

纳米银的内耗和模量研究*

王玉柱¹, 吴希俊², 黄家倍¹, 崔平¹

(1. 中国科学院固体物理研究所内耗与固体缺陷开放研究实验室, 合肥 230031;
2. 浙江大学材料系)

摘要: 采用不同温度连续退火和测量纳米银的内耗. 发现在 450 K 附近有一个小峰叠加在背底上, 此峰在首次升温测量中并不出现, 在再次升温测量中才出现. 变频测量此峰, 其峰位随频率变化, 求得其激活能为 0.82 ± 0.1 eV, 与银的晶界原子自扩散激活能一致. 因此可认为这是纳米银的晶界内耗峰.

关键词: 纳米银; 内耗; 模量

中图分类号: O482; TG111.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 0529-6579 (2001) S1-0261-02

纳米材料由于其优异和独特性质, 已引起了国际上广泛的研究^[1-3]. 内耗作为一种灵敏的无损检测手段, 在普通多晶材料中已得到了广泛的应用^[4]. 但是由于尺寸的限制, 在纳米材料中的研究相对较少. 在已有的关于纳米 Cu^[5]、Fe^[6,7]、Al^[8,9]和 Fe-Cu-Nb-Si-B 合金^[10]等的内耗研究中, 尽管表现出一些规律性, 如退火引起内耗降低、模量增加等, 但也还存在较大的差异. 关于纳米银的低频内耗研究迄今还未见报道. 本文采用自由衰减和强迫振动的低频内耗测量方法, 研究纳米银块材的内耗和模量, 以期对纳米银晶界的结构和行为有更深入的认识.

1 实验过程

将惰性气体冷凝法得到的纳米银粉在真空中, 423 K, 1 GPa 保压 1 h, 即获得具有清洁界面纳米银块材. 其直径为 80 mm, 厚 7.8 mm, 平均晶粒尺寸为 52 nm, 相对密度为 97%.

内耗测量在本实验室多功能内耗仪上进行, 采用自由衰减和强迫振动方法测量了纳米银的内耗温度谱, 振幅均为 2×10^{-5} , 频率约为 0.3 ~ 1 Hz, 升温速率为 2 K/min.

2 实验结果和讨论

用自由衰减法测量了纳米 Ag 在经多次升温-保温后, 升温过程中的内耗和模量. 保温温度从 353 ~ 573 K, 每隔 20 K 保温 30 min. 观察到在 423 K 之前的保温, 内耗和模量基本上不受保温时间的影响. 这是由于本文所用的纳米晶 Ag 是

在 423 K 压结而成的. 因而在压结温度下的退火对材料的微观结构影响很小. 图 1 只给出了 473 K 和 573 K 退火后的内耗和模量. 从图中可看到, 在 573 K 退火后, 有一个较为明显的内耗峰, 叠加在高温背底上, 其峰高较低, 峰宽较宽. 而且多次重复测量发现这个峰具有很好的重复性. 在模量曲线上, 573 K 退火的要比 473 K 退火的对应处模量有所增加, 而在内耗曲线上则是降低, 图中两个小箭头所指示较明显. 这说明随着退火温度的升高, 其内部结构的变化, 引起了模量的增加和内耗的降低. 这可能是由于较高温度退火将引起样品内应力降低和点阵位错湮灭, 导致界面原子重排, 从而使模量增大, 内耗降低^[10].

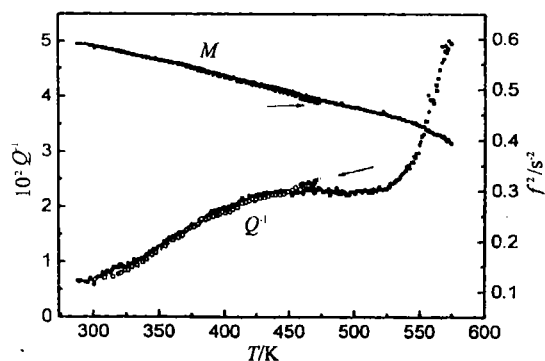


图1 纳米 Ag 多次升温-保温后的内耗和模量

图 2 所示是采用自由衰减法, 直接从室温升温到 573 K 测量的内耗和模量. 从图中可发现, 图 1 的内耗峰并不出现, 内耗单调上升, 直到

* 收稿日期: 2000-12-30; 作者简介: 王玉柱 (1976-), 男, 硕士研究生.

533 K 左右, 然后下降, 同时模量一直下降, 到 533 K 左右开始有上升趋势. 此时上图中内耗峰不出现的原因, 我们认为这是由于采用气体冷凝压结法制备的纳米材料, 其内部不可避免地引入一定的内应力和内应变, 此将导致本来不很明显的晶界峰湮没在背景之中. 尽管没有观察到内耗峰, 但是观察到了所谓的模量增加的现象, 目前对此的解释认为是由于界面原子重排, 及内应力的变化, 所引起的模量增加^[10].

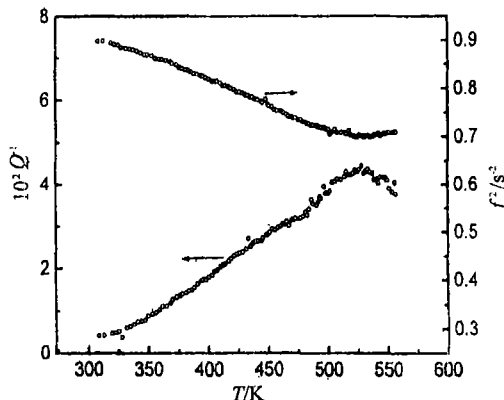


图2 自由衰减, 直接一次从室温升温到 573 K 测量

采用强迫振动方法, 测量了纳米晶 Ag 在 573 K 退火 20 min 后升温过程的内耗和模量, 如图 3 所示. 测量频率分别为 0.1, 0.3 和 0.8 Hz. 发现这个内耗峰的峰温随测量频率的增高而移向高温, 这表明此峰是一个弛豫型的内耗峰. 通常认为高温指数背底遵从指数关系^[11], 即

$$Q_b^{-1} = A + B \exp(-H_b/kT) \quad (1)$$

式中 A 和 B 为与温度无关的待定常数, k 为玻尔兹曼常数, H_b 通常认为是背底激活能. 并假设弛豫时间遵从高斯分布, 按照方^[12]的方法, 将内耗曲线分解成指数背底和内耗峰两部分, 如图 3 所示. 分解结果表明, 该峰峰高为 $Q_m^{-1} = 0.01$, 峰宽 $b = 3.8$. 根据峰位和频率的关系, 可以求得此峰激活能为 0.82 ± 0.05 eV. 与银的晶界原子自扩散激活能接近^[11], 因此认为这可能是由扩散控制的晶界滞弹性滑动所引起.

3 结 论

本文采用自由衰减和强迫振动方法, 研究了冷凝压结法制备的纳米晶 Ag 的在不同温度退火下的内耗和模量. 发现在压结温度 (423 K) 下

退火, 对纳米晶 Ag 的内耗和模量无明显影响. 而在更高温度下退火时, 观察到一个较为明显的弛豫型内耗峰. 此峰激活能为 0.82 ± 0.05 eV, 与银的晶界原子自扩散激活能相近, 认为这可能是由扩散控制的晶界滞弹性滑动所引起.

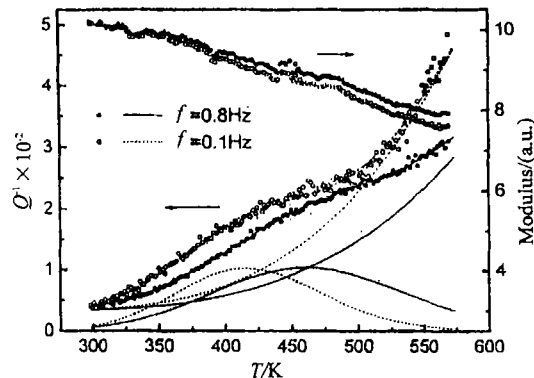


图3 纳米 Ag 在 573 K 退火 10 min 后的内耗和模量

参考文献:

- [1] GLEITER H. Prog Mater Sci, 1989, 33: 223.
- [2] LU L, SUI M L, LU K. Science, 2000, 287: 1463.
- [3] MULYUKONV R, WELLER M, VALIEV R, et al. Nanostructured Mater, 1998, 6: 577.
- [4] KE T S. Metall Mater Trans, 1999, 30A: 2267.
- [5] WEINS W N, MAKINSON J D, et al. Nanostructured Mater, 1997, 9: 509.
- [6] BONETTI E, L DEL BIANCO, et al. Nanostructured Mater, 1998, 10: 741.
- [7] BONETTI E, CAMPARI E G, et al. Nanostructured Mater, 1995, 6: 639.
- [8] BONETTI E, PASQUINI L, et al. Nanostructured Mater, 1998, 10: 437.
- [9] KOBELEV N P, YA M SOIFER. Nanostructured Mater, 1998, 10: 449.
- [10] BONETTI E, CAMPARI E G, et al. Nanostructured Mater, 1999, 11: 709.
- [11] PEARSON S, ROTHERHAM L. J metals, 1956: 894.
- [12] 方前锋. 第五届全国固体内耗与超声衰减学术会议论文集. 北京: 原子能出版社, 1997. 113.
- [13] 冯端, 等. 金属物理学. 第三卷. 金属力学性质. 北京: 科学出版社, 1999. 29.