

Кинетика структурной релаксации стекла $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ в объемном и ленточном состояниях по данным измерений электрического сопротивления

© С.В. Хоник, В.В. Свиридов, Н.П. Кобелев, М.Ю. Язвницкий, В.А. Хоник

Воронежский государственный педагогический университет,
394043 Воронеж, Россия

E-mail: khonik@vspsu.ac.ru

(Поступила в Редакцию 2 ноября 2006 г.)

Приведены прецизионные измерения электросопротивления в процессе циклических нагревов образца металлического стекла $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ в ленточном и объемном состояниях, различающихся в 10^4 раз по скорости закалки в процессе изготовления. Установлено наличие трех стадий релаксации электросопротивления, реализующихся последовательно по мере увеличения максимальной температуры нагрева образцов. Первая и третья стадии вызывают снижение электросопротивления, тогда как вторая приводит к его росту. Аргументируется утверждение о том, что первая стадия обусловлена релаксацией внутренних напряжений деформационной природы и не связана с концентрацией избыточного свободного объема, которая различается примерно вдвое в ленточных и объемных образцах. Вторая стадия, отражающая собственно структурную релаксацию стекла, связана со свободным объемом лишь отчасти. Третья стадия релаксации предположительно обусловлена тонкими предкристаллизационными явлениями типа фазового расслоения. Изучено также влияние деформации прокаткой и закалки из области переохлажденной жидкости на кинетику релаксации электросопротивления.

PACS: 61.43.Dq, 72.15.Cz, 72.15.Lh

1. Введение

Металлические стекла (МС) приготавливаются путем быстрой закалки расплава, что определяет избыточную энергию Гиббса в сравнении с кристаллическим состоянием и, как следствие, наличие термодинамического стимула для эволюции структуры в сторону большего структурного порядка. Эта самопроизвольная эволюция, являющаяся общим для всех стекол свойством, получила собирательное название структурной релаксации (СР). В случае МС это масштабное явление, заметное или даже весьма сильно меняющее все их физические свойства. Несмотря на многочисленные исследования этого явления, оно остается еще во многом неизученным, а его механизмы — непонятными. Например, СР в зависимости от химического состава стекла может приводить как к росту электросопротивления, так и к его снижению [1], что можно интерпретировать лишь весьма предположительно в рамках модели Займана для жидких металлов [2] как результат изменения значения структурного фактора, соответствующего удвоенному волновому числу Ферми. Более того, было установлено [3–5], что знак релаксации электросопротивления МС может меняться с положительного на отрицательный по мере повышения температуры изотермической выдержки, хотя кинетика изменения других свойств (например, скорости звука [5]) является монотонной. Ситуация осложняется тем, что изменение электросопротивления $\Delta R/R$ при СР отражает не только изменение собственно удельного электросопротивления $\Delta\rho/\rho$, но и изменение геометрии образца в соответствии с известной формулой, которую в предположении изотропности СР можно

представить в виде $\Delta R/R = \Delta\rho/\rho - \Delta V/V$, где $\Delta V/V$ — относительное изменение объема в результате СР. В литературе имеется лишь несколько довольно противоречивых упоминаний о соотношении вкладов $\Delta\rho/\rho$ и $\Delta V/V$ в изменение электросопротивления. Так, по данным работы [1], учет уплотнения в результате СР дает разность между $\Delta\rho/\rho$ и $\Delta R/R$, составляющую 20%. С другой стороны, в работах [6,7] аргументируется утверждение о том, что уплотнение есть абсолютно доминирующая причина изменения электросопротивления. Такая точка зрения, однако, не может однозначно объяснить упомянутое выше изменение знака релаксации электросопротивления в процессе изотермической выдержки. Кроме того, согласно работе [8], корреляция между $\Delta R/R$ и $\Delta\rho/\rho$ отсутствует, что предполагает наличие механизмов СР, не связанных с избыточным свободным объемом и его изменениями при термообработке.

Тем не менее в литературе в настоящее время доминирует мнение о том, что релаксация физических свойств при СР (и, в частности, релаксация электросопротивления) обусловлена изменением концентрации избыточного свободного объема (см., например, [1]). Однако измерения неизотермической сдвиговой вязкости — пожалуй, наиболее чувствительного к СР свойства — показали, что если она и зависит от концентрации избыточного свободного объема, то весьма незначительно (см. работы [9–11] и ссылки в них), что очевидным образом ставит под сомнение связь „центров релаксации“, ответственных за СР, с избыточным свободным объемом.

Приведенные примеры показывают, что структурная релаксация МС довольно сложна и многогранна, а роль

избыточного свободного объема в ней остается во многом неясной. Эти обстоятельства очевидным образом определяют необходимость ее дальнейшего изучения. Помимо научной значимости весьма важен и прикладной аспект этой проблемы, так как сферы практических приложений МС постоянно расширяются.

В настоящей работе путем высокоточного *in situ* мониторинга кинетики изменений электросопротивления при термообработке показано, что СР модельного стекла $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ является даже еще более сложной и неоднозначной, чем ранее представлялось в литературе. Исследования были выполнены на ленточных и объемных образцах, различающихся в 10^4 раз по скорости закалки, реализуемой в процессе изготовления, и имеющих соответственно существенно различную плотность (концентрацию избыточного свободного объема). Предварительная деформация образцов, а также их закалка из области переохлажденной жидкости позволили получить дополнительную информацию о процессах структурной релаксации и их кинетике.

2. Методика эксперимента

Исследовалось стекло $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ (at.%), являющееся одним из лучших металлических стеклообразователей и поэтому часто применяющееся в качестве модельного материала. Исходный сплав приготавливался прямым сплавлением компонентов (чистота не хуже 99.95%) двухзонным методом в откачанной толстостенной кварцевой ампуле. Часть сплава подвергалась далее закалке в медную изложницу, имеющую полость размером $2 \times 5 \times 62$ мм. Скорость закалки, измеренная путем высокоскоростной оцифровки сигнала термопары, помещенной в центр этой закалочной полости, составляла $\approx 10^2$ K/s вблизи температуры стеклования T_g [9]. Полученные отливки указанного размера разрезались далее алмазным диском и механически шлифовались до толщины 30–80 μm . Другая часть исходного сплава была использована для приготовления стекла стандартным методом одновалкового спиннигования со скоростью закалки $\approx 10^6$ K/s в виде ленты толщиной 30–40 μm . Отношение скоростей закалки ленточных и объемных образцов составляло, таким образом, величину порядка 10^4 . Дифференциальная сканирующая калориметрия показала, что величина T_g объемных и ленточных образцов, определенная по началу эндотермического эффекта, примерно одинакова и равна 559 ± 1 K при скорости нагрева 5 K/min [10]. Требуемая ширина (0.3–0.5 mm) объемных и ленточных образцов для измерений электросопротивления обеспечивалась применением специальных гильотинных пресс-ножниц. Активная длина образцов при измерениях составляла 23–28 mm, так что абсолютное значение электросопротивления лежало в пределах 3–6 Ω . Измерения электросопротивления проводились в вакууме $\approx 7 \cdot 10^{-3}$ Pa на постоянном токе мультиметром Keithley Integra 2700 стандартным четырех-

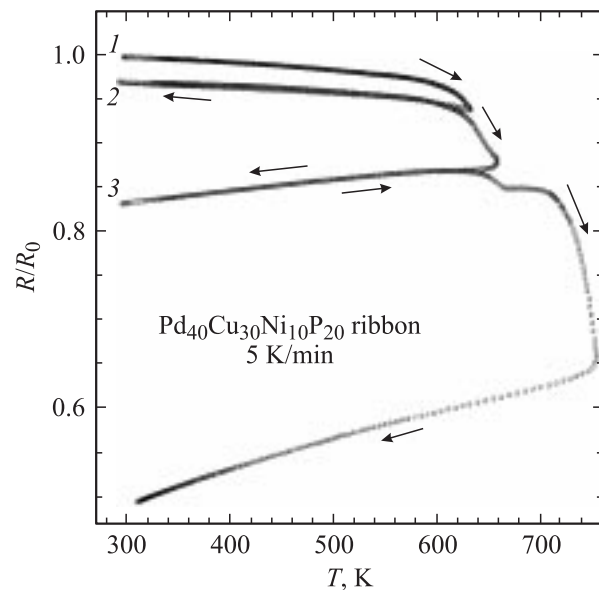


Рис. 1. Изменения относительного электросопротивления ленточного образца $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ при термообработке. Цифры и стрелки показывают порядок нагревов и охлаждений. Отрицательный температурный коэффициент электросопротивления соответствует аморфному состоянию, положительный — кристаллическому.

зондовым методом с относительной точностью $\approx 10^{-4}$ в режиме компенсации паразитных термоэдс. Мультиметр управлялся компьютером по заданной программе, частота измерений составляла 0.1 Hz.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1, иллюстрирующем общий характер изменения электросопротивления исследуемого стекла при термообработке, показаны изменения относительного электросопротивления $R(T)/R_0$ (R_0 — исходное сопротивление при 293 K) ленточного образца в процессе циклических нагревов до 630, 656 и 751 K. Все три цикла вызывают падение R/R_0 , причем температурный коэффициент электросопротивления (ТКС) dR/RdT отрицателен в исходном состоянии и после первого нагрева, тогда как второй и третий нагрев вызывают смену знака ТКС. Рентгеновские исследования образцов (дифрактометр Siemens D-500, излучение $\text{CuK}\alpha$) после нагрева до 633 K не выявили следов кристаллизации, тогда как нагрев до 647 K или более высоких температур вызывает появление кристаллических отражений. Таким образом, кристаллизация исследуемого стекла вызывает изменение знака ТКС, что может быть использовано для экспресс-оценки его структурного состояния. Измерения на образцах, приготовленных из объемных заготовок этого же стекла, показывают (в масштабе рис. 1) практически идентичное поведение.

На рис. 2 представлены результаты измерения $R(T)/R_0$ одного и того же ленточного образца при мно-

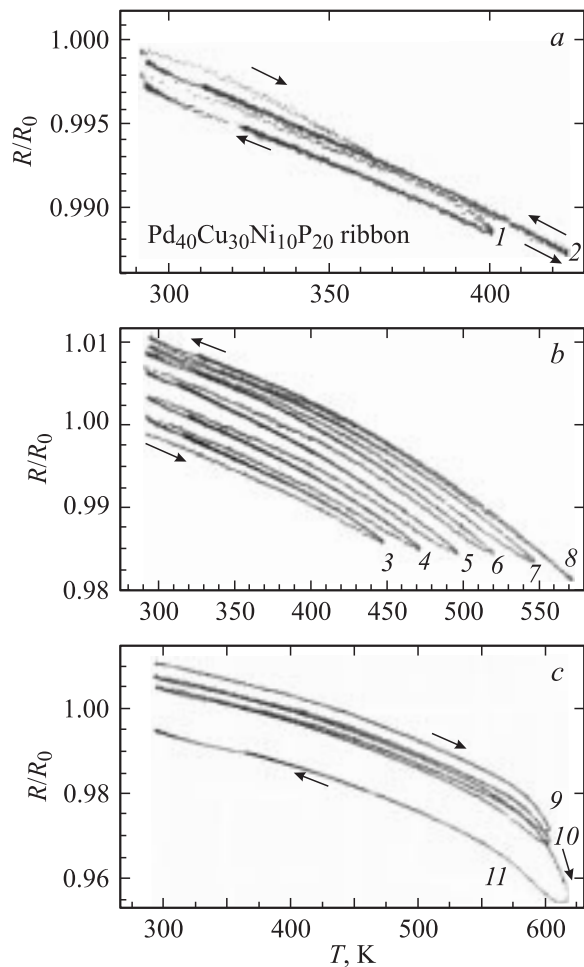


Рис. 2. Изменение относительного электросопротивления ленточного образца $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ в процессе циклических нагревов и охладжений при последовательно увеличивающихся максимальных температурах нагрева. Цифры обозначают номер нагрева, стрелки показывают последовательность термообработок.

гократном термоциклировании в пределах аморфного состояния. В результате нагрева до 400 К электросопротивление заметно падает (рис. 2, *a*), тогда как последующие нагревы со второго по восьмой (соответственно до температур 425, 448, 472, 497, 520, 547 и 573 К) вызывают релаксацию противоположного знака, сопровождающуюся ростом R/R_0 при охлаждении (рис. 2, *b*). Нагревы с девятого по одиннадцатый (соответственно до температур 603, 603 и 618 К) вновь приводят к снижению электросопротивления (рис. 2, *c*), которое, однако, является намного более масштабным, чем в случае низкотемпературной термообработки (рис. 2, *a*). Нагревы до еще более высоких температур вызывают прогрессирующее снижение электросопротивления вплоть до кристаллизации аналогично результатам, показанным на рис. 1.

Таким образом, можно выделить три стадии структурной релаксации исследуемого стекла: стадия I, вы-

зывающая снижение R/R_0 после нагрева до 400–410 К, стадия II, сопровождающаяся ростом R/R_0 в результате нагрева до 425–573 К, и, наконец, стадия III, вновь вызывающая падение электросопротивления при дальнейшем нагреве (рис. 3). Отметим, что стадии II и III релаксации в $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ ранее наблюдались [8,12], тогда как стадия I, насколько нам известно, обнаружена впервые.¹

В целом, весь комплекс полученных результатов для ленточных и объемных образцов можно проиллюстрировать с помощью рис. 3, на котором представлены зависимости нормированного сопротивления R_{RT}/R_0 (R_{RT} — сопротивление при $T = 293$ К по окончании данного цикла нагрев–охлаждение) от максимальной температуры нагрева T_a образца в этом же цикле. Видно, что все три упомянутые стадии релаксации присутствуют как в ленточных, так и в объемных образцах. При этом максимальная степень релаксации ленточных и объемных образцов на стадии I (т. е. величина максимального снижения R_{RT}/R_0) примерно одинакова, а степень релаксации на стадии II в ленточных образцах примерно втрое выше. Сделать определенные выводы о соотношении степеней релаксации ленточных и объемных образцов на стадии III не представилось возможным, поскольку эта стадия при повышении температуры непрерывно переходит в кристаллизацию.

С целью получения дальнейшей информации о СР в исследуемом стекле образцы подвергались предварительной прокатке при комнатной температуре. Соответствующая пластическая деформация рассчитывалась как $\varepsilon_p = h/h_0$, где h_0 и h — толщины образца до и после прокатки соответственно. Было установлено, что небольшая деформация прокаткой ($\varepsilon_p = 2\text{--}4\%$) приводит к неожиданно сильному изменению зависимостей R_{RT}/R_0 (рис. 3): увеличиваются как максимальное снижение электросопротивления на стадии I (примерно вдвое), так и максимальный прирост R_{RT}/R_0 на стадии II (примерно в 2.5 и 3.5 раза для ленточных и массивных образцов соответственно). Не менее неожиданным оказался тот факт, что даже небольшое дальнейшее увеличение ε_p для ленточных образцов приводит к полному исчезновению стадии I, тогда как стадия II возвращается к степени релаксации, характерной для исходных образцов. В случае массивного стекла стадия I с увеличением степени деформации также полностью исчезает, а степень релаксации на стадии II, хотя и уменьшается по сравнению со слабодеформированными образцами, остается тем не менее примерно вдвое больше, чем в исходных образцах, т. е. практически такой же, как в аналогичных (слабодеформированных) ленточных образцах. Подчеркнем, что описанное поведение $R_{RT}(T_a)/R_0$ не меняется с ростом ε_p от 5–10 до 40–45%.

¹ В работе [12] упоминалось о возможности снижения сопротивления ленточного МС $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ в результате низкотемпературного нагрева, однако отмечено, что эффект был невоспроизводимым. В наших экспериментах стадия I релаксации стабильно фиксировалась для всех ленточных и объемных образцов.

Все три стадии релаксации являются необратимыми в том смысле, что повторное термодублирование показывает отсутствие каких-либо релаксаций электросопрот-

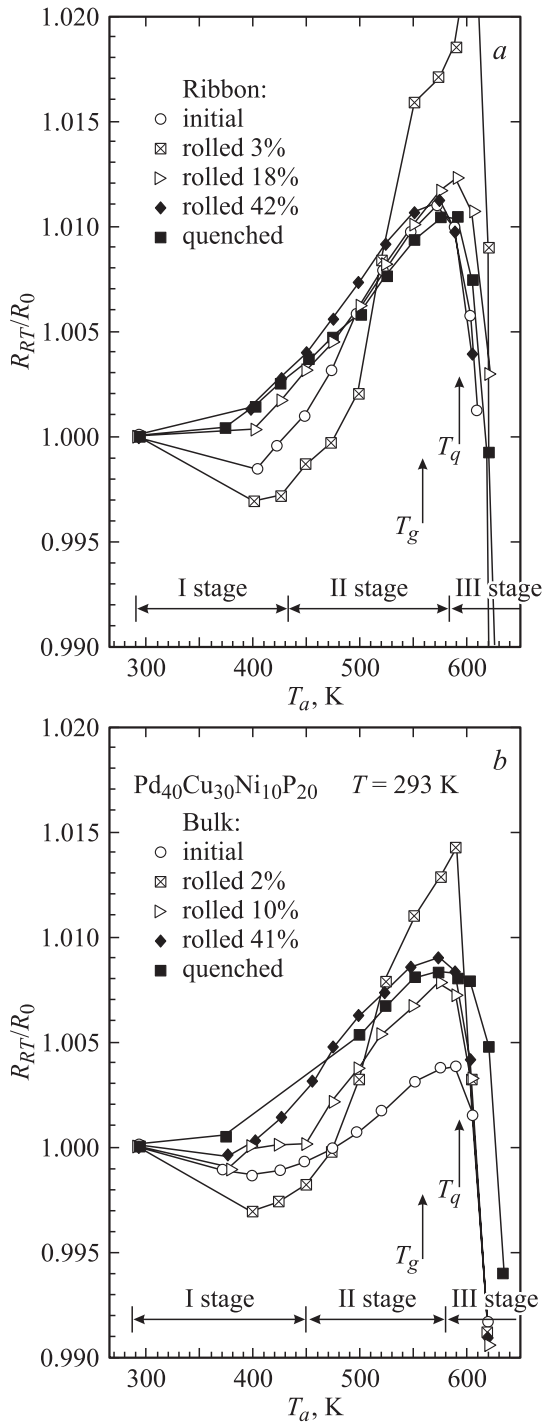


Рис. 3. Изменение относительного электросопротивления при $T = 293$ K в зависимости от максимальной температуры нагрева T_a ленточных (a) и объемных (b) образцов МС $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$ в исходном, деформированном и закаленном состояниях. Погрешность экспериментальных точек не превышает размеров символов. Стрелками обозначены температура закалки T_q и температура стеклования T_g . Указаны также стадии релаксации электросопротивления.

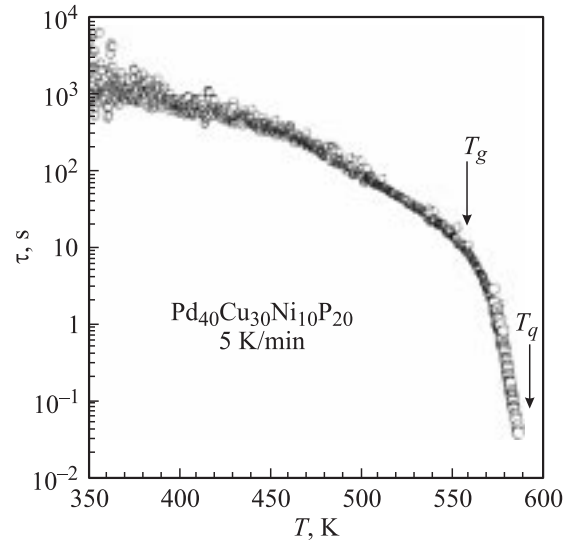


Рис. 4. Температурная зависимость максвелловского времени релаксации τ стекла $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$, определенная из измерений ползучести в процессе нагрева со скоростью 5 K/min. Стрелками показаны температуры стеклования и закалки.

тивления вплоть до максимальной температуры, достигнутой в процессе предшествующего нагрева. Этот факт соответствует распространенному пониманию структурной релаксации МС как (почти) полностью необратимого процесса, когда увеличение температуры отжига просто увеличивает степень необратимой релаксации. Вместе с тем в литературе имеется информация о том, что свойства отрелаксированных МС могут быть частично или даже полностью восстановлены путем высокотемпературного отжига и/или закалки из области переохлажденной жидкости (т.е. от температур, превышающих T_g). Так эксперименты по дифференциальной сканирующей калориметрии обнаруживают возврат энтальпии, выделившейся в виде тепла в процессе предшествующей СР (так называемая обратимая релаксация энтальпии, см., например, [13], а также литературу, цитируемую в [14]). Было установлено, что способность к „необратимой“ релаксации затухания и модуля сдвига ниже T_g может быть в значительной степени восстановлена закалкой из состояния переохлажденной жидкости [15,16], а высокотемпературный отжиг приводит к частичному [17] или даже полному [18] восстановлению пластичности на изгиб при комнатной температуре. Наконец, было показано, что способность к вязкому течению ниже T_g может быть частично восстановлена термообработкой выше T_g [14,19].

Имея в виду изложенное выше, мы провели закалку образцов из состояния переохлажденной жидкости. С этой целью образцы нагревались в тонкостенной кварцевой ампуле со скоростью 5 K/min до $T_q = 595$ K (эта температура соответствует концу стадии II релаксации и началу стадии III и на 36 K превышает температуру стеклования; T_q и T_g показаны стрелками на рис. 3 и 4)

и закаливались в воду. Скорость закалки при этом оценивалась в ≈ 100 K/s, т.е. была сопоставима со скоростью закалки при получении объемных образцов. Результаты последующих измерений электросопротивления показаны на рис. 3. Как видно, закалка оказала сильнейшее влияние на зависимости $R_{RT}(T_a)/R_0$: стадия II релаксации восстанавливается практически полностью как в ленточных, так и в объемных образцах. Однако стадия I в закаленных образцах полностью отсутствует.

Полученные результаты позволяют сформулировать следующие представления о природе стадий CP, фиксируемых измерениями электросопротивления. Стадия I релаксации, наблюдаемая в исходных образцах и резко интенсифицирующаяся после небольшой деформации, связана, очевидно, с релаксацией внутренних напряжений деформационной природы, которые в исходных образцах могут возникнуть в результате вырубки и механической шлифовки. Такая точка зрения подтверждается установленным фактом интенсивной релаксации приложенных напряжений в процессе линейной нагрева ленточных и объемных образцов $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ в интервале 350–450 K [20], что прямо соответствует интервалу стадии I релаксации электросопротивления (рис. 3). В этом случае релаксация ведет к образованию более упорядоченной структуры и соответствующему снижению электросопротивления. В пользу этого предположения свидетельствуют также те факты, что стадия I не воспроизводится закалкой, а ее температурный интервал в объемных образцах заметно больше. Последнее обстоятельство может быть результатом того, что ленточные образцы подвергались только вырубке, а объемные предварительно еще и шлифовались. В пользу деформационной природы стадии I может свидетельствовать и тот факт, что именно в этом температурном интервале происходит деградация деформационного пика внутреннего трения [16,21] в том же стекле.

Отметим также, что максимальная степень релаксации на стадии I практически одинакова в ленточных и объемных образцах, тогда как плотность последних ниже примерно на 0.4% [10]. Такая разница в плотности является большой, поскольку примерно на такую же величину плотность полностью релаксированных образцов превышает плотность исходных [10]. Таким образом, концентрация избыточного свободного объема не влияет на стадию I релаксации. Этот вывод прямо соответствует результатам измерений релаксации напряжений [20], показавшим одинаковую кинетику релаксации в массивных и ленточных образцах. Как отмечалось выше, стадия I релаксации исчезает в средне- и сильнодеформированных как ленточных, так и объемных образцах. Ситуация напоминает эволюцию дислокационной неупругой деформации в кристаллах с ростом степени пластической деформации: максимальная дислокационная неупругость наблюдается в слабдеформированном состоянии, тогда как дальнейшее увеличение деформации подавляет дислокационные релаксации [22]. Аналогичная ситуация на-

блюдается и в случае неупругих релаксаций, вызванных пластической деформацией МС [23].

Согласно данным [10], плотность отрелаксированных лент $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$ превышает плотность исходных лент на 0.57%, тогда как в результате релаксации объемных образцов плотность возрастает на 0.27%. Приписывая рост плотности в результате CP выходу избыточного свободного объема, можно утверждать, что концентрация избыточного свободного объема в лентах примерно вдвое превышает таковую в объемных образцах. Поэтому, учитывая, что стадия II релаксации выражена в лентах существенно сильнее (рис. 3), можно бы было сделать вывод, что эта стадия определенно связана с релаксацией избыточного свободного объема. С другой стороны, обращает на себя внимание тот факт, что эта стадия практически не изменяется с ростом пластической деформации (за исключением сильного роста R_{RT}/R_0 при увеличении ϵ_p от 2 до 10% в объемных образцах). Между тем хорошо известно, что локализованная деформация МС (именно к такой деформации приводит прокатка при комнатной температуре) сопровождается значительной дилатацией в полосах сдвига (см., например, [24]) и, следовательно, снижением общей плотности материала (непосредственно установленной прецизионной рентгеновской дилатометрией [25]), что, однако, почти не отражается на релаксации электросопротивления. Можно утверждать поэтому, что релаксация на стадии II существенно более сложная, чем простой выход избыточного свободного объема.

Следует еще раз подчеркнуть, что стадия II восстанавливается закалкой как в ленточных, так и в объемных образцах. Тогда, если считать, что за эту стадию ответствен свободный объем, процесс закалки должен вызвать его восстановление, причем в обоих типах образцов до величины, примерно равной той, что наблюдается в исходных объемных образцах. В то же время в литературе нет данных о том, что такая процедура может приводить к существенному увеличению свободного объема МС. Более того, наши предварительные данные о характере изменения плотности МС при его релаксации и закалке свидетельствуют, скорее, о том, что релаксация свободного объема является практически полностью необратимым процессом и посредством закалки можно восстановить лишь весьма незначительную часть от той его величины, которая имеется в исходном свежезакаленном состоянии. Подчеркнем в этой связи, что прямые измерения плотности МС $Pd_{42.5}Cu_{30}Ni_{7.5}P_{20}$ после отжига вблизи/выше T_g и последующего быстрого охлаждения обнаружили только ее монотонный рост [8]. Таким образом, можно полагать, что роль свободного объема в формировании стадии II релаксации электросопротивления является, по крайней мере, неопределяющей.

Некоторые дополнительные соображения о природе релаксации электросопротивления можно сформулировать с помощью показанной на рис. 4 температурной зависимости максвелловского времени релаксации τ исследуемого стекла, рассчитанного как $\tau = \eta/G$, где

η — сдвиговая вязкость, G — нерелаксированный модуль сдвига. Последний был принят равным $4 \cdot 10^{10}$ Па (с точностью в 10% G остается неизменным в интервале температур $300 \leq T \leq 570$ К), а зависимость $\eta(T)$ была определена из измерений ползучести, описанных в [9,10]. Видно, что τ вблизи калориметрической температуры стеклования составляет примерно 7 с, а вблизи температуры закалки T_q время релаксации $\tau \leq 0.01$ с (поскольку зависимости $\eta(T)$ для ленточных и массивных образцов весьма близки, соответствующие времена релаксации также весьма близки, особенно вблизи и выше T_g). Таким образом, по достижении T_q структура релаксирует практически мгновенно, так что закалка от этой температуры со скоростью порядка 100 К/с, реализуемой в нашем эксперименте, должна фиксировать стекло, аналогичное по своим релаксационным свойствам исходных объемным образцам, что примерно и наблюдается.

С другой стороны, поскольку постоянная времени даже вблизи T_g уже весьма мала, каких-либо процессов релаксации структуры стекла при $T > T_g$ ожидать не следует. В эксперименте, однако, наблюдается довольно протяженная по температуре релаксационная стадия III (рис. 3, b) с явно значительной постоянной времени, причем стандартное рентгеновское тестирование не фиксирует начала распада некристаллической структуры. Мы полагаем тем не менее, что, поскольку электросопротивление чувствительно к кристаллизации в гораздо большей степени, чем к структурной релаксации стекла (данные рис. 1 и 2 могут служить тому подтверждением), стадия III релаксации электросопротивления обусловлена тонкими предкристаллизационными явлениями типа фазового расслоения или очаговой нанокристаллизации, начинающимися заметно раньше температуры начала кристаллизации, фиксируемой калориметрическими измерениями. Явления такого типа хорошо известны для стекол на основе Zr, однако обычно считается, что они нехарактерны для стекол на основе Pd [26]. В частности, электронно-микроскопические исследования стекла $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$, подвергнутого нагреву выше T_g , не выявили кристаллизации или фазового расслоения [27]. Тем не менее, например, авторы [28] с помощью высокоразрешающего трехмерного атомного сканирования (3DAP) обнаружили кластеризацию и вероятное фазовое расслоение в близком по составу стекле $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ после отжига при $T_g + 40$ К, тогда как стандартные рентгеновские исследования не выявили каких-либо брэгговских отражений. Это подтверждает сформулированную выше гипотезу о природе стадии III релаксации электросопротивления.

4. Заключение

Таким образом, измерения электросопротивления выявляют три стадии релаксации структуры в пределах некристаллического состояния ленточных и объемных образцов стекла $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$, отличающихся

в 10^4 раз по скорости закалки при их изготовлении. Первая стадия, реализующаяся в результате нагрева до 425–450 К, приводит к снижению электросопротивления и, вероятно, обусловлена релаксацией внутренних напряжений деформационной природы. Вторая стадия, наблюдаемая при нагревах до $425 \leq T \leq 580$ К, отражает собственно структурную релаксацию и вызывает рост электросопротивления. Третья стадия вновь вызывает снижение электросопротивления и предположительно связана с тонкими предкристаллизационными структурными превращениями.

Первая стадия релаксации практически не зависит от концентрации избыточного свободного объема, тогда как вторая стадия может зависеть от этой концентрации лишь частично. Пластическая деформация прокаткой оказывает влияние на релаксацию электросопротивления на этой стадии лишь при малых деформациях (2–4%), большие деформации (10–45%) не оказывают на нее существенного влияния. Вместе с тем, вторая стадия релаксации может быть полностью восстановлена повторной закалкой из температурного интервала переохлажденной жидкости, указывая на восстановление исходной структуры стекла.

Авторы благодарны Л.Д. Каверину и О.П. Боброву за помощь в подготовке эксперимента.

Список литературы

- [1] K.F. Kelton, F. Spaepen. Phys. Rev. B **30**, 5516 (1984).
- [2] J.M. Ziman. Phil. Mag. **6**, 1913 (1961).
- [3] G. Fritsch, A. Shulte, J. Wohlfahrt, J. Schuster, E. Lüscher. J. Less-Common Met. **145**, 339 (1988).
- [4] M. Baricco, G. Riontino, P. Allia, F. Vinai. Mater. Sci. Eng. **97**, 537 (1988).
- [5] J. Sietsma, M. Baricco. Mater. Sci. Eng. A **133**, 518 (1991).
- [6] G. Hygate, M.R.J. Gibbs. J. Phys.: Cond. Matter **1**, 5021 (1989).
- [7] P. De Hey, J. Sietsma, A. van den Beukel. J. Non-Cryst. Sol. **205–207**, 696 (1996).
- [8] O. Haruyama, H.M. Kimura, N. Nishiyama, A. Inoue. Mater. Trans. JIM **45**, 1184 (2004).
- [9] A.E. Berlev, O.P. Bobrov, V.A. Khonik, K. Csach, A. Juríková, J. Miškuf, H. Neuhäuser, M.Yu. Yazvitsky. Phys. Rev. B **68**, 132 303 (2003).
- [10] O.P. Bobrov, V.A. Khonik, S.A. Lyakhov, K. Csach, K. Kitagawa, H. Neuhäuser. J. Appl. Phys. **100**, 033 518 (2006).
- [11] K. Csach, O.P. Bobrov, V.A. Khonik, S.A. Lyakhov, K. Kitagawa. Phys. Rev. B **73**, 092 107 (2006).
- [12] O. Haruyama, M. Tando, H.M. Kimura, N. Nishiyama, A. Inoue. Mater. Sci. Eng. A **375–377**, 292 (2004).
- [13] G.J. Fan, J.F. Löffler. R.K. Wunderlich, H.-J. Fecht. Acta Mater. **52**, 667 (2004).
- [14] O.P. Bobrov, K. Csach, S.V. Khonik, K. Kitagawa, S.A. Lyakhov, M.Yu. Yazvitsky, V.A. Khonik. Scr. Mater., in press (2006).
- [15] Н.П. Кобелев, Е.Л. Колыванов, В.А. Хоник. ФТТ **47**, 646 (2005).
- [16] Н.П. Кобелев, Е.Л. Колыванов, В.А. Хоник. ФТТ **48**, 389 (2006).

- [17] A.L. Mulder, S. van der Zwang, A. van den Beukel. *Scr. Mater.* **17**, 1399 (1983).
- [18] R. Gerling, F.P. Shimansky, R. Wagner. *Scr. Met.* **22**, 1291 (1988).
- [19] К. Чах, С.А. Ляхов, В.А. Хоник. Деформация и разрушение материалов **8**, 22 (2006).
- [20] O.P. Bobrov, K. Csach, V.A. Khonik, K. Kitagawa, S.N. Laptev, M.Yu. Yazvitsky. *Scr. Mater.* **54**, 369 (2006).
- [21] Е.Л. Колыванов. Автореф. канд. дис. ИФТТ РАН, Черноголовка (2005).
- [22] А. Новик, Б. Берри. Релаксационные явления в кристаллах. Атомиздат, М. (1975). 471 с.
- [23] V.A. Khonik, L.V. Spivak. *Acta Mater.* **44**, 367 (1996).
- [24] J. Li, F. Spaepen, T.C. Hufhagel. *Phil. Mag. A* **82**, 2623 (2002).
- [25] A.R. Yavari, A. Le Moulec, A. Inoue, N. Nishiyama, N. Lupu, E. Matsubara, W.J. Botta, G. Vaughan, M.D. Michiel, Å. Kvik. *Acta Mater.* **53**, 1611 (2005).
- [26] J.F. Löffler. *Intermetallics* **11**, 529 (2003).
- [27] O. Naruyama, H. Kimura, N. Nishiyama, A. Inoue. *J. Non-Cryst. Sol.* **250–252**, 781 (1999).
- [28] M.K. Miller, T.D. Shen, R.B. Schwarz. *Intermetallics* **10**, 1047 (2002).