

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский технологический
университет «МИСИС»**

Ошоров Аюр Дашеевич

**МЕХАНИЗМЫ РАЗРУШЕНИЯ СЛОИСТЫХ СТРУКТУР НА ОСНОВЕ
АМОРФНЫХ-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ В ТЕМПЕРАТУРНОМ
ДИАПАЗОНЕ 77 – 293 К**

2.6.6 Нанотехнологии и наноматериалы

автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, доцент
Ушаков Иван Владимирович

Москва – 2024

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Изучение механизмов деформирования и разрушения в слоистых композитах на основе нанокристаллических/аморфных и кристаллических металлических сплавов при низких температурах является актуальной задачей и имеет важное значение в понимании закономерностей пластичности и разрушения слоистых структур в условиях криогенного охрупчивания. Практическое значение в этом случае имеет разработка наноструктурных материалов и композитов на их основе, сохраняющих пластичность и вязкий характер разрушения при криогенных температурах.

В настоящее время существует потребность в композиционных материалах, характеризующихся высокой механической прочностью. В ряде случаев к композитам предъявляются дополнительные требования, связанные со способностью сохранять прочностные свойства при низких температурах. Такие материалы востребованы, например, для арктических/антарктических регионов, криогенной промышленности и пр.

Современная промышленность на протяжении многих лет использует аморфные и аморфно-нанокристаллические металлические сплавы. Аморфные и аморфно-нанокристаллические металлические сплавы обладают комплексом уникальных физико-механических свойств. Прочность многих аморфных сплавов превосходит прочность высокопрочностных сталей, аморфные сплавы обладают высокой коррозионной стойкостью и т.д. Однако аморфные и аморфно-нанокристаллические металлические сплавы недостаточно широко используются в качестве конструкционных материалов. До сих пор существуют технические сложности, а иногда и принципиальная невозможность, изготовления объемных аморфных металлических образцов. Поэтому, как правило, аморфные и аморфно-нанокристаллические металлические сплавы изготавливаются в виде тонких полос, порошка, лент, гранул и проволоки. В то же время ограничения, связанные с размером образцов, не возникают при изготовлении композитов на основе нанокристаллических и аморфных сплавов.

Создание слоистых композитов на основе аморфных и нанокристаллических сплавов открывает новые возможности для инженерии материалов. Такие композиты могут сочетать в себе лучшие свойства обоих типов материалов, обеспечивая высокую прочность при сохранении достаточной гибкости и пластичности. Это делает их идеальными для создания конструкционных элементов, способных выдерживать высокие нагрузки и сложные условия эксплуатации.

С физической точки зрения в тонких слоистых композиционных материалах, наибольший интерес могут представлять градиентные слоистые структуры, то есть структуры, в которых вдоль некоторого направления изменяется одна или несколько физико-механических характеристик. Такими свойствами могут обладать границы раздела аморфный/нанокристаллический металлический сплав – микрокристаллический сплав, нанокристаллический металлический сплав – полимерный материал и т. д.

Цель диссертационной работы – выявление механизма разрушения слоистых структур на основе аморфных-нанокристаллических-кристаллических металлических сплавов в температурном диапазоне 77–293 К и создание композиционных соединений на основе нанокристаллических/аморфных сплавов, сохраняющих прочность в условиях одноосного растяжения при криогенных температурах.

Задачи исследования:

1. Разработать методику создания тонких слоистых композитов на основе нанокристаллического/аморфного – легкоплавких металлических сплавов, сохраняющих механическую прочность и вязкий характер разрушения в условиях одноосного растяжения при криогенных температурах.

2. Исследовать морфологические особенности разрушения тонких слоистых композиционных соединений «нанокристаллическая/аморфная пленка – легкоплавкий металлический сплав – нанокристаллическая/аморфная пленка» в условиях одноосного растяжения при температурах 77, 195, 293 К.

3. Определить закономерности деформирования и разрушения тонких слоистых композитов нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы в условиях одноосного растяжения в интервале температур 77 – 293 К.

4. Определить специфику распределения температуры в области вершины трещины, распространяющейся в тонких слоистых композиционных соединениях нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы, методом компьютерного моделирования.

5. Исследовать влияние эффекта саморазогрева в вершине магистральной трещины, распространяющейся в тонких слоистых композиционных соединениях нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы, на характер их разрушения в интервале температур 77 – 293 К.

Научная новизна результатов исследования

1. Предложена модель формирования области саморазогрева в вершине трещины, распространяющейся в тонких слоистых структурах нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы, объясняющая вязкий характер роста трещины при криогенных температурах.

2. Впервые определены закономерности разрушения и деформирования тонких слоистых композитов нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы в условиях одноосного растяжения при криогенных температурах.

3. Установлены зависимости механического напряжения от деформации для тонких слоистых композиционных соединений нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы в интервале температур 77 – 293 К.

4. Впервые определены закономерности распределения теплового поля в вершине трещины с локальным участком саморазогрева, распространяющейся в композите аморфная/нанокристаллическая пленка – легкоплавкий сплав при криогенных температурах.

Практическая значимость работы

Разработаны композиционные соединения аморфная/нанокристаллическая пленка – легкоплавкий сплав - аморфная/нанокристаллическая пленка, сохраняющие механическую прочность в условиях одноосного растяжения и вязкий характер разрушения при криогенных температурах, что позволяет использовать их в криогенной промышленности и в условиях Арктики/Антарктики.

Разработана программа для ЭВМ «Программа для моделирования механических характеристик трехслойного композиционного соединения в условиях растяжения» (номер государственной регистрации 2023660086), предназначенная для моделирования прочностных свойств слоистого композиционного соединения в условиях растяжения. Программа может быть использована для прогнозирования механических свойств слоистых композиционных соединений.

На защиту выносятся следующие положения

1. Зависимости механического напряжения от деформации для тонких слоистых композиционных соединений нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы при одноосном растяжении в интервале температур 77 – 293 К.

2. Закономерности распределения теплового поля в вершине трещины с локальным участком саморазогрева, распространяющейся в тонком слоистом композите нанокристаллическая/аморфная пленка – легкоплавкий сплав при криогенных температурах.

3. Механизм локального прогрева материала у вершины трещины, распространяющейся в тонком слоистом композите нанокристаллическая/аморфная пленка – легкоплавкий сплав, обеспечивающий вязкий характер разрушения композита при криогенных температурах.

4. Методика создания слоистых композиционных соединений аморфные/нанокристаллические – легкоплавкие металлические сплавы, сохраняющих вязкий характер разрушения при температуре жидкого азота.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием стандартных методик испытаний, соответствием полученных результатов современным теоретическим

представлениям, подтверждением теоретических представлений экспериментальными результатами, апробацией результатов на научных конференциях.

Личный вклад автора. На всех этапах выполнения диссертационной работы автор принимал прямое участие в постановке задач исследования, в планировании и методическом обеспечении эксперимента, в проведении большинства экспериментальных измерений, в обсуждении полученных результатов и формулировании выводов. Вся экспериментальная работа и необходимые расчеты проводились соискателем лично или при его непосредственном участии.

Публикации. Основные результаты диссертации опубликованы в 19 работах. В том числе в 8 статьях, опубликованных в журналах из перечня, рекомендованного ВАК и/или индексируемых WoS/Scopus, в 9 тезисах и материалах докладов научных конференций. Получены два Свидетельства о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2022662069 «Расплав 1.0» и № 2023660086 «Программа для моделирования механических характеристик трехслойного композиционного соединения в условиях растяжения».

Апробация работы. Основные результаты исследования были представлены на научных конференциях: XV Межд. семинаре «Структурные основы модифицирования материалов» (18-20 июня 2019 г., Обнинск, РФ); II Всероссийской национальной науч. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых «Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований» (08-12 апреля 2019 г., Комсомольск-на-Амуре, РФ); VIII Межд. конф. «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (19-22 ноября 2019 г., Москва, РФ); I Межд. молодежной науч. конф. «Новые материалы XXI века: разработка, диагностика, использование» (21-24 апреля 2020 г., Москва, РФ); XVI Межд. семинаре «Структурные основы модифицирования материалов» (15-17 июня 2021 г., Обнинск, РФ); IV Всероссийской национальной науч. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых «Молодежь и наука: актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований» (12-16 апреля 2019 г., Комсомольск-на-Амуре, РФ); 21-ой межд. конф. «Авиация и космонавтика» (21-25 ноября 2022 г., Москва, РФ); XI Межд. школе «Физическое материаловедение» (11-15 сентября 2023 г., Тольятти, РФ); XII Межд. симпозиуме «Материалы во внешних полях» (13-14 марта 2023 г., Новокузнецк, РФ); Межд. научно-техн. конф. «Материалы, оборудование и ресурсосберегающие технологии» (25-26 апреля 2024 г., Могилев, Республика Беларусь).

Структура и объём работы. Диссертация состоит из введения, 4 глав, общих выводов, списка цитируемой литературы из 183 наименований и 2 приложений. Работа изложена на 143 страницах машинописного текста и содержит 41 рисунок.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертационного исследования, определены цель и задачи исследования. Сформулированы: научная новизна; теоретическая и практическая значимость работы; положения, выносимые на защиту; представлена информация об апробации работы на научных конференциях.

В первой главе представлен критический обзор литературных данных, посвященных композиционным соединениям, современным методам их получения и основным физико-механическим свойствам. Отдельно проанализирована специфика получения и механические свойства слоистых композиционных соединений. Рассмотрены способы изготовления металломатричных слоистых композитов: методом прессования; диффузионной сваркой; сваркой взрывом и жидкофазными способами. Особое внимание уделено анализу физических свойств аморфных и наноструктурных материалов с точки зрения возможности их использования при изготовлении композиционных соединений.

Проанализирована специфика роста трещин в твердых материалах, в том числе в условиях охрупчивания, вызванного влиянием низких температур. Проведен критический анализ литературных данных, посвященных разрушению слоистых композиционных соединений. Показано, что физико-механические свойства композиционных соединений во многом зависят от структуры материала в области соединения компонентов слоистого композиционного соединения.

На основе анализа имеющихся теоретических представлений и экспериментальных данных обоснован выбор аморфных, нанокристаллических и легкоплавких металлических сплавов в качестве основного объекта исследования, сформулирована цель работы и определены задачи исследования.

Во второй главе описаны разработанные методики создания тонких слоистых композиционных соединений на основе тонких аморфных и нанокристаллических металлических лент. В качестве основного компонента всех тонких слоистых композиционных соединений использовали аморфную металлическую ленту марки 82K3XCP ($\text{Co}_{71,66}\text{Si}_{17,09}\text{B}_{4,73}\text{Fe}_{3,38}\text{Cr}_{3,14}$) или нанокристаллическую ленту марки 5БДСР ($(\text{Fe}_{77}\text{Si}_{13}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{B}_6)$ (производитель ПАО «Ашинский металлургический завод»).

На основе тонких аморфных и нанокристаллических металлических лент, а также тонких отожженных аморфных лент (переведенных контролируемым отжигом в аморфно-нанокристаллическое состояние) подготовлены различные виды слоистых композиционных соединений: 1) композиты на основе аморфно-нанокристаллических лент и полиэфирной смолы (в том числе с добавлением углеродных нанотрубок); 2) композиты на основе нанокристаллических/аморфных лент и полиэфирной смолы; 3) композиты на основе тонких нанокристаллических/аморфных лент и легкоплавких металлических сплавов.

На основании экспериментальных данных рассмотрена специфика определения вязкости микроразрушения многослойных композиционных соединений на основе аморфно-нанокристаллических пленок в тех случаях, когда локальное нагружение пирамидкой Виккерса не позволяет создать стандартную картину из трещин, объединенных в симметричные вложенные фигуры. Предложена уточненная методика измерений и формулы расчета коэффициента вязкости микроразрушения. Установлены зависимости микротвердости данных слоистых композитов от нагрузки на индентор. Рассмотрена специфика расчета коэффициента вязкости микроразрушения многослойных композиционных соединений, когда глубина вдавливания немонотонно зависит от нагрузки на индентор, что является особенностью многих тонких многослойных композиционных соединений.

Разработана методика создания композиционных соединений на основе аморфных/нанокристаллических лент и легкоплавких сплавов. В качестве легкоплавких металлических сплавов использовали: припой ПОСК 50-18: 50% Sn + 32% Pb + 18% Cd (вес. %) (температура плавления 456 K), сплав Вуда: 50% Bi + 25% Pb + 12,5% Sn + 12,5% Cd (температура плавления 341 K) и сплав Sn63Pb37 в виде безотмывной паяльной пасты SD-318 (температура плавления 456 K).

Выбранные легкоплавкие металлические сплавы обладают специфическими зависимостями микротвердости и хрупкости от температуры и низкими температурами плавления. Это позволяет при сплавлении с нанокристаллической/аморфной лентой минимизировать риск кристаллизации (рекристаллизации, структурной релаксации). Предложенная методика изготовления образцов позволила добиться полного смачивания поверхности нанокристаллической/аморфной ленты легкоплавкой составляющей, что в свою очередь обеспечило однородность слоя и равную толщину покрытия. Общая толщина образцов составляла 180 ± 9 мкм. Образцы с поперечной разницей в толщине ≥ 10 мкм выбраковывались. Схема композитных образцов приведена на рисунке 1.

Микроиндентирование, хотя и является информативным методом, не дает полной информации о механических свойствах материала. Кроме того, индентирование обычно не позволяет определить предел прочности и модуль упругости материала. Поэтому образцы композиционного соединения на основе нанокристаллической/аморфной ленты и легкоплавких металлических сплавов были подвергнуты одноосному растяжению на универсальной испытательной машине Instron 3365 при $T=293$ K. Нагружение производили с фиксированной скоростью деформирования 10^{-4} м/с. Наилучшие механические свойства в условиях одноосного растяжения показали следующие композиты: композит № 1 (на основе нанокристаллической ленты 5БДСР и легкоплавкий сплав SD-318; композит № 2 аморфная лента 82K3XCP и легкоплавкий сплав ПОСК 50-18; композит № 3 аморфная лента 82K3XCP и сплав Вуда. На рисунке 2 показаны зависимости механического напряжения от относительного удлинения в условиях одноосного растяжения данных композитов.

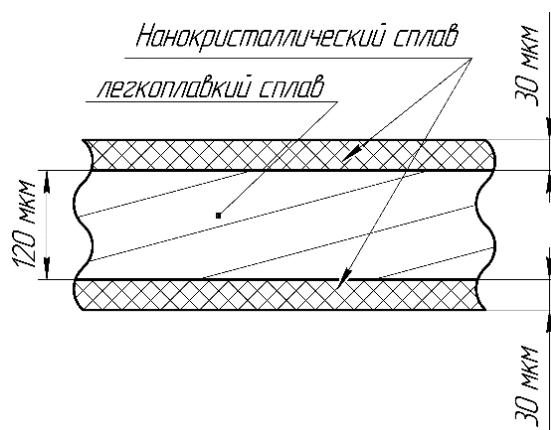


Рисунок 1 – Модель композитного образца, состоящего из двух нанокристаллических/аморфных лент, соединенных легкоплавким металлическим сплавом

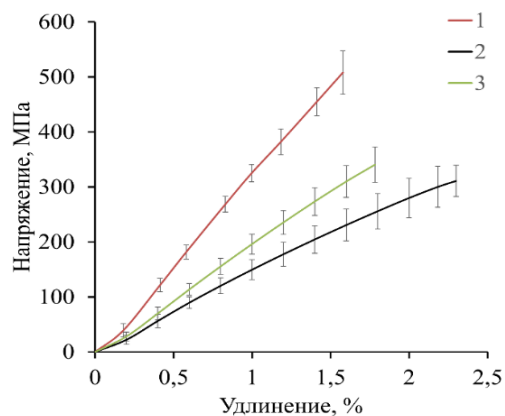


Рисунок 2 – Экспериментальные зависимости механического напряжения от относительной деформации для композиционных образцов: № 1, № 2, № 3

Композиционные образцы на основе аморфного сплава марки 82К3ХСР и сплава Вуда при одноосном растяжении имеют предел прочности 340 МПа, а относительное удлинение образцов при разрыве составляет 1,78%. Композиционные образцы на основе аморфного сплава марки 82К3ХСР и сплава ПОСК 50-18 при одноосном растяжении имеют предел прочности 310 МПа, а относительное удлинение образцов при разрыве составляет 2,30%. Композиционные образцы на основе аморфно-нанокристаллического сплава марки 5БДСР и сплава SD-318 при одноосном растяжении имеют предел прочности 510 МПа, а относительное удлинение при разрыве составляет 1,58%. На основе механических испытаний были выбраны тонкие слоистые композиты на основе нанокристаллической/аморфной ленты и легкоплавких металлических сплавов, пригодные для испытаний на одноосное растяжение при криогенных температурах.

В третьей главе представлены результаты экспериментальных исследований закономерностей разрушения аморфного и нанокристаллического металлических сплавов в условиях одноосного растяжения в интервале температур 77 – 293 К (рисунок 3). Показано, что по мере снижения температуры уменьшается относительная деформация и предельное значение механического напряжения, при которых происходит разрушение. Характер роста магистральных трещин и общая микрокартина разрушения меняется от вязкого/квасихрупкого к хрупкому.

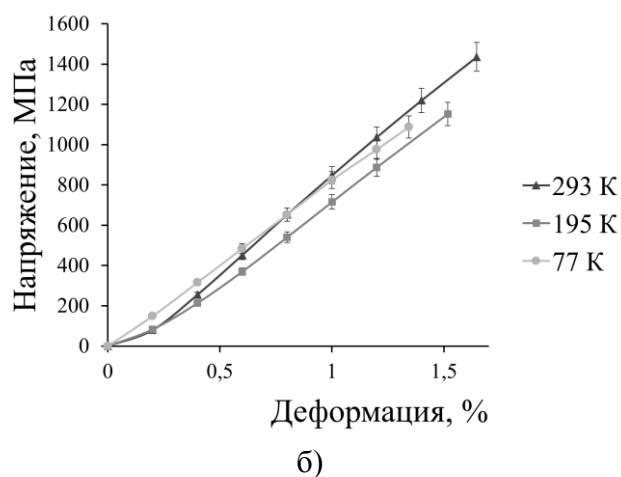
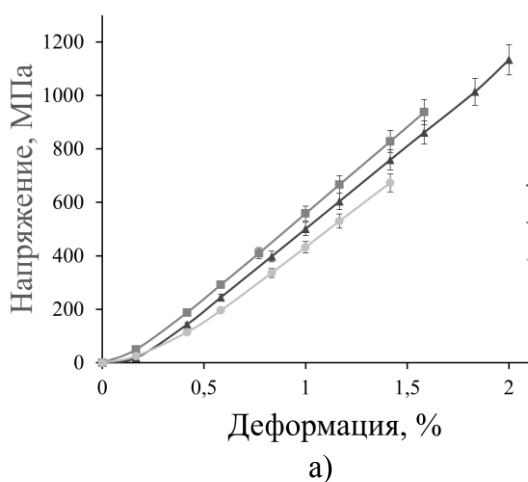


Рисунок 3 – Экспериментальные зависимости механического напряжения от относительной деформации (при температурах 77, 195, 293 К) для образцов: а) 5БДСР; б) 82К3ХСР

Для образцов 5БДСР среднее значение предела прочности снижается с 1130 МПа до 640 МПа. Относительная деформация снижается с 2,00% до 1,50%. Для образцов 82КЗХСР среднее значение предела прочности снижается с 1435 МПа до 1085 МПа, а среднее относительное удлинение – с 1,64% до 1,34%.

Современные представления о физических механизмах роста трещин в аморфном металлическом сплаве предполагают возможность саморазогрева в области вершины трещины, что связано с серией атомных прыжков в области высоких механических напряжений перед вершиной трещины. Однако экспериментальные данные, связанные с переходом к хрупкому характеру разрушения в аморфном и нанокристаллическом металлических сплавах при понижении температуры механических испытаний до 77 К, свидетельствуют о том, что механизмы саморазогрева при криогенных температурах блокируются или работают недостаточно эффективно. В то же время, механизм саморазогрева в вершине трещин может эффективно работать для тонкого слоистого композита на основе нанокристаллического/аморфного и легкоплавких сплавов, так как механические свойства тонких слоистых композитов в значительной степени определяются физическими особенностями деформации и разрушения в переходной области в зоне контакта.

В рамках модели свободного объема предполагается, что пластическая деформация в аморфном металлическом сплаве происходит за счет серии атомных прыжков и определяется пределом текучести σ , $\sigma = \frac{U - kT \ln M / \dot{\epsilon}}{V}$, где $\dot{\epsilon}$ - скорость деформации, U - высота потенциального барьера, k - постоянная Больцмана, V - активационный объем, $M = \text{const}$. Наиболее известной теорией, учитывающей наличие неупругой зоны перед трещиной, является теория Леонова—Панасюка—Дагдейла. В тонком слоистом композите на основе нанокристаллического/аморфного сплава, перед фронтом трещины может возникать зона вынужденной пластичности, развитие которой происходит с преодолением внутреннего трения и выделением дополнительной теплоты, что приводит к локальному нагреванию материала в окрестности вершины трещины. Тогда в окрестности вершины трещины действует тепловой источник, мощность которого определяется как $\dot{Q} = \frac{2\mu}{\tau^2} e^{-t/\tau} \cdot \delta^2 \cdot f$ где $\dot{Q}$ – количество выделяемой теплоты, μ – молярная масса образца, τ – время запаздывания вынужденной пластической деформации, δ – средняя пластическая деформация в вершине трещины, f – функция Хевисайда. Так как при понижении температуры теплоемкость металлов и сплавов снижается, то облегчается прогрев наноразмерной области в вершине трещины до температур, при которых легкоплавкие сплавы становятся пластичными.

Компьютерное моделирование процесса локального прогрева материала вблизи вершины трещины в тонком слоистом композите позволяет выявить особенности прогрева и уточнить механизм вынужденной пластичности при низких температурах. На внешней поверхности образца (кроме поверхности трещины) происходит свободная конвекция, которая описывается формулой Ньютона-Рихмана: $q = \alpha(T_c - T_f)$, где q $[\frac{\text{Вт}}{\text{м}^2}]$ – плотность теплового потока, T_c [K] – температура поверхности твердого тела, T_f [K] – температура окружающей среды, α $[\frac{\text{Вт}}{\text{м}^2\text{К}}]$ – коэффициент теплоотдачи конвекцией. В модельных экспериментах среднюю скорость роста трещины принимали равной 250 м/с. С учетом кинематической/динамической вязкости азота и криволинейной траектории движения молекул азота получаем, что на поверхностях трещины, в области ее вершины, за время порядка 10^{-10} - 10^{-12} с не наблюдается конвекционного охлаждения. Так как по результатам предварительных модельных экспериментов установлено, что за указанный промежуток времени избыточная температура не успевает распространиться до поверхности образца, то $T_c = T_f$ и тогда $q = 0$. В этом случае граничные условия третьего рода вырождаются в граничные условия второго рода. Теплообмен по механизму теплопроводности в твердом материале с внутренними источниками тепла описывали дифференциальным уравнением теплопроводности (1):

$$c\rho \frac{\partial T}{\partial t} = \begin{cases} Q + \nabla(\lambda \nabla T), & (x, y, z) \in G \\ \nabla(\lambda \nabla T), & (x, y, z) \notin G \end{cases}, \quad (1)$$

где G – выделенная область в вершине трещины, T – температура (К); λ – коэффициент удельной теплопроводности (Вт/(м²·К)); c – удельная теплоемкость (Дж/(кг·К)); ρ – плотность материала (кг/м³); Q – тепловая мощность внутренних источников тепла (Дж/(с·м³)).

Основные результаты компьютерного моделирования получены с использованием следующих программных пакетов. FreeCAD Version 0.20 отвечает за создание трехмерной геометрической модели, взаимодействие с другими программными пакетами, обработку полученных результатов и визуализацию. Gmsh Version 4.10.3 генерирует сетку метода конечных элементов на основе 3D-модели. ElmerGUI версии 9.0 задает параметры и настройки моделирования и решает поставленную задачу. Моделирование проводилось методом конечных элементов на основе уравнения (1). Моделировали небольшой объем композиционного образца (280×560×400 нм) на основе ленты аморфного металлического сплава и легкоплавкого кристаллического сплава в области симметричной краевой трещины глубиной 50 нм. Область, в которой возникает свободный флуктуационный объем, локализована вокруг вершины трещины. Угол раскрытия трещины задавался в пределах 5-15°. Диаметр области перескока атомов, с учетом рассмотренных выше физических представлений, принимали равным 10 нм. Для области тепловыделения задавали большую плотность сетки метода конечных элементов. В результате выполнения компьютерного моделирования установлено, что на границе образца со стороны аморфного металлического сплава средняя температура в указанной области, в зависимости от скорости роста трещины, достигает примерно 300-350 К (см. рисунок 4). При таких же условиях на стороне сплава ПОСК 50-18 температура достигает 400 К. Построен график зависимости температуры от длины «оси» № 1, располагаемой перпендикулярно плоскости трещины (уточним, что на рисунке 4б, на оси № 1, вершина трещины находится на расстоянии 11 нм).

Эффект саморазогрева в области вершины растущей трещины прежде всего может реализоваться в пограничном слое между аморфным металлическим сплавом и кристаллическим легкоплавким сплавом. В зоне контакта двух материалов с разной структурой (аморфная – кристаллическая) всегда существуют механические напряжения, обусловленные искажениями кристаллической решеткой, увеличенной пористостью и т.д. Это обеспечивает снижение энергии активации первых атомных перескоков. Локальная зона нагрева у вершины трещины может обеспечить ее ветвление и последующее торможение.

Комплекс механических свойств композита, как правило, существенно отличается от механических свойств отдельных компонентов композита. Поэтому для проведения сравнительного анализа требуется выполнить моделирование зоны саморазогрева в вершине трещины отдельно для композита и для аморфного металлического сплава.

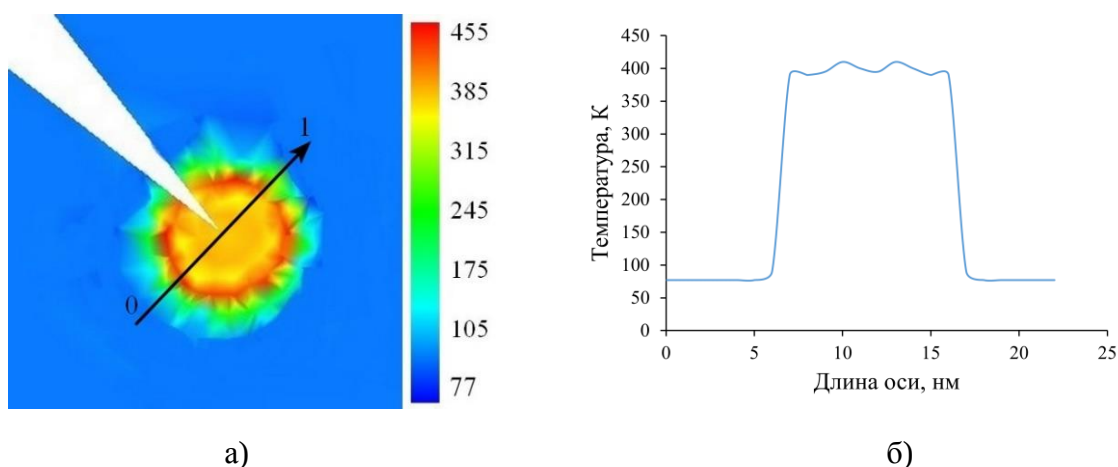


Рисунок 4 – Особенности распределения температуры в области вершины трещины:

а) скалярное температурное поле и шкала температур; б) кривая зависимости распределения температуры вдоль оси № 1

При моделировании области нагрева у вершины трещины в аморфном сплаве за основу была взята рассмотренная выше модель. Изменения были связаны с исключением из области моделирования легкоплавкого металлического сплава, а также учета возможного охлаждения поверхностей растущей трещины. В том случае, если пренебрегали теплообменом по поверхностям трещины результаты моделирования схожи с рассмотренным выше. В случае учета теплообмена на поверхностях трещины распределение теплового поля имеет определенные особенности.

Область перед вершиной трещины нагрета до 300-350 К. Область материала, пройденная трещиной, успевает охладиться. На рисунке 5а построены три оси перпендикулярные плоскости распространения трещины. Ось № 1 проходит через вершину трещины, а оси № 2 и № 3 построены на расстоянии 15 нм до (ось № 3) и после вершины трещины (ось № 2). На рисунке 5б приведены изотермы, построенные на осях № 1-3.

Таким образом, из данных теоретических представлений можно сделать предположение о том, что эффект саморазогрева у вершины трещины может изменить характер разрушения тонкого слоистого композита на основе аморфных/нанокристаллических металлических сплавов с хрупкого на вязкий при криогенных температурах, экспериментальной и теоретической проверке которого посвящена четвертая глава.

В **четвертой главе** представлены результаты механических испытаний композитов (на основе нанокристаллического/аморфного и легкоплавких металлических сплавов) на одноосное растяжение. В отличие от образцов аморфного/нанокристаллического металлических сплавов, для которых свойственно хрупкое разрушение при 77 К, композиты демонстрируют одинаковый характер разрушения во всем диапазоне температур испытания. Наблюдается большое количество ответвившихся и остановившихся трещин с участками пластического деформирования (рисунок 6). Такой рост трещин указывает на вязкое разрушение, при котором часть энергии расходуется на пластическую деформацию, что увеличивает энергоемкость разрушения. В условиях разрушения образцов, вызванном одноосным растяжением при 77 К, отмечены следы пластической деформации аморфного металлического сплава, входящего в состав композита. В аналогичных условиях испытаний одной ленты аморфного металлического сплава разрушение всегда имеет хрупкий характер.

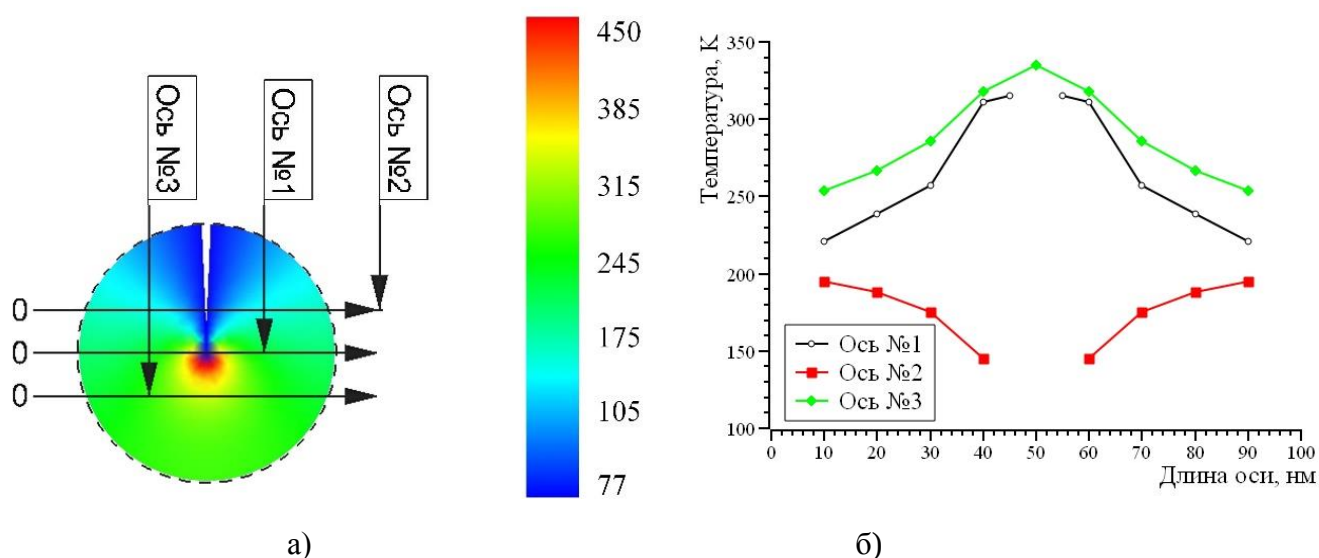


Рисунок 5 – Особенности распределения температуры в области вершины трещины, распространяющейся в аморфном металлическом сплаве: а) скалярное температурное поле и шкала температур; б) изотермы, построенные на осях № 1, 2 и 3

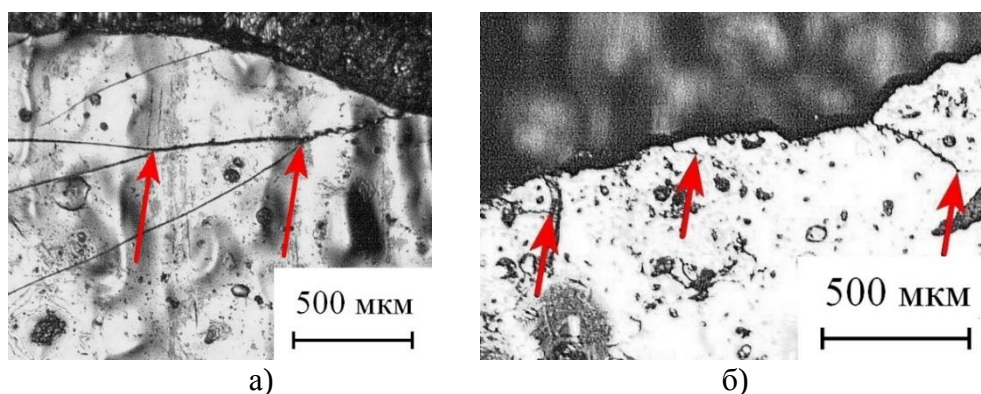


Рисунок 6 – Микрофотографии зоны разрушения композита на основе аморфного металлического сплава 82К3ХСР, иллюстрирующие: а) специфику ветвления трещин, стрелками обозначены точки разветвления; б) специфику разрушения в области ответвившихся и остановившихся трещин, стрелки указывают на вершины остановившихся трещин

На рисунке 7 представлены зависимости механического напряжения от относительной деформации для случая одноосного растяжения композитных образцов при температурах 77, 195, 293 К. Анализ полученных зависимостей показал, что воздействие криогенных температур приводит к некоторому ухудшению механических свойств композиционных образцов. Однако эффект охрупчивания слоистых композитов оказался меньше ожидаемого.

Предел прочности композитов на основе сплава ПОСК 50-18 и аморфного сплава 82К3ХСР при 293 К в среднем равен 310 МПа, а средняя относительная деформация составляет 2,29%. Предел прочности материала при понижении температуры до 195 К, составляет в среднем 241 МПа, а относительная деформация составляет 1,65%. При понижении температуры до 77 К средний предел прочности снижается до 229 МПа, а относительная деформация до 1,58%.

Предел прочности композита на основе сплава Вуда и аморфного сплава 82К3ХСР при 293 К в среднем равен 340 МПа, а средняя относительная деформация составляет 1,78%. Предел прочности композита при понижении температуры до 195 К - 332 МПа, а относительная деформация - 1,70%. При понижении температуры до 77 К средний предел прочности снижается до 248 МПа, а относительная деформация остается на уровне 1,60%.

Основными элементами аморфно-нанокристаллического металлического сплава являются кристаллиты/зерна и аморфная прослойка. Механические свойства таких материалов обладают рядом особенностей, которые отличают их от механических свойств традиционных материалов. Прежде всего для нанокристаллического сплава рассматриваются твердость и пластичность, поскольку они являются параметрами, чувствительными к структуре.

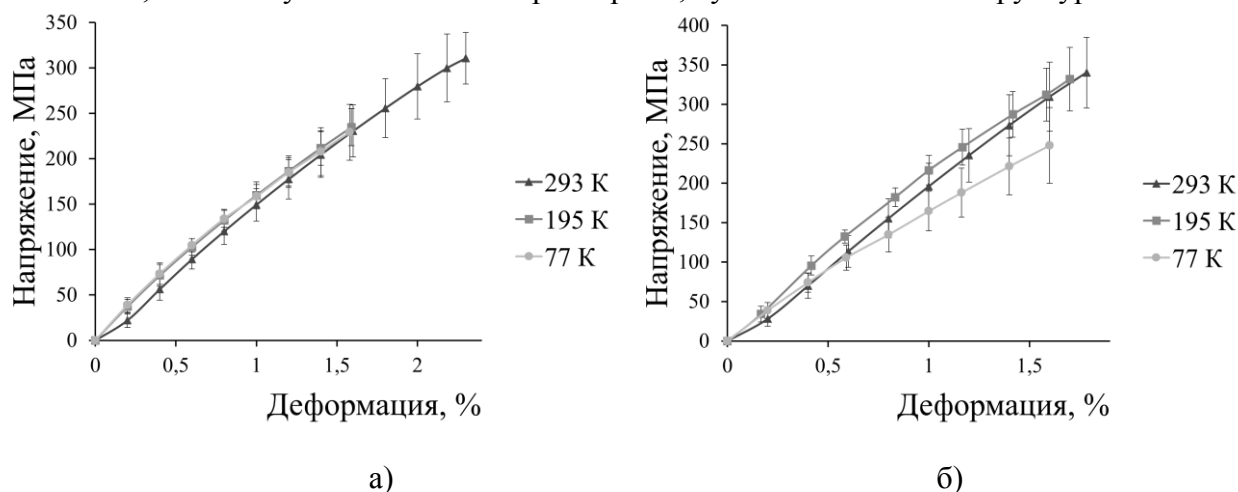


Рисунок 7. Экспериментальные зависимости механического напряжения от относительной деформации: а) композит на основе сплава ПОСК 50-18 и аморфной ленты 82К3ХСР; б) композит на основе сплава Вуда и аморфной ленты 82К3ХСР

Основной характеристикой, влияющей на твердость, является размер кристаллита. В металлах с крупными кристаллитами величина твердости определяется размером кристаллита, соотношением Холла – Петча: $H_V = H_0 + Kd^{-1/2}$, где H_V – твердость, H_0 – твердость тела зерна, K – коэффициент пропорциональности, d – размер кристаллита. Закон Холла-Петча демонстрирует следующее: при уменьшении размера зерен твердость возрастает. Но экспериментально определено, что для ряда нанокристаллических сплавов наблюдаются немонотонные и даже обратные зависимости. Основной причиной отклонения от зависимости Холла-Петча является изменение природы пластической деформации с дислокационного течения на зернограничное проскальзывание. При уменьшении размера кристаллита в наноструктурном материале происходит плавное истощение возможностей деформирования за счет дислокационного механизма. По мере уменьшения размера зерен возрастает роль зернограничного микропроскальзывания. Помимо проскальзывания на границах зерен, важное значение имеют ротационные процессы. Исследования показали, что при сдвиговых процессах в наноматериалах с размером зерен меньше 50–70 нм, более значимым становится разворот нанозерен, что проявляется в виде ротационных мод деформации. Возникают совместные ротационные моды. Зерна выравниваются, что порождает мезоскопический сдвиг, ориентированный вдоль границ. В начале процесса пластического деформирования в наноструктурном материале сдвиг реализуется за счет проскальзывания на границах зерен. В данном случае ротация зерен является аккомодационным процессом. Таким образом, свойства плоской границы раздела «аморфный-микрокристаллический металлические сплавы» может существенно отличаться от свойств плоской границы раздела «нанокристаллический-микрокристаллический металлические сплавы».

Скорость роста трещины в условиях одноосного растяжения при низких температурах может существенно варьироваться. С учетом экспериментальных данных уточнена модель прогрева композита в вершине медленной трещины (10-30 м/с). Схема моделируемого образца представлена на рисунке 8. Область локального саморазогрева в вершине трещины, вызванного пластическими эффектами, представлена на выносном элементе А с большим увеличением (элемент 3 рисунка 8). Область саморазогрева и материал вокруг нее характеризуется наибольшим температурным градиентом, и поэтому там увеличена плотность сетки метода конечных элементов (элемент 4 рисунка 8). Геометрически данная область представляет цилиндр, одно из оснований которого показано на выносном элементе А рисунка 8. На основании предварительных модельных экспериментов установлено, что максимальный температурный градиент фиксируется в пространстве, ограниченном показанным на рисунке 8 цилиндром с диаметром основания 90 нм. На рисунке 8 лента нанокристаллического/аморфного сплава находится сверху, а легкоплавкий металлический сплав снизу.

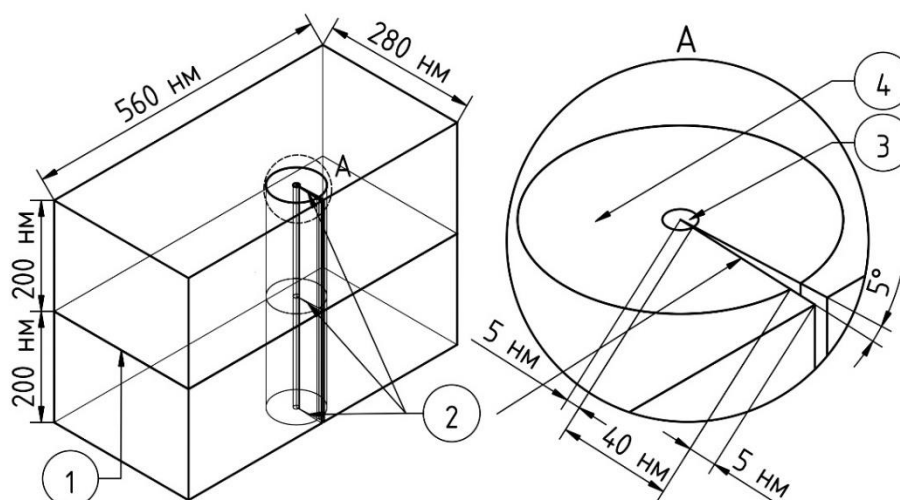


Рисунок 8 – Геометрия моделируемого участка образца: 1 – граница раздела между нанокристаллической/аморфной лентой и легкоплавким металлическим сплавом; 2 – трещина; 3 – область тепловыделения; 4 – область с увеличенной плотностью сетки метода конечных элементов. Область в вершине трещины показана на выносном элементе А

В результате моделирования получено скалярное поле распределения температуры в образце с трещиной. На рисунке 9а показан центральный фрагмент с градиентом температуры. Оси № 1, 2, 3 построены на линиях, образующихся при сечении образца плоскостями перпендикулярными плоскости 1. Ось № 1 проходит через вершину трещины. В малой области у вершины трещины наблюдаются высокие механические напряжения и большие градиенты температур, которые не могут быть корректно рассчитаны методом конечных элементов при использовании уравнений (1). Поэтому в области вершины трещины для зависимости № 1 сделан разрыв (рисунке 9б). Фиксировали изменение температуры вдоль осей № 1, 2, 3 (слева – направо). Характер изменения температуры вдоль данных осей иллюстрируется зависимостями, представленными на рисунке 9б.

Из результатов моделирования, показанных на рисунке 9, следует, что разогрев у вершины трещины является локальным. Это подтверждает обоснованность выбора высокой плотности сетки метода конечных элементов только в области вершины трещины. Температура быстро падает по мере удаления от вершины трещины. Следовательно, в случае высоких скоростей роста трещины возможен переход из режима вязкого разрушения в режим хрупкого разрушения. Это на качественном уровне согласуется с результатами эксперимента, так как при одинаковых условиях эксперимента фиксировали морфологию, соответствующую как вязкому характеру разрушения, так и хрупкому. Более высокие значения температуры вдоль оси № 3 и более низкие вдоль оси № 1 свидетельствуют о влиянии охлаждаемой до 77 К поверхности образца.

Кроме специфики разогрева в плоскости перпендикулярной плоскости трещины (рисунк 9, 10а), необходимо проанализировать распределение температуры вдоль линий параллельных плоскости растущей трещины и расположенных перед ее вершиной (рисунк 10). Эти линии пересекают под прямым углом плоскость сплавления лент нанокристаллического/аморфного металлических сплавов и легкоплавкого сплава (рисунки 10а). Таким образом, удастся выявить особенности разогрева образца в области контакта двух материалов.

На рисунке 10 показаны картины разогрева материала возле вершины трещины как в плоскости 1, так и в плоскости 2. Плоскость 1 (рисунк 10а), для которой показана картина разогрева материала (рисунк 10б), расположена ниже плоскости сплавления нанокристаллического/аморфного и легкоплавкого сплавов.

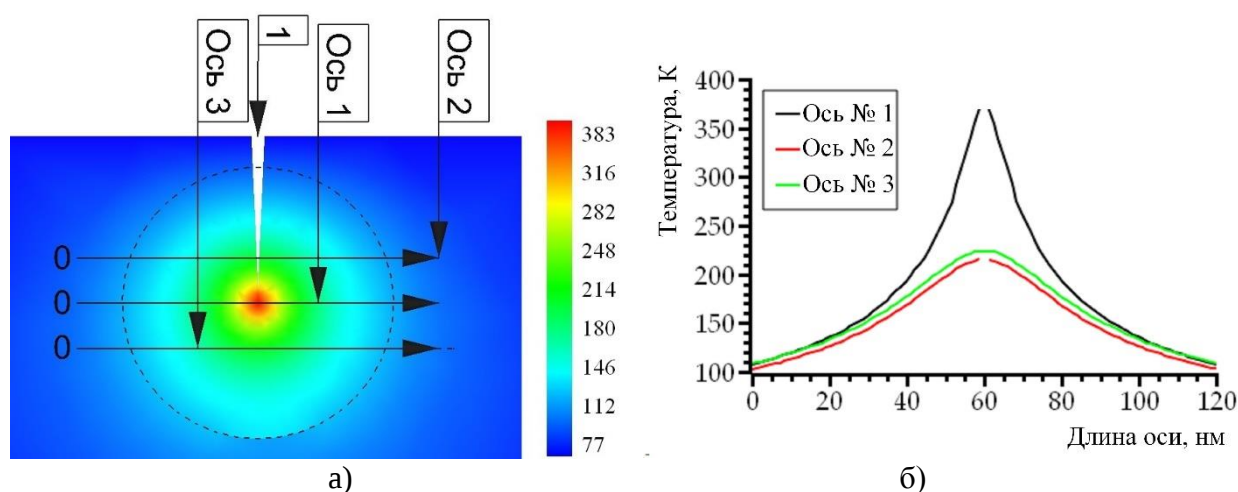


Рисунок 9 – Особенности распределения температуры в области вершины трещины:
а) скалярное температурное поле и шкала температур, 1 – плоскость трещины; б) зависимости распределения температуры вдоль осей № 1, 2, 3

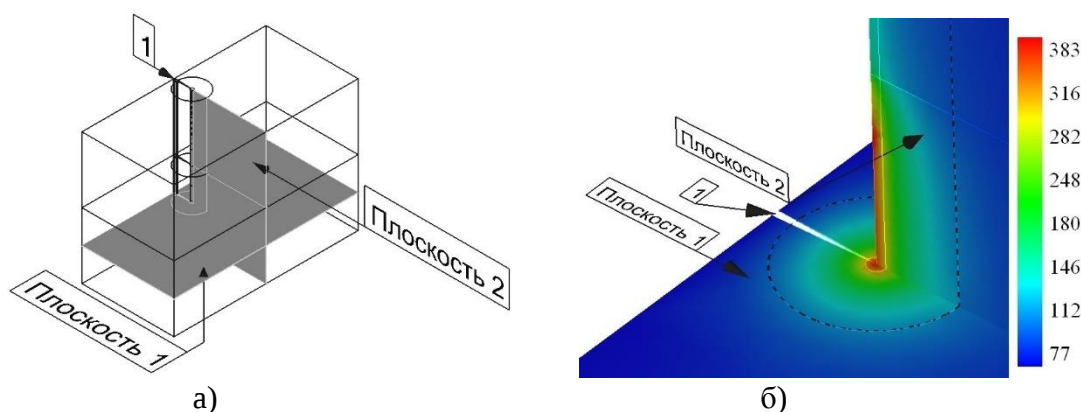


Рисунок 10 – а) геометрия образца в области вершины трещины с указанием областей, на которых анализировали распределение температуры; б) скалярные поля температур в плоскостях 1 и 2, 1 - трещина

Иницирование саморазогрева на границе нанокристаллического/аморфного и легкоплавкого сплавов оказывает существенное влияние на дальнейший процесс деформирования и разрушения. Выделяемой перед вершиной трещины энергии оказывается достаточно для разогрева материала на 100–200 К и перехода к вязкому разрушению. В том случае, если росту трещины предшествуют атомные перескоки, то разрушение будет вязким даже при криогенной температуре композиционного образца в целом. Таким образом, создание композиционных соединений «нанокристаллическая/аморфная пленка – легкоплавкий металлический сплав - нанокристаллическая/аморфная пленка», способных сохранять вязкий характер разрушения, требует установления физических закономерностей иницирования саморазогрева в нанобластях на границе между нанокристаллической/аморфной и кристаллическими фазами.

На рисунке 11б представлены зависимости механического напряжения от относительной деформации при одноосном растяжении образцов композита на основе нанокристаллической ленты 5БДСР и легкоплавкого сплава Sn63Pb37. Предел прочности данных композитов при 293 К в среднем равен 505 МПа, а среднее относительное удлинение составляет 1,57%. Предел прочности материала, при понижении температуры до 220 К, составляет в среднем 490 МПа, относительное удлинение составляет 1,50%. При понижении температуры до 77 К средний предел прочности снижается до 415 МПа, а относительное удлинение до 1,45%. Таким образом, при охлаждении до криогенных температур наблюдается незначительное ухудшение механических свойств композиционных образцов.

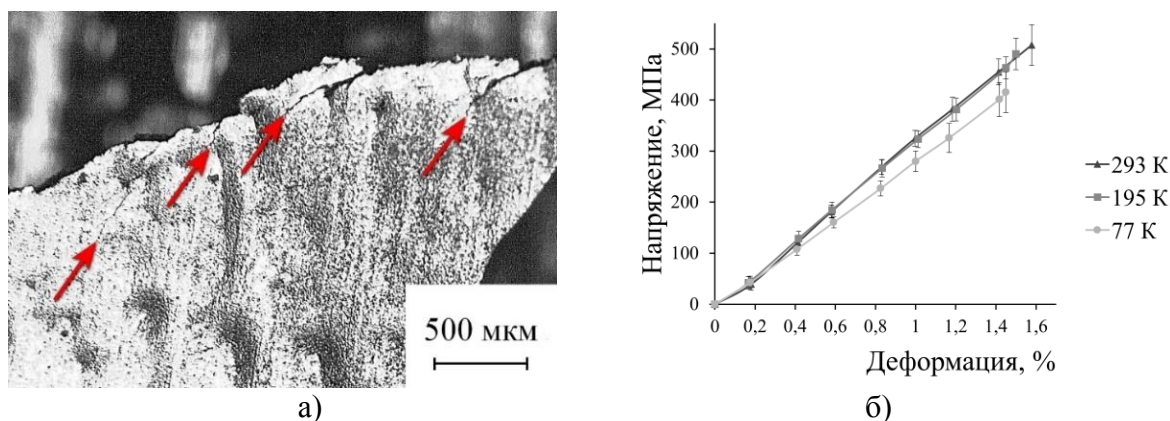


Рисунок 11. а) специфика разрушения в области вершин ответвившихся и остановившихся трещин, стрелки указывают на вершины остановившихся трещин; б) зависимости механического напряжения от относительной деформации при одноосном растяжении образцов композита на основе сплава Sn63Pb37 и нанокристаллической ленты 5БДСР

В случае одноосного растяжения на границе нанокристаллического и легкоплавкого кристаллического металлических сплавов будет реализовываться ротационный механизм деформации. Ротационные эффекты, связанные с движением нанозерен, будут создавать области сжимающего и растягивающего напряжения. В этом случае снижается энергия активации, необходимая для атомных перескоков, что может приводить к формированию области разогрева перед вершиной трещины и вязкому характеру разрушения. Таким образом, уточнена предложенная в третьей главе модель саморазогрева для случая медленной трещины. Модель удовлетворительно объясняет особенности прогрева, деформирования и разрушения тонкослойных композиционных соединений нанокристаллический/аморфный и кристаллический сплавы в условиях одноосного растяжения при низких температурах. Экспериментально полученные результаты согласуются с теоретическими предположениями модели, модель описана с использованием классических уравнений теплопроводности, а компьютерное моделирование выполнено с использованием стандартного программного обеспечения методом конечных элементов.

Выводы

1. Разработана методика изготовления тонких слоистых композитов на основе нанокристаллического/аморфного – легкоплавких металлических сплавов, сохраняющих механическую прочность и вязкий характер разрушения в условиях одноосного растяжения при криогенных температурах. Полученные теоретические и экспериментальные результаты имеют практическое значение для разработки новых материалов с улучшенными механическими свойствами для использования при низких температурах. Сохранение вязкого характера разрушения и достаточно высокого предельного значения относительной деформации при криогенных температурах делает их привлекательными для использования в криогенной промышленности, в Арктике/Антарктике.

2. Экспериментально установлены морфологические особенности разрушения слоистых композиционных соединений «нанокристаллическая/аморфная пленка – легкоплавкий металлический сплав – нанокристаллическая/аморфная пленка» в условиях одноосного растяжения при температурах 77, 195, 293 К. Морфологические особенности разрушения композиционных образцов при понижении температуры существенно не меняются, сохраняется вязкий характер разрушения, рост магистральной трещины сопровождается ветвлением и торможением ответвившихся трещин.

3. Экспериментально определены закономерности деформирования и разрушения тонких слоистых композитов нанокристаллические/аморфные – легкоплавкие металлические сплавы в условиях одноосного растяжения при температурах 77, 195, 293 К. Снижение температуры механических испытаний приводит к некоторому снижению среднего значения относительной деформации и предела прочности тонких слоистых композитов. Для композитов на основе аморфного металлического сплава 82К3ХСР и сплава Вуда снижение относительной деформации составляет 10,2% (с 1,78% до 1,60%), для композитов на основе нанокристаллического сплава 5БДСР и легкоплавкого сплава Sn63Pb37 снижение относительной деформации составляет 7,7% (с 1,57% до 1,45%). В аналогичных условиях снижение среднего значения относительной деформации для аморфной ленты 82К3ХСР составляет 18,3% (с 1,64 % до 1,34 %), а для нанокристаллической ленты 5БДСР составляет 25 % (с 2,00 % до 1,50 %). Следовательно, снижение среднего значения относительной деформации для тонких слоистых композитов при снижении температуры механических испытаний с 293 до 77 К примерно в два - три раза меньше, чем для аморфных и нанокристаллических лент.

4. Методом компьютерного моделирования определены особенности температурного поля в вершине трещин, распространяющихся со скоростями от 10 до 250 м/с, в том числе в области перехода от нанокристаллического/аморфного к легкоплавкому металлическому сплаву. Перед вершинами таких трещин имеется область саморазогрева, обеспечивающая вязкий характер разрушения даже в том случае, если весь образец находится при криогенной температуре. При скоростях роста трещины более 500 м/с температурное поле локализовано или отсутствует, что приводит к хрупкому характеру разрушения.

5. Теоретически и экспериментально исследовано влияние эффекта саморазогрева в вершине трещины, распространяющейся в тонких слоистых композиционных соединениях нанокристаллический/аморфный – легкоплавкие металлические сплавы, на характер их разрушения при температурах 77, 195, 293 К. Показано, что характер разрушения таких композитов в условиях одноосного растяжения при криогенных температурах определяется особенностями саморазогрева в вершине трещины.

6. Экспериментально верифицирована гипотеза о влиянии эффекта саморазогрева в вершине магистральной трещины в тонких слоистых композиционных соединениях аморфный-нанокристаллический-легкоплавкий металлические сплавы на характер деформирования и разрушения, а основные выводы предложенной модели хорошо согласуются с экспериментальными данными.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в журналах из списка SCOPUS, WoS и BAK

1. Qiao, J.; Ushakov, I.V.; Safronov, I.S.; **Oshorov, A.D.**; Wang, Z.; Andrukhova, O.V.; Rychkova, O.V. Physical Mechanism of Nanocrystalline Composite Deformation Responsible for Fracture Plastic Nature at Cryogenic Temperatures. *Nanomaterials* 2024, 14, 723. <https://doi.org/10.3390/nano14080723>

2. **Ошоров, А. Д.** Пластические эффекты при разрушении на границе нанокристаллического и кристаллического сплавов при криогенных температурах/ **А.Д. Ошоров, И.В. Ушаков, И.М. Хозром, И.С. Сафронов** // Механика композиционных материалов и конструкций. – 2024. – Т. 30, № 2. – С. 28-32.

4. Ушаков, И. В. Физика залечивания нанопор в конденсированном веществе в условиях воздействия лазерного излучения и высокотемпературной плазмы / И. В. Ушаков, И. С. Сафронов, **А. Д. Ошоров** // Доклады Академии наук высшей школы Российской Федерации. – 2024. – № 1(62). – С. 7-18. – DOI 10.17212/1727-2769-2024-1-7-18.

3. Ushakov, I.V., Safronov, I.S., **Oshorov, A.D.** et al. Physics of the Effect of High-Temperature Pulse Heating On Defects in the Surface Layer of a Metal Alloy. *Metallurgist* 67, 986–994 (2023). <https://doi.org/10.1007/s11015-023-01588-z>

5. Ушаков И. В., Физика деформирования и разрушения на границе аморфного и кристаллического металлического сплава / И. В. Ушаков, **А. Д. Ошоров, И. С. Сафронов** // Доклады Академии наук высшей школы Российской Федерации. – 2023. – № 2(59). – С. 7-15. – DOI 10.17212/1727-2769-2023-2-7-15

6. Ушаков, И. В., **Ошоров А.Д.** Микроразрушение многослойного композита на основе аморфно-нанокристаллического металлического сплава // Вестник Московского авиационного института. – 2022. – Т. 29. – № 3. – С. 246-252. – DOI 10.34759/vst-2022-3-246-252.

7. Ushakov I. V., **Oshorov A. D.** Viscosity of microdestruction of multilayer composite and method of its revealing // *Materials Science Forum*. 2022. 1052. MSF. P. 110-115. doi:10.4028/p-5q4060

8. Ушаков И. В., **Ошоров А. Д.** Физические закономерности деформирования и разрушения двухслойного композиционного соединения полимер – нанокристаллическая металлическая пленка в условиях локального нагружения пирамидкой Виккерса // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2021. Т. 11, № 4. С. 95–107. <https://doi.org/10.21869/2223-1528-2021-11-4-95-107>

Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ

9. Ушаков И. В., **Ошоров А. Д.** Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2023660086 «Программа для моделирования механических характеристик трехслойного композиционного соединения в условиях растяжения». Заявка № 2023617679, дата поступления 24.04.2023 г. Дата гос. регистрации в Реестре программ для ЭВМ 17.05.2023 г.

10. Ушаков И. В., Дьяков И. А. **Ошоров А. Д.** Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2022662069 «Расплав 1.0». Заявка № 2022660610, дата поступления 10.06.2022 г. Дата гос. регистрации в Реестре программ для ЭВМ 29.06.2022 г.

Публикации в других изданиях

11. Хозром И.М., **Ошоров А. Д.** Механические свойства композита на основе сплава 5БДСР при криогенных температурах // Межд. научно-техн. конференция «Материалы, оборудование и ресурсосберегающие технологии». 2024. Могилев: Белорусско-Российский университет. 2024. С. 144-145.

12. **Ошоров, А. Д.** Испытания на разрыв композиционных материалов на основе аморфных металлических сплавов марки 82К3ХСР и полимеров / А. Д. Ошоров, И. В. Ушаков // Материалы во внешних полях. Сборник трудов, Новокузнецк, 2023. С. 122-123.

13. **Ошоров А.Д.**, Механические свойства композиционных материалов на основе аморфного металлического сплава/ А.Д. Ошоров, А.Н. Кобзарь// Межд. конференция «Авиация и космонавтика», Москва, 2022. Сборник тезисов. С. 152-153

14. **Ошоров А.Д.**, Ушаков И.В./ Механические свойства многослойных композиционных соединений пленка–полимер армированный углеродными нанотрубками// IV Всероссийская национальная конференция «Молодежь и наука: Актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований», Комсомольск-на-Амуре, 2021. Ч.1. С. 126-128.

15. **Ошоров А.Д.**, Ушаков И.В./ Многослойный композитный материал на основе аморфного сплава марки 82К3ХСР// XVI Межд. семинар «Структурные основы модифицирования материалов», Обнинск, НИЯУ МИФИ. 2021. С. 72-74.

16. **Ошоров, А. Д.** Механические испытания многослойного композита полимер-плёнки / А. Д. Ошоров // Новые материалы XXI века: разработка, диагностика, использование. Сборник материалов. Москва. 2020. С. 192-196.

17. **Ошоров А.Д.**, Ушаков И.В./ Механические испытания слоистых структур аморфно-нанокристаллические пленки – полимерный композит // VIII Межд. конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 2019. С. 623.

18. **Ошоров А.Д.** / Эксплуатационные характеристики поверхностного слоя металлических сплавов, подвергнутых селективной лазерной обработке // II Всероссийская национальная конф.: «Молодежь и наука: Актуальные проблемы фундаментальных и прикладных исследований», Комсомольск-на-Амуре, 2019. Ч.1. С. 121.

19. Ушаков И.В., **Ошоров А.Д.** / Механические испытания наноструктурных металлических пленок, соединенных полимерным материалом // XV Межд. семинар «Структурные основы модифицирования материалов», Обнинск, НИЯУ МИФИ, 2019. С. 111