

**SHEAR BANDS DISTRIBUTION ON THE SURFACE
OF DEFORMED ZR-BASED BMG SAMPLES**

Vyacheslav Viktorovich Titov^{1a}, *Dmitry Valerievich Gunderov*^{1,2}, *Sofia Dmitrieva Gunderova*¹,
*Alfred Vasinovich Sharafutdinov*¹, *Vasily Vladimirovich Astanin*¹

¹ Ufa State Aviation Technical University, Marx Str. 12, Ufa, 450008, Russia

² Institute of Physics of Molecules and Crystals, Ufa Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences,
Pr. Oktyabrya 71, Ufa, 450054, Russia

^a molotovmelnik@gmail.com

ABSTRACT

Initial BMG $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ samples and the samples after high-pressure torsion (HPT) were subjected to a flexural test. Further, the surface on a tensile side of each sample closest to the fracture edge was observed using scanning electron microscopy (SEM) consistently for the initial state and the states after 1, 5 and 10 HPT revolutions. HPT processing was carried under a pressure $P = 6$ GPa on $\varnothing 10$ mm anvils with a 0.3 mm depth groove, with a rotation speed of 1 rpm, at room temperature (RT). As blanks for mechanical testing, rectangles with parameters of 10 mm in length, 2 mm in width and 0.6 mm in height were cut from alloy disks. During the present study, we found a tendency to decrease in the shear bands density from the edge of the fracture to the far end band, accompanied by an increase in the average distance between adjacent bands with distance from the edge of the fracture. The sample subjected to 10 HPT revolutions showed greater plasticity, i.e. it experienced greater plastic deformation before fracture, compared to initial one. Furthermore, there was no increase in the density of bands on the sample surface after HPT and three-point bending. Probably, during HPT there are additional deformation mechanisms, replacing the formation of pronounced bands on the surface.

KEYWORDS

Bulk metal glasses; high pressure torsion; scanning electron microscopy; fracture; shear bands; deformation.

**РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛОС СДВИГА НА ПОВЕРХНОСТИ
ДЕФОРМИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ZR**

Вячеслав Викторович Титов^{1a}, *Дмитрий Валерьевич Гундеров*^{1,2},
*Софья Дмитриева Гундерова*¹, *Альфред Васинович Шарафутдинов*¹,
*Василий Владимирович Астанин*¹

¹ Уфимский государственный авиационный технический университет, Россия, 450008, Уфа, ул. К. Маркса, 12

² Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук, Россия, 450054, Уфа, пр. Октября, 71

^a molotovmelnik@gmail.com

АННОТАЦИЯ

Проведены механические испытания на трехточечный изгиб образцов ОМС (объемных металлических стёкол) состава $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ в исходном состоянии и после интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) по различным режимам. Методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), были изучены поверхности «растяжения» образцов в различных состояниях после испытаний на трехточечный изгиб. ИПДК проводили на наковальнях диаметром 10 мм с канавкой глубиной 0,3 мм. Давление при ИПДК составило 6 ГПа, скоростью вращения 1 об/мин, при комнатной температуре, число оборотов наковален n составило 1, 5, 10 оборотов. Из исходных ОМС и крученных дисков вырезались заготовки $10 \times 2 \times 0,6$ мм для испытаний на трехточечный изгиб. Данные механических испытаний на трехточечный изгиб показывают, что в результате 5 оборотов ИПДК пластичность сплава несколько повысилась; еще более пластичность сплава повысилась после 10 оборотов ИПДК. Таким образом, предварительная ИПДК исследуемого материала приводит к повышению его пластических характеристик. В ходе исследования поверхности образцов после трехточечного изгиба была обнаружена тенденция к уменьшению плотности полос сдвига от края излома к недеформированным областям образца, сопровождаемая увеличением среднего расстояния между соседними полосами по мере удаления от края излома. Образец после ИПДК $n = 10$ показал большую пластичность, т.е. испытал большую пластическую деформацию до разрушения, чем исходный. Однако увеличения плотности полос на поверхности образца после ИПДК и трехточечного изгиба не произошло. Вероятно, после ИПДК имеют место дополнительные механизмы деформации, замещающие формирование выраженных полос на поверхности.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Объемные металлические стекла; интенсивная пластическая деформация кручением; сканирующая электронная микроскопия; излом; полосы сдвига, деформация.

Введение

Аморфные материалы являются перспективным классом материалов, обладающим значительным потенциалом для применения в технике и на производстве [1–3]. Им присущи уникальные механические и магнитные свойства, повышенная биосовместимость и высокая коррозионная стойкость [1–3]. Однако важным недостатком, препятствующим проникновению аморфных сплавов на рынок конструкционных материалов, остается их высокая хрупкость и низкая термостабильность, обуславливающая сравнительно небольшой температурный диапазон их использования [1].

Отметим, что в последние несколько лет проводились исследования влияния различных процессов пластической деформации на свойства ОМС [4–6]. Большой интерес

представляет метод интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК), ввиду того, что при данном методе возможно достижение больших деформаций в условиях высокого квазигидростатического давления [7, 8], что предотвращает разрушение образца. Это особенно важно для хрупких и труднодеформируемых материалов. При осуществлении ИПДК, образец в форме диска помещается между двумя бойками и подвергается одновременному сжатию (давлению) и кручению. В кристаллических металлах обработка методом ИПДК приводит к измельчению зерен и формированию ультрамелкозернистой структуры [7, 8]. В аморфных сплавах большая сдвиговая деформация, реализованная методом ИПДК, приводит к формированию локализованных полос сдвига высокой плотности (которые имеют

также аморфную структуру и при полировке-травлении не выявляются). ИПДК приводит к значительным изменениям в локальной атомной структуре аморфных сплавов [9–11], изменениям свободного объема и к нанокристаллизации в аморфных сплавах некоторых составов [11–13]. И, как следствие, изменяются свойства [14–16], увеличивается скоростная чувствительность материала [17], появляется пластичность на растяжение [18]. В этой связи исследование микроструктуры аморфных сплавов после обработки методом ИПДК представляет как научный, так и технологический интерес.

Изменение структуры в результате воздействия ИПДК должно приводить к изменению механизма деформации. Возможно, должно изменяться распределение полос сдвига формирующихся при деформации, их частота и протяженность. Однако при механических испытаниях на растяжение аморфные сплавы разрушаются хрупко. Оценить механическое поведение ОМС позволяет более мягкая схема деформации, реализуемая методикой трехточечного изгиба, при которой аморфные сплавы могут проявлять пластичность. Но для испытаний на трехточечный изгиб на фирменных установках требуются образцы относительно больших сечений, которые нельзя изготовить из ИПДК-дисков. В Уфе, на базе БашГУ была создана уникальная установка, позволяющая проводить механические испытания трехточечного изгиба на малых образцах ОМС размером $10 \times 1 \times 0,5$ мм [19, 20]. Подобные образцы можно вырезать, в том числе, и из ИПДК заготовок (из дисков диаметром 10 мм, толщиной 0,6 мм). Поэтому применение этой установки позволяет провести сравнительные исследования механических свойств до и после ИПДК. Так было выявлено, что предварительная ИПДК аморфного сплава $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ приводит к повышению

пластичности на микрообразцах этого сплава при испытаниях на трехточечный изгиб [21].

При испытаниях аморфных сплавов на трехточечный изгиб на поверхности у краев излома формируется система полос сдвига, и их анализ позволяет судить об особенностях деформации. Поэтому целью настоящей работы является изучение влияния ИПДК на характеристики формирования полос сдвига на поверхности образца после трехточечного изгиба.

1. Образцы и методы исследований

Исходным материалом исследований служило объемное металлическое стекло $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$. Пластины ОМС $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ с размерами $60 \times 10 \times 2$ мм получены ст. науч. сотр. А. Базловым в МИ-СиС, Москва литьем в массивную медную изложницу. Скорость охлаждения расплава при этом составила около 10^2 К/с.

Образцы в виде дисков диаметром 10 мм и толщиной 0,75 мм были вырезаны из исходной пластины ОМС для проведения деформации кручением (ИПДК). ИПДК проводили на наковальнях диаметром ≈ 10 мм с канавкой глубиной 0,3 мм под давлением 6 ГПа, скоростью вращения 1 об/мин, при комнатной температуре. Диски аморфного сплава подвергались ИПДК с числом оборотов наковален n 1, 5, и 10 оборотов.

Для испытаний на трехточечный изгиб из исходных ОМС и ИПДК-дисков электроэрро вырезались образцы-микропрямоугольники $10 \times 2 \times 0,6$ мм. Все поверхности образцов шлифовались и полировались. Принципиальная схема испытания показана на рис. 1. Образец подвергается изгибу с постоянной скоростью 10^{-3} с^{-1} в середине между опорами до разрушения. Во время испытаний измерялась нагрузка, приложенная к образцу, значения прогиба регистрировались высокоскоростной видеокамерой.

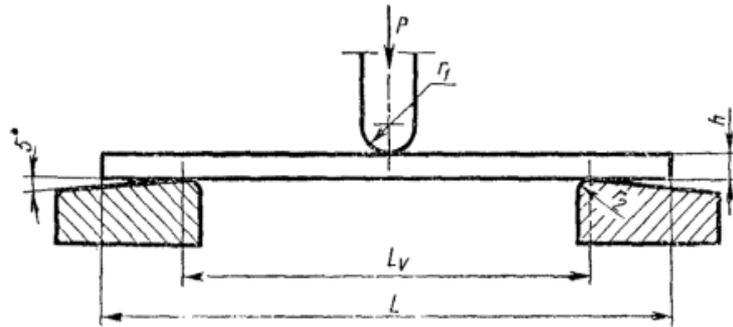


Рис. 1. Схема испытания на трехточечный изгиб

Fig. 1. Flexural test scheme

Исследование поверхности образцов после испытаний на трехточечный изгиб проводилось методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе JEOL JSM 6390 в режиме вторичных электронов.

Методика определения межполосовых расстояний заключалась в измерении длин

участков секущих, проведенных на изображении СЭМ в одинаковом для всех образцов разрешении (рис. 2), от пересечения ими множества сдвиговых полос, вышедших на поверхность образца вблизи края излома в процессе деформации.

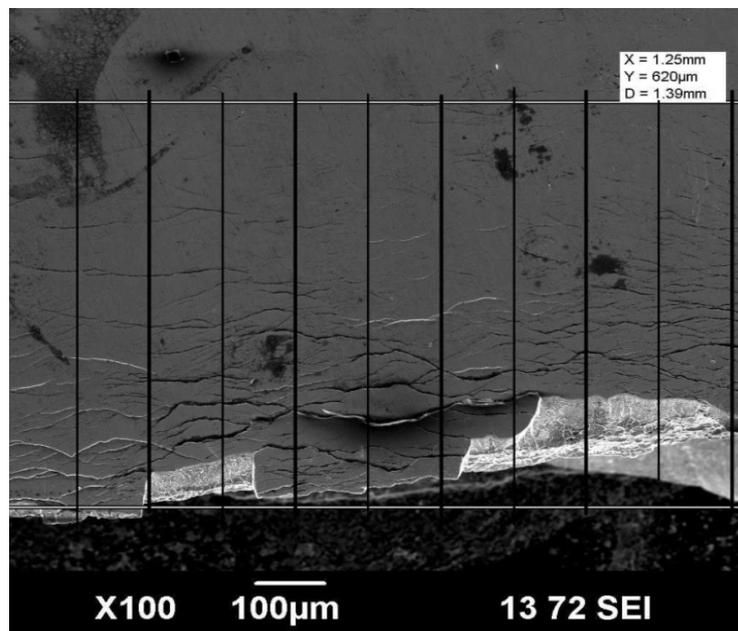


Рис. 2. Пример определения межполосовых расстояний при помощи секущих на изображении СЭМ OMS $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ после испытаний на трехточечный изгиб

Fig. 2. Example of intershear distances measuring using secants on the SEM image of the OMS $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ after flexural tests

Далее определялась величина области деформации растяжения, а также среднее расстояние между полосами.

2. Результаты исследований

Анализ данных после испытаний на трехточечный изгиб показывает, что после ИПДК в ОМС $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ наблюдается некоторый рост пластической деформации до разрушения – с примерно 1,5% в исходном состоянии до 2,2% после ИПДК $n = 10$. Повышение пластичности после ИПДК вероятно связано с ростом свободного объема и формированием в результате ИПДК гетерогенностей (полос сдвига) в структуре ОМС, на которых при последующем нагружении при испытаниях формируются дополнительные микрополосы сдвига, что повы-

шает пластичность. В результате нагружения образца предварительно деформированного аморфного сплава в нем возникает большее множество полос сдвига, что обуславливает его большую пластичность. Таким образом, предварительная ИПДК исследуемого материала приводит к повышению его пластических характеристик. Механические характеристики материала после испытаний на трехточечный изгиб приведены в табл. 1.

Исследования методом СЕМ показали, что на поверхности каждого образца, в области близкой к краю излома, обнаруживается множество полос локализованной пластической деформации. Результаты измерения ширины области с полосами, и среднего расстояния между полосами для каждого образца приведены в табл. 2.

Таблица 1. Результаты механических испытаний на трехточечный изгиб ОМС $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ в различных состояниях (ϵ , % – общая деформация до разрушения (включая упругую); ϵ_n , % – пластическая деформация до разрушения; σ_r – напряжение разрушения)

Table 1. Flexural test results for $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ BMG samples of different states (ϵ , % – total strain to fracture (including elastic deformation; ϵ_n , % – plastic deformation to fracture; σ_r – fracture stress)

Состояние / State	σ_r , Мпа / МПа	σ_B , Мпа / МПа	σ_r , Мпа / МПа	ϵ , %	ϵ_n , %
Исходное / Initial	2160	2760	2680	4,4	1,5
ИПДК 1 оборот / НРТ 1 revolution	2400	3130	3080	5,7	1,7
ИПДК 5 оборотов / НРТ 5 revolutions	2070	2700	2600	6	1,6
ИПДК 10 оборотов / НРТ 10 revolutions	2400	3190	3080	6,1	2,2

Таблица 2. Расстояния между полосами после испытаний образцов ОМС $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ на трехточечный изгиб

Table 2. Distances between shear bands in $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ BMG samples after flexural test

Состояние / State	Расстояние от излома до крайней полосы, μm / Distance from the edge of the fracture to the far end band, μm	Среднее расстояние между полосами, μm / Average distance between shear bands, μm	ϵ_n , %
Исходное / Initial	502	27	1,5
ИПДК 1 оборот / НРТ 1 revolution	499	23	1,7
ИПДК 5 оборотов / НРТ 5 revolutions	547	24	1,6
ИПДК 10 оборотов / НРТ 10 revolutions	420	44	2,2

Вид поверхности излома и соответствующая ему диаграмма распределения расстояний между полосами сдвига в результате

пластической деформации представлены на рис. 3–6.

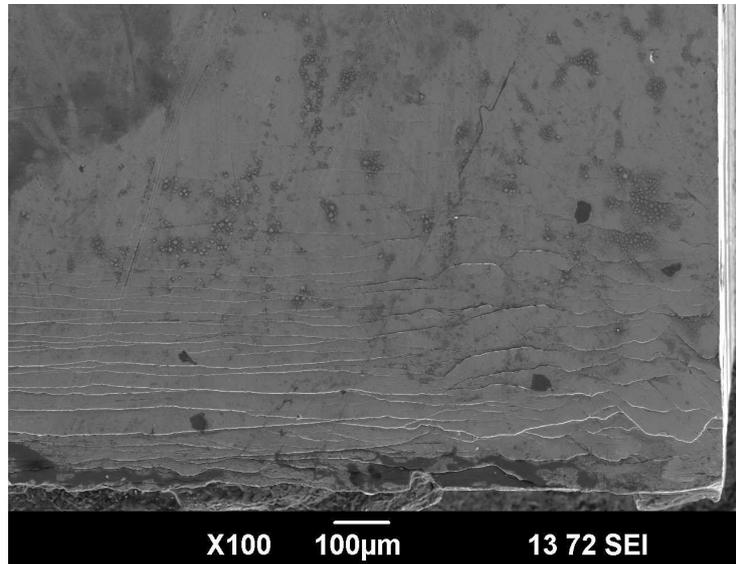


Рис. 3. Изображение поверхности образца ОМС исходного состояния вблизи края излома

Fig. 3. Surface image of the initial state BMG sample near the fracture edge

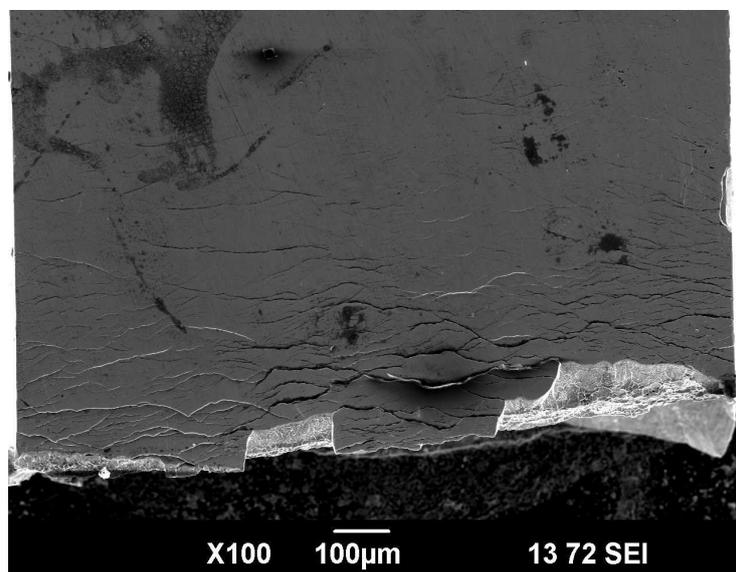


Рис. 4. Изображение поверхности образца ОМС после 1 оборота ИПДК вблизи края излома

Fig. 4. Surface image of the HPT processed (1 revolution) sample near the fracture edge

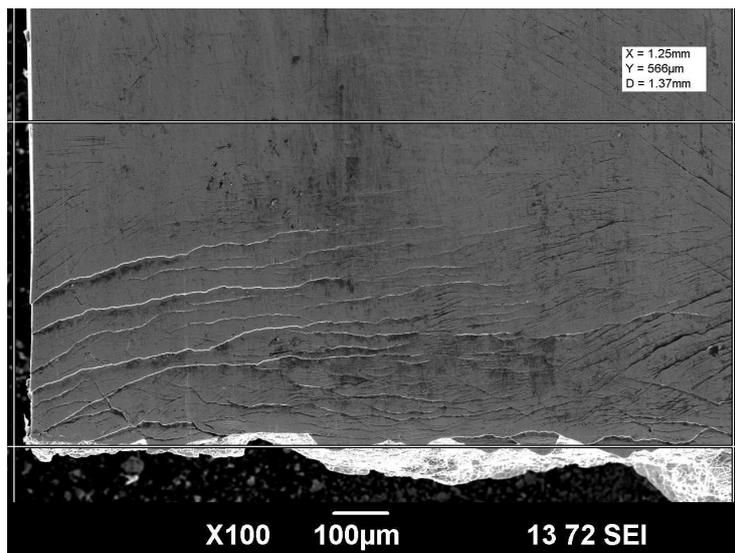


Рис. 5. Изображение поверхности образца ОМС после 5 оборотов ИПДК вблизи края излома

Fig. 5. Surface image of the HPT processed (5 revolutions) sample near the fracture edge

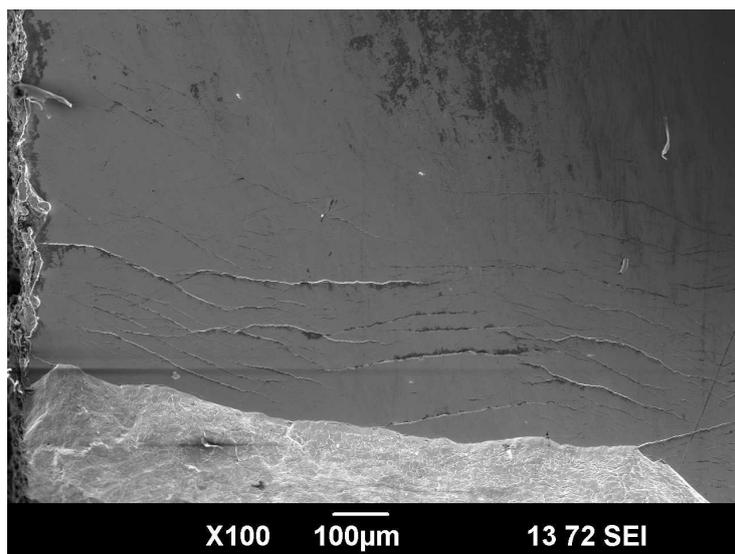


Рис. 6. Изображение поверхности образца ОМС после 10 оборотов ИПДК вблизи края излома

Fig. 6. Surface image of the HPT processed (10 revolutions) sample near the fracture edge

3. Обсуждение результатов

Согласно данным, представленным в табл. 1, четкая корреляция между пластичностью сплава, величиной области расположения полос на его поверхности, и качественным изменением в расстоянии между соседними полосами, не отмечается. Однако, как представлено на рис. 3–6, прослежи-

вается тенденция к уменьшению плотности полос локализованной пластической деформации или, иначе, увеличению расстояния между соседними полосами по мере удаления от края излома. В состоянии после ИПДК $n = 10$ с наибольшей пластичностью фиксируется наибольшее среднее расстояние между полосами.

Изначально предполагалось, что чем выше плотность полос, и шире область их расположения, тем более пластичным должен оказаться материал, но полученные результаты об этом не свидетельствуют. По результатам испытаний на трехточечный изгиб видно, что пластичность образцов после 10 оборотов ИПДК выросла почти в 1,5 раза по сравнению с образцами исходного состояния. Увеличение пластичности означает, что образец ИПДК $n = 10$ испытал большую пластическую деформацию до разрушения, чем исходный. Однако увеличения плотности полос на поверхности образца после ИПДК не произошло. Вероятно, после ИПДК имеют место дополнительные механизмы деформации, замещающие формирование выраженных полос на поверхности. Это может быть формирование сетки из микрополос или гомогенная деформация. Данный вопрос требует дополнительных исследований.

Выводы

Произведены механические испытания на изгиб образцов ОМС $Zr_{62}Cu_{22}Al_{10}Fe_5Dy_1$ исходного состояния и после ИПД. Методом СЭМ изучены поверхность «растяжения» образцов после трехточечного изгиба. Исследованы поверхности образцов в исходном состоянии и предварительно подвергнутых 1, 5 и 10 оборотов ИПДК.

Анализ данных после испытаний на трехточечный изгиб показывает, что после ИПДК в ОМС Zr-62 наблюдается некоторый рост пластической деформации до разрушения – с примерно 1,5% в исходном состоянии до 2,2% после ИПДК $n = 10$. Повышение пластичности после ИПДК вероятно связано с ростом свободного объема и формированием в результате ИПДК гетерогенностей (полос сдвига) в структуре ОМС, на которых при последующем нагружении при испытаниях формируются дополнительные микрополосы сдвига, что повышает пластичность.

Обнаружена тенденция к уменьшению плотности полос сдвига от края излома до крайней полосы, сопровождаемая уве-

личением среднего расстояния между соседними полосами по мере удаления от края излома. По результатам испытаний на трехточечный изгиб пластичность образцов после 10 оборотов ИПДК выросла почти в 1,5 раза по сравнению с образцами исходного состояния. Однако увеличения плотности полос на поверхности образца ИПДК $n = 10$ не произошло. Вероятно, после ИПДК имеют место дополнительные механизмы деформации, замещающие формирование выраженных полос на поверхности. Это может быть формирование сетки из микрополос или гомогенная деформация.

Благодарности / Acknowledgments

Исследования выполнены при поддержке проекта РФФИ-а 20-08-00497.

The reported study was supported by RFBR-a, project number 20-08-00497.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Louzguine-Luzgin D. V., Inoue A. Bulk Metallic Glasses. Formation, Structure, Properties, and Applications // Handb. Magn. Mater. 2013. V. 21. P. 131–171. DOI: 10.1016/B978-0-444-59593-5.00003-9.
2. Люборский Ф. Е. Аморфные металлические сплавы. М.: Металлургия, 1987. 584 с.
3. Greer A. L., Ma E. Bulk Metallic Glasses: At the Cutting Edge of Metals Research // MRS Bull. 2007. V. 32, Iss. 8. P. 611–619. DOI: 10.1557/mrs2007.121.
4. Improved plasticity of bulk metallic glasses upon cold rolling / M. H. Lee et al. // Scr. Mater. 2010. V. 62, Iss. 9. P. 678–681. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.01.024.
5. Enhancement of Ductility and Plasticity of Zr-55Cu30Al10Ni5 Bulk Glassy Alloy by Cold Roll-ing / Y. Yokoyama et al. // Mater. Trans. 2001. V. 42, No. 4. P. 623–632. DOI: 10.2320/matertrans.42.623.
6. Introducing strain hardening capability to improve ductility of metallic glasses via severe plastic deformation / Y. B. Wang et al. // Acta Mater. 2012. V. 60, Iss. 1. P. 253–260. DOI: 10.1126/sciadv.abe3105.
7. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // Prog. Mater. Sci. 2000. V. 45, Iss. 2. P. 103–189. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00007-9.
8. The Innovation Potential of Bulk Nanostructured Materials / R. Z. Valiev et al. // Adv. Eng. Mater. 2007. V. 9, Iss. 7. P. 527–533. DOI: 10.1002/adem.200700078.

9. Atomic-level structural modifications induced by severe plastic shear deformation in bulk metallic glasses / X. D. Wang et al. // *Scr. Mater.* 2011. V. 64, Iss. 1. P. 81–84. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.015.
10. Фазовые превращения в кристаллическом и аморфном сплаве Nd₂Fe₁₄B, подвергнутом интенсивной пластической деформации / Д. В. Гундеров и др.; под ред. В. В. Устинова, Н. И. Носковой // Сб. «Проблемы нанокристаллических материалов». Екатеринбург: УрО РАН, 2002. С. 358–367.
11. Использование интенсивных деформаций для получения объемных нанокристаллических материалов из аморфных сплавов / Валиев Р. З. и др. // Докл. РАН. 2004. Т. 398, № 1. С. 54–56.
12. Наблюдение аморфно-кристаллических фазовых переходов при мегапластической деформации сплава Ti₅₀Ni₂₅Cu₂₅ / Г. И. Носова и др. // Кристаллография. 2009. Т. 54, № 6. С. 1111–1118.
13. High pressure torsion induced structural transformations in Ti- and Zr-based amorphous alloys / R. Z. Valiev et al. // *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2018. V. 447. Article number 012052. DOI: 10.1088/1757-899X/447/1/012052.
14. Hóbor S., Kovács Z., Rósz D. Macroscopic thermoplastic model applied to the high pressure torsion of metallic glasses // *J. Appl. Phys.* 2009. V. 106, Iss. 2. Article number 023531. DOI: 10.1063/1.3176950.
15. Henits P., Révész Á., Kovács Z. Free volume simulation for severe plastic deformation of metallic glasses // *J. Mech. Mater.* 2012. V. 50. P. 81–87. DOI: 10.1016/j.mechmat.2012.03.008.
16. Révész Á., Schaffler E., Kovács Z. Structural anisotropy in a Zr₅₇Ti₅Cu₂₀Al₁₀Ni₈ bulk metallic glass deformed by high pressure torsion at room temperature // *Appl. Phys. Lett.* 2008. V. 92, Iss. 1. Article number 011910. DOI: 10.1063/1.2830992.
17. Gunderov D., Astanin V. Influence of HPT deformation on the structure and properties of amorphous alloys // *Metals.* 2020. V. 10, Iss. 3. Article number 415. DOI: 10.3390/met10030415.
18. Work-hardening induced tensile ductility of bulk metallic glasses via high-pressure torsion / S.-H. Joo et al. // *Sci. Rep.* 2015. V. 5. Article number 9660. DOI: 10.1038/srep09660.
19. Enhanced strain rate sensitivity of Zr-based bulk metallic glasses subjected to high pressure torsion / E. V. Boltynjuk et al. // *Journal of Alloys and Compounds.* 2018. V. 747. P. 595–602. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.03.018.
20. Титов В. В., Гундеров Д. В. Характерные особенности изломов образцов после механических испытаний на трехточечный изгиб аморфных сплавов после ИПДК // Мавлютовские чтения: материалы V Международной научно-технической конференции. Уфа: УГАТУ, 2021. Том 6. С. 164–167.
21. Effect of high-pressure torsion on the mechanical behavior of a Zr-based BMG / D. Gunderov et al. // *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.* 2019. V. 672. Article number 012028. DOI: 10.1088/1757-899X/672/1/012028.