

О природе эффекта Кайзера в металлических стеклах

А. С. Бакай, С. А. Бакай¹⁾, И. М. Михайловский, И. М. Неклюдов, П. И. Стоев, М.-П. Махт⁺²⁾

Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”, 310108 Харьков, Украина

⁺ *Hahn-Meitner-Institut Berlin, Berlin, Germany*

Поступила в редакцию 11 апреля 2002 г.

После переработки 10 июля 2002 г.

При измерении акустической эмиссии (АЭ) в процессе одноосного сжатия образцов объемных металлических стекол $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$, $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{14.6}Al_{10}$ наблюдался эффект Кайзера. Результаты исследований структуры объемного металлического стекла $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ методами полевой микроскопии установлено, что изучаемое стекло имеет поликластерное строение. Это позволяет надежно установить природу АЭ при деформации металлических стекол и интерпретировать наблюдаемый эффект Кайзера. Источниками АЭ являются рождающиеся на межкластерных границах и движущиеся через толщу металлического стекла дислокации.

PACS: 61.43.-j, 62.65.+k

Как известно [1, 2], эффект Кайзера заключается в том, что при испытаниях образцов в режиме повторяющихся нагрузок и разгрузок акустическая эмиссия (АЭ) при повторном нагружении наблюдается только с того момента, когда напряжение превысит максимальную величину, достигнутую при предыдущем нагружении. В кристаллических материалах эффект Кайзера связывают с процессами скольжения и закрепления дислокаций. Что касается металлических стекол, то как сам эффект Кайзера в них, так и его природа до сих пор оставались не изученными.

Впервые эффект Кайзера в быстро закаленных аморфных сплавах (при растяжении образцов в виде лент толщиной до 100 мкм) упоминается в [3], хотя какие-либо данные измерений не приведены. Природа этого эффекта, как и АЭ, возникающей до образования полос сдвига, оставалась не выясненной [4].

Предположения о структуре металлических стекол и структурных дефектах, являющихся носителями пластической деформации, спорны и носят дискуссионный характер [5–11]. На сегодняшний день наиболее распространенными моделями строения металлических стекол являются модель свободного объема, дислокационно-дисклинационная и поликластерная модель. В поликластерной модели, в отличие от других моделей, основную роль в процессах пластической деформации играют диффузия и скольжение по межкластерным границам.

В модели свободного объема [9–11] неупругие структурные перестройки, порождающие АЭ, проис-

ходят в местах вокруг больших межатомных полостей или микропор. Согласно этой модели, увеличением растягивающего напряжения может рождаться дополнительный свободный объем, что в конечном счете приводит к образованию полос сдвига и развитию трещин, сопровождающихся АЭ. Качественно такие представления можно было бы использовать при интерпретации АЭ, возникающей при растяжении лент. Можно предположить, что такие источники АЭ появляются в процессе деформации благодаря рождению дополнительного свободного объема. Однако в процессе одноосного сжатия объемных образцов (что практически невозможно в случае тонких лент) рождение “свободного объема” подавляется, поскольку при этом возникает составляющая всестороннего сжатия.

Для объяснения процессов пластической деформации в модели свободного объема предполагается, что они происходят в результате кооперативных перестроек групп атомов в областях с повышенным содержанием свободного объема. Считается, что перестраиваемые группы атомов сравнительно невелики (~ 10 – 20 атомов) [10] и распределены в стекле однородно. Поэтому эффективных источников ультразвуковой эмиссии в этой модели не существует по крайней мере на начальной стадии деформации, до образования полос сдвига.

В [12] высказано предположение о том, что источником АЭ в металлических стеклах служат дислокационно-подобные дефекты, но структура этих дефектов не установлена.

В [6, 5] предложена поликластерная модель аморфных твердых тел и построена теория механизмов

¹⁾ e-mail: serg.bakai@kipt.kharkov.ua

²⁾ М.-П. Macht.

пластической деформации поликластеров, описаны структурные дефекты стекол, в том числе и дислокации, и найдены условия, при которых они могут двигаться на большие (по сравнению с размерами кластеров) расстояния.

Согласно поликластерной модели, металлические стекла состоят из некристаллических кластеров, то есть таких, что атомная структура в теле кластера не обладает трансляционной инвариантностью (см. [5]). В низкотемпературной области (при температурах, лежащих ниже температуры стеклования примерно на 200°) основным механизмом пластической деформации является скольжение по границам и движение дислокаций через кластеры. Схематически эти процессы на начальных стадиях показаны на рис.1.

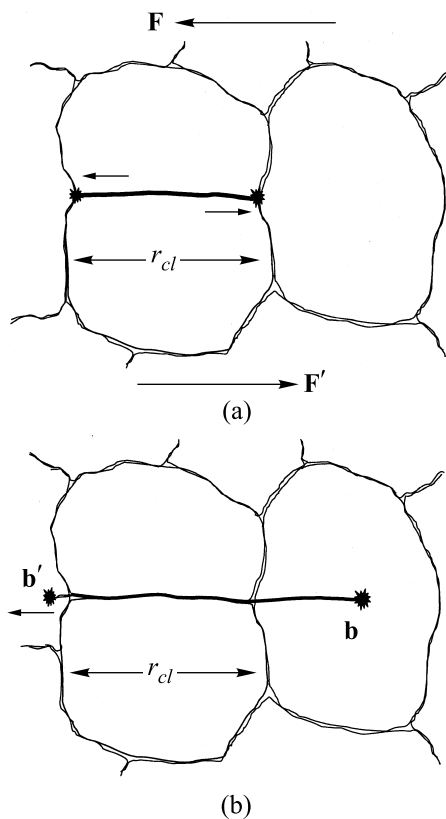


Рис.1. Схематическое изображение процессов проскальзывания по межкластерной границе и движения зародившейся на межкластерной границе дислокации в тело кластера. (а) Проскальзывание по межкластерной границе (выделена жирной линией), блокированное соседними кластерами в тройных стыках, под действием внешних сил, показанных векторами F , F' . (б) Движение зародившихся на межкластерной границе дислокаций в тело кластера при сдвиговых напряжениях, превышающих предел сдвиговой прочности границ, векторы b , b' указывают ориентацию векторов Бюргерса

Создание объемных металлических стекол открывает новые возможности в изучении этого эффекта, поскольку позволяет исследовать АЭ массивных образцов, у которых при напряжениях сжатия можно достичь более высокой суммарной интенсивности АЭ.

Причина эффекта Кайзера состоит в том, что порождающие АЭ неупругие перестройки при разгрузке оказываются необратимыми. Возврат в исходное структурное состояние не происходит, поскольку это активируемый процесс, который подавлен при низкой температуре. Как показывают наши исследования, эффект Кайзера в объемных металлических стеклах, при последовательных сжатиях и разгрузках, существует до образования полос сдвига (см. ниже). Наиболее вероятной причиной этого эффекта являются процессы скольжения, схематически изображенные на рис.1.

Чтобы проверить справедливость последнего утверждения, мы провели исследование структуры металлического стекла $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ методом полевой эмиссионной микроскопии. Исследования проводились в двухкамерном полевом эмиссионном микроскопе с охлаждением образцов до 53–78 К. Игольчатые образцы с вершиной в виде эллиптического параболоида изготавливались электрохимическим травлением при постоянном напряжении 5–15 В в 10-процентном растворе хлорной кислоты в этиловом спирте. Малый и большой главные радиусы кривизны у вершины ножевидных образцов лежали в интервале 3–10 и 50–500 нм, соответственно. При наличии в образцах внутренних поверхностей раздела в процессе полировки поверхности неосесимметричных острий низкотемпературным поевым испарением происходит образование седлообразных микроканалов и, как следствие, формирование полосчатого контраста на ионно-микроскопических изображениях [13].

Как показали ионно-микроскопические наблюдения, полевые эмиссионные изображения ножевидных образцов толщиной порядка 10 нм характеризовались наличием ярких полос контраста, сохраняющихся в процессе полевого испарения (рис.2). При анализе полосчатого контраста учитывалась зависимость локального линейного увеличения от угловых координат. В частности, преимущественная ориентация полос контраста вдоль нормали к плоскости фольги, наблюдаемая на рис.2, связана с существенным отличием локальных увеличений в плоскостях главных сечений поверхности у вершины неосесимметричных образцов. Расстояния между полосами находятся в интервале 5–15 нм. Толщина испаренно-

Рис.2. Полосы контраста повышенной яркости на полевом ионно-микроскопическом изображении объемного аморфного сплава $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$

го слоя оценивалась по изменению рабочего напряжения с точностью до 50%. В этих пределах она совпадает со средним расстоянием между полосами контраста. Изучение полосчатого контраста на границах раздела в ножевидных образцах, проведенное методами полевой ионной микроскопии тонких фольг [14, 15], показало, что их происхождение обусловлено развитой сетью внутренних двумерных границ раздела в быстро закаленных аморфных сплавах. Наличие ярких полос контраста связано с локальными вариациями увеличения в окрестности выхода на поверхность внутренних границ раздела. Анализ полосчатого контраста и его эволюции в процессе полевого испарения показывает, что изучаемый объемный сплав $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ содержит внутренние поверхности раздела (межкластерные границы), средняя плотность которых по порядку величины равна 10^6 см^{-1} . Характерные размеры кластеров лежат в интервале 5–15 нм.

Исследования АЭ проводились на аппаратуре, в состав которой входят универсальная испытательная машина 1958-У10 и многоканальный акустический комплекс М400. Датчик АЭ изготовлен из пьезокерамики цирконата-титаната свинца и имеет резонансную частоту 180 кГц.

Сжатие образцов проводили со скоростью 10^{-3} с^{-1} при комнатной температуре. Регистрацию акустических параметров проводили синхронно с регистрацией механических характеристик.

В исследованиях использовались образцы диаметром, d_0 , 3 мм и высотой, h_0 , 4 мм, вырезанные из исходного стержня длиной 100 мм электроискровым методом.

Результаты измерений АЭ при одноосном нагружении образца объемного металлического стекла $Zr_{52.5}Ti_5Cu_{17.9}Ni_{10}Al_{10}$ вплоть до разрушения показаны на рис.3, а при повторных нагружениях ниже

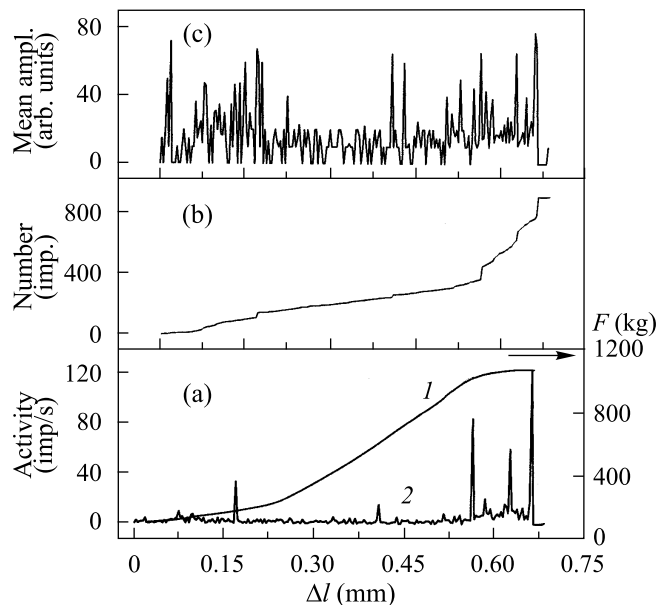


Рис.3. Зависимости параметров АЭ от перемещения захватов (Δl) в процессе одноосного сжатия образцов объемного металлического стекла при комнатной температуре: (а) нагрузки (1) и активности акустической эмиссии (2), (б) общей суммы импульсов, (с) средней амплитуды импульсов

порога разрушения – на рис.4. Результаты исследований механических свойств образцов этого металлического стекла при различных температурно-скоростных режимах деформирования приведены в [16].

Примечательно, что при разгрузках измеримой величины пластической деформации образца не наблюдается, то есть процессы микроскопической пластической деформации не порождают макропластической деформации образца. Это означает, что порождающие АЭ источники изолированы и малы по сравнению с размерами образца. Естественным источником АЭ при деформации в стекле со структурой, представленной на рис.2, является скольжение, начинающееся на межкластерных границах и распространяющееся в кластеры.

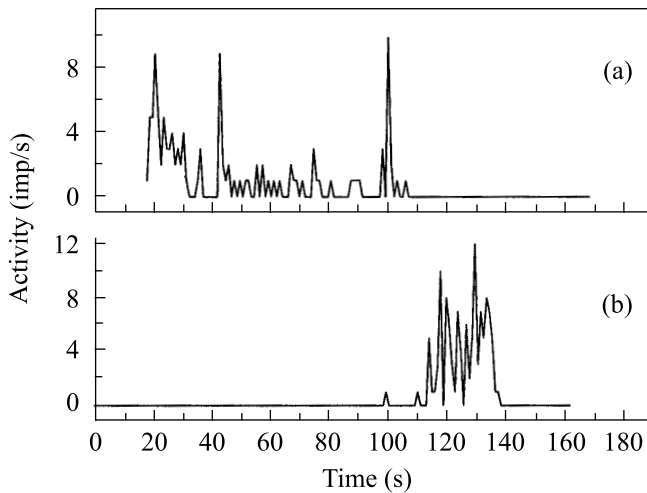


Рис.4. Временные зависимости активности импульсов при одноосном сжатии образца: (а) при первом сжатии, (б) при повторном сжатии

Нами наблюдался также возврат эффекта Кайзера, то есть восстановление АЭ при повторном нагружении в результате кратковременного (5–7 мин) отжига образца при температуре ~ 670 К (на 30° ниже температуры стеклования). Подробное изложение результатов этих измерений будет опубликовано в другом месте.

В заключение отметим, что в результате проведенных исследований структуры объемных металлических стекол и их АЭ при низкотемпературном сжатии нами установлено, что эти стекла обладают поликластерным строением и что наиболее вероятным источником АЭ является скольжение по межкластерным границам, распространяющееся в кластеры, которое и порождает эффект Кайзера при низких температурах, препятствующих возвратной релаксации.

1. В. А. Грешников, Ю. Б. Дробот, *Акустическая эмиссия*, М.: Издат. Стандартов, 1976.
2. В. А. Стрижало, Ю. В. Добровольский, В. А. Стрельченко, *Прочность и акустическая эмиссия материалов и элементов конструкций*, Киев: Наукова Думка, 1990.
3. А. П. Брагинский, А. Ю. Виноградов, А. М. Лексовский, *Письма в ЖТФ* **12**, 1111 (1986).
4. A. Vinogradov and A. Leksovskii, *Materials Science Forum* **210–213**, 549 (1996).
5. А. С. Бакай, *Поликластерные аморфные тела*, М.: Энергоатомиздат, 1987.
6. A. S. Bakai, *The Polycluster Concept of Amorphous Solids*, In *Glassy Metals III*, Eds. H. Beck and H.-J. Guentherodt, Springer, Heidelberg, 1994, p. 209.
7. F. Spaepen, *Defects in amorphous metals*, Physics of defects. North-Holland, 1981.
8. J. Gilman, *J. Appl. Phys.* **46**, 1625 (1975).
9. M. Cohen and G. Grest, *Phys. Rev.* **45**, 1271 (1980).
10. A. S. Argon, *Physics And Chemistry Of Solids*, **43**, №10, 945 (1982).
11. А. М. Глезер, Б. В. Молотилов, *Структура и механические свойства аморфных сплавов*, М.: Metallurgia, 1992, с. 208.
12. А. Ю. Виноградов, К. Китагава, В. А. Хоник, *ФТТ* **41**, 12 (1999).
13. M. K. Miller, A. Cereso, M. G. Hetherington, and G. D. W. Smith, *Atom probe Field Ion Microscopy*, Oxford: Clarendon Press, 1996.
14. А. С. Бакай, И. М. Михайловский, П. Я. Полтинин, Л. И. Федорова, *ВАНТ* **3(45)**, 44 (1988).
15. И. М. Михайловский, Л. И. Федорова, П. Я. Полтинин, *ФММ* **76**, 123 (1993).
16. С. А. Бакай, И. М. Неклюдов, В. И. Савченко, Ю. Экерт, *ВАНТ* **2**, 12 (2001).