

Исследование эффекта проскальзывания, трансформации структуры и свойств сплава Zr–1%Nb при интенсивной пластической деформации кручением

© 2022

Гундеров Дмитрий Валерьевич^{*1,2,3}, доктор физико-математических наук, профессор, ведущий научный сотрудник

*Стоцкий Андрей Геннадиевич*¹, младший научный сотрудник

Аубакирова Вета Робертовна^{1,4}, кандидат технических наук

*Гундерова Софья Дмитриевна*¹, студент

Лебедев Юрий Анатольевич^{2,5}, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник

¹Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

²Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук, Уфа (Россия)

*E-mail: dimagun@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5925-4513>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8483-6408>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5873-8046>

Поступила в редакцию 06.05.2022

Принята к публикации 01.08.2022

Аннотация: Интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) является эффективным способом трансформации структуры металлических материалов, формирования в них наноструктурного состояния, значительного повышения прочности. Однако реально достигаемая при ИПДК деформация может быть значительно меньше ожидаемой в связи с проскальзыванием. Исследование эффекта проскальзывания при ИПДК различных материалов является актуальным вопросом. Ранее авторами был предложен простой и наглядный способ оценки проскальзывания и реально достигаемой степени деформации кручением. Интересным материалом для исследования эффекта проскальзывания при ИПДК является сплав Zr–1%Nb, на котором ранее был проведен ряд исследований по изучению воздействия ИПДК. Таким образом, возможно сравнивать полученные данные с результатами других авторов. В статье исследовано воздействие ИПДК на структуру и свойства сплава Zr–1%Nb, а также продемонстрирован эффект проскальзывания. Подготовленный для ИПДК исходный диск разрезался на два полудиска, которые совместно помещались на бойки и подвергались совместному ИПДК на $n=1/4$ оборота наковален. Эффект проскальзывания оценивался по виду половинок. Показано, что уже на начальных этапах ИПДК на $n=1/4$ оборота происходит значительное проскальзывание бойков и образца, а деформация кручением не накапливается согласно ожиданиям. Проанализировано влияние различных режимов ИПДК на микротвердость, структуру, фазовый состав сплава Zr–1%Nb. Показано, что, несмотря на эффект проскальзывания, сплав Zr–1%Nb сильно упрочняется при ИПДК на один оборот ($n=1$) и ИПДК с $n=10$; микротвердость и предел прочности при этом значительно увеличиваются, в образце формируется до 90 % ω -фазы высокого давления. Делается вывод, что при ИПДК деформация осуществляется не простым кручением, а более сложными модами.

Ключевые слова: циркониевый сплав Zr–1%Nb; ИПДК; интенсивная пластическая деформация кручением; аккумулирующая деформация; механические свойства.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РНФ № 20-79-10189. Экспериментальная часть работы выполнена с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ФГБОУ ВО «УГАТУ».

Для цитирования: Гундеров Д.В., Стоцкий А.Г., Аубакирова В.Р., Гундерова С.Д., Лебедев Ю.А. Исследование эффекта проскальзывания, трансформации структуры и свойств при интенсивной пластической деформации кручением сплава Zr–1%Nb // Frontier Materials & Technologies. 2022. № 4. С. 30–37. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-4-30-37.

ВВЕДЕНИЕ

Интенсивная пластическая деформация (ИПД), включая интенсивную пластическую деформацию кручением (ИПДК), является эффективным способом трансформации структуры металлических материалов, формирования в них наноструктурного состояния, значительного повышения прочности [1–3]. Метод ИПДК позволяет получать образцы для научных исследований в виде диска диаметром 10–20 мм и тол-

щиной до 1 мм. Размеры ИПДК-образцов позволяют оценить потенциал упрочнения материала при измельчении структуры до нанокристаллических размеров при больших деформациях. В процессе применения ИПДК возможна вариация режимов: можно менять давление обработки, количество оборотов, температуру деформации, параметры бойков и т. д. [1; 2], поэтому результаты влияния ИПДК на структуру и свойства одного и того же материала могут заметно различаться у разных авторов.

Одним из интересных материалов для исследования воздействия ИПДК представляет сплав Zr–1%Nb [4]. Сплавы системы Zr–Nb, в частности Zr–1%Nb, применяются в ядерной энергетике, медицине (в качестве биосовместимых материалов для имплантатов) и других областях науки и техники. Формирование в сплавах Zr–Nb наноструктурного состояния путем интенсивной пластической деформации является перспективным методом повышения их прочностных и других служебных свойств. Ранее был выполнен ряд работ по исследованию влияния ИПДК на Zr и его сплавы [5–7], проанализированы особенности специфических фазовых [8–10] и структурных [9–11] трансформаций в данных материалах при ИПДК. Это придает дополнительный интерес исследованию известного эффекта проскальзывания при ИПДК данных сплавов.

При комнатной температуре в обычных условиях Zr и его малолегируемые сплавы, включая Zr–1%Nb, находятся в состоянии α -фазы с ГПУ-решеткой. В Zr и сплаве Zr–1%Nb, как и в титане, в условиях высокого давления (6 ГПа и выше) происходит фазовый переход из ГПУ α -фазы в ω -фазу высокого давления с простой гексагональной решеткой [5]. Ранее было показано, что при ИПДК зерно в Zr и сплаве Zr–1%Nb измельчается до размеров около 50 нм. При этом при ИПДК возможен $\alpha \rightarrow \omega$ фазовый переход, причем при приложенном давлении, значительно меньшем, чем давление перехода $\alpha \rightarrow \omega$ в отсутствие ИПДК. Отсюда возникает предположение о том, что ИПДК активирует фазовое превращение $\alpha \rightarrow \omega$ в Zr [6]. При снятии давления после ИПДК обратное $\omega \rightarrow \alpha$ превращение не происходит – ω -фаза стабилизируется в измельченной и наклепанной ИПДК-структуре. Вызываемый деформацией ИПДК $\alpha \rightarrow \omega$ переход легко фиксируется методом рентгеноструктурного анализа (РСА) и ранее отмечался во многих работах [6; 7], что позволяет сравнивать экспериментальные данные настоящего исследования с результатами других авторов.

Важным вопросом является так называемое проскальзывание бойков по поверхности образцов тех или иных материалов при ИПДК [12–14]. Принято считать, что степень деформации кручением при ИПДК γ определяется формулой

$$\gamma = \frac{2\pi nR}{h}, \quad (1)$$

либо, что эквивалентно,

$$\gamma = \frac{\theta R}{h}, \quad (2)$$

где n – число оборотов бойков;

R – радиус от центра до точки измерения;

h – толщина образца;

θ – угол поворота в радианах [2].

Однако реально достигаемая γ в случае ИПДК прочных металлов и сплавов в связи с проскальзыванием может быть значительно меньше, чем предсказываемая формулой (1). На возможность эффекта проскальзывания в связи с недостаточной силой трения между бойками и образцом обращалось внимание еще в первой публикации П. Бриджмена [12].

Для оценки эффекта проскальзывания при ИПДК применялись различные методики. Так, в работе [13] на верхнюю и нижнюю поверхность исходного диска наносились параллельные линии, а проскальзывание оценивалось по сдвигу линий. Однако методика, использованная в [13], не позволяет оценить реальную степень деформации кручением при ИПДК на большие углы, поскольку нанесенные линии при ИПДК легко стирались с поверхности образцов-дисков. Методика фиксации проскальзывания фиксацией момента силы при кручении [7] не может показывать реальную степень деформации кручением. В работе [6] был предложен простой и наглядный способ оценки проскальзывания и реально достигаемой степени деформации кручением при ИПДК. С использованием этой методики было показано, что при ИПДК целого ряда известных материалов (аморфных сплавов, сплавов Ni, Fe, Ti) деформация кручением γ в сотни раз меньше ожидаемой [15–17]. В ряде работ обнаружено, что эффект проскальзывания увеличивается с нарастанием числа оборотов наковален ИПДК n в связи с упрочнением материала, поскольку прочность материалов возрастает с увеличением n [17; 18]. Однако, несмотря на проскальзывание, при ИПДК в исследованиях наблюдалось значительное измельчение и трансформация структуры материалов [16–18], что также отмечали другие авторы. В работе [19] сделано предположение, что, хотя мода «деформация кручением» в связи с недостаточной силой трения между бойками и образцом при ИПДК не реализуется, в образце при ИПДК накапливается большая степень деформации за счет деформации других мод. Например, можно предположить, что плоскости верхней и нижней наковальни наклонены друг относительно друга на небольшой градус (например, на 1) [19]. Учитывая масштаб прессы, направляющих колонн прессы и малый диаметр рабочей части наковальни ~10 мм, такое отклонение возможно и даже неизбежно. В этом случае при кручении наковален при ИПДК материал образца, находясь под большим давлением в 5–6 ГПа, будет циклически сминаться в той или иной зоне. Как показало моделирование, за счет этого на образце могут достигаться весьма значительные степени деформации [19].

Цель исследования – определение с использованием предложенной авторами новой методики степени деформации кручением, достигаемой на циркониевом сплаве Zr–1%Nb при интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК); оценка особенностей трансформации структуры образцов при ИПДК по выбранным режимам; определение механических свойств образцов сплава, подвергнутых ИПДК.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований использовался низколегированный циркониевый сплав Э110 Zr–1%Nb (вес. %) – известный сплав российского производства. Химический состав данного сплава представлен в таблице 1.

Для проведения ИПДК из исходных прутков были нарезаны заготовки – диски диаметром, соответствующим диаметру бойков (20 мм). Образцы шлифовались для снятия поврежденного при резке слоя. Испытание осуществлялось на бойках диаметром 20 мм при

Таблица 1. Химический состав сплава Zr-1%Nb, вес. %
Table 1. Chemical composition of Zr-1%Nb alloy, wt. %

Марка	Zr	Nb	O	Hf	Fe	Ca	C	Ni	Cr	Si
Э110	Base	1,1	0,1	0,05	0,05	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02

комнатной температуре и давлении 6 ГПа. Использовалась ИПДК с числом оборотов наковален $n=1/4$, $n=1$ и $n=10$. Для определения реально достигаемой степени деформации кручением согласно методике [15] подготовленный для ИПДК исходный диск сплава Zr-1%Nb разрезался на два полудиска (рис. 1 а). Торцы половинок дисков покрывались лаком для предотвращения слипания (адгезии) металла при ИПДК. Подготовленные половинки дисков (рис. 1 а) помещались на бойки по схеме (рис. 1 б) [19] и подвергались совместной ИПДК на $n=1/4$ оборота наковален (угол 1,5708 рад). Для оценки реальной степени деформации кручением мягких металлов аналогичная процедура совместной ИПДК половинок также была применена для медных дисков, поскольку медь имеет относительно низкий предел текучести – менее 200 МПа.

Микротвердость измерялась по методу Виккерса под нагрузкой 1 Н (100 г) в течение 10 с. Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре Rigaku “Ultima IV” с использованием Cu-K α -излучения (40 кВ, 30 мА). Фазовый состав сплава после различных обработок определяли из данных РСА по относительной интенсивности пиков различных фаз по методу Ритвельда.

Испытания на растяжение проводили на малых плоских образцах размером $1 \times 0,25 \times 4$ мм при комнатной температуре при скорости растяжения $3 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ на машине INSTRON. Образцы для определения механических свойств вырезались из ИПДК-дисков из области примерно $1/2 R$ электроэрозионной резкой.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Оценка реально достигаемой степени деформации кручением по принятой методике показала, что при совместной ИПДК половинок меди с поворотом бойков на $n=1/4$ верхняя и нижняя поверхности половинок дисков относительно сдвигаются соответственно ожидаемому (рис. 2 а). Это указывает на отсутствие проскальзывания при ИПДК меди. Но вид половинок образца Zr-1%Nb, подвергнутых совместной ИПДК на $n=1/4$, свидетельствует о том, что образец получил значительно меньшую деформацию кручением, чем ожидалось (рис. 2 б). По относительному сдвигу верхней и нижней поверхностей половинок был определен угол реального сдвига ($\theta_{\text{реал}}$), который составляет примерно 0,5 рад ($n=1/12$), что соответствует степени деформации кручением $\gamma \approx 3$. Однако это почти в 3 раза меньше, чем $\gamma \approx 8$, предсказываемая формулой (1) (γ рассчитана для точки $R=5$, $h=1$ мм). Меньшая величина деформации обусловлена эффектом проскальзывания [19]. Таким образом, при ИПДК сплава Zr-1%Nb значительное проскальзывание начинается уже на начальных этапах. При ИПДК с $n=1$ и $n=10$ оценить степень деформации кручением по данной методике не удалось из-за адгезии половинок и невозможности разделить половинки после ИПДК. Но внешний вид образцов и места их соединения позволял утверждать, что даже при ИПДК на $n=10$ реальная деформация кручением из-за проскальзывания была намного меньше ожидаемой.

Известно, что при увеличении угла поворота / числа оборотов бойков проскальзывание только усиливается [19].

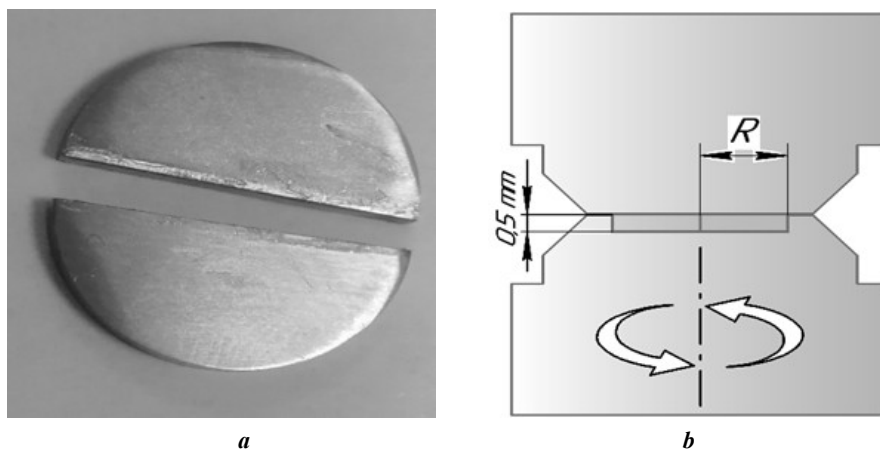


Рис. 1. Две половинки диска Zr-1%Nb для совместной ИПДК (а); схема совместной ИПДК (б) [19]
Fig. 1. Two halves of Zr-1%Nb disk for simultaneous HPT (а); simultaneous HPT scheme (б) [19]

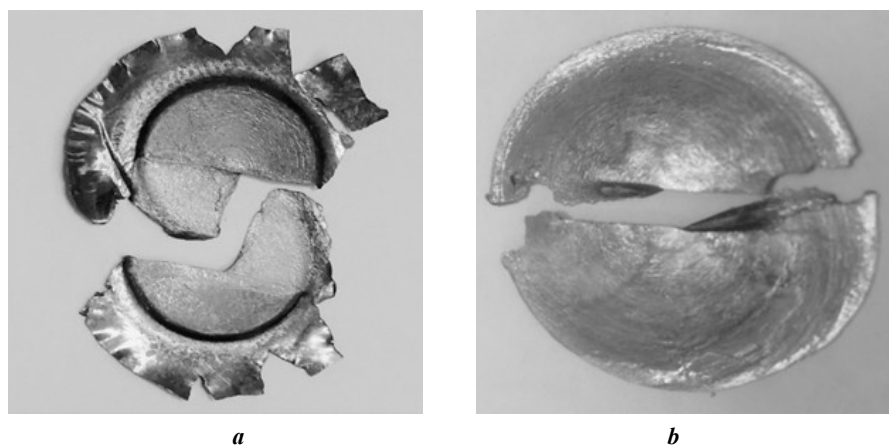


Рис. 2. Две половинки Cu после совместной ИПДК на $n=1/4$ (a); две половинки Zr-1%Nb после совместной ИПДК на $n=1/4$ (b)
Fig. 2. Two Cu halves after simultaneous HPT at $n=1/4$ (a); two Zr-1%Nb halves after simultaneous HPT at $n=1/4$ (b)

Тем не менее после ИПДК на $n=1$ оборот наблюдается значительный прирост HV – более чем в 2 раза (таблица 2), что свидетельствует о сильном измельчении структуры образца. В краевых областях образцов дисков после ИПДК с $n=1$ HV заметно выше, чем в центре образца – почти на 25 % (как это ранее наблюдалось и на других материалах [2; 20]). Между тем при ИПДК на $n=10$ значения HV в центре и на краю практически идентичны и в 2,5 раза выше, чем у исходного образца. Отсюда следует вывод, что при ИПДК на $n=10$ образцы становятся однородно деформированными по всему объему.

Согласно данным PCA основной фазой в исходном сплаве Zr-1%Nb была α -фаза (рис. 3, таблица 3). В матрице фазы α -Zr содержится Nb в виде включений, а часть Nb растворена в решетке Zr. После ИПДК на $n=1$ появляется ω -фаза в количестве 93 % как результат $\alpha \rightarrow \omega$ фазового превращения при наложении давления и деформации, что показано ранее у других авторов [6–9]. После ИПДК ($P=6$ ГПа) на $n=10$ содержание ω -фазы составляет даже 96 %.

Испытания на растяжение показали (рис. 4, таблица 3), что в исходном состоянии прочность материала составляет ~409 МПа. После воздействия ИПДК напряжение

разрушения образцов повышается до 1000 МПа и более. Однако образцы разрушаются хрупко до достижения предела текучести. Соответственно, не достигается и истинный предел прочности.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Таким образом, при ИПДК сплава Zr-1%Nb уже при начальных оборотах наковален начинается сильное проскальзывание, и деформация кручением реализуется в меньшей степени, чем ожидалось. В то же время при ИПДК по выбранным режимам наблюдаются фазовые превращения и рост прочности, аналогичные данным других работ [9–11]. Отсюда следует, что, несмотря на наличие проскальзывания при ИПДК, деформация все-таки накапливается. Происходит рост прочности и микротвердости в результате ИПДК, что обусловлено как формированием наноструктурного состояния, так и появлением в структуре значительной доли ω -фазы, которая более хрупкая, что и приводит к хрупкому разрушению образцов при растяжении. По-видимому, накопление деформации идет не только за счет деформации кручением, но и благодаря реализации других дополнительных деформационных мод [19]. Например,

Таблица 2. Результаты измерения микротвердости HV и фазового состава (PCA) сплава Zr-1%Nb после ИПДК
Table 2. The results of measuring microhardness HV and phase composition (XRS) of Zr-1%Nb alloy after HPT

Обработка	Содержание фаз согласно PCA, %		Микротвердость, HV		
	α -фаза	ω -фаза	Центр	0,5 R	Край
Исходное состояние	100	–	150		
ИПДК на $n=1$	7	93	300	375	372
ИПДК на $n=10$	4	96	370	372	370

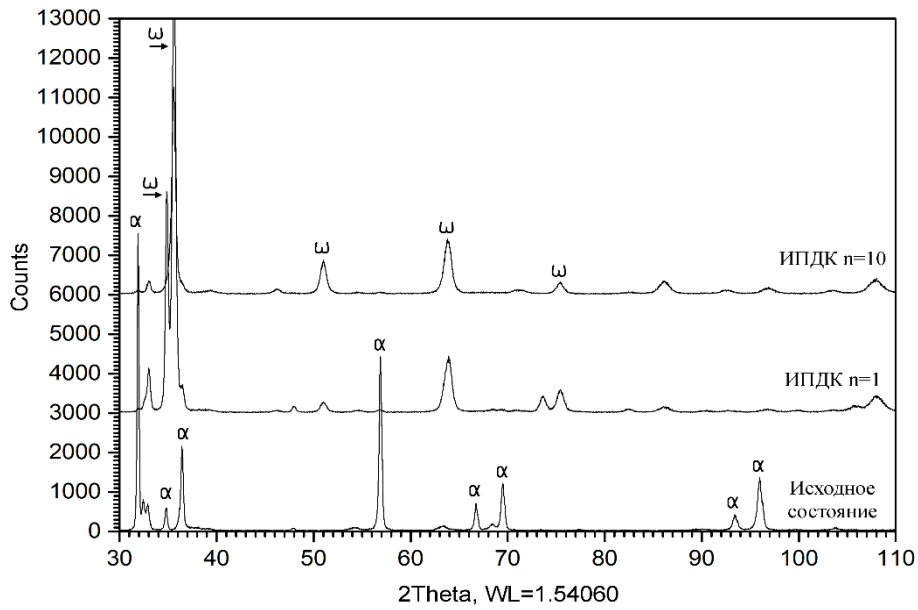


Рис. 3. Рентгеновские дифрактограммы сплава Zr-1%Nb в исходном состоянии и после ИПДК на n=1 и n=10 оборотов
 Fig. 3. X-ray diffraction patterns of Zr-1%Nb alloy in the initial state and after HPT at n=1 and n=10 revolutions

Таблица 3. Механические свойства сплава Zr-1%Nb
 Table 3. Mechanical properties of Zr-1%Nb alloy

Состояние	$\sigma_{0.2}$	σ_b	δ
Исходное состояние	409	509	25
ИПДК с n=1	–	1126	–
ИПДК с n=10	–	940	–

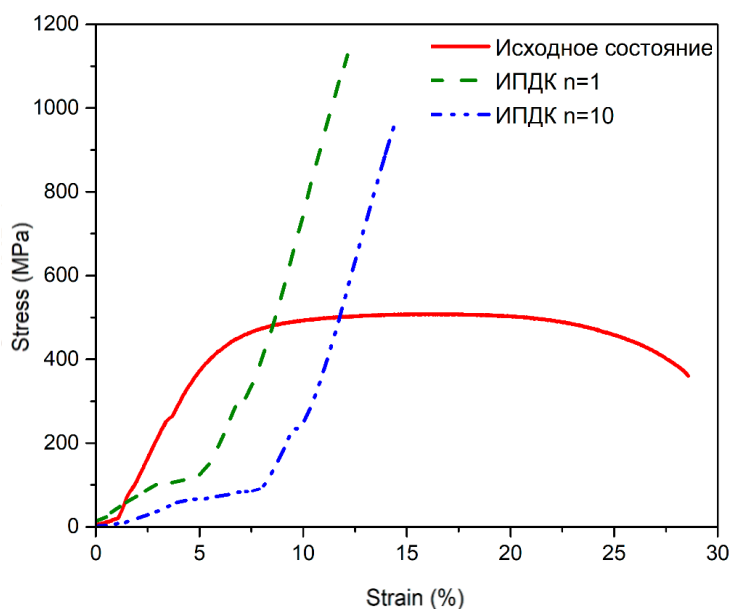


Рис. 4. Кривые растяжения сплава Zr-1%Nb в исходном состоянии и после ИПДК на n=1 и n=10 оборотов
 Fig. 4. Tension curves of Zr-1%Nb alloy in the initial state and after HPT at n=1 and n=10 revolutions

за счет взаимного наклона или несоосности бойков, что приводит к реализации не схемы чистого сдвига кручением, а более комплексной схемы деформации, в которой кручение сопряжено с последовательным сжатием (осадкой) областей образца по ходу движения бойков [19].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

С помощью наглядной методики совместного кручения под давлением двух половинок диска показано, что при ИПДК сплава Zr–1%Nb уже при начальных оборотах наковален начинается сильное проскальзывание, а деформация кручения реализуется в меньшей степени, чем ожидалось. В то же время при ИПДК по выбранным режимам в сплаве Zr–1%Nb наблюдаются структурные превращения и рост прочности, аналогичные наблюдаемым при ИПДК сплава Zr–1%Nb в других работах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A. et al. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances // *Materials Research Letters*. 2022. Vol. 10. № 4. P. 163–256. DOI: [10.1080/21663831.2022.2029779](https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779).
- Lowe T.C., Valiev R.Z., Li X., Ewing B.R. Commercialization of bulk nanostructured metals and alloys // *MRS Bulletin*. 2021. Vol. 46. № 3. P. 265–272. DOI: [10.1557/s43577-021-00060-0](https://doi.org/10.1557/s43577-021-00060-0).
- Utyashev F.Z., Beygelzimer Y.E., Valiev R.Z. Large and severe plastic deformation of metals: similarities and differences in flow mechanics and structure formation // *Advanced Engineering Materials*. 2021. Vol. 23. № 7. Article number 2100110. DOI: [10.1002/adem.202100110](https://doi.org/10.1002/adem.202100110).
- Phase Transformations: Examples from Titanium and Zirconium Alloys / eds. S. Banerjee, P. Mukhopadhyay. Amsterdam: Elsevier, 2007. 813 p. (Pergamon Materials Series, vol. 12).
- Zhao Y., Zhang J., Pantea C., Qian J., Daemen L.L., Rigg P.A., Hixson R.S., Gray III G.T., Yang Y., Wang L., Wang Y., Uchida T. Thermal equations of state of the α , β and ω phases of zirconium // *Physical Review B – Condensed Matter and Materials Physics*. 2005. Vol. 71. № 18. Article number 184119. DOI: [10.1103/PhysRevB.71.184119](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.71.184119).
- Zhilyaev A.P., Gálvez F., Sharafutdinov A., Pérez-Prado M.T. Influence of the high pressure torsion die geometry on the allotropic phase transformations in pure Zr // *Materials Science and Engineering A*. 2010. Vol. 527. № 16–17. P. 3918–3928. DOI: [10.1016/j.msea.2010.02.066](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.066).
- Edalati K., Horita Z., Yagi S., Matsubara E. Allotropic phase transformation of pure zirconium by high-pressure torsion // *Materials Science and Engineering A*. 2009. Vol. 523. № 1–2. P. 277–281. DOI: [10.1016/j.msea.2009.07.029](https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.07.029).
- Straumal B.B., Gornakova A.S., Mazilkin A.A., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Baretzky B., Jiang J.-Z., Dobatkin S.V. Phase transformations in the severely plastically deformed Zr-Nb alloys // *Materials Letters*. 2012. Vol. 81. P. 225–228. DOI: [10.1016/j.matlet.2012.04.153](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.04.153).
- Straumal B.B., Gornakova A.S., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Mazilkin A.A., Baretzky B., Gusak A.M., Dobatkin S.V. Effective temperature of high pressure torsion in Zr-Nb alloys // *High Temperature Materials and Processes*. 2012. Vol. 31. № 4–5. P. 339–350. DOI: [10.1515/htmp-2012-0057](https://doi.org/10.1515/htmp-2012-0057).
- Rogachev S.O., Nikulin S.A., Rozhnov A.B., Goshenkov M.V. Microstructure, phase composition, and thermal stability of two zirconium alloys subjected to high-pressure torsion at different temperatures // *Advanced Engineering Materials*. 2018. Vol. 20. № 9. Article number 1800151. DOI: [10.1002/adem.201800151](https://doi.org/10.1002/adem.201800151).
- Nikulin S., Dobatkin S., Rogachev S. Nanocrystalline zirconium alloys obtained by severe plastic deformation // *Journal of Physics: Conference Series*. 2013. Vol. 416. № 1. Article number 012005. DOI: [10.1088/1742-6596/416/1/012005](https://doi.org/10.1088/1742-6596/416/1/012005).
- Bridgman P.W. Effects of high shearing stress combined with high hydrostatic pressure // *Physical Review*. 1935. Vol. 48. № 10. P. 825–847. DOI: [10.1103/PhysRev.48.825](https://doi.org/10.1103/PhysRev.48.825).
- Edalati K., Horita Z., Langdon T. The significance of slippage in processing by high-pressure torsion // *Scripta Materialia*. 2009. Vol. 60. № 1. P. 9–12. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2008.08.042](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.08.042).
- Kovács Z., Schafner E., Szommer P., Révész Á. Localization of plastic deformation along shear bands in Vitreloy bulk metallic glass during high pressure torsion // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 593. P. 207–212. DOI: [10.1016/j.jallcom.2014.01.079](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.079).
- Gunderov D.V., Churakova A.A., Boltynjuk E.V., Ubyivovk E.V., Astanin E.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. Vol. 800. P. 58–63. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.06.043](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.043).
- 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. Vol. 261. Article number 127000. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.127000](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.127000).
- 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. Vol. 10. № 11. P. 1–14. DOI: [10.3390/met10111433](https://doi.org/10.3390/met10111433).
- Kovács Z., Schafner E., Szommer P., Révész Á. Localization of plastic deformation along shear bands in Vitreloy bulk metallic glass during high pressure torsion // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 593. P. 207–212. DOI: [10.1016/j.jallcom.2014.01.079](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.079).
- Gunderov D.V., Asfandiyarov R.N., Raab G.I., Churakova A.A., Astanin V.V. Method for slippage evaluation at various stages of high-pressure torsion and its application to Fe-0.1%C // *Letters on Materials*. 2021. Vol. 11. № 4. P. 416–421. DOI: [10.22226/2410-3535-2021-4-416-421](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-4-416-421).

20. Azzeddine H., Bradai D., Baudin T., Langdon T.G. Texture evolution in high-pressure torsion processing // *Progress in Materials Science*. 2022. Vol. 125. Article number 100886. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2021.100886](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2021.100886).
- ### REFERENCES
- Edalati K., Bachmaier A., Beloshenko V.A. et al. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*, 2022, vol. 10, no. 4, pp. 163–256. DOI: [10.1080/21663831.2022.2029779](https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779).
 - Lowe T.C., Valiev R.Z., Li X., Ewing B.R. Commercialization of bulk nanostructured metals and alloys. *MRS Bulletin*, 2021, vol. 46, no. 3, pp. 265–272. DOI: [10.1557/s43577-021-00060-0](https://doi.org/10.1557/s43577-021-00060-0).
 - Utyashev F.Z., Beygelzimer Y.E., Valiev R.Z. Large and severe plastic deformation of metals: similarities and differences in flow mechanics and structure formation. *Advanced Engineering Materials*, 2021, vol. 23, no. 7, article number 2100110. DOI: [10.1002/adem.202100110](https://doi.org/10.1002/adem.202100110).
 - Banerjee S., Mukhopadhyay P., eds. *Phase Transformations: Examples from Titanium and Zirconium Alloys*. Pergamon Materials Series, vol. 12. Elsevier, 2007. 813 p.
 - Zhao Y., Zhang J., Pantea C., Qian J., Daemen L.L., Rigg P.A., Hixson R.S., Gray III G.T., Yang Y., Wang L., Wang Y., Uchida T. Thermal equations of state of the α , β and ω phases of zirconium. *Physical Review B – Condensed Matter and Materials Physics*, 2005, vol. 71, no. 18, article number 184119. DOI: [10.1103/PhysRevB.71.184119](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.71.184119).
 - Zhilyaev A.P., Gálvez F., Sharafutdinov A., Pérez-Prado M.T. Influence of the high pressure torsion die geometry on the allotropic phase transformations in pure Zr. *Materials Science and Engineering A*, 2010, vol. 527, no. 16-17, pp. 3918–3928. DOI: [10.1016/j.msea.2010.02.066](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.066).
 - Edalati K., Horita Z., Yagi S., Matsubara E. Allotropic phase transformation of pure zirconium by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 2009, vol. 523, no. 1-2, pp. 277–281. DOI: [10.1016/j.msea.2009.07.029](https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.07.029).
 - Straumal B.B., Gornakova A.S., Mazilkin A.A., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Baretzky B., Jiang J.-Z., Dobatkin S.V. Phase transformations in the severely plastically deformed Zr-Nb alloys. *Materials Letters*, 2012, vol. 81, pp. 225–228. DOI: [10.1016/j.matlet.2012.04.153](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.04.153).
 - Straumal B.B., Gornakova A.S., Fabrichnaya O.B., Kriegel M.J., Mazilkin A.A., Baretzky B., Gusak A.M., Dobatki S.V. Effective temperature of high pressure torsion in Zr-Nb alloys. *High Temperature Materials and Processes*, 2012, vol. 31, no. 4-5, pp. 339–350. DOI: [10.1515/htmp-2012-0057](https://doi.org/10.1515/htmp-2012-0057).
 - Rogachev S.O., Nikulin S.A., Rozhnov A.B., Goshenkov M.V. Microstructure, phase composition, and thermal stability of two zirconium alloys subjected to high-pressure torsion at different temperatures. *Advanced Engineering Materials*, 2018, vol. 20, no. 9, article number 1800151. DOI: [10.1002/adem.201800151](https://doi.org/10.1002/adem.201800151).
 - Nikulin S., Dobatkin S., Rogachev S. Nanocrystalline zirconium alloys obtained by severe plastic deformation. *Journal of Physics: Conference Series*, 2013, vol. 416, no. 1, article number 012005. DOI: [10.1088/1742-6596/416/1/012005](https://doi.org/10.1088/1742-6596/416/1/012005).
 - Bridgman P.W. Effects of high shearing stress combined with high hydrostatic pressure. *Physical Review*, 1935, vol. 48, no. 10, pp. 825–847. DOI: [10.1103/PhysRev.48.825](https://doi.org/10.1103/PhysRev.48.825).
 - Edalati K., Horita Z., Langdon T. The significance of slippage in processing by high-pressure torsion. *Scripta Materialia*, 2009, vol. 60, no. 1, pp. 9–12. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2008.08.042](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.08.042).
 - Kovács Z., Schafler E., Szommer P., Révész Á. Localization of plastic deformation along shear bands in Vitreloy bulk metallic glass during high pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 593, pp. 207–212. DOI: [10.1016/j.jallcom.2014.01.079](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.079).
 - Gunderov D.V., Churakova A.A., Boltynjuk E.V., Ubyivovk E.V., Astanin E.V., Asfandiyarov R.N., Valiev R.Z., Xiaoang W., Wang J.T. Observation of shear bands in the Vitreloy metallic glass subjected to HPT processing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 800, pp. 58–63. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.06.043](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.043).
 - 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, vol. 261, article number 127000. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.127000](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.127000).
 - 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, vol. 10, no. 11, pp. 1–14. DOI: [10.3390/met10111433](https://doi.org/10.3390/met10111433).
 - Kovács Z., Schafler E., Szommer P., Révész Á. Localization of plastic deformation along shear bands in Vitreloy bulk metallic glass during high pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 593, pp. 207–212. DOI: [10.1016/j.jallcom.2014.01.079](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.079).
 - Gunderov D.V., Asfandiyarov R.N., Raab G.I., Churakova A.A., Astanin V.V. Method for slippage evaluation at various stages of high-pressure torsion and its application to Fe-0.1%C. *Letters on Materials*, 2021, vol. 11, no. 4, pp. 416–421. DOI: [10.22226/2410-3535-2021-4-416-421](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2021-4-416-421).
 - Azzeddine H., Bradai D., Baudin T., Langdon T.G. Texture evolution in high-pressure torsion processing. *Progress in Materials Science*, 2022, vol. 125, article number 100886. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2021.100886](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2021.100886).

The investigation of the slippage effect, transformation of the structure and properties of the Zr–1%Nb alloy during high-pressure torsion deformation

© 2022

Dmitry V. Gunderov^{*1,2,3}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, leading researcher

Andrey G. Stotsky¹, junior researcher

Veta R. Aubakirova^{1,4}, PhD (Engineering)

Sofia D. Gunderova¹, student

Yuriy A. Lebedev^{2,5}, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher

¹Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

²Institute of Physics of Molecules and Crystals of Ufa Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences, Ufa (Russia)

*E-mail: dimagun@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5925-4513>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8483-6408>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5873-8046>

Received 06.05.2022

Accepted 01.08.2022

Abstract: High-pressure torsion deformation (HPT) is an effective method for transforming the structure of metallic materials, forming a nanostructural state in them, and significantly improving their strength. However, deformation achieved during HPT can be much less than expected due to the slippage. The study of the slippage effect during HPT of various materials is a topical issue. Previously, the authors proposed a simple and illustrative method for assessing slippage and the actual degree of torsion deformation achieved during HPT. Zr–1%Nb alloys, on which many studies of the HPT effect previously have been carried out, are good material for studying the slippage effect during HPT. Therefore, it is possible to compare obtained data with the results of other authors. The paper investigates the HPT impact on the structure and properties of the Zr–1%Nb alloy and demonstrates the slippage effect. The initial disk, prepared for HPT, was cut into two half-disks that were jointly placed on the strikers and exposed to joint HPT for $n=1/4$ revolutions of anvils. The authors evaluated the slippage effect from the view of halves. The study showed that even at the initial HPT stages at $n=1/4$ revolutions, there is a significant slippage of strikers and a sample, and the torsion deformation does not accumulate as expected. The authors analyzed the influence of various HPT modes on the microhardness, structure, and phase composition of the Zr–1%Nb alloy. The study shows that, despite the slippage effect, the Zr–1%Nb alloy is strongly hardened during HPT for one revolution ($n=1$) and HPT with $n=10$; the microhardness and tensile strength increase significantly, and up to 90 % of high-pressure ω -phases is formed in the sample. The authors conclude that during HPT, the deformation is implemented not by simple torsion but by the more complex modes.

Keywords: Zr–1%Nb zirconium alloy; HPT; high-pressure torsion deformation; accumulating deformation; mechanical properties.

Acknowledgements: The work was carried out under the financial support of the RSF project No. 20-79-10189. The experimental part of the work was carried out on the equipment of the Core Facility Centre “Nanotech” of FSBEI HE “USATU”.

For citation: Gunderov D.V., Stotsky A.G., Aubakirova V.R., Gunderova S.D., Lebedev Yu.A. The investigation of the slippage effect, transformation of the structure and properties of the Zr–1%Nb alloy during high-pressure torsion deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 4, pp. 30–37. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-4-30-37.