

НИЗКОЧАСТОТНОЕ ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ, ОБУСЛОВЛЕННОЕ СТРУКТУРНОЙ РЕЛАКСАЦИЕЙ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА

© О.П.Бобров, А.Т.Косилов,* В.А.Хоник

Воронежский государственный педагогический университет,
394043 Воронеж, Россия

*Воронежский государственный технический университет,
394000 Воронеж, Россия

(Поступила в Редакцию 27 февраля 1996 г.

В окончательной редакции 12 мая 1996 г.)

Изложены результаты эксперимента, поставленного для проверки разработанной ранее модели структурной релаксации металлических стекол в поле внешних механических напряжений. Показано количественное соответствие расчета эксперименту.

Метод внутреннего трения (ВТ), чувствительный к процессам атомной перестройки твердых тел, активно используется для изучения структурной релаксации металлических стекол (МС) [1-7]. Установлено, в частности, что уровень потерь, обусловленных СР, увеличивается с ростом ее интенсивности и с понижением частоты колебаний [5,7-9]. Однако возможность использования низкочастотного ВТ в качестве эффективного инструмента изучения структурной релаксации в значительной степени ограничена в связи с отсутствием достаточно обоснованных и экспериментально апробированных представлений о механизме диссипации энергии в условиях интенсивной структурной релаксации. Имеющиеся в литературе данные по этому вопросу [3,4,8,10,11] носят, скорее, качественный характер и не могут претендовать на сколько-нибудь полноценную интерпретацию поведения МС при знакопеременном нагружении.

В [12,13] была предложена новая концепция структурной релаксации МС в поле внешних механических напряжений и на ее основе построена модель ползучести, которая количественно объяснила известные экспериментальные закономерности. В [14] эти представления были уточнены и применены к анализу низкочастотного ($\omega < 10 \text{ s}^{-1}$) ВТ, обусловленного структурной релаксацией. Настоящая работа посвящена экспериментальной проверке соотношений, полученных в [14] для ВТ в изотермических условиях и при линейном нагреве.

1. Методика эксперимента

Исследовалось МС $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$, полученное стандартным методом одновалкового спиннингования в виде ленты толщиной 35–40 μm и шириной около 21 мм. Аморфность исходного и термообработанного материала контролировалась рентгенографически на дифрактометре Дрон-3 в MoK_α -излучении с использованием графитового монохроматора. Температура начала кристаллизации по данным дилатометрии составила ≈ 773 К при скорости нагрева 0.12 К/с. Из ленты с помощью специальных гильотинных пресс-ножниц вырубались образцы шириной 40–50 μm и длиной 10–12 мм. Для удаления нарушенного поверхностного слоя образцы травились в концентрированной азотной кислоте в течение 6 мин. В результате травлений масса уменьшалась примерно на 10%. Измерения ВТ проводились на прямом крутильном микроамплайнике с фотоэлектрической регистрацией свободно затухающих колебаний. Крепление образца в установке осуществлялось с помощью специального термостойкого клея. Рабочая длина образца после приклейки составляла обычно 2–3 мм. ВТ рассчитывалось по формуле $Q^{-1} = \frac{1}{\pi N} \ln \frac{A_n}{A_{n+N}}$, где N — число колебаний образца, соответствующее уменьшению их амплитуды от A_n до A_{n+N} . Круговая частота колебаний варьировалась в пределах 2–6 s^{-1} . Измерения проводились при фиксированной амплитуде деформации $\sim 10^{-5}$. Погрешность измерений ВТ оценивалась в 10% при $Q^{-1} \sim 5 \cdot 10^{-2}$ и составляла около 1% при $Q^{-1} \sim 10^{-3}$. Нагрев осуществлялся в вакууме $\sim 10^{-2}$ Па с помощью терморегулятора, обеспечивавшего отклонение от заданной скорости нагрева не более 1% и поддержание заданной температуры с точностью не хуже ± 0.25 К. Измерения ВТ исходных и отожженных образцов в магнитном поле (≈ 200 Ое), близком к насыщающему, показали, что магнитомеханическим вкладом в измеряемое затухание можно пренебречь.

2. Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. 1 (кривые 1–3) показана температурная зависимость Q^{-1} исследуемого МС в исходном состоянии для различных скоростей нагрева \dot{T} . Как видно, ВТ увеличивается с ростом температуры и скорости нагрева. Аналогична зависимость Q^{-1} от скорости нагрева отмечалась в ранних исследованиях [5,15,16]. Экспериментальные кривые $Q^{-1}(\dot{T})$ характеризовались некоторым разбросом значений от образца к образцу, обусловленным, очевидно, неоднородностью ленты по толщине и как следствие различием скорости закалки образцов, вырубленных из различных участков ленты. Несмотря на это, наблюдалась устойчивая тенденция к росту Q^{-1} с увеличением \dot{T} и уменьшением ω . Температурная зависимость нормированного модуля сдвига имеет характерный для МС вид (кривая 4 на рис. 1).

Низкочастотное ВТ в свежезакаленных МС можно разделить на две составляющие: потери Q_{sr}^{-1} , обусловленные необратимой структурной релаксацией, и потери, вызванные структурно-обратимыми диссипативными процессами, которые определяют уровень фона Q_{rel}^{-1} . Температурная зависимость фона ВТ измерялась после предварительного

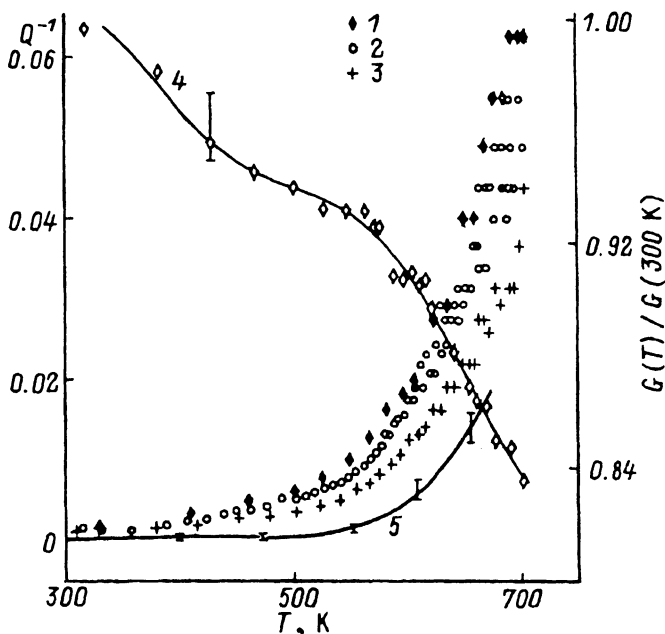


Рис. 1. Температурные зависимости ВТ Q^{-1} (1-3) и нормированного модуля сдвига $G(T)/G(300\text{ K})$ (4) для исходных образцов при скоростях нагрева 0.15 (1), 0.093 (2, 4) и 0.040 K/s (3).
5 — температурная зависимость ВТ после отжига при $T = 703\text{ K}$ в течение 30 min.

отжига МС при $T = 703\text{ K}$ в течение 30 min непосредственно в измерительной установке. Указанный режим термообработки определялся стремлением, с одной стороны, достичь максимально релаксированного структурного состояния, а с другой — избежать кристаллизации. Кривая 5 на рис. 1 дает усредненную по десяти образцам температурную зависимость фона $Q_{\text{rel}}^{-1}(T)$, на которой показан разброс измеренных величин ВТ. Как видно, поведение фона $Q_{\text{rel}}^{-1}(T)$ отличается высокой степенью воспроизводимости от образца к образцу.

Потери Q_{Sr}^{-1} , вызванные необратимой структурной релаксацией, определялись как разность между исходным и фоновым затуханием $Q_{\text{Sr}}^{-1}(T, t) = Q^{-1}(T, t) - Q_{\text{rel}}^{-1}(T)$.

Согласно [14], ВТ, обусловленное структурной релаксацией в процессе нагрева с постоянной скоростью \dot{T} , можно рассчитать по формуле

$$Q_{\text{Sr}}^{-1}(T) = N_0[E_0(T)]\Omega CGA\dot{T}/\omega, \quad (1)$$

где N_0 — объемная плотность центров релаксации в расчете на единичный интервал энергии активации, зависящая от температуры посредством характеристической энергии активации E_0 , для которой скорость уменьшения объемной плотности центров релаксации максимальна, Ω — объем, охватываемый элементарным актом структурной релаксации, C — параметр модели, характеризующий ориентирующее влияние напряжения на элементарные акты структурной релаксации, G — модуль сдвига, A — постоянная, характеризующая скорость роста E_0 с температурой, приблизительно равная $3.1 \cdot 10^{-3}\text{ eV/K}$, ω —

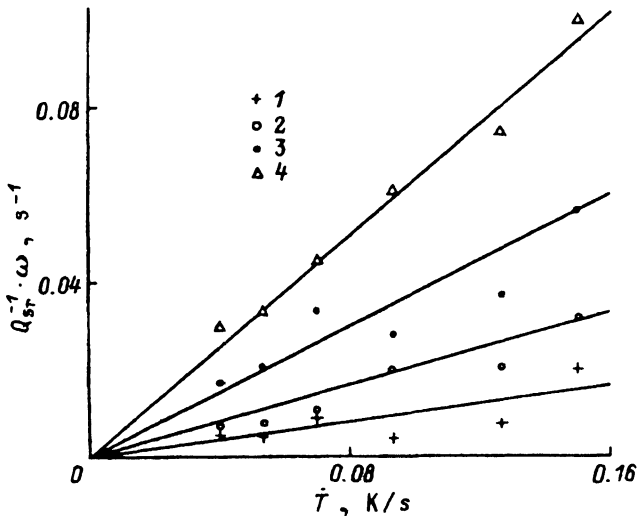


Рис. 2. Зависимости $Q_{Sr}^{-1} \cdot \omega$ от скорости нагрева при различных температурах. T (K): 1 — 373, 2 — 473, 3 — 573, 4 — 673. Прямые соответствуют усредненным значениям угловых коэффициентов прямых, проведенных из начала координат в каждую экспериментальную точку при $T = \text{const}$.

круговая частота. В условиях линейного нагрева [14] выполняется соотношение

$$E_0 = AT. \quad (2)$$

Из (1) следует, что величина $Q_{Sr}^{-1} \omega$ при фиксированной температуре является линейной функцией скорости нагрева с угловым коэффициентом, зависящим от температуры. Результаты экспериментальной проверки уравнения (1) приведены на рис. 2. Действительно, при всех фиксированных температурах, соответствующих изотермическим срезам кривых $Q_{Sr}^{-1}(T)$, величина $Q_{Sr}^{-1} \omega$ с повышением скорости нагрева линейно растет. Увеличение угла наклона прямых с ростом температуры является в первую очередь отражением вида функции спектральной плотности центров релаксации: с ростом T , а следовательно, и с ростом характеристической энергии $N_0(E_0)$ также растет.

Изотермические измерения ВТ начинались непосредственно после окончания нагрева со скоростью 0.15 K/s до температуры испытания T_a . На рис. 3 показаны изотермические кривые $Q_{Sr}^{-1}(T_a, t)$, полученные после нагрева до различных температур. Для всех исследованных образцов ВТ со временем уменьшается, а с ростом T_a начальный уровень потерь растет.

Для изотермического ВТ в [14] получено выражение

$$Q_{Sr}^{-1}(t) = \frac{kTN_0[E_0(t)]\Omega CG}{\omega(t + \tau)}, \quad (3)$$

где $\tau = kT/\dot{T}A$ — эффективное время отжига, предшествующее началу измерений, k — постоянная Больцмана. В изотермических условиях

$$E_0 = kT_a \ln \nu(\tau + t), \quad (4)$$

где ν — частота попыток преодоления активационно барьера.

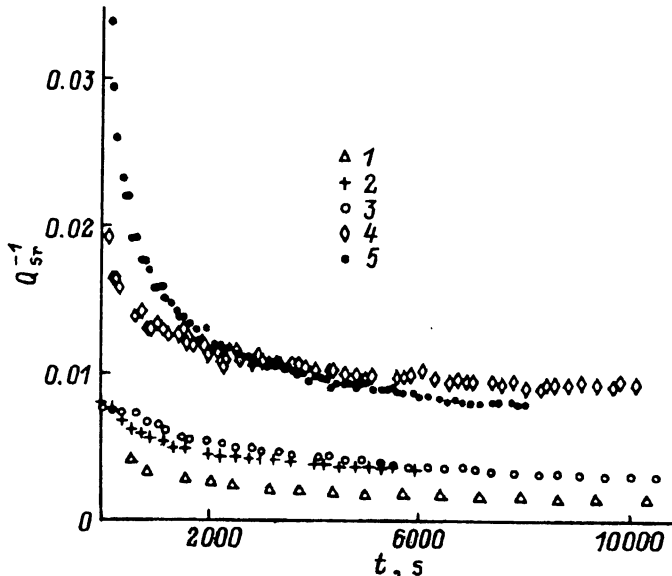


Рис. 3. Изотермическая кинетика Q_{Sr}^{-1} при различных температурах T_a .
 T_a (K) и ω (s⁻¹): 1 — 473 и 3.0, 2 — 573 и 2.1, 3 — 573 и 3.9, 4 — 623 и 2.4, 5 — 623 и 1.6.

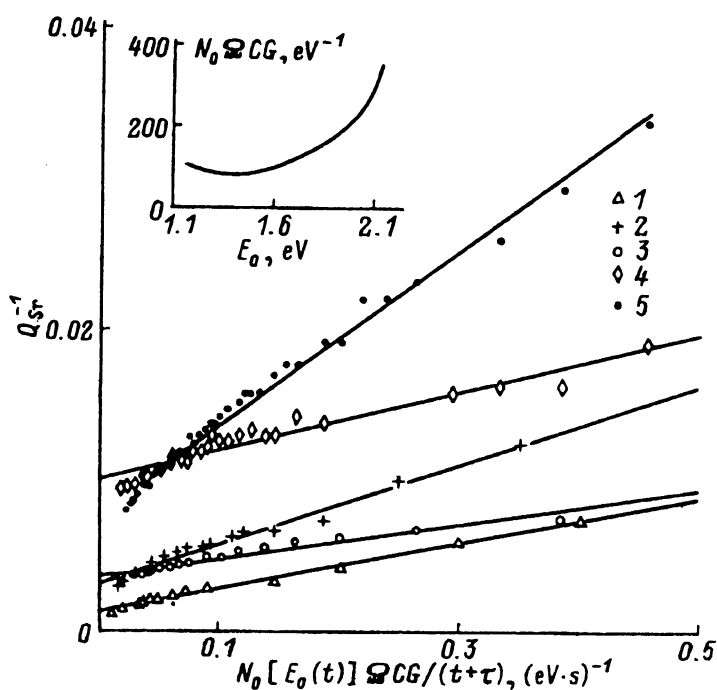


Рис. 4. Представление данных рис. 3 в спрямляющих координатах.
 Обозначения кривых те же, что и на рис. 3. На врезке показана зависимость произведения $N_0 \Omega CG$ от характеристической энергии.

| T_a, K | ω, s^{-1} | $M^{calc}, eV \cdot s$ | $M^{exp}, eV \cdot s$ |
|----------|------------------|------------------------|-----------------------|
| 473 | 3.0 | 0.014 | 0.015 |
| 573 | 2.1 | 0.024 | 0.027 |
| 573 | 3.9 | 0.012 | 0.012 |
| 623 | 2.4 | 0.022 | 0.022 |
| 623 | 1.6 | 0.04 | 0.06 |

Из (3) следует, что временная зависимость ВТ должна спрямляться в координатах $Q_{Sr}^{-1}(t) - N_0[E_0(t)]\Omega CG/(t + \tau)$. Кинетика произведения $N_0\Omega CG$ была рассчитана с использованием результатов измерений ВТ в условиях линейного нагрева. Для этого по экспериментальным значениям $Q_{Sr}^{-1}(T)$ с помощью формулы (1) была найдена температурная зависимость $N_0\Omega CG$. Последняя с использованием (2) была преобразована в зависимость произведения $N_0\Omega CG$ от характеристической энергии, представленную на врезке на рис. 4. Затем с помощью формулы (4) (ν принималось равным $1 \cdot 10^{13} s^{-1}$) каждому моменту времени ставилось в соответствие определенное значение $N_0\Omega CG$.

Результаты представления экспериментальных данных $Q_{Sr}^{-1}(t)$ (рис. 3) в спрямляющих координатах показаны на рис. 4, где линии проведены с угловыми коэффициентами $M^{calc} = kT/\omega$. Видно, что экспериментальные точки достаточно хорошо ложатся на рассчитанные прямые. Значения M^{calc} совместно с экспериментальными значениями угловых коэффициентов M^{exp} , найденными в результате линейной аппроксимации экспериментальных точек на рис. 4 методом наименьших квадратов, приведены в таблице. Из данных таблицы следует хорошее соответствие расчетных и экспериментальных значений M .

Таким образом, проведенные эксперименты подтвердили корректность расчетов [14] низкочастотного ВТ, обусловленного структурной релаксацией МС.

Наибольший интерес из полученных результатов с точки зрения изучения микроскопических механизмов структурной релаксации МС представляет рассчитанная зависимость произведения $N_0\Omega CG$ от характеристической энергии активации (врезка на рис. 4), которая в силу сравнительно малого изменения модуля сдвига при нагреве исходных образцов (кривая 4 на рис. 1) прямо отражает энергетический спектр структурной релаксации. Вид этого спектра дает информацию об элементарных актах структурной релаксации. В настоящей работе и работе [14], посвященной анализу, литературных экспериментальных данных по низкочастотному ВТ, этот спектр был получен в виде плавной функции, не имеющей выраженных особенностей. Такой вид спектра предполагает, что в структуре отсутствуют топологически предпочтительные типы центров релаксации, и элементарные акты структурной релаксации нельзя связать с набором из нескольких вариантов атомных перестроек. Между тем в работах [17-19] на основе анализа кинетики изотермической ползучести и возврата формы с использованием релаксационных соотношений общего характера получены спектры

энергий активации, включающие 3–4 ярко выраженные пика и предпологающие, таким образом, наличие такого же числа типов предпочтительных «структурных дефектов». Дальнейшие исследования должны показать, связаны ли эти различия с химическим составом изучавшихся МС, спецификой обработки данных и расчетов [18,20] или другими причинами.

Работа была выполнена при поддержке Администрации Воронежской области и Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 95-02-03970).

Список литературы

- [1] В.П. Алехин, В.А. Хоник. Структура и физические закономерности деформации аморфных сплавов. *Металлургия*, М. (1992) 248 с.
- [2] N. Morito. *Mater. Sci. Eng.* **60**, 3, 261 (1983).
- [3] N. Morito, T. Egami. *Acta Met.* **32**, 4, 603 (1984).
- [4] D. Deng, A.S. Argon. *Acta Met.* **34**, 10, 2025 (1986).
- [5] Li Xiao-Guang, He Yizhen. *Phys. Stat. Sol. (a)* **95**, 467 e(1986).
- [6] H.S. Chen, N. Morito. *J. Non-Cryst. Sol.* **72**, 2–3, 287 (1985).
- [7] W.-N. Myung, S.-J. Kim, D.-H. Jang, H. Okumura, A. Inoue, T. Masumoto. *J. Non-Cryst. Sol.* **150**, 406 (1992).
- [8] S. Tuagi, A.E. Lord. *J. Non-Cryst. Sol.* **30**, 3, 273 (1979).
- [9] H.-R. Sinning, F. Haessner. *Z. Phys. Chem.* **156**, 115 (1988).
- [10] A. van den Beukel. *Phys. Stat. Sol.* **129**, 46 (1992).
- [11] И.В. Золотухин, Ю.Е. Калинин. *ФТТ* **32**, 2, 536 (1995).
- [12] А.Т. Косилов, В.А. Хоник. *Изв. РАН. Сер. физ.* **57**, 11, 192 (1993).
- [13] V.A. Khonik, A.T. Kosilov, V.A. Mikhailov. *J. Non-Cryst. Sol.* **192–193**, 603 (1995).
- [14] В.И. Белявский, О.П. Бобров, А.Т. Косилов, В.А. Хоник. *ФТТ* **38**, 1, 30 (1996)
- [15] H.-R. Sinning. *Acta Met. et Mater.* **39**, 5, 851 (1991).
- [16] H.-R. Sinning. *Mater. Sci. Forum.* **119–121**, 535 (1993).
- [17] A. Kasardova, V. Ocelik, K. Csach, J. Miskuf. *Phil. Mag. Lett.* **71**, 5, 257 (1995).
- [18] K. Csach, V. Ocelik, J. Miskuf, V.Z. Bengus. *IEEE Trans. Magn.* **30**, 2, 496 (1994).
- [19] A. Kursumovic, M.G. Scott, R.W. Cahn. *Scr. Met et Mat.* **24**, 7, 1307 (1990).
- [20] V. Ocelik, K. Csach, J. Miskuf. *Key Eng. Mat.* **81–83**, 567 (1993).