

纳米晶 Al 的内耗研究*

蔡 彬¹, 孔庆平¹ 崔 平¹, 丛洪涛², 孙秀魁²

(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. 中国科学院金属研究所快速凝固非平衡合金国家重点实验室, 沈阳 110016)

摘 要: 研究等离子蒸发法制备的粉末经过压结制备的纳米晶 Al 的内耗.

关键词: Al; 纳米晶; 内耗

中图分类号: O482; TG111.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 0529-6579 (2001) S1-0255-02

1 实验方法

用纯度为 $w(\text{Al}) = 99.85\%$ 的普通纯 Al 作为原始蒸发料, 采用等离子蒸发法制备出纳米 Al 粒子. 微结构观察表明, 纳米 Al 粒子表面存在一层厚约 1 nm 的 Al_2O_3 非晶膜. 在 1.0 GPa 压力下将纳米 Al 粒子压制成直径 40 mm, 厚 2 mm 的块材. 为提高致密度, 将块材经 155 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 热处理后, 进行形变量为 40% 的冷轧处理, 密度大于纯 Al 理论密度的 98%. 试样晶粒尺寸为 53 nm, 即原始纳米 Al 粒子的尺寸. 这是由于 Al_2O_3 膜提高了纳米晶 Al 的热稳定性^[1].

将纳米晶 Al 块材线切割成内耗试样. 试样长为 40 mm, 横截面为 1.0 mm $\times$ 0.8 mm. 内耗测量在本室全自动多功能内耗仪上进行, 采用强迫共振法, 频率分别为 0.3, 0.6, 1.0, 1.8 和 3.1 Hz, 升降温速率均约为 3 K/min, 应变振幅为 1×10^{-5} . 在测量内耗前, 试样相继在 350 $^{\circ}\text{C}$ 和 620 $^{\circ}\text{C}$ 原位退火 1 h, 以消除冷加工效应.

2 实验结果

图 1 表示纳米晶 Al 经 350 $^{\circ}\text{C}$ 退火 1 h 后升温过程的内耗和切变模量. 由图可见, 一个显著的内耗峰 (P_1 峰) 出现在约 180 $^{\circ}\text{C}$ (1 Hz), 同时模量也表现出相应的变化, 这与 Bonetti 等^[2,3]用球磨法制备的 n-Al 的结果一致. 峰温随着测量频率的升高而移向高温, 表明此峰是一个弛豫型内耗峰. 设弛豫时间 τ 满足高斯分布, 背景内耗随着温度升高指数上升. 用方的拟合程序^[4], 内耗数据的拟合结果如图中所示. P_1 峰峰高

Q_{m1}^{-1} 为 1×10^{-2} , 激活能 H_1 为 (1.4 ± 0.1) eV, 弛豫时间指数前因子 τ_{01} 约为 10^{-17} s.

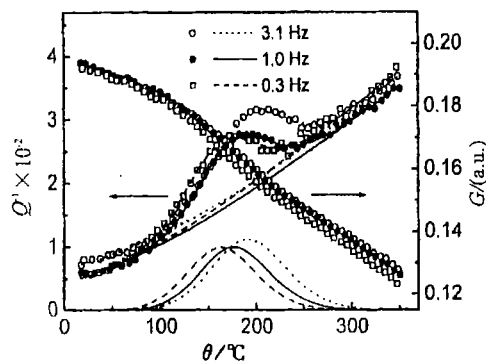


图 1 纳米晶 Al 经 350 $^{\circ}\text{C}$ 退火后的内耗 Q^{-1} 和切变模量 G

图 2 表示纳米晶 Al 经 620 $^{\circ}\text{C}$ 退火 1 h 后升温过程的内耗和切变模量. 从图中可看出, 除了 P_1 峰外, 在大约 440 $^{\circ}\text{C}$ (1 Hz), 还出现了另一个峰 (P_2 峰), 其峰温也随着测量频率的升高而移向高温. 采用前面同样的方法可得到, P_2 峰 Q_{m2}^{-1} 为 8×10^{-3} , H_2 为 (2.7 ± 0.2) eV, τ_{02} 约为 10^{-19} s. 值得指出的是, P_1 和 P_2 峰在升降温过程中均稳定出现.

3 分析和讨论

用等离子体法制备出的纳米 Al 粒子表面存在一层厚约 1 nm 的 Al_2O_3 非晶膜. 在随后的压结、尤其是冷轧形变处理中, Al_2O_3 非晶氧化膜将被撕碎^[1]. 因而本文所用的 n-Al 的晶界是由纯 Al 区和 Al_2O_3 区组成.

P_1 峰的激活能和其它特征表明, 它是由晶

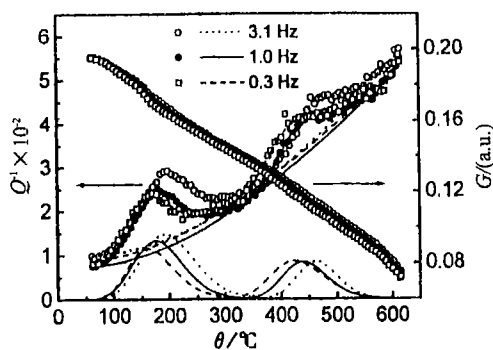


图 2 纳米晶 Al 经 620 °C 退火后的
内耗 Q^{-1} 和切变模量 G

界上 Al 原子在纯 Al 区扩散控制的晶界滞弹性滑动所引起。其峰温与 Bonetti 等在纳米晶 Al 中观察到的一致 (1 Hz), 但激活能 (1.4 eV) 明显大于他们得到的值 (0.8 eV)。这种差别可能是由于样品制备过程的差别所引起。

P_2 峰是第一次在纳米晶 Al 中观察到, 激活能较大 (2.7 eV), 且在升降温均稳定出现。它可能与晶界上存在 Al_2O_3 区有关。在扩散控制的

晶界滑动过程中, 扩散过程不仅发生在纯 Al 区, 也发生在 Al_2O_3 区。目前还未有 Al 在 Al_2O_3 中晶界扩散数据的报道。Gall 等^[5]测量了 Al 在 Al_2O_3 中体扩散激活能, 为 5.3 eV。而 Al 在 Al_2O_3 中晶界扩散激活能应小于体扩散激活能。我们认为, 体扩散激活能的一半 (2.7 eV) 可能是 Al 在 Al_2O_3 中晶界扩散激活能的合理值。因而, P_2 峰可能与晶界滑动时, Al 离子从纯 Al 区扩散到 Al_2O_3 区的过程有关。

参考文献:

- [1] SUN X K, CONG H T, SUN M, et al. Metall Mater Trans, 2000, A31: 1017.
- [2] BONETTI E, VALDRE G. Phil Mag, 1991, A63: 527.
- [3] AL SADI A, BONETTI E, MATTIOLI P, et al. J Alloys Comp, 1994, 211/212: 489.
- [4] 方前锋. 金属学报, 1996, 32: 565.
- [5] LE GALL M, HUNTZ A M, LESAGE B, et al. J Mater Sci, 1995, 30: 201.