

УДК 539.213.37

© 1990

## РЕЛАКСАЦИЯ НАПРЯЖЕНИЙ В МЕТАЛЛИЧЕСКОМ СТЕКЛЕ $Ni_{60}Nb_{40}$

*И. В. Золотухин, А. Т. Косилов, Р. А. Хоник, Т. Н. Рябцева,  
А. А. Лукин, Г. Ф. Прокошина*

Проведены прецизионные измерения релаксации напряжений в металлическом стекле (МС)  $Ni_{60}Nb_{40}$  при комнатной температуре. Методом ступенчатой разгрузки определена величина эффективных внутренних напряжений, которая составила 0.93–0.96 от уровня приложенного напряжения. Установлена зависимость эффективных внутренних напряжений от предыстории нагружения. Показан обратимый характер процессов, ответственных за релаксацию напряжений. Установлено наличие анизотропии релаксации напряжений в предварительно деформированных прокаткой образцах. Активационный объем релаксации составил 5–8 нм<sup>3</sup> в исходном состоянии и 1–2 нм<sup>3</sup> после прокатки на 20–25 %. Предложена дислокационная модель развития деформации в МС, позволяющая качественно объяснить полученные результаты.

Одним из наиболее эффективных методов изучения процессов пластического и неупругого деформирования материалов является метод релаксации напряжений. В частности, измерения скорости релаксации в условиях ступенчатой разгрузки дают возможность определить уровень эффективных внутренних напряжений [1], а анализ кинетики релаксации позволяет в некоторых случаях идентифицировать механизмы пластического течения. Эти возможности метода применительно к металлическим стеклам (МС) остаются до настоящего времени практически не реализованными, что обусловлено незначительной по величине скоростью и глубиной релаксации напряжений в МС при низких температурах ( $T < 0.7 T_c$ ,  $T_c$  — температура кристаллизации) и, как следствие, — непригодностью стандартных испытательных машин для проведения необходимых прецизионных измерений. В настоящей работе такие измерения выполнены на примере МС  $Ni_{60}Nb_{40}$  при комнатной температуре с помощью специально изготовленной высокочувствительной разрывной машины струнного типа.

В работе была поставлена задача определения эффективных действующих внутренних напряжений, возникающих в МС при деформации, а также исследования анизотропии релаксации напряжений в предварительно деформированном прокаткой материале. В литературе имеются лишь косвенные данные, свидетельствующие о наличии внутренних напряжений. Так, в работах [2, 3] была установлена обратимость пластического сдвига МС: возникающие при изгибе полосы сдвига исчезают почти полностью при выпрямлении образца. Реверсивный характер сдвиговых процессов при изменении знака нагрузки может быть объяснен как результат сложения внутренних напряжений (возникающих при изгибе) с приложенными при выпрямлении образца. Возможность такой интерпретации отмечалась и в работе [4]. Влияние предварительной деформации на анизотропию механических свойств МС исследовалось лишь в работе [5], автор которой установил зависимость приведенного предела прочности от направления прокатки материала.

Исследуемый материал был получен методом спиннингования в виде ленты шириной 1.5—2 мм и толщиной 30—35 мкм. Аморфность контролировалась методами рентгенографии и просвечивающей электронной микроскопии. Температура начала кристаллизации, по данным дифференциального термического анализа, дилатометрии и измерениям внутреннего трения, составила 915 К при скорости нагрева 10 К/мин.

Для измерений релаксации напряжений использовалась разрывная машина струнного типа [6], характерной особенностью которой является отсутствие силоизмерительного элемента. Образец в процессе деформации возбуждался на резонансной частоте  $f$ , которая связана с приложенным напряжением  $\sigma$  соотношением  $\sigma = 4\rho f^2 l^2$ , где  $\rho$  — плотность материала,  $l$  — рабочая длина образца ( $\sim 20$  мм). Плотность определялась методом гидростатического взвешивания. Суммарная погрешность измерения  $\sigma$  оценивалась в 5%. Разрешающая способность по напряжению (для данного образца) была не хуже 0.05 МПа. Специальные тестовые эксперименты показали, что для исследованных образцов жесткость машины была близка к абсолютной. Измерения проводились при комнатной температуре в атмосфере гелия давлением  $\sim 10$  Тор. Скорость активной деформации во всех случаях составляла  $6 \cdot 10^{-4}$  с $^{-1}$ . Первое точное измерение напряжения проводилось через 30—45 с после остановки активной деформации. Анализ релаксационных кривых производился на ЭВМ с помощью программы, включающей их аппроксимацию кубическими сплайн-функциями и аналитическое вычисление производных напряжения по времени. Предварительная деформация осуществлялась с помощью прокатного стана, аналогичного описанному в [7]. Степень деформации рассчитывалась как среднее из относительного уменьшения толщины и относительного увеличения длины образца. Величина деформации за один проход составляла 0.5—1%.

## 2. Результаты эксперимента и обсуждение

1) Исходное состояние. Предел прочности  $\sigma_y$  исследуемого МС  $\approx 2500$  МПа, полная деформация до разрушения 2.2%, остаточная — 0.1%, модуль Юнга 109 ГПа. Исследование релаксации напряжений при последовательно возрастающих начальных нагрузках  $\sigma_0$  показало, что в целом кинетические кривые  $\sigma(t)$  аналогичны случаю ранее исследованных МС [6, 8, 9]: глубина релаксации  $\Delta\sigma$  весьма мала и не превышает 5—8 МПа за 1 ч измерений, несколько возрастая с ростом  $\sigma_0$ ; при малых  $\sigma_0$  (менее 0.2—0.3  $\sigma_y$ ) релаксация напряжений в пределах точности измерений отсутствует.

В соответствии с методикой определения уровня эффективных внутренних напряжений, предложенной в [10, 11], были проведены измерения релаксации напряжений в условиях ступенчатой разгрузки (рис. 1). Образец нагружался до  $\sigma_0 \approx 2110$  МПа, измерялась релаксация напряжений (кривая 1), затем следовали догружение до исходного  $\sigma_0$ , выдержка в течение 20 мин, разгрузка до  $\sigma_0 \approx 1985$  МПа и измерение  $\sigma(t)$  (кривая 2). Далее указанный цикл (догружение до 2110 МПа → выдержка → разгрузка до  $\sigma_0$  → измерение  $\sigma(t)$ ) многократно повторялся при последовательно уменьшающихся значениях  $\sigma_0$  (кривые 3, 4) (на рис. 1 показано лишь несколько релаксационных кривых; в наиболее детальных экспериментах шаг уменьшения напряжения составлял примерно 100 МПа). Нулевая скорость релаксации после ступенчатой разгрузки (кривая 2) соответствует равенству  $\sigma = \sigma_i$  ( $\sigma$  — приложенное напряжение,  $\sigma_i$  — эффективные внутренние напряжения). Эксперимент повторялся многократно, в том числе при временах измерений релаксации 5 и 10 мин, а также в условиях ступенчатой разгрузки без промежуточного догружения. Результаты во всех случаях оказались идентичными: уровень напряжений, соответствующий нулевой скорости релаксации, составлял 0.93—0.96 от уровня первоначально приложенного напряжения практически независимо

от его величины. Можно отметить, что в кристаллических металлах соответствующая величина обычно значительно меньше ( $0.7-0.8\sigma_0$  вблизи предела текучести [11]).

Вторая особенность полученных экспериментальных кривых состоит в том, что глубина нормальной релаксации напряжений  $\Delta\sigma$  (кривая 1) близка к величине  $\Delta\sigma$  роста напряжения после разгрузки до малых  $\sigma$  (кривая 4). Это указывает на обратимый характер сдвиговой деформации при повторных нагружениях: под действием приложенной нагрузки термоактивируемые сдвиги реализуются в поле противодействующих внутренних напряжений, которые при последующей разгрузке до малых  $\sigma$  обеспечивают противоположные по знаку сдвиговые процессы.

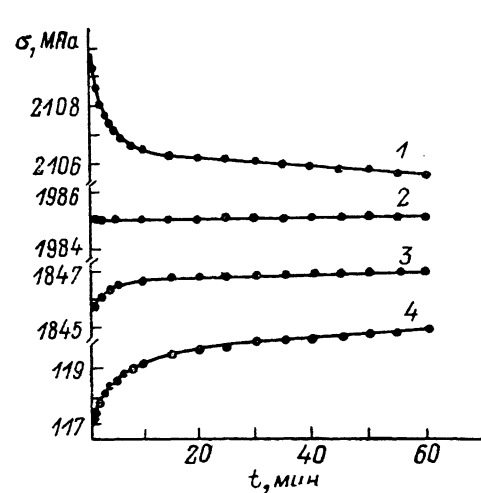


Рис. 1. Релаксация напряжений в МС  $Ni_{60}Nb_{40}$  в условиях ступенчатой разгрузки.

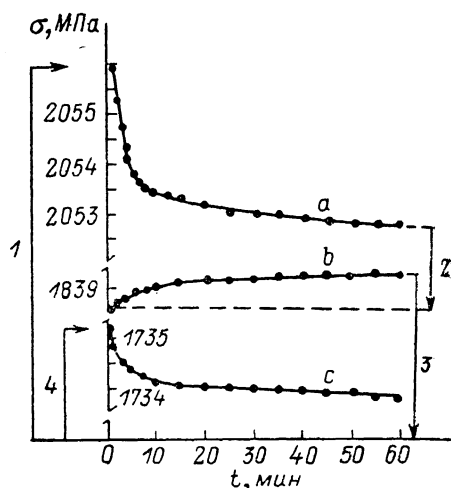


Рис. 2. Кривые релаксации напряжений (a—c), иллюстрирующие зависимость эффективных внутренних напряжений от предыстории нагружения.

Цифрами указан порядок нагружения.

Исследования показали, что уровень внутренних далекодействующих напряжений зависит от механико-временной предыстории материала (рис. 2). После нагружения до  $\approx 2056$  МПа и измерения  $\sigma(t)$  (кривая a) образец разгружался до  $\sigma_0 \approx 1839$  МПа и записывалась релаксационная кривая b. Наблюдаемая отрицательная скорость релаксации свидетельствует о том, что это напряжение меньше уровня  $\sigma_1$ . Далее образец полностью разгружался ( $\sigma=0$ ), выдерживался в течение 2 ч и вновь нагружался до  $\sigma_0 \approx 1735$  МПа, которое меньше, чем  $\sigma_0$  при первой разгрузке. Если бы уровень  $\sigma_1$  оставался неизменным после такого циклирования, то следовало ожидать отрицательную скорость релаксации. В действительности же имеет место нормальная релаксация с положительной скоростью (кривая c), свидетельствующая об уменьшении  $\sigma_1$ .

Таким образом, в условиях реализации обратимых сдвиговых процессов, которые характерны для исследуемого МС при его деформации в области микропластичности, знак и скорость релаксации после ступенчатого изменения нагрузки зависят от предыстории нагружения. Для объяснения полученных закономерностей привлечем дислокационные представления, которые ранее были предложены в работах Гилмана и Ли [12-14].

Деформация МС осуществляется путем движения серии элементарных фронтов сдвига [13], каждый из которых создает при своем распространении в материале неоднородное поле смещений и может быть интерпретирован как движущаяся дислокация Соммилианы с переменным по направлению и величине вектором сдвига [13]. Характерной особенностью МС является наличие структурных неоднородностей различной природы и маш-

таба [15]. Такие неоднородности, схематически показанные в виде заштрихованных областей на рис. 3, могут располагаться в плоскости  $ABCD$  максимального сдвигового напряжения  $\tau$  и создавать внутренние противодействующие напряжения  $\tau_i$ . Если эти области являются непреодолимыми препятствиями для фронта сдвига, последний может обойти их, что приводит к образованию дислокационных петель вокруг неоднородностей (область  $II$  на рис. 3). Прохождение следующего фронта сдвига  $I$  приведет к появлению еще одной петли вокруг каждой неоднородности (область  $I$ ), и т. д. Развитие этого процесса сопровождается ростом внутренних дальнедействующих напряжений, направленных навстречу приложенному [16]. Возможна также ситуация, когда структурная неоднородность не является непреодолимым препятствием для сдвига и элементарный фронт пройдет через нее, но величина сдвига будет меньше, чем в среднем в окружающей матрице. Результатом этого процесса будет также образование дополнительных внутренних напряжений, которые можно рассматривать как следствие образования непрерывно распределенных дислокационных петель вокруг неоднородностей. Увеличение внутренних полей напряжений с ростом деформации приведет к блокировке сдвига и развитию деформации в другой плоскости максимального скалывающего напряжения.

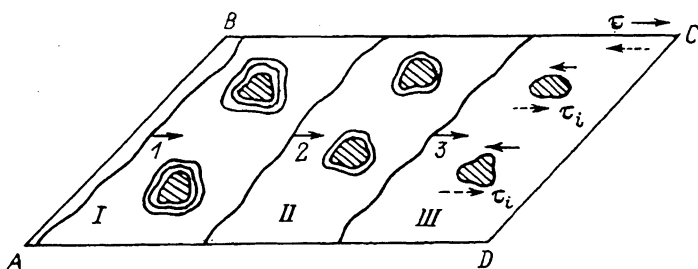


Рис. 3. Схема развития деформации в МС.

Заштрихованные области — структурные неоднородности в плоскости  $ABCD$  максимального сдвигового напряжения  $\tau$ . 1—3 — элементарные фронты сдвига.

Рассмотренная схема развития деформации в значительной степени аналогична известному механизму Орована [16], в соответствии с которым осуществляется пластическое течение кристаллических дисперсно-упрочненных металлов. Применительно к МС этот механизм рассмотрен в работе [17], авторами которой измерялся предел текучести МС, содержащего введенные на стадии изготовления недеформируемые частицы карбида вольфрама. Как было установлено, зависимость предела текучести от объемной доли этих частиц может быть описана с помощью модели Орована.

После остановки деформационной машины приложенное напряжение при участии тепловых флуктуаций обеспечивает сжатие дислокационных петель вокруг неоднородностей, определяя нормальную релаксацию напряжений. В процессе релаксации петли, преодолевая барьеры ближнего порядка, достигают положения устойчивого равновесия, определяемого равенством внешнего и внутреннего полей напряжений. После ступенчатого разгрузки под действием собственных полей напряжений петли термофлуктуационно расширяются, что приводит к деформации обратного знака и росту напряжения на образце (аномальная релаксация).

В рамках изложенных представлений находят объяснение и результаты, представленные на рис. 2. Кривая  $a$  соответствует сжатию петель, кривая  $b$  — их расширению после небольшой разгрузки. Этот процесс проходит более интенсивно при выдержке после полной разгрузки. Поэтому при последующем нагружении происходит повторное сжатие петель, приводящее к положительной скорости релаксации (кривая  $c$ ).

2) Предварительно деформированное состояние и е. Предварительная деформация образцов осуществлялась прокаткой вдоль или поперек ленты. Исследования с помощью растрового электрон-

ного микроскопа показали, что полосы сдвига на поверхности ленты в плоскости прокатки ориентированы преимущественно перпендикулярно направлению прокатки (рис. 4, а). На боковой поверхности наблюдаются

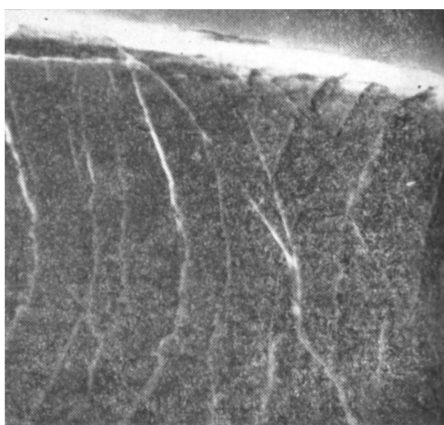
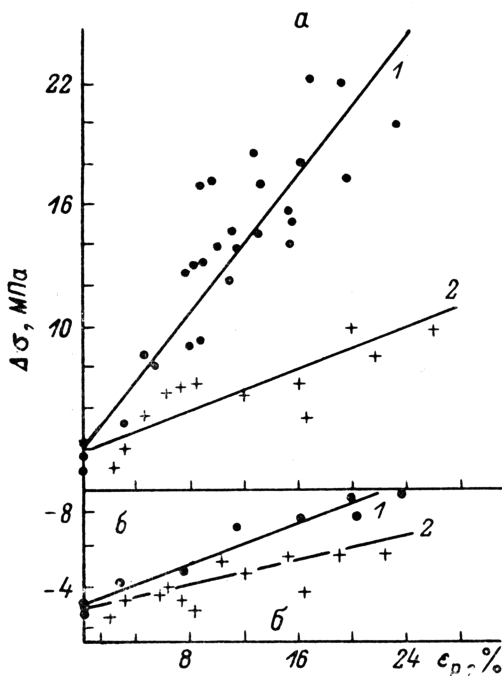


Рис. 4. Полосы сдвига, возникающие при прокатке MC Ni<sub>60</sub>Nb<sub>40</sub> на поверхности ленты,  $\times 2000$  (а), и боковой стороне,  $\times 2600$  (б).

С-образные следы скольжения (рис. 4, б). Наряду с указанной преимущественной ориентацией наблюдались также следы скольжения других ориентаций. Деформация была заметно неоднородной: на некоторых участках поверхности образца полосы сдвига отсутствовали.



Измерения релаксации напряжений проводились непосредственно после прокатки. Во всех случаях растяжение осуществлялось вдоль оси ленты. Деформированный прокаткой образец нагружался до  $\sim 2000$  МПа, записывалась релаксационная кривая, затем следовала разгрузка до  $\sim 200$  МПа и повторное измерение  $\sigma(t)$ . В дальнейшем этот образец не использовался. На рис. 5, а показана зависимость глубины релаксации  $\Delta\sigma$  за 59 мин изме-

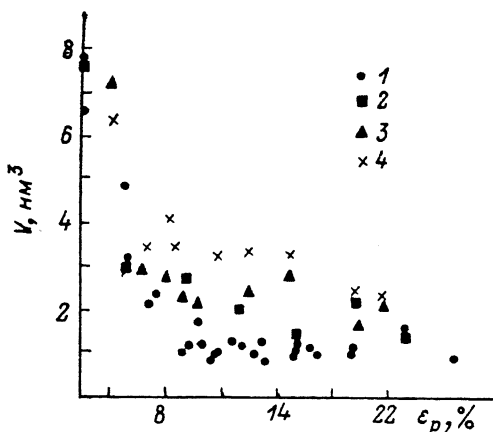
Рис. 5. Зависимость глубины нормальной (а) и аномальной (б) релаксации напряжений от степени предварительной продольной (1) и поперечной (2) прокатки.

рений ( $\Delta\sigma = \sigma(t=1 \text{ мин}) - \sigma(t=60 \text{ мин})$ ) после первого нагружения от степени предварительной деформации  $\epsilon_p$  при продольной (кривая 1) и поперечной (кривая 2) прокатке. Как видно, величина  $\Delta\sigma$  увеличивается с ростом  $\epsilon_p$  в обоих случаях, однако для продольной прокатки эффект выражен гораздо сильнее. На рис. 5, б показана зависимость  $\Delta\sigma(\epsilon_p)$  для аномальной релаксации после разгрузки ( $\Delta\sigma$  в этом случае отрицательна). Как и в предыдущем случае, более интенсивный рост  $\Delta\sigma$  с увеличением  $\epsilon_p$

наблюдается для продольной прокатки. Из рис. 5 следует также, что для продольной прокатки глубина нормальной релаксации растет быстрее, чем глубина аномальной релаксации, свидетельствуя о том, что в результате продольной прокатки в материале накапливается пластическая (необратимая) компонента релаксации.

Полученные результаты находят в соответствии с дислокационными представлениями. Действительно, в случае поперечной прокатки действующая система скольжения остается нейтральной в поле одноосного растягивающего напряжения (фактор Шмида равен нулю), а наблюдаемый небольшой рост  $\Delta\sigma$  с увеличением степени деформации может быть отнесен на счет действия упоминавшихся побочных систем скольжения, которые всегда присутствуют в прокатанных образцах. В случае продольной прокатки системы скольжения являются активными и поэтому увеличение плотности дислокационных петель с ростом  $\epsilon_p$  приводит к росту глубины как нормальной, так и аномальной релаксации.

Рис. 6. Зависимость активационного объема нормальной (1, 3) и аномальной (2, 4) релаксации от степени предварительной продольной (1, 2) и поперечной (3, 4) прокатки.



Следует также отметить, что и продольная, и поперечная прокатки приводят к незначительному (на несколько процентов) снижению уровня эффективных внутренних напряжений.

Нами была предпринята попытка анализа кинетики нормальной и аномальной релаксации исходных и деформированных образцов. С этой целью мы применили стандартный метод термоактивационного анализа, согласно которому скорость деформации в процессе релаксации можно представить в виде [1]

$$\dot{\epsilon} = -\dot{\sigma}/E = \dot{\epsilon}_0 \exp \left\{ - [U - (\sigma - \sigma_i) V^*] / KT \right\}, \quad (1)$$

где  $U$  — энергия активации,  $V^*$  — активационный объем,  $E$  — модуль Юнга,  $\dot{\epsilon}_0 = \text{const}$ . Уравнение (1) успешно используется для анализа термоактивируемой дислокационной деформации кристаллов, хотя и не содержит исходных предпосылок о характере деформации. Критерием его применимости является спрямление релаксационных кривых в координатах  $\ln(-\dot{\sigma}) - \sigma$  (в предположении о независимости  $\sigma_i$  от времени в процессе релаксации). Анализ всех полученных данных показал, что релаксационные кривые достаточно хорошо спрямляются в указанных координатах. Степень спрямления мы характеризовали коэффициентом парной корреляции  $m$ , который для совокупности точек, полностью укладывающихся на прямую, равен 1. Для наших экспериментальных данных  $m$  изменялся в пределах от 0.75 до 0.98. По наклону полученных прямых был рассчитан активационный объем. Результаты расчета представлены на рис. 6, откуда видно, что активационный объем уменьшается от 5—8  $\text{nm}^3$  в исходном состоянии до 1—2  $\text{nm}^3$  после деформации на 20—25 % как в продольном, так и в поперечном направлениях. В единицах  $b^3$  ( $b$  — среднее межзатомное расстояние) это соответствует изменению  $V^*$  примерно от 400 до 50. Следует отметить, что в целом полученные значения  $V^*$  близки к величинам, получаемым при анализе дислокационной деформации кристаллов. Так же как и в кристаллах, активационный объем уменьшается с ростом предварительной деформации, свидетельствуя об увеличении плотности дислокаций.

Список литературы

- [1] Доценко В. И., Ландау А. И., Пустовалов В. В. Современные проблемы низко-температурной пластичности материалов. Киев, 1987. 162 с.
- [2] Cao X., Li J. C. M. // Acta Met. 1985. V. 33. N 3. P. 499—508.
- [3] Vianco P., Li J. C. M. // J. Mater. Sci. 1987. V. 22. N 9. P. 3129—3138.
- [4] Donovan P. E., Stobbs W. M. // Phil. Mag. 1983. V. 47. N 4. P. 537—546.
- [5] Takayama S. // J. Mater. Sci. 1981. V. 16. N 9. P. 2411—2418.
- [6] Золотухин И. В., Хоник В. А., Сафонов И. А. // Физ. и хим. стекла. 1983. Т. 9. № 1. С. 67—73.
- [7] Gibbs M. R. J., Ewetts J. E. // Scr. Met. 1980. V. 14. N 1. P. 63—65.
- [8] Золотухин И. В., Белявский В. И., Хоник В. А. // ФТТ. 1985. Т. 27. № 6. С. 1788—1794.
- [9] Хоник В. А., Рябцева Т. Н. // Металлофизика. 1987. Т. 9. № 3. С. 52—55.
- [10] Solomon A. A., Nix W. D. // Acta Met. 1970. V. 18. N 8. P. 863—876.
- [11] McEwen S. R., Kurcis O. A., Ramaswami B. // Scr. Met. 1969. V. 3. N 7. P. 441—448.
- [12] Gilman J. J. // J. Appl. Phys. 1973. V. 44. N 2. P. 675—679.
- [13] Li J. C. M. Metallic glasses. ASM, Ohio, 1978. P. 224—246.
- [14] Li J. C. M. // Met. Trans. A. 1985. V. 16. N 7/12. P. 2227—2230.
- [15] Куницкий Ю. А., Коржик В. Н., Борисов Ю. С. Некристаллические материалы и покрытия в технике. Киев, 1988. 197 с.
- [16] Гольдштейн М. И., Литвинов В. С., Бронфин Б. М. Металлофизика высокопрочных сплавов. М., 1986. 311 с.
- [17] Zielinsky P. G., Ast D. G. // Acta Met. 1984. V. 32. N 3. P. 397—405.

Воронежский политехнический институт  
Воронеж

Поступило в Редакцию  
9 ноября 1989 г.