

**ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ВИБРАЦИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА
АМОРФНОГО СПЛАВА $Ti_{40}Hf_{9.5}Ni_{44.8}Cu_5$**

¹Беляев С.П., ^{2,3}Рубаник В.В., ¹Реснина Н.Н., ^{2,3}Рубаник В.В. мл., ⁴Шеляков А.В.,
¹Демидова Е.С., ^{2,3}Непомнящая В.В.

¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

²Витебский государственный технологический университет, г. Витебск, Беларусь

³Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси,
г. Витебск, Беларусь

⁴Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
г. Москва, Россия, E-mail: lena-demi@yandex.ru

Под механоактивацией понимают активирование твердых тел путем механической обработки. Как правило, под механической обработкой понимают высокоинтенсивное перемешивание в мельницах, однако, в последнее время, в качестве механической обработки рассматривают и воздействие механических колебаний различной частоты. Целью данной работы явилось изучение влияния механических низкочастотных вибраций на изменение структуры аморфного сплава $Ti_{40.7}Hf_{9.5}Ni_{44.8}Cu_5$.

Аморфные ленты шириной 1,6 мм и толщиной 40 мкм сплава $Ti_{40.7}Hf_{9.5}Ni_{44.8}Cu_5$ были получены методом закалки из расплава. Структуру аморфной ленты исследовали методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Bruker D8 DISCOVER (в ресурсном центре «Рентгенодифракционные методы исследования» СПбГУ) и методом просвечивающей электронной микроскопии в режиме высокого разрешения на микроскопе Libra 200 FE (в междисциплинарном ресурсном центре по направлению «Нанотехнологии» СПбГУ). Полученные результаты показали, что на дифрактограмме присутствует лишь гало, характерное для аморфной фазы, и не наблюдаются рефлексы от каких-либо кристаллических фаз (рис.1,а). Это подтверждается данными просвечивающей электронной микроскопии, которая показывает, что на электронограмме наблюдаются кольца, характерные для отражений от аморфной фазы (рис.1,б), а атомы хаотично распределены в объеме сплава (рис.1,в). Таким образом, структурные методы исследования, используемые в данной работе, показали, что полученные ленты являются аморфными и не содержат кристаллических включений.

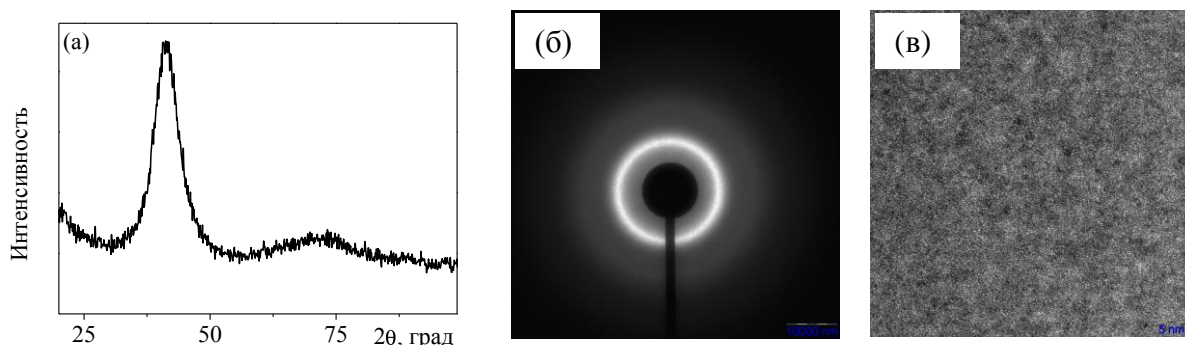


Рисунок 1 – Рентгенограмма (а), электронограмма (б) и изображение в режиме высокого разрешения (в) структуры сплава $Ti_{40.7}Hf_{9.5}Ni_{44.8}Cu_5$

Для того, чтобы подвергнуть аморфную структуру сплава $Ti_{40.7}Hf_{9.5}Ni_{44.8}Cu_5$ механическим вибрациям, образцы длиной 20 мм устанавливали в динамический механический анализатор MettlerToledo и подвергали низкочастотным колебаниям в режиме растяжения с частотой 20 Гц амплитудой 1 или 4 мкм и длительностью 10 мин. Температура обработки составляла 25, 200 или 450 °С. Выбранные температуры принадлежат температурному интервалу, в которой наблюдается структурная релаксация в аморфной фазе при непрерывном нагревании и не достигается температура расстеклования.

После механоактивации была изучена структура обработанных сплавов методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии.

Полученные результаты показали, что на рентгенограммах присутствуют только широкие пики рассеяния (гало), которые характерны для аморфной фазы, следовательно, структура всех образцов после механоактивации осталась рентгеноаморфной. На основании этого было сделано заключение, что механоактивация при повышенных температурах (200 и 450 °С) не приводит к кристаллизации сплава.

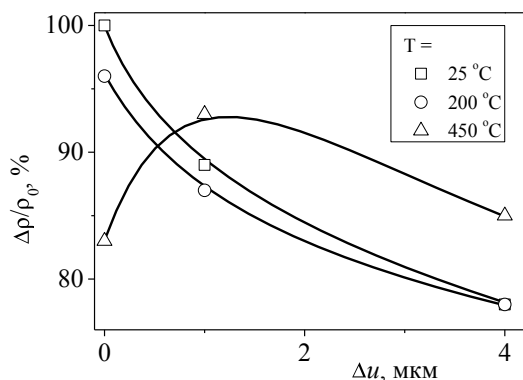


Рисунок 2 – Изменение электросопротивления от амплитуды механических колебаний

Для того чтобы определить, имела ли место структурная релаксация аморфной фазы при механоактивации, было измерено электросопротивление образцов до и после механоактивации 4-х точечным методом. Полученные результаты показали, что механоактивация приводит к изменению электросопротивления аморфных образцов (рис.2). В образцах, подвергнутых механическим вибрациям с амплитудой 1 мкм при температурах 25 и 200 °С, сопротивление понижается на 10-12 %. Увеличение амплитуды до 4 мкм приводит к дополнительному понижению электросопротивления на 10%. Механические вибрации с амплитудой 1 мкм, приложенные при температуре 450 °С,

напротив, повышают электросопротивление образцов, по сравнению с образцами, выдержанными при температуре 450 °С в течение 10 минут без механоактивации. Увеличение амплитуды механических колебаний до 4 мкм приводит к некоторому понижению электросопротивления однако, оно остается выше сопротивления, измеренного в образцах без механоактивации. Таким образом, повышение температуры низкочастотной механоактивации до 200 °С не влияет на изменение сопротивления, а свыше 200 °С – приводит к повышению сопротивления. Анализ полученных результатов показал, что изменение электросопротивления связано с тем, что в процессе механоактивации в аморфной структуре образцов происходит структурная релаксация, которая включает в себя уменьшение свободного объема, изменение топологического и химического ближнего порядков. Повышение амплитуды низкочастотных колебаний увеличивает интенсивность этих процессов, а увеличение температуры свыше 200 °С – напротив понижает их интенсивность. По всей видимости, это связано с высокой подвижностью атомов, что препятствует упорядочению атомов.

Для более детального изучения структурных изменений, вызванных механоактивацией, были получены изображения структуры образцов в просвечивающем электронном микроскопе в режиме высокого разрешения (рис.3). Анализ изображений позволил установить, что механические вибрации с малой амплитудой 1 мкм не приводит к каким-либо заметным изменениям в распределении атомов (рис.3,а), которые, как и в необработанном образце (рис.1,в), распределены хаотично. При этом на электронограммах отображается только аморфное гало (рис.3,а). Однако в образцах, подвергнутых механическим вибрациям с амплитудой 4 мкм, в структуре аморфного сплава обнаруживаются кластеры с упорядоченным расположением атомов в пределах 5-10 атомных слоев (рис.3,б). При этом на кольцевых электронограммах появляются отдельные рефлекссы. Таким образом, полученные результаты показали, что механические вибрации с высокой амплитудой приводят к образованию кристаллических нанокластеров в аморфной структуре. Установлено, что изменение температуры, при которой были приложены механические вибрации, слабо влияют на объемную долю упорядоченных нанокластеров.

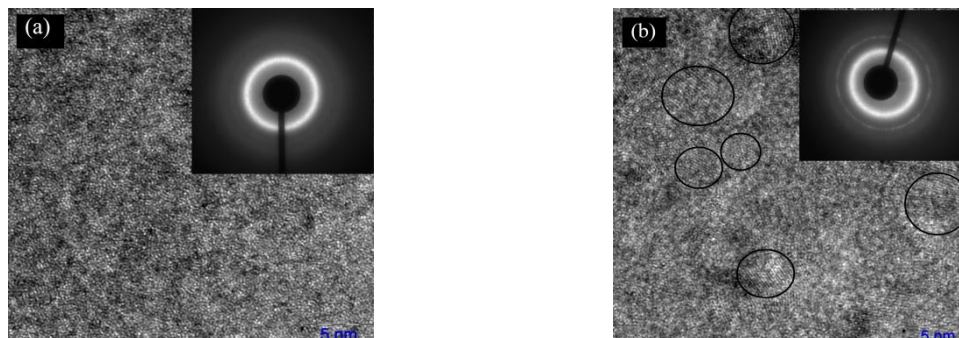


Рисунок 3 – Электронномикроскопические изображения структуры образцов сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$, подвергнутых механическим вибрациям с амплитудой 1 мкм (а) и 4 мкм (б) при температуре 25 °С

Присутствие нанокластеров в аморфной структуре сплава может оказывать влияние на параметры последующей кристаллизации, поэтому дополнительно был исследован процесс кристаллизации образцов аморфного сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$, подвергнутых механоактивации. Полученные результаты показали, что температурный интервал кристаллизации практически не зависит от того, были ли образцы подвергнуты механоактивации или нет. Изменение параметров механоактивации (частоты, амплитуды, длительности) также не оказывают влияния на температуры кристаллизации. Вместе с тем, обнаружено, что механоактивация, вне зависимости от ее способа или параметров, понижает теплоту кристаллизации на 10-15 %.

Таким образом, полученные результаты показали, что механоактивация способствует структурной релаксации в аморфной фазе, при этом, если к образцам приложены механические вибрации с большой амплитудой то в аморфной фазе образуются нанокристаллические кластеры. Наличие нанокристаллических кластеров не влияет на температуру кристаллизации, которая не отличаются от таковой, измеренной в образцах сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$, не подвергнутых механоактивации.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-58-00093-Бел-а Белорусского фонда фундаментальных исследований NetT16P-203. Работа Шелякова А.В. выполнена в рамках Программы повышения конкурентоспособности НИЯУ МИФИ при поддержке Министерства образования и науки РФ, Договор 02.A03.21.0005.