

## Акустическая эмиссия при гетерогенном и гомогенном пластическом течении металлического стекла

© А.Ю. Виноградов\*, В.А. Михайлов, В.А. Хоник

Воронежский государственный педагогический университет,  
394043 Воронеж, Россия

\*Тольяттинский политехнический институт,  
445667 Тольятти, Россия

(Поступила в Редакцию 19 ноября 1996 г.)

Проведены измерения акустической эмиссии (АЭ) в процессе пластической деформации металлического стекла, подвергнутого различным термообработкам. Показано, что при одной и той же температуре и скорости деформации в зависимости от режима предварительного отжига возможно как гомогенное течение, реализующееся без АЭ, так и локализованное течение, сопровождающееся интенсивной дискретной АЭ. На основе анализа результатов эксперимента аргументируется утверждение о том, что характер пластического течения металлических стекол определяется скоростью структурной релаксации при температуре испытания: в условиях интенсивной структурной релаксации пластическое течение является гомогенным вязкоупругим, а в условиях кинетически заторможенной структурной релаксации — локализованным, реализующимся по дислокационно-подобному механизму.

Несмотря на более чем двадцатилетний опыт изучения пластического течения металлических стекол (МС), уровень понимания физических механизмов, ответственных за формоизменение в поле внешних напряжений, остается, очевидно, недостаточным. Главная причина этого обусловлена сложностью структуры МС и как следствие недостаточностью информации о кинетике атомной подвижности в этих материалах.

Известно, что при комнатной и более низких температурах пластическое течение МС носит ярко выраженный гетерогенный (локализованный) характер и сопровождается образованием полос сдвига, во многом сходных с таковыми в деформированных кристаллах [1]. При достаточно высоких температурах и умеренных скоростях деформации ( $\dot{\epsilon} < 10^4 \text{ s}^{-1}$ ) пластическое течение является гомогенным (однородным), каждый элемент объема вносит вклад в общую деформацию, и видимой локализации деформации не наблюдается [1]. Начиная с конца 70-х годов, принято считать, что переход от гетерогенного к гомогенному течению определяется гомологической температурой испытания и реализуется вблизи  $T \approx 0.7T_g$ , где  $T_g$  — температура стеклования [1–3]. Следует подчеркнуть, что это утверждение основано главным образом на характере температурных зависимостей предела текучести (слабая температурная зависимость при  $T < 0.7T_g$  и сильная при  $T > 0.7T_g$ ) и прямых экспериментальных подтверждений не имеет. Вместе с тем в последние несколько лет стали накапливаться экспериментальные факты, свидетельствующие о том, что переход гетерогенное  $\rightarrow$  гомогенное течение контролируется не гомологической температурой, а кинетикой структурной релаксации (СР) при температуре испытания [4–7]. Так, измерения возврата формы слабодеформированных образцов показали [5,6], что характер кривых возврата является весьма тонким индикатором типа деформации и при одной и той же температуре

возможно как гомогенное, так и гетерогенное течение в зависимости от предварительной термообработки, изменяющей скорость СП. В [7,8] прямо сформулировано предположение о том, что тип течения определяется соотношением между постоянной времени  $\tau_r$  структурной релаксации и характерным временем  $\tau_d$  нагружения: в условиях интенсивной СР  $\tau_r \ll \tau_d$  и реализуется гомогенное течение, в условиях кинетически заторможенной СП  $\tau_r \gg \tau_d$  и течение является гетерогенным. Настоящая работа посвящена дальнейшей экспериментальной проверке этого предположения посредством измерения акустической эмиссии (АЭ) в процессе пластического деформирования МС.

Идея эксперимента заключалась в следующем. Совокупность экспериментальных фактов свидетельствует о том, что гетерогенное течение реализуется посредством коррелированных атомных перестроек и фактически представляет собой процесс распространения дислокационно-подобных дефектов, образующихся в процессе деформации и остающихся подвижными после снятия нагрузки (см. работы [7–11] и библиографию в них). Известно, что в этих условиях возникает интенсивная АЭ, носящая ярко выраженный дискретный характер как во времени, так и в объеме деформируемого материала [12–15] и во многом сходная с дислокационной АЭ кристаллических металлов. С другой стороны, согласно представлениям [16–20], гомогенное течение можно интерпретировать как СП, ориентированную полем внешних напряжений и реализующуюся посредством совокупности некоррелированных атомных перестроек в малых объемах (порядка объема нескольких координационных сфер). Естественно ожидать, что атомные перестройки в столь малых объемах не приведут к появлению измеримой АЭ. Таким образом, переход гетерогенное  $\rightarrow$  гомогенное течение должен сопровождаться кардинальным изменением характера АЭ.

## 1. Методика эксперимента

Исследовалось МС  $\text{Co}_{57}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{17}$  в виде ленты шириной 14 мм и толщиной 15 мкм, полученной стандартным методом одновалкового спиннингования. Аморфность исходной и термообработанной структур контролировалась просвечивающей электронной микроскопией и рентгеновской дифрактометрией. Растяжение образцов производилось на испытательной машине Shimazu Autograph со скоростью деформации  $(7.0 \pm 0.6) \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Длина рабочей части образцов составляла 120–130 мм. Датчик АЭ (NF Electronics AE901U с резонансной частотой 140 kHz) крепился на поверхности ленты на расстоянии 10 мм от верхнего зажима. Сигнал АЭ, усиленный на 40 dB и отфильтрованный в полосе 100–300 kHz, записывался в компьютер в виде зависимости активности АЭ (т.е. числа импульсов АЭ в единицу времени) от полной деформации образца. Порог регистрации АЭ выбирался на 2 dB выше уровня шума. Одна серия образцов была испытана при комнатной температуре, вторая — при  $T_d = 473 \text{ K}$  после линейного нагрева до этой температуры со скоростью 10 K/min. Образцы третьей серии предварительно отжигались при  $T_a = 673 \text{ K}$  в течение часа, а испытания проводились после охлаждения до  $T_d = 473 \text{ K}$ . При высокотемпературных испытаниях верхняя часть образца длиной 15–20 мм с укрепленным на ней датчиком АЭ находилась вне горячей зоны печи и подвергалась принудительному охлаждению потоком воздуха для обеспечения нормального температурного режима функционирования датчика. Рентгеновские и электронно-микроскопические исследования образцов после высокотемпературной деформации не выявили следов кристаллизации. Часть образцов была испытана в атмосфере проточного аргона. Существенных отличий АЭ от случая испытаний на воздухе обнаружено не было.

## 2. Результаты эксперимента и обсуждение

Диаграмма растяжения исследуемого МС при комнатной температуре и соответствующая ей типичная зависимость активности АЭ от полной деформации представлены на рис. 1. Результаты этого эксперимента в целом не отличаются от ранее проведенных [12–15]: АЭ носит ярко выраженный дискретный характер и начинается задолго до достижения макроскопического предела упругости (в настоящей работе зависимость  $\sigma-\varepsilon$  представляла собой прямую линию вплоть до разрушения; более точные измерения фиксируют значение предела упругости МС при комнатной температуре на уровне 0.7–0.8 от предела прочности [1]). Растяжение при  $T_d = 473 \text{ K}$  (рис. 2) приводит к появлению продолжительной стадии пластического течения, а характер АЭ кардинально изменяется: сигналы АЭ отсутствуют на протяжении почти всего времени нагружения и лишь

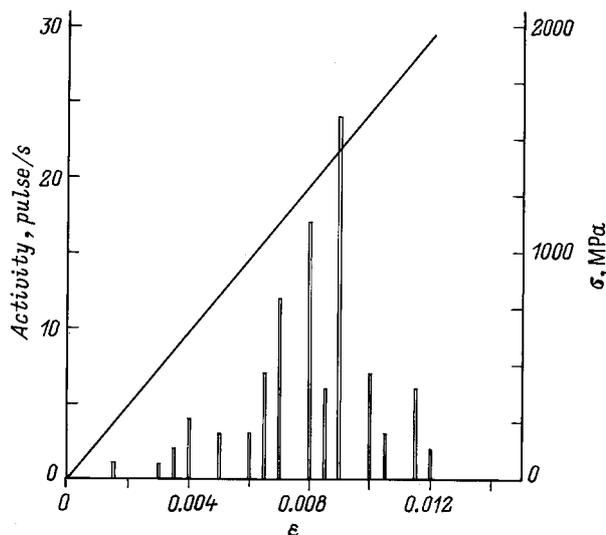


Рис. 1. Диаграмма растяжения МС  $\text{Co}_{57}\text{Fe}_5\text{Ni}_{10}\text{Si}_{11}\text{B}_{17}$  при комнатной температуре и соответствующая ей кинетика активности АЭ.

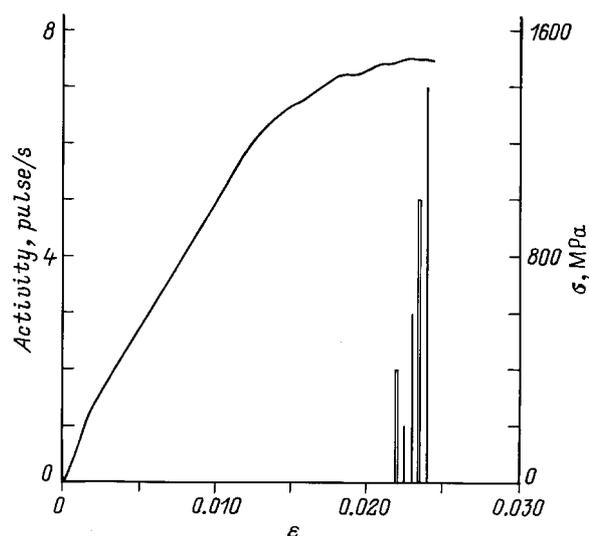
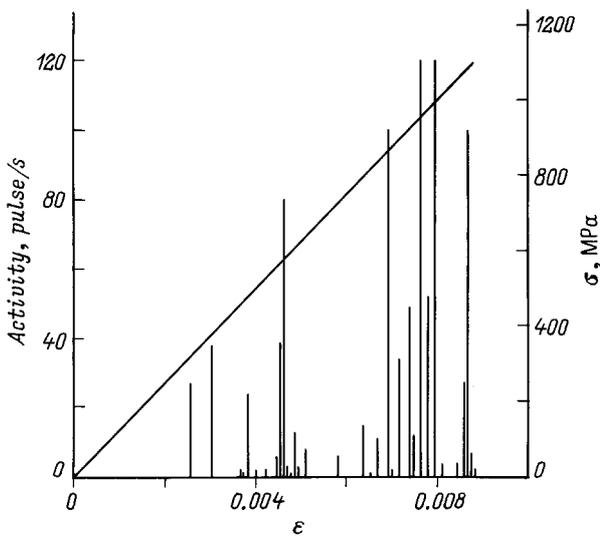


Рис. 2. Диаграмма растяжения при  $T_d = 473 \text{ K}$  и соответствующая ей кинетика активности АЭ.

непосредственно перед разрушением появляется АЭ, активность которой, однако, в несколько раз меньше таковой для случая испытаний при комнатной температуре (рис. 1).

Согласно [5,6], пластическое течение при  $T_d = 473 \text{ K}$  является полностью гомогенным, независимо от химического состава МС. Таким образом, гомогенное течение действительно не сопровождается АЭ, за исключением непродолжительной конечной стадии нагружения.

Диаграмма растяжения при  $T_d = 473 \text{ K}$  после отжига при 673 K и соответствующая ей кинетика активности АЭ показаны на рис. 3. Видно, что предварительный высокотемпературный отжиг вновь кардинально изменяет как характер деформации, так и характер АЭ.



**Рис. 3.** Диаграмма растяжения при  $T_d = 473$  К после отжига при  $T_a = 673$  К в течение часа и соответствующая ей кинетика активности АЭ.

Пластическая деформация испытательной машиной не фиксируется, однако наличие интервалов чрезвычайно большой активности АЭ (в несколько раз превышающей активность при комнатной температуре) на протяжении почти всего времени деформирования однозначно свидетельствует о ее существовании, а дискретность АЭ указывает на локализованный характер этой деформации.

Таким образом, проведенные эксперименты подтвердили предположение [5–8] о том, что при одной и той же температуре и скорости деформации возможно как однородное, так и локализованное пластическое течение.

Физическая интерпретация этого вывода в свете вышеизложенного представляется в главном понятной. Образцы после изготовления хранились при комнатной температуре в течение примерно года. За это время вязкость структуры возрасла настолько, что механизм "ориентированной СР" [16–20] становится неспособным обеспечить гомогенное формоизменение со скоростью, задаваемой испытательной машиной. Это является причиной смены механизма течения на дислокационно-подобный и возникновения сильной АЭ. Повышение температуры деформации до  $T_d$  вызывает снижение вязкости, так что пластическая деформация реализуется по механизму "ориентированной СР" без заметной АЭ. Предварительный отжиг при температуре  $T_a > T_d$  вновь приводит к росту вязкости при  $T = T_d$ , смене механизма деформации и появлению значительной АЭ.

Покажем, что использовавшиеся режимы термообработки действительно сильно изменяют кинетику СР и, следовательно, сильно изменяют вязкость структуры. С этой целью воспользуемся представлениями [16–20], в рамках которых оказался возможным количественный анализ ползучести, релаксации напряжений и низкочастотного внутреннего трения, обусловленных СР. При

этом удалось объяснить некоторые экспериментальные факты, не имевшие ранее удовлетворительной интерпретации: определяющее влияние тепловой предыстории на кинетику ползучести и релаксации напряжений [16,17,19,20], линейный рост вязкости со временем в процессе изотермического испытания [16,17,19], зависимость скорости ползучести от напряжения и скорости нагрева [19], взаимосвязь механических потерь с частотой и скоростью нагрева [18,19] и др. [19].

Скорость деформации, обеспечиваемую механизмом "ориентированной СР" при наличии растягивающего напряжения  $\sigma$ , можно приближенно<sup>1</sup> представить как [18,19]

$$\dot{\epsilon}(t) = \sigma \int_0^{\infty} \left( -\frac{\partial N^*(E, t)}{\partial t} \right) dE, \quad (1)$$

где  $N^*(E, t) = N(E, t)\Omega C$ ,  $N(E, t)$  — объемная плотность центров релаксации на единичный интервал энергии активации  $E$ ,  $C$  — параметр, учитывающий ориентирующее влияние внешнего напряжения на элементарные акты релаксации,  $\Omega$  — объем, в котором эти акты происходят. В рамках представлений [16–20] несложно показать, что кинетика изменения  $N^*$  после отжига при комнатной температуре  $T_R$  в течение времени  $t_R$  дается уравнением

$$N^*(E, t) = N_0^*(E) \exp \left[ -\nu t_R \left( 1 + \frac{t}{t_R} \right) \exp \left( -\frac{E}{kT_R} \right) \right], \quad (2)$$

где  $N_0^*(E) = N_0(E)\Omega C$ ,  $N_0(E)$  — исходный энергетический спектр СР, формирующийся при закалке стекла,  $\nu$  — частота попыток преодоления активационного барьера,  $k$  — постоянная Больцмана. Восстановление энергетического спектра СР по кинетике ползучести в процессе линейного нагрева в соответствии с методикой [19] позволило установить, что для исследуемого МС функция  $N_0^*(E)$  является монотонно возрастающей и может быть аппроксимирована как  $N_0^*(E) \approx 3.07 \cdot 10^{-13} \exp(3.27E[\text{eV}]) [\text{m}^2 \cdot \text{eV}^{-1} \cdot \text{N}^{-1}]$ . Тогда, принимая  $\nu = 10^{13} \text{ s}^{-1}$ ,  $T_R = 293$  К и  $t_R = 3.1 \cdot 10^7$  с (один год), подставляя (2) в (1), численно интегрируя и рассчитывая вязкость  $\eta = \sigma/3\dot{\epsilon}$ , можно установить, что после указанной термообработки вязкость на отрезке времени  $0 \leq t \leq 4 \cdot 10^3$  с (примерно соответствующем реальному времени деформирования) практически постоянна и равна  $3 \cdot 10^{19}$  Па · с.

Для случая испытания при  $T = T_d$  после мгновенного нагрева до этой температуры следует записать

$$N^*(E, t) = N_0^*(E) \exp \left[ -\nu t \exp \left( -\frac{E}{kT_d} \right) \right]. \quad (3)$$

Конечность использовавшейся в эксперименте скорости нагрева можно приближенно учесть, принимая нижний

<sup>1</sup> При этом предполагается, что энергия активации  $E$  элементарных актов релаксации много больше активационной работы  $\sigma V$ , где  $V$  — активационный объем. Это предположение не влияет существенно образом на корректность приведенных далее оценок.

предел интегрирования в (1) после подстановки (3) равным  $E_0 = AT_d$ , где  $A = 3.07 \cdot 10^{-3}$  eV/K [18]. Тогда несложно рассчитать, что в процессе нагружения вязкость линейно (в соответствии с многочисленными экспериментальными данными, см., например, [1,16,17]) растет от  $0.7 \cdot 10^{14}$  Pa·s при  $t$  порядка нескольких секунд до  $6 \cdot 10^{14}$  Pa·s при  $t = 4 \cdot 10^3$  s.

Наконец, кинетика изменения  $N^*$  при  $T = T_d$  после отжига при температуре  $T_d$  в течение времени  $t_a$  дается уравнением

$$N^*(E, t) = N_0^* \exp \left[ -\nu t_a \exp \left( -\frac{E}{kT_d} \right) - \nu t \exp \left( -\frac{E}{kT_d} \right) \right]. \quad (4)$$

Тогда, подставляя (4) в (1), можно показать, что вязкость при  $T_d = 473$  К после предварительного отжига при  $T_a = 673$  К в течение часа примерно постоянна и равна  $5 \cdot 10^{20}$  Pa·s. Таким образом, рост вязкости примерно на шесть порядков в результате предварительного отжига вновь приводит к замене гомогенного течения локализованным. Поскольку вязкости при комнатной температуре и при 473 К после высокотемпературного отжига совпадают с точностью до одного порядка величины, естественно ожидать схожести кинетики АЭ, что и наблюдается в действительности.

Изложенные результаты убедительно свидетельствуют о том, что переход гетерогенное  $\rightarrow$  гомогенное течение действительно контролируется скоростью СР при температуре испытания. В случае низкой скорости СР (область "кинетически заторможенной СР") деформационное поведение металлического стекла сходно с дислокационным течением кристаллов. В условиях СР с высокой скоростью (область "интенсивной СР") стекло проявляет типично вязкоупругое поведение [18].

В заключение отметим, что характер пластического течения можно изменить не только предварительной термообработкой, но и изменением скорости деформации: увеличение скорости деформации будет эквивалентно увеличению времени или температуры предварительной термообработки. Очевидно, что конечные стадии гомогенной деформации, предшествующие разрушению, сопровождаются локализацией деформации и как следствие локальным ростом скорости деформации. Локальное увеличение скорости деформации может привести к изменению механизма деформации на дислокационно-подобный и вследствие этого к появлению АЭ. Возможно, что именно это является причиной проявления АЭ на конечных стадиях деформации при  $T_d = 473$  К (рис. 3).

Авторы выражают благодарность S. Hashimoto (Kyoto University), К. Kitagawa (Kanazawa University), Н.П. Кобелеву (ИФТТ РАН, Черноголовка) и М.Ю. Надточему (Тольяттинский политехнический институт) за помощь в работе.

Работа частично поддержана Российским фондом фундаментальных исследований.

## Список литературы

- [1] В.П. Алехин, В.А. Хоник. Структура и физические закономерности деформации аморфных сплавов. М. (1992). 248 с.
- [2] A.S. Argon. *Acta Met.* **27**, 1, 47 (1979).
- [3] Ф. Спейпен. В кн.: Быстрозакаленные металлы / Под ред. Б. Кантора. М. (1983). С. 366–379.
- [4] Г.А. Дзюба, И.В. Золотухин, А.Т. Косилов, В.А. Хоник. *ФТТ* **33**, 11, 3393 (1991).
- [5] А.Т. Косилов, В.А. Кузьмищев, В.А. Хоник. *ФТТ* **34**, 12, 3682 (1992).
- [6] V.A. Khonik, A.T. Kosilov, V.A. Kuzmitshev, G.A. Dzuba. *Acta Met. Mater.* **40**, 6, 1387 (1992).
- [7] О.П. Бобров, И.А. Сафонов, В.А. Хоник. *ФТТ* **36**, 6, 1703 (1994).
- [8] O.P. Bobrov, V.A. Khonik, I.A. Safonov. *Scr. Met. Mater.* **32**, 9, 1369 (1995).
- [9] V.A. Khonik. *J. Alloys & Comp.* **211/212**, 114 (1994).
- [10] O.P. Bobrov, V.A. Khonik. *J. Non-Cryst. Col.* **192/193**, 603 (1995).
- [11] V.A. Khonik, L.V. Spivak. *Acta Mater.* **44**, 1, 367 (1996).
- [12] А.М. Лексовский, А.Ю. Виноградов, В.В. Смирнов. *Письма в ЖТФ* **12**, 11, 641 (1986).
- [13] А.П. Брагинский, А.Ю. Виноградов, А.М. Лексовский, Б.М. Медведев. *Письма в ЖТФ* **12**, 18, 1111 (1986).
- [14] А.Ю. Виноградов, А.М. Лексовский, В.А. Бернштейн, В.М. Егоров. *ФТТ* **30**, 2, 550 (1988).
- [15] А.Ю. Виноградов, А.М. Лексовский, В.В. Яковенко. *Металлофизика* **11**, 2, 66 (1989).
- [16] А.Т. Косилов, В.А. Хоник. *Изв. РАН. Сер. физ.* **57**, 11, 192 (1993).
- [17] V.A. Khonik, A.T. Kosilov, V.A. Mokhailov. *J. Non-Cryst. Sol.* **192/193**, 420 (1995).
- [18] В.И. Белявский, О.П. Бобров, А.Т. Косилов, В.А. Хоник. *ФТТ* **38**, 1, 30 (1996).
- [19] О.П. Бобров, А.Т. Косилов, В.А. Михайлов, В.А. Хоник. *Изв. РАН. Сер. физ.* **60**, 9, 124 (1996).
- [20] О.П. Бобров, А.Т. Косилов, В.А. Хоник. *ФТТ* **38**, 4, 1086 (1996).