рис. 3, a), полученные с областей, насыщенных этими границами, не выявляют никаких дифракционных эффектов, связанных с образованием в квазикристаллической фазе возможных деформационных двойников [24]. Не наблюдаются и дифракционные рефлексы от прослоек пентагональных и аппроксимантных фаз [25,26], что подтверждает отсутствие в этой области фазовых превращений квазикристалл \rightarrow аппроксимант, индуцированных высоким

давлением. На дифракционных картинах присутствуют лишь рефлексы от поверхностных слоев β -фазы, образующейся при ионном утонении образцов, и соответствующие им рефлексы двойной дифракции. Все эти

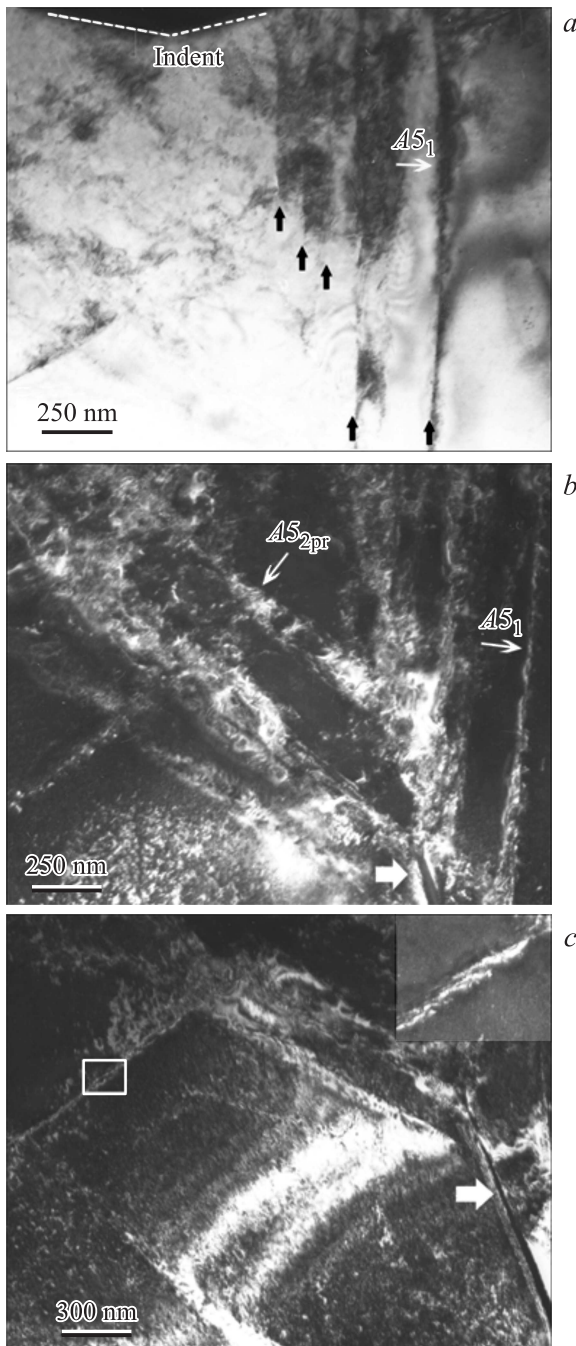


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения поперечного среза образца $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ в окрестности отпечатка индентора, $P_{\text{max}} = 75 \text{ mN}$. Ориентация фольги вблизи оси A_2 . Видны две системы границ, параллельные следам плоскостей с осями симметрии A_{51} и A_{52} . (a) — светлопольное и (b, c) темнопольные изображения. Из границы зерна с равновесной дислокационной структурой (на вставке) распространяется трещина (белая стрелка). Край отпечатка указан штриховой линией (a).

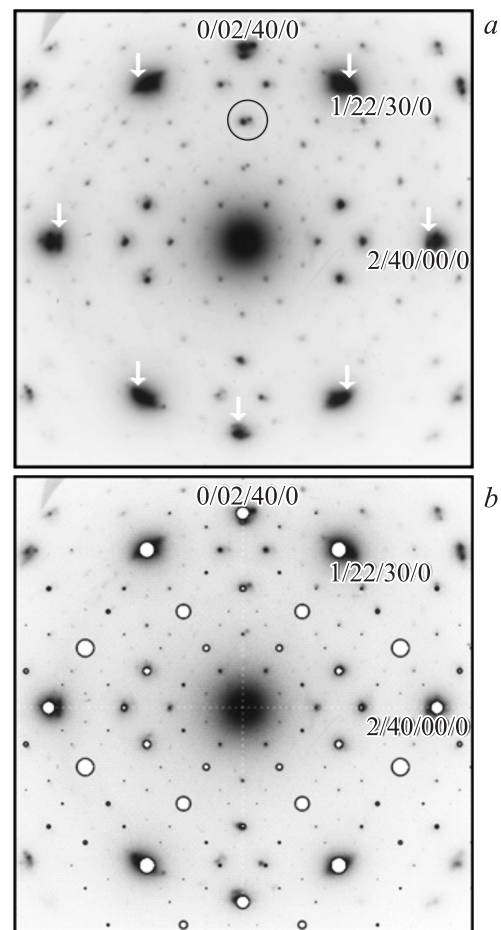


Рис. 3. Дифракционная картина сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ в пластической зоне в окрестности отпечатка; ориентация фольги в направлении $[0/0\ 0/0\ 0/2]$, ось A_2 (a). Эффект малоугловой разориентации квазикристаллической решетки отмечен кружком, стрелками указаны рефлексы от поверхностного β -слоя. (b) — расчетное сечение обратной решетки i -фазы в направлении $[0/0\ 0/0\ 0/2]$, интенсивность рефлексов пропорциональна размеру пятна.

дифракционные эффекты полностью идентичны рефлексам от неиндентированных участков (рис. 4, вставки). Сопоставление с расчетной дифракционной картиной не выявляет смещения рефлексов из позиций, характерных для квазипериодического порядка (рис 3, b), но отмечается ослабление или исчезновение малоинтенсивных рефлексов. Азимутальные размытия и разориентации дифракционных рефлексов квазикристаллической фазы в пластической зоне составляют несколько градусов; размытия отсутствуют на дифракционных картинах, полученных от зерен вдали от отпечатка индентора. Все это позволяет рассматривать образующуюся в упругопластической зоне структуру как результат формирования деформационных полос дислокационного типа по наиболее плотноупакованным плоскостям квазикристаллической структуры. Широкие полосы интенсивного контраста с признаками дислокаций становятся

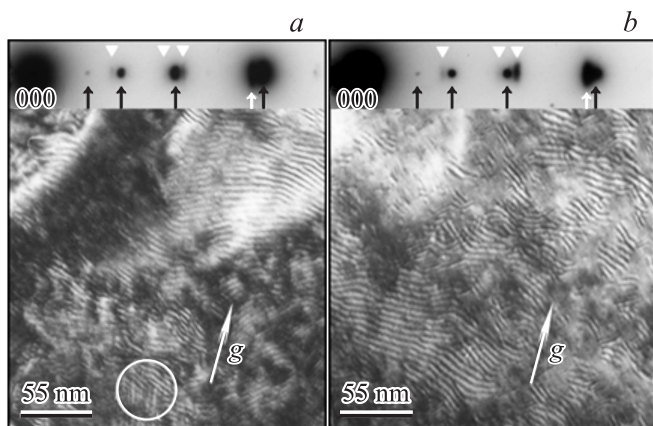


Рис. 4. Темнопольные изображения сплава i -Al_{62.4}Cu_{25.3}Fe_{12.3} в рефлексах $(2/4\ 0/0\ 0/0)_i$ и $(110)\beta$ вблизи зоны гидростатического давления под отпечатком (а) и вдали от отпечатка индентора (б). Наноразмерная область (отмечена кружком) наложения одномерного муарового контраста от β -частицы в квазикристаллической матрице и от поверхностного β -слоя. На вставках рефлексы i -фазы вдоль оси A_2 (черные стрелки), рефлекс типа $(110)\beta$ (белая стрелка) и эффекты двойной дифракции (треугольники).

ся видны при отклонении деформационных полос от нормали к фольге; пример — полосы, перпендикулярные проекции оси A_{52} , (рис. 2, б).

Формирование деформационных полос, таким образом, характеризует собственное пластическое поведение хрупкой полизеренной квазикристаллической фазы Al–Cu–Fe при наноиндентировании, в условиях высоких давлений и одноосной нагрузки. В зоне деформации для обеих пиковых нагрузок выявляются подповерхностные трещины, которые распространяются, как правило, от дислокационных границ исходной зеренной структуры (рис. 2, б, с). Существенным является то, что ряд деформационных полос, как можно видеть, берет начало от вершины широкой части трещины. Есть полосы, которые распространяются от трещин с шириной раскрытия не более 3–4 нм. Следовательно, образование деформационных полос не только самостоятельный процесс пластической деформации, но и сопровождает остановку хрупкого раскрытия подповерхностных микро- или нанотрещин. Ранее значительно более высокую концентрацию границ и микротрещин обнаружили при исследовании поперечных сечений квазикристаллического монозеренного сплава Al–Pd–Mn, продеформированного индентором при больших пиковых нагрузках ($P_{\max} = 100, 500$ мН) [15]. Однако кристаллография границ не была выявлена, не предполагалась и дислокационная структура границ. Сделанный нами вывод о залечивании трещин не противоречит результатам исследований полизеренного квазикристаллического сплава Al–Cu–Fe, продеформированного скретч-тестом [17], где испускание ряда дислокаций было обнаружено при раскрытии трещины от границы зерна. Кроме того, в полизеренном квазкри-

сталлическом массивном сплаве Al–Pd–Mn, деформированном в условиях высокого гидростатического давления в сочетании с одноосной нагрузкой [6], установлено образование деформационных полос дислокационного типа в плоскостях с осью симметрии A_5 , что рассматривалось авторами как результат залечивания трещин.

Как отмечалось выше, при наноиндентировании деформационное поведение, связанное с фазовыми превращениями, индуцированными высокими давлениями, следует ожидать в области гидростатического давления и вблизи нее [13]. Для квазикристаллической фазы Al–Cu–Fe, эти превращения не только в аппроксимантные или модулированные фазы [25,26], которые не обнаружены в наших экспериментах, но и в кристаллическую β -фазу с образованием наноразмерных частиц, как установлено при скретч-тесте квазикристаллической фазы Al–Cu–Fe [17]. На темнопольных или светлопольных электронно-микроскопических изображениях образование частиц β -фазы в квазикристаллической матрице Al–Cu–Fe обычно обнаруживается по эффектам муарового контраста благодаря ориентационным соотношениям β - и i -фаз [17], а также близости модулей совпадающих векторов обратной решетки ($|g_{i10\beta}| = 1/2.075 \text{ \AA}^{-1}$, $|g_{\parallel}(2/4\ 0/0\ 0/0)_i| = 1/2.01 \text{ \AA}^{-1}$, $|g_{\parallel}(1/2\ 2/3\ 0/0)_i| = 1/2.11 \text{ \AA}^{-1}$). В данной работе анализ признаков образования β -частиц в квазикристаллической матрице, индуцированного индентированием, проводится в присутствии превращения, связанного с формированием на поверхности квазикристаллической фазы тонких участков β -фазы под воздействием ионного утоняющего пучка. Обнаружено, что характеристики одномерного муарового контраста (периоды и углы разворота полос к вектору действующего отражения) от поверхностных слоев β -фазы на участках вдали от отпечатка и в основной части пластической зоны не имеют заметных отличий (рис. 4). С приближением к зоне гидростатического давления (несколько десятых долей от размера отпечатка) муаровый контраст усложняется; появляются множественные эффекты наложения картин одномерного муара в наноразмерных областях (отмечено на рис. 4, б), что мы связываем с наложением эффектов контраста от β -частиц в квазикристаллической матрице и от поверхностных β -слоев.

Таким образом, ТЕМ-исследование поперечного среза квазикристаллического сплава i -Al_{62.4}Cu_{25.3}Fe_{12.3} в окрестности отпечатка индентора ($P_{\max} = 75, 50$ мН) установило зону пластической деформации радиусом до 1.5 размеров отпечатка индентора, микроструктура которой определяется собственным деформационным поведением квазикристаллической фазы, не связанным с фазовыми превращениями квазикристалл–аппроксимант. Пластическая зона содержит несколько систем деформационных полос, залегающих по наиболее плотноупакованным плоскостям с осями симметрии пятого и второго порядка. Они формируют блочную структуру с разориентацией решетки до нескольких градусов и начинаются нередко от микро- и наноразмерных под-

поверхностных трещин. Формирование деформационных полос дислокационного типа рассматривается и как самостоятельный процесс пластической деформации и как результат остановки хрупкого раскрытия подповерхностных трещин в квазикристаллическом сплаве при индентировании. Обнаружены признаки индуцированного высоким давлением образования наноразмерных частиц β -фазы в области гидростатического давления (около нескольких десятых размера отпечатка индентора).

В следующем разделе представим характеристики кривых нагрузка (P)–смещение (h) полизеренного квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$, полученных при формировании исследованных выше отпечатков наноиндентора. Оценим соотношение вкладов (прерывистой и монотонной) пластической деформации, рассмотрим возможные механизмы этих вкладов, используя результаты структурного ТЕМ-исследования окрестности отпечатков индентора.

3.2. Диаграммы индентирования P – h и деформационное поведение полизеренного квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$. На рис. 5,а представлена типичная кривая нагрузка (P)–смещение (h), характеризующая деформационное поведение полизеренного квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ при наноиндентировании с пиковой нагрузкой $P_{\max} = 50$ мН и скоростью нагружения $2 \text{ мН} \cdot \text{с}^{-1}$. В рамках подхода Оливера–Фарра [22], оценки твердости и модуля упругости, рассчитанные из кривых для нагрузок $P_{\max} = 50$ и $P_{\max} = 75$ мН, состав-

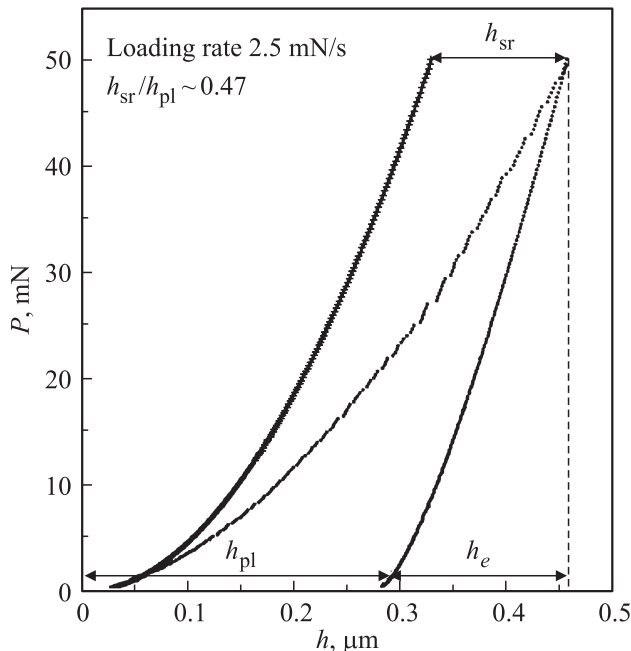


Рис. 5. Диаграмма P – h квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ с множественными эффектами прерывистой деформации (ступени) на участке нагрузки и „консолидированная“ кривая нагрузки, исключая эти эффекты. h_{pl} , h_e , h_{sr} — смещения индентора, соответствующие вкладам пластической, упругой и прерывистой пластической деформации.

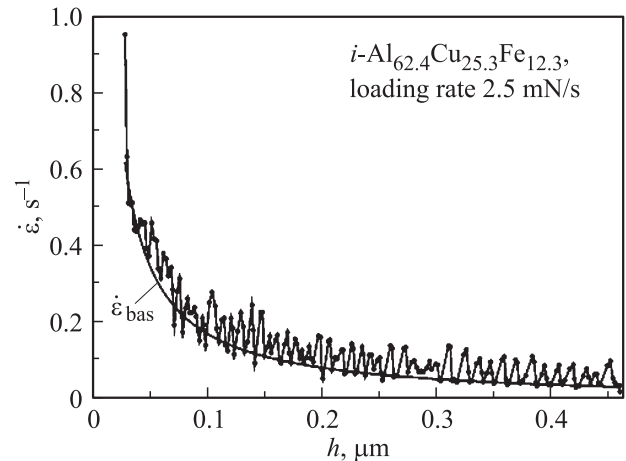


Рис. 6. Зависимость скорости относительной деформации от смещения индентора для полизеренного квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$. Построена базовая составляющая скорости деформации $\dot{\epsilon}_{bas}$.

ляют $H = 11.2 \pm 0.4$ ГПа, $E = 197 \pm 5$ ГПа. Полученные оценки находятся в диапазоне значений, характерных для квазикристаллического сплава $i\text{-Al}-\text{Cu}-\text{Fe}$ при указанных нагрузках [11,18]. На кривой наблюдаются множественные ступени, признаки нестабильной (или прерывистой) пластической деформации, характерные для полизеренных [9,10,12,16] и для монозеренных [8] квазикристаллов. Ступени появляются при нагрузках несколько мН, что согласуется с результатами, полученными для совершенных монозеренных квазикристаллов при использовании острого индентора [8]. На кривых P – h сплава $\beta\text{-Al}_{50}\text{Cu}_{33}\text{Fe}_{17}$, выбранного для сравнения, множественные ступени не выявляются.

Оценка вклада прерывистой деформации в общую деформацию для сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ сделана из зависимости скорости относительной деформации ($\dot{\epsilon}$) ($\frac{dh}{hdt}$) от смещения индентора h . Кривая $\dot{\epsilon}$ – h демонстрирует последовательность пиков, соответствующих резкому повышению ($\dot{\epsilon}$) на ступени, и базовый вклад $\dot{\epsilon}_{bas}$, соответствующий составляющим монотонной пластической и упругой деформации (рис. 6). Амплитуда пиков имеет тенденцию постепенно снижаться, как и вклад базовой скорости деформации $\dot{\epsilon}_{bas}$, соответственно множителю ($\frac{1}{h}$). При этом суммарный вклад прерывистой пластической деформации в общую деформацию полизеренного квазикристаллического сплава оказывается значительным. Отношение суммарных мощностей прерывистой и общей деформации, рассчитанное как отношение величин

$$\sum [\dot{\epsilon}(h_i) - \dot{\epsilon}_{bas}(h_i)] P(h_i) h_i$$

и

$$\sum [\dot{\epsilon}(h_i)] P(h_i) h_i,$$

составляет порядка 0.3. Введение поправок на вклад от упругого прогиба поверхности дает значение около 0.38. Эти результаты согласуются с оценкой, сделанной методом Голдстоуна по „консолидированным кривым“ [27].

„Консолидированные кривые“ строятся исключением из нагрузочной ветви диаграммы эффектов прерывистой деформации и используются для оценки соотношений прерывистой и монотонной пластической деформации [28]. „Консолидированная кривая“, построенная интегрированием функции базовой скорости деформации $\dot{\epsilon}_{bas}$ и восстановлением функции $h(t)$, представлена на рис. 5, а. Полученное отношение смещений индентора, соответствующих прерывистой и монотонной компоненте пластической деформации, составляет ~ 0.9 .

Таким образом, для полизеренных однофазных сплавов $i\text{-AlCuFe}$ в условиях развитых эффектов прерывистой деформации на кривых P (нагрузка)– h (смещение), когда ступени начинают появляться уже при нескольких мН, неупругая деформация при наноиндентировании имеет существенный вклад прерывистой деформации (по оценкам суммарного смещения индентора и суммарной мощности). Согласно предположениям большинства исследований [8–10], прерывистая деформация связана с фазовым превращением, индуцированным высоким давлением, в частности, в β -фазу. Однако, по данным ТЕМ-исследования, проведенного в нашей работе, это фазовое превращение имеет место только в узкой зоне гидростатического давления, непосредственно под отпечатком индентора.

Следуя модели о влиянии фазового превращения на эффекты изменения давления под индентором [13], мы полагаем, что превращение с образованием β -фазы, протекающее в узкой зоне под индентором, не дает существенного вклада в наблюдаемые на зависимости P – h ступени и скачки. Прерывистый вклад пластической деформации, по нашему мнению, следует в основном связать с собственным деформационным поведением квазикристаллической фазы, то есть с образованием множества деформационных полос дислокационного типа, наблюдаемых во всей упругопластической зоне, в том числе и в головной части подповерхностных трещин. Дискретный акт пластической деформации, связанный с активацией и прохождением отдельной полосы деформации, будет сопровождаться появлением ступени (эффекта нестабильности), как и в случае фазового превращения, на диаграмме P – h . При этом, отдельные ступени и скачки на кривых могут включать некоторый вклад, соответствующий стадиям образования подповерхностных трещин, как и в случае хрупких материалов [29], подобных квазикристаллам. Монотонная деформация предположительно осуществляется движением вторичных деформационных полос, для которых может быть заметно снижен активационный порог, и индивидуальных дислокаций переползания, механизм активации которых под наноиндентором был предложен в работе [16].

4. Заключение

Выполнено электронно-микроскопическое и электронно-дифракционное исследование поперечных сре-

зов квазикристаллического сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$ в окрестности отпечатков индентора ($P_{\max} = 75, 50 \text{ mN}$), характеризующихся эффектами прерывистой деформации на диаграммах нагружения P – h .

Установлена зона упруго-пластической деформации радиусом до 1.5 размеров отпечатка индентора, микроструктура которой определяется собственным деформационным поведением квазикристаллической i -фазы. В пластической зоне наблюдается несколько систем деформационных полос, залегающих по плотноупакованным плоскостям с осями симметрии пятого и второго порядка. Они формируют блочную структуру с разориентацией решетки до нескольких градусов и начинаются часто от микро- и наноразмерных подповерхностных трещин. Признаки образования наноразмерных частиц β -фазы обнаружены в узкой области гидростатического давления непосредственно под отпечатком (несколько десятых долей размера отпечатка).

Формирование деформационных полос дислокационного типа рассматривается и как самостоятельный процесс пластической деформации и как результат остановки хрупкого раскрытия подповерхностных трещин в квазикристаллическом сплаве при наноиндентировании.

Эффекты прерывистой деформации на диаграммах P – h сплава $i\text{-Al}_{62.4}\text{Cu}_{25.3}\text{Fe}_{12.3}$, которые составляют существенный вклад в общую пластическую деформацию (по оценкам до 50%), связываются в основном с активацией и прохождением деформационных полос, а также с начальными стадиями образования подповерхностных трещин. Предполагается, что фазовое превращение с образованием частиц β -фазы в тонком слое под индентором вносит малый вклад в эффекты прерывистой деформации.

Электронно-микроскопические исследования проведены в ЦКП УрО РАН „Электронная микроскопия“. Авторы выражают благодарность А.Н. Укусникову за техническую помощь в приготовлении электролитически полированных образцов, а также ЦКП уникального оборудования УрФУ им. Б.Н. Ельцина и М.С. Карабанову за подготовку образцов методом сфокусированного ионного пучка.

Список литературы

- [1] S. Pedrazzini, M. Galano, F. Audebert, D.M. Collins, F. Hofmann, B. Abbey, A.M. Korsunsky, M. Lieblich, A. Garcia Escorial, G.D.W. Smith. Mater. Sci. Eng. A **375–377**, 175 (2016).
- [2] B. Markoli, T. Boncina, F. Zupanic. Mat.-wiss. U Werkstofftech. **43**, 340 (2012).
- [3] S. Olsson, E. Broitman, M. Garbrecht. J. Mater. Res. **31**, 232 (2016).
- [4] M. Feuerbacher, K. Urban. Plastic behaviour of quasicrystalline materials, in Quasicrystals, Structure and Physical Properties / Ed. H.R. Trebin. Wiley-VCH, Weinheim (2003). P. 432.
- [5] F. Mompiou, D. Caillard. Comp. Rendus Phys. **15**, 82 (2014).

- [6] M. Texier, A. Proult, J. Bonnevielle, J. Rabier, N. Baluc, P. Cordier. *Scripta Mater.* **49**, 47 (2003).
- [7] J. Fikar, J. Bonneville, J. Rabier, N. Baluc, A. Proult, P. Cordier, I. Stretton. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **643**, K7.4.1-K7.4.6. (2001).
- [8] P. Paufler, B. Wolf. Deformation of quasicrystals by indentation, in *Quasicrystals, Structure and Physical Properties* / Ed. H.R. Trebin. Wiley-VCH, Weinheim (2003). P. 501.
- [9] J. Von Steubut, C. Strobel, J.M. Dubois. In: *Proceedings 5th Int. Conference on Quasicrystals, Avignon, 1995* / Eds C. Jano, R. Mosseri. World Scientific, Singapore (1995). P. 704.
- [10] S.N. Dub, Yu.V. Milman, D.V. Lotsko, A.N. Belous. *J. Mater. Sci. Lett.* **20**, 1043 (2001).
- [11] J.M. Dubois. *Useful quasicrystals*. World Scientific Publishing, Singapore (2005). P. 462.
- [12] Ю.Н. Головин, С.Н. Дуб, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. *Изв. РАН, Сер. физ.* **68**, 1428 (2004).
- [13] V. Domnich, Y. Gogotsi. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **3**, 1 (2002).
- [14] Ю.Н. Головин. *Наноиндентирование и его возможности*, Машиностроение, М. (2009). С. 312.
- [15] M. Wollgarten, H. Saka. *Phil. Mag. A.* **79**, 2195 (1999).
- [16] В.М. Ажажа, С.С. Борисов, С.Н. Дуб, С.В. Малыхин, А.Т. Пугачев, Б.А. Мерисов, Г.Я. Хаджай. *ФТТ* **47**, 2170 (2005).
- [17] J.S. Wu, V. Brien, P. Brunet, C. Dong, J.M. Dubois. *Phil. Mag. A* **80**, 1645 (2000).
- [18] Е.В. Шалаева, Ю.В. Чернышев, Е.О. Смирнова, С.В. Смирнов. *ФТТ* **55**, 2095 (2013).
- [19] J.W. Cahn, D. Shechtman, D. Gratias. *J. Mater. Res.* **1** (1986) 13–26.
- [20] C. Jano. *Quasicrystals*. Clarendon Press, Oxford (1994). P. 423.
- [21] J.D. Rzepski, A. Quivy, Y. Calvayrac, M.C. Quiquandon, D. Gratias. *Phil. Mag. B* **60**, 855 (1989).
- [22] W.C. Oliver, G.M. Pharr. *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992).
- [23] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh. *Scripta Mater.* **40**, 1191 (1999).
- [24] J.E. Shield. *Phil. Mag. Lett.* **69**, 115 (1994).
- [25] N. Menguy, M. Auder, P. Guyot, M. Vacher. *Phil. Mag. B* **68**, 595 (1993).
- [26] M. Quiquandon, A. Quivy, J. Devaud, F. Faudot, S. Lefebvre, M. Bessiere, Y. Calvayrac. *J. Phys.: Condens. Matter* **8**, 2487 (1996).
- [27] A. Gouldstone, H.J. Kon, K.Y. Zeng, A.E. Giannakopoulos, S. Suresh. *Acta Mater.* **48**, 2277 (2000).
- [28] C.A. Schuh, T.G. Nieh. *Acta Mater.* **51**, 87 (2003).
- [29] D.J. Oliver, S. Ruffell, J.E. Bradley, J.S. Williams, M.V. Swain, P. Munroe, P.J. Simpson. *Phys. Rev. B* **80**, 115210 (2009).