

На правах рукописи



Астанин Василий Владимирович

**ТРАНСФОРМАЦИЯ СТРУКТУРЫ ОБЪЁМНОГО  
МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА VIT105 ПРИ  
КРУЧЕНИИ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ**

Специальность:

2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Автореферат

диссертации на соискание учёной степени  
кандидата физико-математических наук

Уфа — 2024

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Уфимский университет науки и технологий».

Научный руководитель: **Гундеров Дмитрий Валерьевич**  
доктор физико-математических наук,  
ФГБНУ Уфимский федеральный исследовательский центр Российской академии наук, ведущий научный сотрудник лаборатории физики твердого тела Института физики молекул и кристаллов УФИЦ РАН

Официальные оппоненты: **Страумал Борис Борисович**,  
доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, ФГБУН Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипяна Российской академии наук, г. Черноголовка, заведующий лабораторией поверхностей раздела в металлах

**Пермякова Инга Евгеньевна**,  
доктор физико-математических наук,  
ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, г. Москва, ведущий научный сотрудник лаборатории физикохимии и механики металлических материалов

Ведущая организация: Государственный научный центр ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», г. Москва

Защита состоится 23 декабря 2024 г. в 10:00 на заседании диссертационного совета 24.2.479.14 на базе ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий» по адресу: 450008, г. Уфа, ул. Карла Маркса, 12.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий «УУНиТ» и на сайте Уфимского университета <https://uust.ru/dc/dissertations/>.

Автореферат разослан «        » октября 2024 года.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
24.2.479.14,  
к.т.н., доцент



Бобрук Елена Владимировна

## **Общая характеристика работы**

**Актуальность темы исследования.** Аморфные сплавы длительное время вызывают повышенный интерес благодаря уникальным свойствам, обусловленным своей неупорядоченной структурой. Высокая прочность при низком упругом модуле, большой предел упругой деформации, высокая твёрдость, низкий коэффициент трения, хорошая устойчивость к коррозии и износу обеспечивают большой потенциал для различных применений аморфных сплавов. В целом годовой выпуск промышленных аморфных материалов, главным образом, в виде тонкой ленты, составляет до 100 тысяч тонн в год. Начиная с середины 1980-х годов развивается получение так называемых «объёмных металлических стёкол» (ОМС). Составы ОМС подобраны таким образом, что аморфная структура может быть получена даже при скорости охлаждения расплава порядка  $10^2$  К/с, что позволяет получать объёмные аморфные образцы размером до нескольких сантиметров. ОМС на сегодняшний день нашли применение в отдельных нишах техники, например, для хирургического инструмента.

Характерной особенностью аморфных сплавов является то, что их деформация при комнатных температурах осуществляется преимущественно за счёт формирования и движения полос сдвига – узких, толщиной 10...20 нм, плоских зон деформации. Такая особенность приводит к тому, что при растяжении аморфные сплавы демонстрируют крайне низкую пластичность – первая же образовавшаяся полоса сдвига становится концентратором напряжений и деформация по ней происходит вплоть до разрушения образца. При этом при осадке или изгибе, когда помимо растягивающих напряжений появляются ещё и сжимающие, аморфные сплавы могут показывать значительную пластичность. Были предприняты многочисленные попытки найти способ улучшить пластичность за счёт структурных модификаций аморфных сплавов. Так, предварительная деформация осадкой, холодной прокаткой и т. д. позволяет повысить пластичность и другие эксплуатационные свойства аморфных сплавов. Такая деформация приводит к формированию полос сдвига и неоднородностей в аморфной фазе, на которых происходит разветвление и зарождение вторичных полос сдвига при последующей деформации, что приводит к повышению пластичности. Однако обычная обработка не позволяет создавать большие деформации в случае хрупких аморфных материалов. Перспективным способом введения высокой деформации и, следовательно, высокой плотности деформационных полос в аморфное твёрдое тело является использование кручения под высоким давлением (КВД). Данный

метод позволяет деформировать на большую степень хрупкие и труднодеформируемые материалы.

**Степень разработанности темы.** В последние годы влияние КВД на аморфные сплавы исследовалось в многочисленных публикациях, работы по данной тематике публикуют как зарубежные, так и отечественные исследователи - К. Edalati, Y. Yokoyama, Z. Horita, B. Sarac, R. Pippan, J. Eckert, Zs. Kovács, Á. Révész, J.T. Wang, S.P. Singh, А.М. Глезер, Г.Е. Абросимова, А.С. Аронин, Р.З. Валиев, Г.Ф. Корзникова, А.И. Базлов, И.А. Хрипливец, Р.В. Сундеев, И.Е. Пермякова, Д.В. Лузгин. В частности, было показано, что в некоторых аморфных сплавах КВД приводит к частичной нанокристаллизации, в других же аморфных сплавах нанокристаллизация при обработке КВД не наблюдается, но вместе с тем КВД приводит к формированию внутренней неоднородности в аморфной структуре. Ряд работ показал, что в результате воздействия КВД меняется механическое поведение ОМС. Однако, особенности деформирования аморфных материалов при КВД, изменение их механических свойств в результате предварительного воздействия КВД остаются во многом неясными, как и сам механизм пластической деформации многокомпонентных аморфных сплавов.

**Целью** исследования является разработка феноменологической модели пластической деформации объёмного металлического стекла на основе атомистического моделирования и установление особенностей трансформации структуры и изменения механических свойств сплава Vit105 при кручении под высоким давлением.

В ходе работы были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Установить закономерности формирования полос сдвига при кручении под высоким давлением объёмного металлического стекла Vit105, их морфологию и наноструктурные характеристики.
2. Провести атомистическое моделирование структуры объёмного металлического стекла Vit105 и процесса его пластической деформации на наномасштабном уровне, на основе полученных результатов разработать феноменологическую модель пластической деформации объёмного металлического стекла Vit105, объясняющую особенности формирования полос сдвига при деформации.
3. Экспериментально исследовать трансформацию структуры и изменение механических свойств объёмного металлического стекла Vit105 под воздействием кручения под высоким давлением.

**Научная новизна:**

1. Установленные закономерности формирования полос сдвига при кручении под высоким давлением объёмного металлического стекла Vit105 показывают связь режимов пластической деформации и картины полос сдвига, *отличающиеся тем, что* их морфология и характеристики охарактеризованы на наномасштабном уровне.

2. На основе проведённого атомистического моделирования структуры объёмного металлического стекла Vit105 и процесса его пластической деформации разработана феноменологическая модель пластической деформации объёмного металлического стекла Vit105, *отличающаяся тем, что* такое физическое явление, как образование полосы сдвига, объясняется формированием ротационных вихрей нанометрового масштаба с участием свободного объёма.
3. Установлены закономерности трансформации структуры и свойств объёмного металлического стекла Vit105 под воздействием кручения под высоким давлением, *отличающиеся тем, что* структура сохраняется аморфной с выделением атомных кластеров размером  $6,3 \pm 1,3$  нм, а микропластичность сплава растёт на начальных этапах кручения под высоким давлением и снижается на последующих.

#### **Теоретическая и практическая значимость:**

1. С помощью разработанного метода исследования картины полос сдвига удалось расширить понимание механизмов зарождения, движения и взаимодействия полос сдвига, показать, что при кручении под высоким давлением металлического стекла Vit105 образуется высокая плотность полос сдвига с расстоянием между полосами в краевых областях образцов  $80 \pm 15$  нм, а также была уточнена степень деформации, достигаемая при кручении под высоким давлением металлического стекла Vit105.
2. Разработанная феноменологическая модель пластической деформации объёмного металлического стекла Vit105 за счёт формирования полосы сдвига шириной  $5 \pm 1$  нм из ротационных вихрей размером  $3,1 \pm 0,9$  нм позволяет лучше объяснить особенности деформационного поведения металлических стёкол.
3. На основе полученных данных о структуре и её трансформации при кручении под высоким давлением металлического стекла Vit105 определена оптимальная степень сдвиговой деформации металлического стекла  $\gamma = 0,3$ , при которой рост свободного объёма на 0,5 % сопровождается ростом микропластичности до  $157 \pm 15$  нм, что позволяет в перспективе повысить надёжность применения сплава в реальных изделиях, а указанная степень деформации может быть достигнута технологичными видами деформационной обработки, такими как прокатка и экструзия.

**Методология и методы исследования.** Методологической основой исследований стали научные работы российских и зарубежных исследователей в области пластической деформации металлических материалов. При выполнении работы использовались современные экспериментальные методы исследования, включающие рентгеноструктурный анализ, дифференциальную сканирующую калориметрию, дилатометрию, просвечивающую и сканирующую электронную микроскопию, сканирующую зондовую микроскопию, конфокальную оптическую микроскопию, а также механические испытания на растяжение, люминесцентный контроль и

испытания методом микроиндентирования. Для трансформации структуры использовался метод кручения под высоким давлением, в том числе, метод совместного кручения двух полукруговых сегментов.

#### **Положения, выносимые на защиту:**

1. Закономерности формирования полос сдвига при кручении под высоким давлением, а также численные параметры картины формирующихся полос сдвига в сплаве Vit105, такие как ширина полос и их групп, расстояние между полосами и их направления движения в различных областях образца подвергнутого кручению под высоким давлением.
2. Феноменологическая модель пластической деформации объёмного металлического стекла Vit105 при нагружении, показывающая механизм формирования полос сдвига за счёт образования ротационных вихрей нанометрового масштаба.
3. Немонотонность зависимости структурных превращений и микропластичности сплава Vit105 от степени деформации при кручении под высоким давлением, которая обусловлена ростом свободного объёма на начальных этапах деформации с последующим расслоением аморфной фазы с формированием кластеров нанометрового размера.

**Достоверность** полученных результатов обеспечивается корректностью поставленной задачи, использованием апробированных современных экспериментальных методик, повторяемостью результатов, согласием экспериментальных и расчётных данных, публикацией основных результатов в рецензируемых научных журналах, их обсуждением на ведущих российских и международных конференциях. Результаты находятся в соответствии с результатами, полученными другими авторами.

**Личный вклад.** Автор принимал активное участие в постановке задачи исследования, разработке экспериментальных методов и их осуществлении, в проведении численных расчётов, написании научных статей и их подготовки к публикациям. Основной объем исследований выполнен автором на оборудовании Центра коллективного пользования «Нанотех» Уфимского университета науки и технологий. Заготовки сплава изготовлены в Нанкинском университете науки и технологии, а также группой А.И. Базлова в ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС». Конфокальная оптическая и частично растровая электронная микроскопия выполнена автором в Нанкинском университете науки и технологии, КНР. Просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения проводилась Е.В.Убийвовком в Междисциплинарном ресурсном центре по направлению «Нанотехнологии» ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет» (СПбГУ); дифференциальная сканирующая калориметрия проводилась на базе ЦКП «Нанотех» УУНиТ, а также М.В. Числовым на базе Ресурсного центра термометрических и калориметрических методов исследования СПбГУ.

Основные результаты исследования вошли составной частью в работы, поддержанные грантами РФФИ 20-08-00497, 19-58-80018 (БРИКС\_т), РНФ 22-19-00347.

**Апробация результатов.** Основные результаты работы докладывались на всероссийских и международных конференциях: International workshop: Structural features and related properties of amorphous alloys with high defect interface density. Saint-Petersburg, Russia, 30 июля 2019 года; 6th International Symposium on Bulk Nanomaterials: From Fundamentals to Innovations, BNM 2019, Ufa, 25–27 сентября 2019 года; Open School-Conference of NIS Countries on Ultrafine Grained and Nanostructured Materials - 2020, UFGNM 2020, Ufa, 05–09 октября 2020 года; Magnitogorsk Materials Week, Magnitogorsk, 5-7 апреля 2021 года; Прочность неоднородных структур - ПРОСТ 2020/2021, Москва, 20–22 апреля 2021 года; International Scientific Practical Conference Materials Science, Shape-Generating Technologies and Equipment 2021, ICMSTE 2021, Yalta, 17–20 мая 2021 года; Международная конференция «Физика и технологии перспективных материалов-2021», Уфа, 5-8 октября 2021 года, Всероссийская научная конференция с международным участием «Четвертый Байкальский материаловедческий форум», Улан-Удэ, Россия, 1-7 июля 2022 г.; Прочность неоднородных структур - ПРОСТ 2023, Москва, 18–20 апреля 2023 года; Международная конференции «UUST Nanomaterials Days», Уфа, 26-27 сентября 2024 года.

**Публикации.** Основные результаты по теме диссертации изложены в 15 научных публикациях, в том числе 3 из перечня рецензируемых научных изданий ВАК РФ, 5 опубликованы в изданиях, индексируемых в цитатно-аналитических базах данных Web of Science и/или Scopus. Две статьи опубликованы в журналах, входящих в РИНЦ. Пять статей опубликовано в сборниках трудов научных конференций.

**Объем и структура работы.** Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения и 1 приложения. Полный объем диссертации составляет 140 страниц текста с 75 рисунками и 15 таблицами. Список литературы содержит 185 наименований.

### **Основное содержание работы**

Во **введении** обоснована актуальность темы исследования, сформулированы цели и задачи работы, показана научная новизна и практическая значимость результатов. Изложены основные положения, выносимые на защиту, приводится список публикаций и сведения об апробации работы.

**Первая глава** содержит литературный обзор по теме диссертации, изложены понятия разупорядоченного состояния материи, концепции свободного объема, зон сдвиговой трансформации и полос сдвига, рассмотрены механизмы деформирования и механические свойства металлических стёкол, а также представлены методы получения их и перспективы применения. Рассмотрены результаты воздействия кручения под высоким

давлением на структуру и свойства металлических стёкол, а также молекулярно-динамический подход к анализу их структуры. Из материалов литературного обзора сделан вывод, что, несмотря на большое число работ, посвящённых воздействию КВД на ОМС и механизмам деформации ОМС, данные вопросы исследованы недостаточно, а механизмы деформации ОМС сведены к доминированию трансляционных мод.

Во второй главе сформулированы цели настоящего исследования и основные задачи, на основании которых выбраны и описаны методы и технологии, применяемые для экспериментальных исследований металлических стёкол.

Материалом исследования стало объёмное металлическое стекло Vit105 ( $Zr_{52,5}Cu_{17,9}Ni_{14,6}Al_{10}Ti_5$  (ат. %)), заготовки изготовлены методом литья вакуумным всасыванием расплава в медный водоохлаждаемый тигель в Нанкинском университете науки и технологии и в НИТУ МИСИС.

Основным методом пластической деформации являлось кручение под высоким давлением 6 ГПа на 0,08—10 оборотов наковален при комнатной температуре. Для исследования полос сдвига была предложена методика, заключающаяся в том, что два полукруговых сегмента с полированными торцами укладываются в канавку наковальни КВД (рисунок 1, а) и деформируются совместно на некоторый угол (рисунок 1, б, в), в результате на полированных гранях выявляется система полос сдвига (рисунок 2).

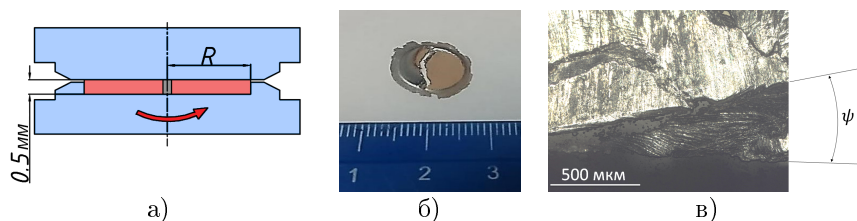


Рис. 1 — Метод выявления полос сдвига при КВД полукруговых сегментов и определения реальной степени деформации: а) схема метода, две половинки диска помещены в канавку КВД; б) вид образцов после КВД на  $n = 1$  оборотов, в) край образца КВД  $n = 1$ , обозначен угол смещения исходной поверхности разреза  $\psi$ .

Исследование картины полос сдвига осуществлялось при помощи сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), рельеф полос сдвига исследовался на микро- и наномасштабе при помощи конфокальной и атомно-силовой микроскопии (АСМ). Параметры аморфной структуры определялись методами рентгеноструктурного анализа (РСА), дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Механические свойства определялись при испытаниях на растяжение и методом микроиндентирования с нагрузкой 0,1 кгс с последующей АСМ отпечатков. Молекулярно-динамическое



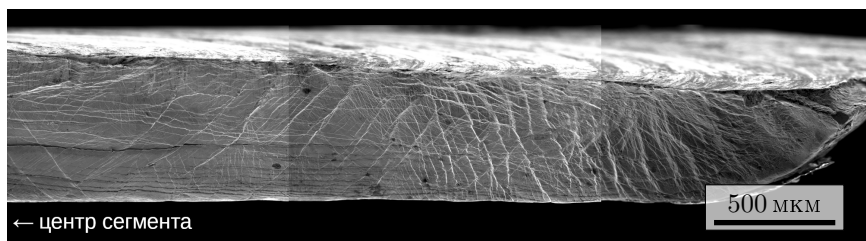


Рис. 2 — Ступени, образованные полосами сдвига на полированной поверхности сегмента ОМС после КВД  $n = 5$ , панорамное изображение, СЭМ.

моделирование выполнено с использованием потенциала Морзе и оригинального программного пакета, написанного на языке C++.

В **третьей главе** рассмотрены закономерности формирования полос сдвига при КВД ОМС Vit105, проведено атомистическое моделирование структуры ОМС Vit105 и процесса его пластической деформации, и на базе полученных результатов разработана феноменологическая модель пластической деформации ОМС Vit105, отличающаяся тем, что образование полосы сдвига объясняется кооперированным процессом формирования ротационных вихрей нанометрового масштаба с участием свободного объёма.

Метод совместного КВД полукруговых сегментов показал, что полосы сдвига выходят на полированную поверхность в виде ступенек микро- и нанометровой высоты (рисунки 2, 3). Картина распределения полос сдвига, их направление заметно изменяется в разных областях образца, а плотность полос сдвига увеличивается по мере удаления от центра сегмента и с ростом числа оборотов  $n$ .

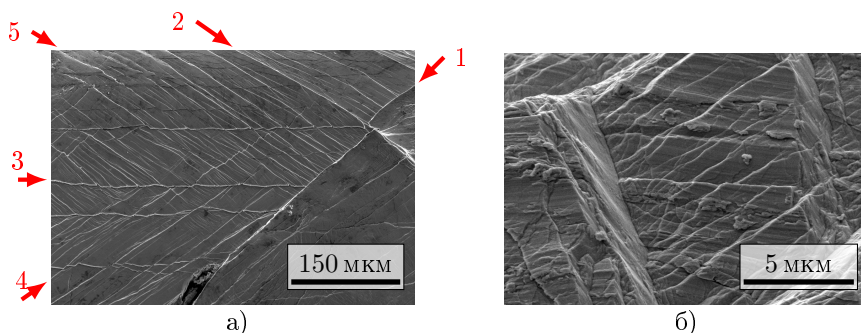


Рис. 3 — Выход полос сдвига на поверхность сегмента образца, СЭМ: а) полосы сдвига на полированных поверхностях образцов, КВД  $n = 1$ , зона  $2/3$  радиуса диска, стрелками обозначена очерёдность прохождения систем полос сдвиг; б) высокая плотность полос в краевой части образца, КВД  $n = 0,25$ .

Полосы возникают на различных этапах деформации, по взаимодействию полос на их пересечении можно расшифровать последовательность их появления, что может быть связано с изменением локального напряжённо-деформированного состояния после прохождения тех или иных полос и связанной с ними релаксацией локальных напряжений (рисунок 3, а). При КВД  $n = 5$  интервал между полосами на участке  $0,5R$  составляет  $1,0$  мкм, а в краевой области образца ОМС разбивается полосами сдвига на нанометровые участки-фрагменты, при этом расстояние между полосами составляет  $80 \pm 15$  нм в области наиболее высокой их плотности (рисунок 3, б). Часто полоса сдвига представляет собой не единый сдвиг, а сплетение мелких полос, расположенных на расстоянии  $50\text{--}200$  нм.

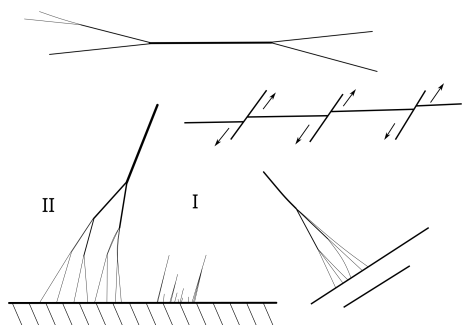


Рис. 4 — Схемы взаимодействия полос сдвига.

Варианты взаимодействия полос сдвига показаны на рисунке 4. В одних областях наблюдается большое число коротких полос, затухающих по мере удаления от поверхности в объёме материала (I), в других полосы, способные к развитию, поэтапно сливаются в более крупные (II). Полосы сдвига могут сливаться и ветвиться, если угол встречи между ними менее  $20^\circ$ . Торможение полос с образованием дельты перед непреодолимым препятствием может быть вызвано

микротрещиной или участком сепарированной полосы, при достижении некоторой «мощности» полосы иногда оказываются способны преодолеть этот барьер.

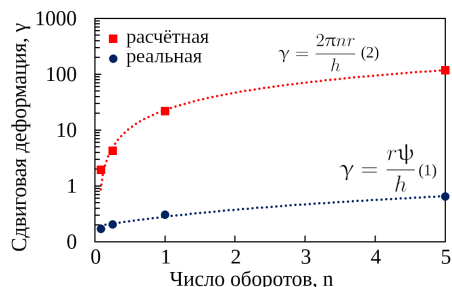


Рис. 5 — Соотношение между сдвиговой деформацией  $\gamma$  и числом оборотов  $n$  при КВД.

Вид полукруговых сегментов образцов (рисунок 1, б, в) после совместного кручения по данной схеме показывает, что реальная деформация, определяемая по относительному сдвигу верхней и нижней поверхностей сегментов  $\psi$  (1) в сотни раз меньше расчётной, определённой по известной формуле (2) (рисунок 5), что обусловлено проскальзыванием при КВД.

Прояснить закономерности развития образования и развития

полос сдвига возможно с помощью атомистического моделирования методом молекулярной динамики. Для моделирования металлических стёкол

в двумерной постановке задачи используется потенциальная функция Морзе, выбранная как разумный компромисс между сложностью реализации и достоверностью полученных результатов; двумерная аморфная структура подвергалась симуляции под нагрузкой, в качестве которой использовалось одноосное сжатие вдоль оси  $x$ .

Картина общего кооперированного движения атомов показывает, что под действием приложенной нагрузки формируются вихри из групп атомов, и именно по ним происходит смещение одной части материала относительно другой (рисунок 6). В центре вихрей чаще всего просматриваются островки ближнего порядка. Большая часть вихрей кооперируется в полосы шириной  $5 \pm 1$  нм. Подобные деформационные вихри в обычных поликристаллических материалах в макроскопическом масштабе детально изучены в работах научной школы В.Е. Панина. Как показали результаты работы, с уменьшением масштаба изотропности до аморфного состояния, размер вихрей снижается до  $3,1 \pm 0,9$  нм.

К. А. Padmanabhan и Н. Gleiter предложили в качестве носителя холодной пластической деформации наноразмерный объём в виде приплюснутого сфероида, в центре которого находится ядро ближнего порядка, а по периферии аморфный материал, содержащий свободный объём. Деформацию такого объёма авторы представили сдвигом в виде трансляционной моды по аналогии с образованием дислокационной петли, опоясывающей сфероид. На основе атомистического моделирования, приведённого в работе, была предложена феноменологическая модель, в которой трансляционная мода деформации заменена на ротационную в виде вихря, обтекающего ядро ближнего порядка (рисунок 7, а). Под действием касательных напряжений происходят локальные

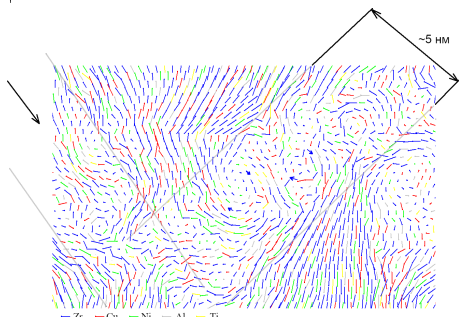


Рис. 6 — Вектора перемещений атомов в ходе деформации показывают структуру образующихся вихрей, которые складываются в полосу сдвига.

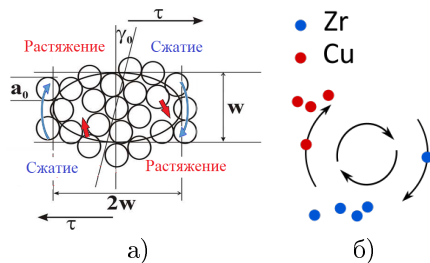


Рис. 7 — а) Изменённая модель элементарного объёма деформации в виде сплюснутого сфероида, показано возникновение ротационных вихрей с использованием свободного объёма; б) схема сепарации ротационным вихрем.

перескоки атомов с задействованием свободного объёма, которые складываются в кооперированный процесс, в результате действия которого возникает ротационный вихрь. Ротационные вихри, в свою очередь, способны транслировать две части образца в виде относительного сдвига. Данная модель не противоречит модели *Padmanabhan—Gleiter*, а конкретизирует и дополняет её.

Поскольку такой сфероид связан с остальным материалом, то его поворот вызывает перераспределение полей напряжений, которые, складываясь с внешними напряжениями  $\tau$ , способны активировать ротационный вихрь в соседней области материала (рисунок 8). В результате формируется нановихревая трубка, действующая по механизму торнадо. Сдвиг осуществляется движением трубки в направлении главных касательных напряжений. Увеличение числа нановихревых трубок и их взаимодействие формирует полосу деформации.

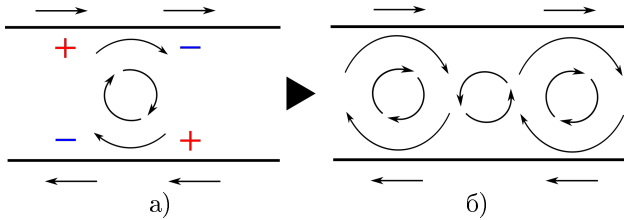


Рис. 8 — Развитие деформации в полосе сдвига за счёт зарождения и распространения ротационных вихрей: а) зарождение вихря в области знакопеременных напряжений б) распространение деформации по полосе и релаксация напряжений.

Специфика элементарных носителей деформации такого типа в том, что они способны перемещаться в произвольных направлениях, если это приводит к релаксации внешних напряжений. Этим вполне объясняется извилистость полос на разных масштабных уровнях, объединение мелких полос в магистральные, слияние и разветвление полос и другие экспериментально наблюдаемые особенности. Модель ротационных вихрей, в отличие от трансляционной, может вполне адекватно объяснить экспериментально наблюдаемый эффект сепарации атомов меди и циркония вдоль полосы сдвига при деформации ОМС при комнатной температуре (*Mu et al, Adv. Mater. 2021, 2007267*), когда диффузия затруднена. Изначально хаотично расположенные атомы меди и циркония захватываются вихрем и, встречаясь с одноимёнными атомами по берегам полосы, образуют с ними связь с пониженным потенциалом (рисунок 7, б). Не исключено локальное сочетание ротационных мод с трансляционными в результате различных структурных комбинаций, но ведущими считаются ротационные моды.

В **четвёртой главе** изложены результаты структурных исследований ОМС Vit105 исходном состоянии и подвергнутого КВД, показано

формирование наноразмерной кластерной структуры материала в результате КВД.

Дифрактограмма аморфного материала состоит из серии диффузных максимумов (гало), исходя из которого определяется значение радиуса первой координационной сферы  $R_1$ . КВД сохраняет аморфную структуру материала (рисунок 9), однако позиция центра тяжести первого диффузного максимума смещается в область меньших углов, что означает увеличение радиуса первой координационной сферы  $R_1$  и, соответственно, увеличение свободного объёма, необходимого для формирования вихрей. Свободный объём растёт до максимума для КВД  $n = 5$ , и далее несколько снижается. Увеличение полной ширины гало на половине высоты ( $\Delta FWHM$ , таблица 1) также свидетельствует об увеличении свободного объёма и трансформации структуры. Анализ показывает, что основная трансформация структуры происходит на начальном этапе деформации, до  $n = 1$ , и затем темп трансформации снижается.

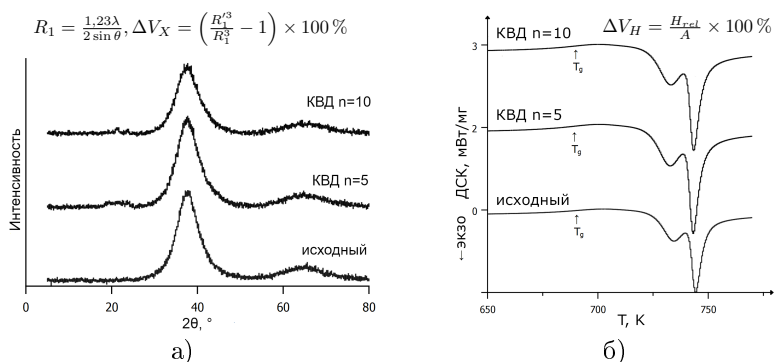


Рис. 9 — Рентгенограммы (а) и кривые ДСК (б) сплава Vit105 для исходного состояния, КВД  $n = 5$ , и КВД  $n = 10$ ; приведены соотношения для расчёта свободного объёма  $\Delta V$ .

Таблица 1 — Изменение параметров структуры, определённых из РСА и ДСК, и рассчитанное из них изменение свободного объёма ОМС Vit105.

Состояние	$\Delta FWHM$ , %	$\Delta V_X$ , %	$H_{rel}$ , Дж/г	$\Delta V_H$ , %
Исходный	-	-	1,5	0,2
КВД $n = 1$	4	0,51		
КВД $n = 5$	4	0,83	5	0,6
КВД $n = 10$	5	0,69	7	0,8

Об увеличении свободного объёма при КВД свидетельствуют также и данные ДСК (рисунок 9, б, таблица 1), вид кривых ДСК принципиально

не меняется, но меняется ход кривой на участке нагрева ниже температуры стеклования  $T_g$ , который свидетельствует об увеличении энthalпии релаксации  $H_{rel}$ .

Таким образом, при КВД нарастает свободный объём металлического стекла Vit105, но этот рост происходит немонотонно, большая часть изменений происходит в течение первого оборота бойков, и дальнейший прирост избыточного свободного объёма незначителен (таблица 1).

Исследования методом ПЭМ показали, что ОМС является аморфным как в исходном состоянии, так и после КВД, имеется характерный для аморфного состояния контраст «соль-перец» (рисунок 10, а и б). На изображении электронной микродифракции (ЭД) присутствует характерная для аморфных материалов картина сильно размытого первого гало. В состоянии после КВД  $n = 10$  видны области другого контраста размером около  $10 \pm 2$  нм (рисунок 10, б). В темнопольном изображении после КВД  $n = 10$  выявляются отдельные области размером  $6,3 \pm 1,3$  нм (рисунок 10, в), которые не обнаруживаются в исходном материале. Данные области очень малы, что не позволяет провести анализ их состава доступными методами, при этом в тёмном поле они состоят из множества светящихся точек, что не типично для равновесных нанокристаллов, а на микродифракции (рисунок 10, б, врезка) отсутствуют рефлексы, которые указывали бы на наличие нанокристаллов. Указанные области, видимо, являются аморфными кластерами – результат химического расслоения металлического стекла при КВД на две составляющих разного химического состава.

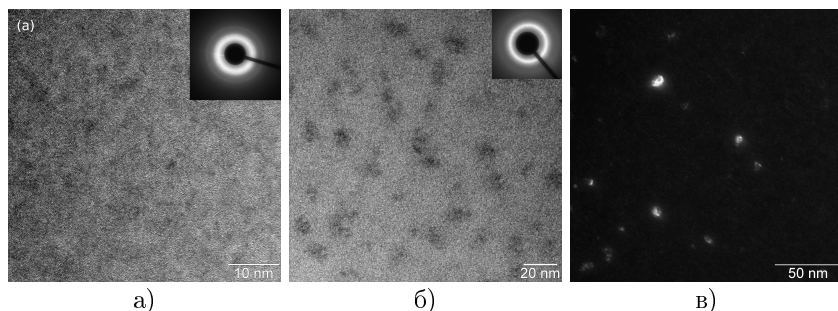


Рис. 10 — Микроструктура сплава Vit105: а) исходное состояние (ПЭМ, ЭД), б) подвергнутый КВД  $n = 10$  (ПЭМ, ЭД), в) КВД  $n = 10$  (ПЭМ, тёмное поле).

**В пятой главе** изложены результаты испытаний механических свойств и влияние на них КВД.

Испытания показали, что из-за склонности к локализации деформации при растяжении ОМС Vit105 как в исходном состоянии, так и после КВД разрушаются хрупко (рисунок 11), при этом скорость деформации не

влияет существенным образом ни на прочность, ни на пластичность материала, в отдельных случаях при напряжениях свыше 1400 МПа на кривой  $\sigma$ - $\delta$  может выявляться участок пластической деформации, степень которой не превышает 0,1 %, угол излома лежит в интервале порядка 51...54°. То есть, полоса, по которой проходит разрушение, формируется не только под действием наибольших касательных напряжений, что соответствовало бы критерию Мизеса, а под действием как касательных, так и нормальных напряжений, соответствующих критерию Мора-Кулона.

Исходный ОМС Vit105 характеризуется небольшим разбросом значений микротвёрдости, что свидетельствует о высокой однородности материала (рисунок 12, а). КВД приводит, с одной стороны, к снижению средней величины микротвёрдости, причём наиболее заметное снижение происходит на ранней стадии деформирования, до  $n = 1$  (рисунок 12, б), а в дальнейшем эффект менее заметен; с другой стороны, при этом распределение микротвёрдости по поверхности становится неоднородным, разброс величин — больше. Такое распределение можно связать с чередованием областей растяжения и сжатия, и неоднородным распределением свободного объёма.

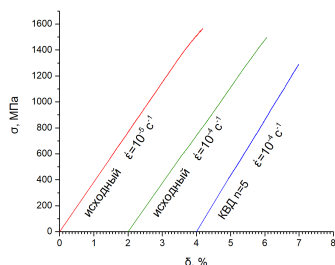


Рис. 11 — Диаграммы растяжения для ОМС Vit105 в исходном состоянии, а также после КВД  $n = 5$ , скорость деформации  $10^{-5}$  и  $10^{-4}$   $\text{c}^{-1}$  при 20 °С.

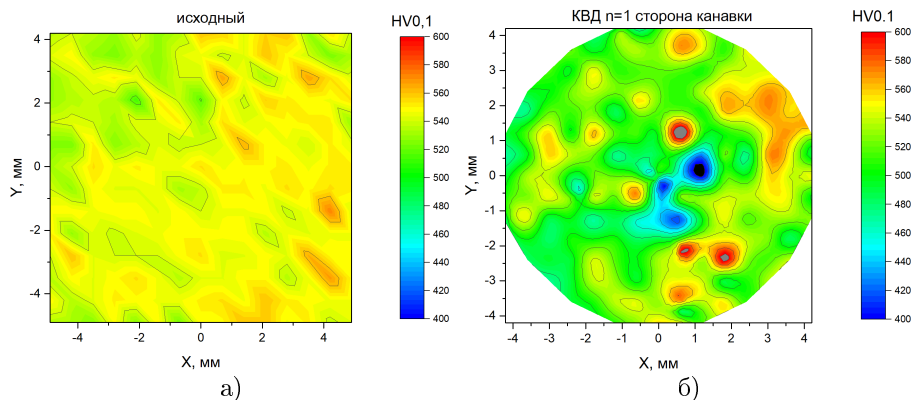


Рис. 12 — Распределение микротвёрдости в ОМС Vit105: а) в исходном состоянии, б) после КВД  $n = 1$ .

Вблизи отпечатков микротвёрдости формируются навалы, по величине которых возможно оценить микропластичность материала, при этом

необходимо скорректировать высоту навала на значение микротвёрдости отпечатка по методике, предложенной А.М. Глезером (рисунок 13, врезка, где  $\Delta_h$  – параметр микропластичности,  $\delta_h$  – высота навала,  $HV_n$  – микротвёрдость материала в исследуемом состоянии,  $HV_0$  – микротвёрдость материала в исходном состоянии). На начальных этапах КВД ( $n = 0,8$  и  $n = 1$ ), микропластичность сплава Vit105 повышается, параметр микропластичности увеличивается с  $93 \pm 14$  до  $157 \pm 15$  нм (рисунок 13). При этом изменение параметра микропластичности с ростом степени деформации при КВД является нелинейным, растёт до  $n = 1$ , соответствующей  $\gamma = 0,3$  (рисунок 5) и снижается при дальнейшем увеличении  $n$ .

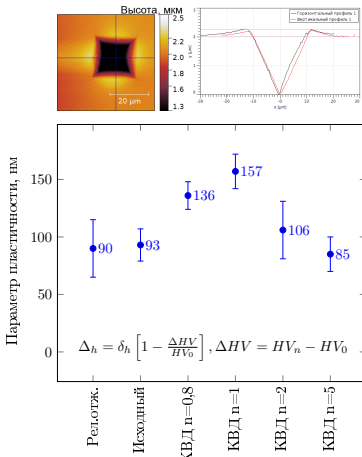


Рис. 13 — Параметр микропластичности сплава Vit105 в различных состояниях, на врезке порядок расчёта параметра пластичности, над диаграммой приведено АСМ-изображение отпечатка микротвердости и его профиль.

появления дефектов, при этом значительного увеличения свободного объёма не наблюдается.

КВД повышает неравновесность структуры, сообщая ей дополнительный свободный объём. Предположительно, это приводит к росту числа элементарных носителей деформации — ротационных вихрей, что способно стимулировать деформацию. В пользу этого свидетельствует понижение микротвёрдости образцов, подвергнутых КВД (см. рисунок 13). Накопление свободного объёма в материале приводит к образованию множества полос сдвига, которые становятся более многочисленными, но мельче, достигая наноразмеров. Это способствует более равномерной деформации материала и повышению пластичности. Появление крупных полос увеличивает риск возникновения трещин. Микропластичность при КВД с ростом числа оборотов выше  $n = 1$  может снижаться из-за



## Заключение

1. Деформация при КВД осуществляется за счёт зарождения и продвижения нескольких систем полос сдвига, конфигурация которых принципиально отличается от деформационных полос в кристаллических материалах, полосы способны искривляться, ветвиться, сливаться; плотность полос растёт как в центре образца КВД, так и на удалении от него по мере накопления деформации; минимально достижимый интервал между полосами при КВД составляет  $80 \pm 15$  нм; установлено, что реальная достигаемая при КВД металлического стекла Vit105 степень деформации ниже ожидаемой.
2. На базе результатов атомистического моделирования разработана феноменологическая модель пластической деформации металлических стёкол, осуществляющейся за счёт ротационной моды — кооперированного вихревого перемещения атомов в пределах зоны сдвиговой деформации, отдельные ротационные вихри размером  $3,1 \pm 0,9$  нм, образовавшиеся с участием свободного объёма, в свою очередь складываются в полосу сдвига шириной  $5 \pm 1$  нм, обеспечивающую сдвиг одной части материала относительно другой; модель нановихревых трубок объясняет особенности полос, такие как их извилистость, их слияние и разделение, рассыпание в дельту и другие.
3. При КВД сплав Vit105 сохраняется полностью аморфная структура, однако происходит выделение неупорядоченных кластеров, выявляемых методом ПЭМ, с характерным размером  $6,3 \pm 1,3$  нм. В процессе КВД происходит увеличение свободного объёма, нарастающее по мере увеличения степени деформации, предельная величина избыточного свободного объёма составляет 0,8 %, причём большая часть его прироста, 0,5 % обеспечивается начальным этапом деформации, до  $n = 1$ , соответствующей  $\gamma = 0,3$ .
4. КВД не приводит к росту макропластичности при растяжении, однако на начальных этапах КВД ( $n = 0,8$  и  $n = 1$ ) микропластичность сплава Vit105 повышается, параметр микропластичности, измеренный методом микроиндентирования, увеличивается с  $94 \pm 14$  до  $157 \pm 15$  нм. Изменение параметра микропластичности с ростом степени деформации при КВД является нелинейным, он растёт до  $n = 1$ , соответствующей  $\gamma = 0,3$  и снижается при дальнейшем накоплении деформации, вплоть до уровней исходного сплава. Таким образом, дальнейшее накопление деформации свыше степеней, достигаемых при кручении  $n = 1$  является избыточным.

## Список работ, опубликованных автором по теме диссертации

Научные публикации в изданиях, входящих в перечень ВАК РФ:

1. **Астанин В.В.**, Гундеров Д.В., Титов В.В. Распределение микротвердости по поверхности металлического стекла на основе циркония, подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением. *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 3. с. 33–40. DOI:10.18323/2782-4039-2022-3-1-33-40. (К2 ВАК, рекомендовано по специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы (физико-математические науки)).
2. Абросимова Г.Е., **Астанин В.В.**, Волков Н.А., Гундеров Д.В., Постнова Е.Ю., Аронин А.С. Изменение радиуса первой координационной сферы в аморфных сплавах при деформировании. *Физика металлов и металловедение*. 2023. Volume 124, № 7. с. 622–634. DOI:10.31857/S0015323023600521. (К1 ВАК).
3. **Астанин В.В.**, Корзникова Е.А., Гундеров Д.В., Астанин В.В., Дмитриев С.В., Бхатт Д. Роль наноразмерных ротационных вихрей в холодной деформации металлических стёкол на примере сплава Vit105. *Физическая мезомеханика*. 2024. № 4. с. 34–46. (К1 ВАК=Scopus Q2).

Научные публикации в изданиях, входящих в международные реферативные базы данных и систем цитирования Web of Science, Scopus:

1. Gunderov D.V., Churakova A.A., Boltynjuk E.V., Ubyivovk E.V., **Astanin V.V.**, Asfandiyarov R.N., Valiev R.Z., Xioang W., Wang J.T. Observation of shear bands in the Vitreloy metallic glass subjected to HPT processing. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Volume 800. P. 58–63. DOI:10.1016/j.jallcom.2019.06.043. (K1: Web of Science Q1).
2. Gunderov D.V., Churakova A.A., **Astanin V.V.**, Asfandiyarov R.N., Hahn H., Valiev R.Z. Accumulative HPT of Zr-based bulk metallic glasses. *Materials Letters*. 2020. Volume 261, P. 127000. DOI:10.1016/j.matlet.2019.127000. (K1: Web of Science Q2).
3. Gunderov D., **Astanin V.**, Churakova A., Sitdikov V., Ubyivovk E., Islamov A., Wang J.T. Influence of High-Pressure Torsion and Accumulative High-Pressure Torsion on Microstructure and Properties of Zr-Based Bulk Metallic Glass Vit105. *Metals*. 2020. Volume 10, № 11. P. 1433. DOI:10.3390/met10111433. (K1: Web of Science Q2).
4. Gunderov D., **Astanin V.** Influence of HPT Deformation on the Structure and Properties of Amorphous Alloys. *Metals*. 2020. Volume 10, № 3. P. 415. DOI:10.3390/met10030415. (K1: Web of Science Q2).
5. **Astanin V.**, Gunderov D., Titov V., Asfandiyarov R. The Influence of High-Pressure Torsion on the Free Volume and Shear-Band Formation during the Indentation of Vit105 Metallic Glass. *Metals*. 2022. Volume 12, № 8. P. 1278. DOI:10.3390/met12081278. (K1: Web of Science Q2).

Публикации в журналах, входящих в библиографическую базу данных научных публикаций российских учёных по российскому индексу научного цитирования (РИНЦ):

1. **Astanin V.V.**, Korznikova E.A., Abdullina D.U., Astanin V. V., Dmitriev S. V. Application of Morse potential function to 2D metallic glass simulation // Laser Physics, Photonic Technologies, and Molecular Modeling / ed. Derbov V.L. SPIE, 2022. P. 24. DOI:10.1117/12.2626366.
2. Titov V.V., Gunderov D.V., Gunderova S.D., Sharafutdinov A.V., **Astanin V.V.** Shear bands distribution on the surface of deformed Zr-based BMG samples. Materials. Technologies. Design. 2022. Volume 4, № 1. P. 64–72. DOI:10.54708/26587572\_2022\_41764.

Публикации в трудах научных конференций:

1. **Astanin V.V.**, Gunderov D., Boltynjuk E., Ubyivovk E., Churakova A., Gunderova S. SEM and AFM analysis of the shear bands in Zr-based BMG after HPT. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2019. Volume 672. P. 012019. DOI:10.1088/1757-899X/672/1/012019.
2. **Astanin V.**, Gunderov D., Qiang Ren Z., Valiev R., Wang J.T. High density of shear bands in the Vitreloy bulk metallic glass subjected to high-pressure torsion. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2021. Volume 1008, № 1. P. 012031. DOI:10.1088/1757-899X/1008/1/012031.
3. Khasanova D.A., Gunderov D. V, **Astanin V. V.**, Gunderova S.D., Churakova A.A., Bazlov A.I., Louzguine-Luzgin D. V. High-pressure torsion of Zr-based bulk metallic glasses and amorphous melt-spun ribbons. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2021. Volume 1008, № 1. P. 012029. DOI:10.1088/1757-899X/1008/1/012029.
4. **Astanin V.**, Gabbyasova R., Astanin V. Influence of high-pressure torsion on the deformation nature of Vit105 metallic glasses during microhardness tests. Journal of Physics: Conference Series. 2021. Volume 1967, № 1. P. 012024. DOI:10.1088/1742-6596/1967/1/012024.
5. Gunderov D. V, **Astanin V. V.**, Sharafutdinov A. V, Bhatt J. Slippage during high-pressure torsion processing of Vitreloy 105 bulk metallic glass. Journal of Physics: Conference Series. 2021. Volume 1967, № 1. P. 012062. DOI:10.1088/1742-6596/1967/1/012062.

Соискатель



В. В. Астанин

Астанин Василий Владимирович

**ТРАНСФОРМАЦИЯ СТРУКТУРЫ ОБЪЁМНОГО  
МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА VIT105 ПРИ  
КРУЧЕНИИ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ**

Специальность:

2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Автореферат

диссертации на соискание учёной степени  
кандидата физико-математических наук