

УДК 669.245

DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-10-13

М.Р. Плотникова<sup>1</sup>, А.М. Глезер<sup>2</sup>**МЕГАПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ АМОРФНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ**

*Проанализировано влияние сверхвысокой пластической деформации на эволюцию структуры и свойств аморфного сплава  $Ni_{44}Fe_{29}Co_{15}Si_2B_{10}$ . Методом просвечивающей электронной микроскопии показано, что, воздействуя сверхвысокой пластической деформацией на аморфный сплав, удастся сформировать структуру с равномерно расположенными в аморфной матрице нанокристаллами, размер которых не превышает 20 нм. Показано, что сверхвысокая пластическая деформация влияет также на магнитные свойства и микротвердость аморфного сплава. Предложен способ построения магнитомеханических петель, которые можно использовать при выборе режимов деформационно-термической обработки.*

**Ключевые слова:** пластическая деформация, аморфные сплавы, нанокристаллизация, неупорядоченные структуры.

*In this paper, the influence of severe plastic deformation (SPD) on structure evolution and properties of the amorphous  $Ni_{44}Fe_{29}Co_{15}Si_2B_{10}$  alloy is analyzed. It is shown via the transmission electron microscopy method that SPD promoted growth of nanocrystals with the sizes below 20 nm homogeneously distributed in amorphous matrix. It is shown that SPD influenced also magnetic properties and micro-hardness of amorphous alloy. A method is proposed for development of magnetomechanical loops, which can be used to choose the mode of deformation-thermal treatment.*

**Key words:** plastic deformation, amorphous alloys, nanocrystallization, disordered structures.

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

<sup>2</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина [Federal state unitary enterprise «I.P. Bardin Central Institute for ferrous metallurgy»] E-mail: chermet@chermet.net

**Введение**

Получение нового структурного состояния сплава открывает возможности для создания материалов с улучшенным комплексом физико-механических свойств [1–3]. Одним из способов воздействия на материал, позволяющих получать такие новые материалы, является сверхвысокая пластическая деформация. Существует много разновидностей сверхвысокой пластической деформации [4] или, как ее еще называют, интенсивной пластической [5, 6] или мегапластической деформации [7]. Понимание природы и характера структурных и фазовых изменений, происходящих в подвергнутом сверхвысокой пластической деформации (СПД) материале, является необходимым условием для создания нового класса материалов с улучшенными свойствами.

**Материалы и методы**

В качестве материала для исследования использован аморфный сплав расчетного состава  $Ni_{44}Fe_{29}Co_{15}Si_2B_{10}$ , близкий к эвтектическому составу системы Ni–Fe–Si–B, полученный закалкой из жидкого состояния. Сплавы данной системы применяются как в качестве самостоятельного материала, так и как основа для создания сплавов нового поколения [8–11]. В качестве шихтовых материалов были использованы: железо марки

ЖР-008, железо карбонильное марки КР-1, никель электролитический рафинированный, кремний монокристаллический, ферробор марки ФБ-18л и аморфный бор, кобальт металлический марки К-0.

В качестве образцов для испытаний кручением на установке Бриджмена использовались полуфабрикаты в виде лент. Деформация осуществлялась при квазигидростатическом давлении 5 ГПа,  $N=0,25-8$  оборотов, что соответствует величине истинной деформации  $e=3,9-7,3$ . Для расчета величины истинной логарифмической деформации  $e$  было использовано выражение [12]:  $e=\ln(\theta r/l)$ , где  $\theta$  – угол вращения в радианах;  $r$  – радиус диска;  $l$  – толщина диска. Соотношение между количеством оборотов ( $N$ ) подвижной наковальни в камере Бриджмена и величиной истинной деформации ( $e$ ) приведено в таблице.

Электронно-микроскопические исследования проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEM 200 CX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Электронно-микроскопические исследования прямого разрешения проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEM 2100 F при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Измерения микротвердости проводились на приборе ПМТ-3М при нагрузке индентора 20–30 г. В связи с наличием некоторых особенностей у деформированных в камере Бриджмена образцов,

Соответствие между  $N$  и  $e$ 

Количество оборотов ( $N$ )	0,25	0,5	1	2	4	8
Величина истинной деформации ( $e$ )	3,9	4,5	5,2	5,9	6,6	7,3

имеющих форму диска, замеры проводились в непосредственной близости к геометрическому месту точек, соответствующему половине радиуса образца. Измерения магнитных гистерезисных свойств выполнялись на вибрационном магнитометре.

### Результаты и обсуждение

Метод просвечивающей электронной микроскопии – основной в данной работе, так как является наиболее информативным при получении данных о микроструктуре материала [13]. По результатам испытаний установлено, что на ранних стадиях деформации происходит перестройка аморфной структуры, и в аморфной матрице начинают формироваться нанокристаллы – кристаллические области, размер которых не превышает 10 нм. Интересным является тот факт, что СПД приводит к существенному изменению структуры не только аморфных, но и кристаллических сплавов [14]. Известно [15], что даже при обычной деформации, не говоря уже о СПД, локальная степень деформации достигает высоких значений. Как следствие, происходит выделение тепловой энергии и спонтанное повышение температуры. Поскольку аморфное состояние является метастабильным и при нагреве до определенной температуры в сплаве начинается процесс кристаллизации то, соответственно, может осуществляться зарождение и рост равновесной кристаллической фазы [16]. Именно так и происходит в данном случае (рис. 1) при малых величинах деформации (до  $N=1$ ).

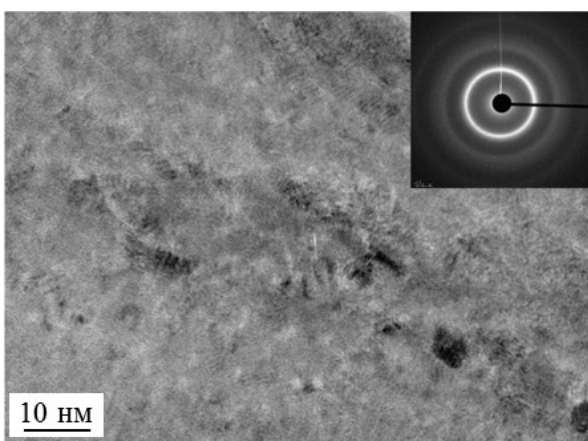


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение прямого разрешения для сплава  $Ni_{44}Fe_{29}Co_{15}Si_2B_{10}$  при  $N=1$

Если обратиться к гипотезе энергетического подобия плавления и разрушения, которая обыч-

но используется для деформируемых материалов, то можно оценить температуру через величину энергии предельного искажения кристаллической решетки  $A_u$ :

$$A_u = \int_{T_c}^{T_s} c_p(T) dT, \quad (1)$$

где  $T_s$  – температура солидус;  $T_c$  – критическая температура, при достижении которой можно пренебречь вкладом тепловых колебаний атомов в энергию решетки (она близка к комнатной температуре);  $c_p$  – теплоемкость при постоянном давлении.

Поскольку энергию единичной дислокации  $A_u$  можно оценить из соотношения

$$u = \frac{Gb^2}{2(1-\nu)}, \quad (2)$$

и  $A_u = u\rho_c$ , получим

$$\rho_c = \left[ \frac{2(1-\nu)}{Gb^2} \right] \int_{T_c}^{T_s} c_p(T) dT, \quad (3)$$

где  $G$  – модуль сдвига;  $b$  – вектор Бюргера;  $\nu$  – коэффициент Пуассона;  $u$  – энергия решетки;  $\rho_c$  – электрическое сопротивление.

Теоретические оценки показывают, что локальное повышение температуры может достигать  $500^\circ\text{C}$ . В этом случае локальная температура в зоне пластического сдвига может превысить температуру кристаллизации аморфного сплава и привести к образованию кристаллической фазы. Данный вывод хорошо согласуется с экспериментальными данными. В частности, для сплава  $Ni_{44}Fe_{29}Co_{15}Si_2B_{10}$  ( $T_{кр}=410^\circ\text{C}$ ) на ранней стадии деформации наблюдаются зарождающиеся нанокристаллы размером 5 нм. Следует отметить, что добиться получения подобной структуры возможно только при помощи сверхвысокой пластической деформации. Даже непродолжительный отжиг при температуре, близкой к температуре кристаллизации данного сплава, приводит к появлению в аморфной матрице нанокристаллов размером 50–100 нм (рис. 2).

Известно [17, 18], что в аморфном сплаве имеется избыточный свободный объем. На начальной стадии деформации доля избыточного свободного объема увеличивается [19], что приводит к резкому снижению микротвердости при  $N=0,5$ , и стимулирует более активную миграцию атомов на следующем этапе СПД ( $N=1$ ). Таким образом, при  $N \approx 1$  в неупорядоченной структуре происходит активное образование различного типа кластеров. Следствием такой перестройки структуры является изменение микротвердости. Поскольку рассло-

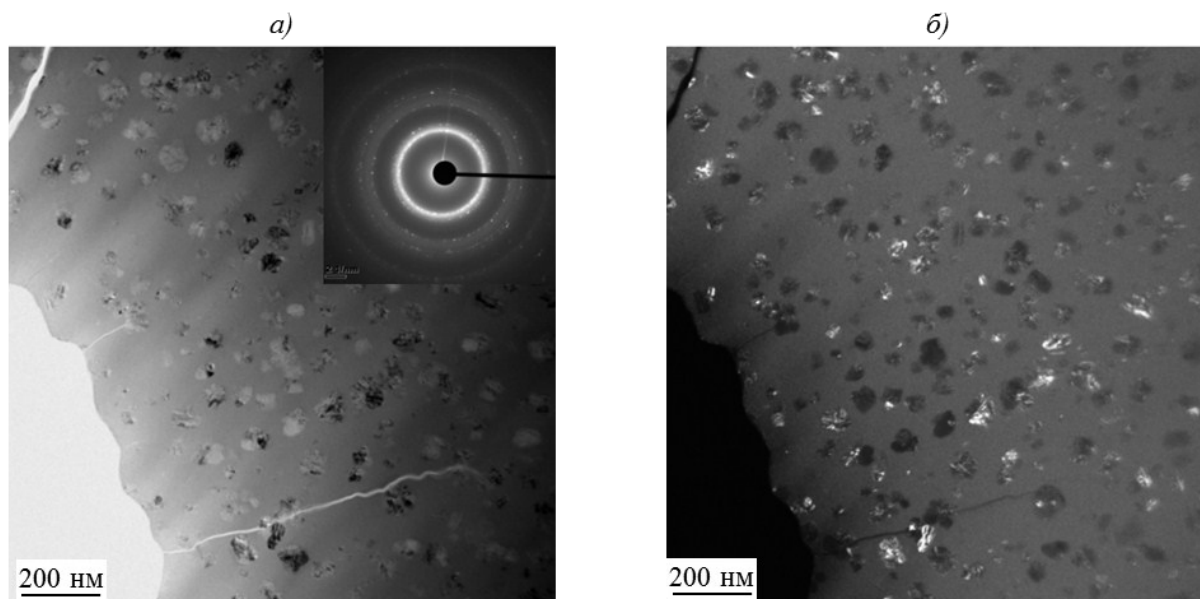


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение (*а, б* – светлое и темное поле соответственно) для сплава  $\text{Ni}_{44}\text{Fe}_{29}\text{Co}_{15}\text{Si}_2\text{B}_{10}$  после отжига

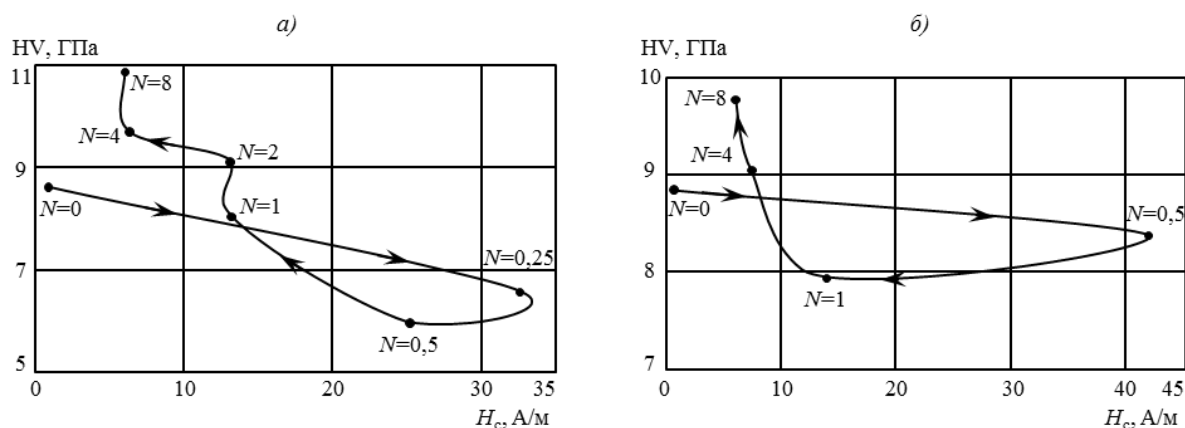


Рис. 3. Параметрическая петля для сплава  $\text{Ni}_{44}\text{Fe}_{29}\text{Co}_{15}\text{Si}_2\text{B}_{10}$  при температуре 293 (*а*) и 77 К (*б*). Стрелками указано направление возрастания величины деформации

ение аморфной матрицы ведет в данном случае к заметному изменению не только микротвердости, но и коэрцитивной силы и намагниченности насыщения, разумно предположить, что в процессе СПД в структуре возможно формирование областей, обогащенных и, соответственно, обедненных ферромагнитными компонентами.

Эффект одновременного изменения коэрцитивной силы и микротвердости наиболее наглядно проявляется при построении параметрической кривой (рис. 3, *а*), когда по осям отложены значения HV и  $H_c$ , а точки на графике соответствуют конкретным значениям величин деформации после определенного режима СПД. Если для данного сплава эксперимент проводить не при комнатной температуре, а при температуре жидкого азота, характер кривой не изменится (рис. 3, *б*). Стрелками на кривых показано направление возрастания величины СПД.

Для петли условно можно выделить три стадии: на первой стадии намагниченность насыщения увеличивается, а микротвердость снижается, на второй стадии намагниченность насыщения увеличивается, а микротвердость растет, наконец, на третьей стадии намагниченность насыщения уменьшается, а микротвердость увеличивается. Характерным является наличие образованного параметрической кривой замкнутого пространства, которое авторы назвали «магнитомеханической петлей». Появление «петли» явилось прямым следствием противоположного характера изменения HV и  $H_c$  [20].

Построение магнитомеханической петли необходимо для выбора деформационно-термической обработки с целью получения заданного уровня магнитных и механических свойств сплава.

### Заключение

Из вышесказанного можно сделать следующие выводы.

- Сверхвысокая пластическая деформация аморфного сплава  $\text{Ni}_{44}\text{Fe}_{29}\text{Co}_{15}\text{Si}_2\text{B}_{10}$  приводит к формированию нанокристаллов в аморфной матрице. Размер формирующихся нанокристаллов не превышает 20 нм во всем интервале деформации.
- На ранних стадиях сверхвысокой пластиче-

ской деформации микротвердость снижается, а коэрцитивная сила растет, что обусловлено процессами релаксации внутренних напряжений и изменением локальной структуры аморфного состояния.

- Предложен способ построения магнитномеханических петель, позволяющих выбирать режим термообработки для получения заданного уровня свойств.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года //Авиационные материалы и технологии. 2012. №8. С. 7–17.
2. Каблов Е.Н. Авиакосмическое материаловедение //Все материалы. Энциклопедический справочник. 2008. №3. С. 2–14.
3. Шуркова Е.Н., Вольный О.С., Изотова Т.Ф., Барботько С.Л. Исследование возможности снижения тепловыделения при горении композиционного материала путем изменения его структуры //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 27–29.
4. Разуваев Е.И., Лебедев Д.Ю., Бубнов М.В. Формирование ультрамелкозернистой и наноразмерной структуры в металлах и сплавах методами деформации //Авиационные материалы и технологии. 2010. №3. С. 3–7.
5. Валиев Р.З., Александров И.В., Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос. 2000. 271 с.
6. Абросимова Г.Е., Аронин А.С., Добаткин С.В., Зверькова И.И., Матвеев Д.В., Рыбченко О.Г., Татьянин Е.В. Нанокристаллизация аморфного сплава  $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$  под действием интенсивной пластической деформации //Физика твердого тела. 2007. Т. 49. №6. С. 983–989.
7. Глезер А.М. О природе сверхвысокой пластической (мегапластической) деформации //Известия РАН. Серия физическая. 2007. Т. 71. №12. С. 1767–1776.
8. Летников М.Н., Ломберг Б.С., Овсепян С.В. Исследование композиций системы Ni–Al–Co при разработке нового жаропрочного деформируемого интерметаллидного сплава //Труды ВИАМ. 2013. №10. Ст. 01 (viam-works.ru).
9. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Никелевые литейные жаропрочные сплавы нового поколения //Авиационные материалы и технологии. 2012. №8. С. 36–51.
10. Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Поварова К.Б., Базылева О.А., Морозова Г.И., Казанская Н.К. Малолегированные легкие жаропрочные высокотемпературные материалы на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  //Металлы. 1999. №1. С. 58–65.
11. Герасимов В.В., Демонис И.М. Формирование композиционной структуры в эвтектических сплавах при получении лопаток ГТД //Труды ВИАМ. 2013. №6. Ст. 01 (viam-works.ru).
12. Yosuke Harai, Masaaki Kai, Kenji Kaneko, Zenji Horita, Terence G. Langdon. Microstructural and mechanical characteristics of AZ61 magnesium alloy processed by high-pressure torsion //J. Japan Inst. Metals. 2007. V. 71. P. 213–217.
13. Тренингов И.А., Алексеев А.А., Зайцев Д.В., Филонова Е.В. Исследование фазовых и структурных изменений, а также остаточных напряжений в процессе высокотемпературной ползучести в сплаве ВЖМ4 //Авиационные материалы и технологии. 2011. №2. С. 11–20.
14. Ночовная Н.А., Иванов В.И., Алексеев Е.Б., Кочетков А.С. Пути оптимизации эксплуатационных свойств сплавов на основе интерметаллидов титана //Авиационные материалы и технологии. 2012. №8. С. 196–206.
15. Глезер А.М. //Доклады АН СССР. 1985. Т. 283. №1. С. 106.
16. Chen H., He Y., Shiflet G.J., Poon S.J. //Lett. Nature. 1994. V. 367. №2. P. 541.
17. Глезер А.М., Молотилов Б.В. Структура и механические свойства аморфных сплавов. М.: Металлургия. 1992. 207 с.
18. Берлин Ал.Ал., Балабаев Н.К. Имитация свойств твердых тел и жидкостей методами компьютерного моделирования //Соросовский образовательный журнал. Физика. 1997. №11. С. 85–92.
19. Сандитов Д.С., Сангадиев С.Ш. Новый подход к интерпретации флуктуационного свободного объема аморфных полимеров и стекол //Высокомолекулярные соединения. Сер. А. 1999. Т. 41. №6. С. 1–24.
20. Glezer A.M., Plotnikova M.R., Shalimova A.V. Structural and phase transformation during severe plastic deformation of amorphous alloys /In: «Fundamental and Applied Aspects of External Fields Action on Materials». Series «Fundamental Problems of Modern Material Science». Novokuznetsk. 2010. P. 293–300.