

УДК 531.7

V. V. Novikov, PhD

Odessa State Academy of Technical Regulation and Quality, Odessa

## MICROCREEP OF METALLIC GLASSES AT ROOM TEMPERATURE

*The main regularities are studied of the MG microcreep in a range of temperatures and stresses on the “stress-deformation” curve which traditionally is considered absolutely elastic. It is established that the character of the micro creep is determined by the quantity of the crystalline phase in the amorphous alloy. An increase of the relative volume of the crystalline phase up to 5 to 10 % diminishes the rate at which the creep diminishes at room temperature in as-quenched MG samples by orders of magnitude.*

**Keywords:** metallic glass, plastic changes, amorphous alloy, crystallization center, crystalline phase, amorphous matrix.

### 1. Introduction

Lately the interest in the study of MGs has grown because a number of new practical applications have been found. In particular, ever growing attention is paid in the literature to the mechanical properties of the amorphous alloys [1]. But up to the present moment there was not enough information about the regularities of the form change of MGs under tensile load.

The study of the creep of MG foils involves difficult methodical problems. The setting of an experiment within the room temperature range requires special precision dilatometric devices.

Due to the thermal instability of their physical properties for the time being the practical application of amorphous metallic materials is possible only at temperatures which do not considerably exceed 20° C. Therefore, the answer to the question of a possible existence of amorphous alloys creep at room temperature and under stresses much lower than the value of the strength limit is of great interest.

In the present paper we give a survey of the original results obtained by studying the creep in broad class of MG foils based on Fe, Ni and Co prepared by the method of melt quenching on a spinning disk using by original precision dilatometric method [1].

### 2. Experimental Methods

Precision dilatometric methods, worked out earlier [1], allowed us to deal with the above question on a new experimental basis.

The methods sensitivity of the lengthening measurement is  $\Delta l/l \approx 10^{-5}$ . The design of the dilatometer includes a thermostat which contains the investigated sample under load in a vertical position. To the extremities of the sample under study a vertical piece of foil or wire was fastened in a vertical position, but having small sag  $\lambda$  of about 0.1 mm in the middle. The external optical system is designed

for the measurement of the change of the sag of this wire as the experiment goes on  $\lambda$  ( $\tau$ ). According to the data we got we could calculate  $\Delta l/l$  ( $\tau$ ) of the sample. The high sensitivity of defining  $\Delta l/l$  is conditioned by the quadratic dependence of  $\Delta l/l$  on  $\lambda$ . The design of such dilatometer is given in detail in [1]. We investigated samples of the MG foils  $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ ,  $Co_{55}Fe_5Ni_{14}B_{10}Si_{16}$ ,  $Co_{77}Fe_4Cr_7Si_8B_4$ ,  $Co_{77}Fe_5Si_{15}B_{10}$  with thickness 30  $\mu$ m, length 50 mm, width 5 mm.

The amorphous structure of the initial MG samples was checked by X-raying on a DRON – 3.0 (MoK $\alpha$  - radiation) diffractometer. Using the electron microscope BS – 540, we estimated the concentration and the mean dimension of the “frozen-in” crystallization centres. The methods described in [1] were used. It was found that the volume share of the crystalline phase in the investigated MG foils was less than 0.1%.

### 3. Results and Discussion

Results of the investigations of the As-quenched MG microcreep at the temperature are given in Fig. 1 and Fig. 2. Loads of 100 to 450 MPa lead to plastic deformations at room temperature. In the progress of time the residual strain does not change its value after removing the load, i.e. the deformation, which appears during microcreep is irreversible. It must be underlined that the value of the tensile stress of 100 to 150 MPa is by an order of magnitude lower than the strength limit of the MG. The form of the microcreep curves is analogous for all the investigated samples.

On the microcreep curve  $\Delta l/l$  ( $\tau$ ) one can distinguish the stage of intensive form change having a duration of about 100h, which can be formally called an unstable creep. Further on, the process of form change slows down considerably and the dependence on time of the deformation reminds of the stage stable creep in crystalline materials.

It should be noted that the rate of microcreep

and the residual strain of the investigated MG is different under the sametensile load. For example, under a stress  $\sigma = 150$  MPa and during 100 h observation the MG samples  $Co_{55}Fe_5Ni_{14}B_{10}Si_{16}$  and  $Co_{77}Fe_4Cr_7Si_8B_4$  have reached residual strains of  $(6 \text{ and } 3) \times 10^{-3} \%$ , respectively.

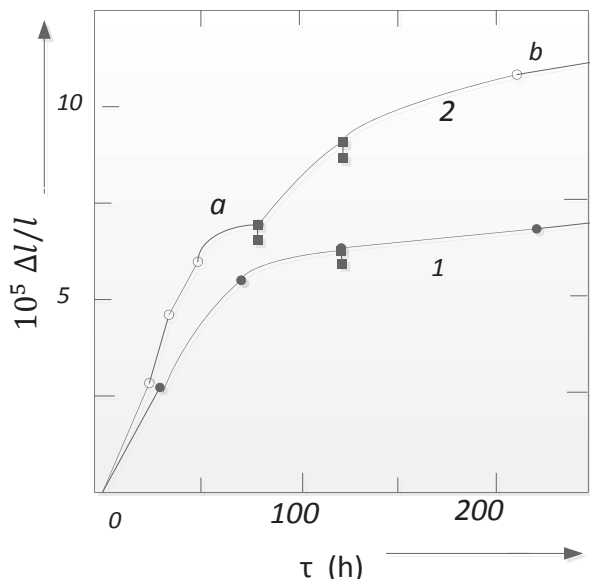


Figure 1 – The dependence of the relative lengthening on the duration of applying the tensile load: (1) as-quenched MG  $Co_{55}Fe_5Ni_{14}B_{10}Si_{16}$ ,  $\sigma = 100$  MPa; (2) as-quenched MG  $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ , part a:  $\sigma = 260$  MPa, part b: growth of the tensile up to  $\sigma = 313$  MPa

The above given results testify to the presence of plastic form changes in as-quenched MG samples within a range of temperatures and stresses on the “stress-deformation” curve which was traditionally considered to be absolutely elastic.

We should underline once again that the phenomenon of microcreep at room temperature differs from the traditionally registered creep of solid bodies mainly by an extremely small residual strain of  $5 \times 10^{-3} \%$ , obtained during hundreds of hours of observation.

It is known that practically all physical properties of MGs change in the process of structural relaxation during isothermal annealing. The annealing of as-quenched MG samples within a temperature range lying 200 to 300 °C lower than the crystallization temperature leads to the growth of “frozen-in” crystallization centers which exist in the as-quenched amorphous foil to the emerging and growth of new crystalline nuclei.

The influence of low temperature isothermal annealing on the character of MG microcreep proved to be very interesting.

Preliminary annealing of all the studied MGs influences considerably the character of microcreep (Fig. 2, 3, 4).

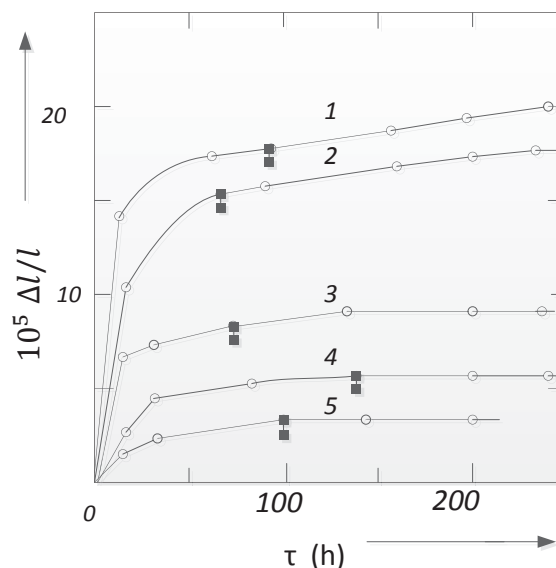


Figure 2 – The dependence of the relative lengthening on the duration of applying the tensile load: (1) as-quenched MG  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ ,  $\sigma = 300$  MPa; (2) analogous sample,  $\sigma = 150$  MPa; (3) MG  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$  after annealing at 200°C,  $\sigma = 300$  MPa; (4) analogous sample,  $\sigma = 150$  MPa; (5) MG  $Co_{77}Fe_4Cr_7Si_8B_4$  after annealing at 300°C,  $\sigma = 300$  MPa.

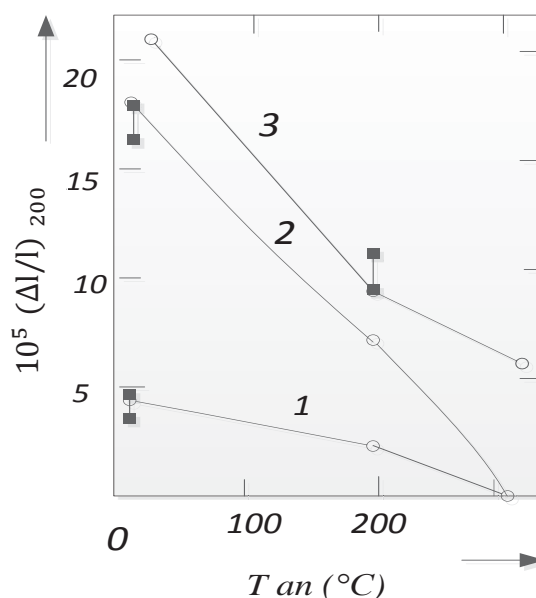


Figure 3 – Residual strain of the microcreep during 200 h depending on the temperature of annealing: (1)  $Co_{77}Fe_4Cr_7Si_8B_4$ ,  $\sigma = 300$  MPa; (2)  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ ,  $\sigma = 150$  MPa; (3)  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ ,  $\sigma = 300$  MPa

For example, for the sample  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$  annealed at 300°C, the residual strain obtained after 200 h of observation under a load of 300 MPa decreases more than twice if compared with the as-quenched state of the MG (Fig. 3).

The rate of form change ( $\dot{\epsilon}$ ) of the annealed samples is several times lower than in the as-quenched ones (Fig. 4). After annealing at 300°C no form change of the partially crystallized samples under a load of 150 MPa is registered by the device used by us. Under a similar load the as-quenched sample  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$  reaches a residual strain of  $\approx 17 \times 10^{-3} \%$ . No microcreep is registered in the completely crystallized samples at room temperature even under loads of about 700 MPa.

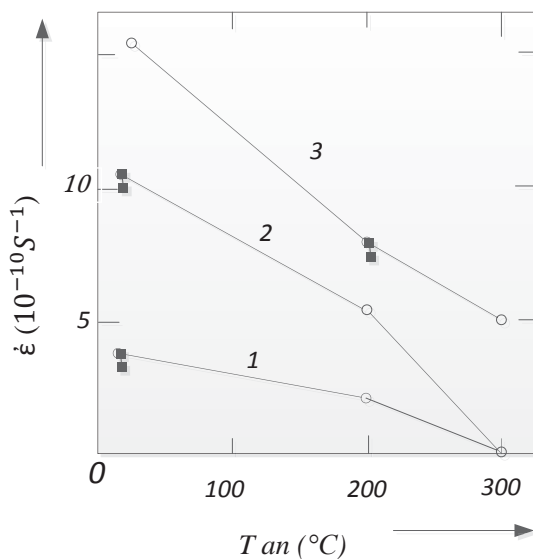


Figure 4 – The rate of form change at room temperature at the initial stage of form change ( $\tau = 24h$ ) depending on the annealing temperature of the MG:

- (1)  $Co_{77}Fe_4Cr_7Si_8B_4$ ,  $\sigma = 150$  MPa;
- (2)  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ ,  $\sigma = 150$  MPa;
- (3)  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ ,  $\sigma = 300$  MPa

According to the data of electron-microscopic investigations, annealing of MGs within the temperature range 200 to 300 °C (i.e. 300 to 400 °C lower than the crystallization temperature) leads to the growth of the existing nuclei of the crystalline phases and to the formation of new crystallization centres.

The most probable dimension of the

**В. В. Новиков**, к.т.н.

## МИКРОПОЛЗУЧЕСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Обнаружено пластическое формоизменение (микроразрушение) широкого класса свежезакаленных металлических стекол (МС) при комнатной температуре и под действием растягивающего напряжения, величина которого на порядок меньше предела прочности. Изучены основные закономерности микроразрушения

crystallization centres after annealing of the as-quenched samples  $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$  and  $Co_{77}Fe_4Cr_7Si_8B_4$  at a temperature of 300 °C during 2.5 h is 100 to 120 nm.

The comparison of the above cited data of microcreep in partially crystallized MGs after annealing with the results of the electron-microscopic and dilatometric analysis allows us to conclude that the tendency of the amorphous alloys towards form change at room temperature is determined by the presence of crystallization centres in the amorphous matrix. Even a small volume share of 5 to 10 % of crystalline phase decreases by an order of magnitude the rate of microcreep of the MG sample if compared with the as-quenched state (Fig. 3, 4).

### 4. Conclusions

1. It is experimentally established that plastic form change (microcreep) can take place in a broad class of as-quenched MGs at room temperature and under loads which are by an order of magnitude smaller than the strength limit, i.e. in that part of the “stress-deformation” curve which was traditionally considered to be absolutely elastic.

2. It is established that the microcreep character is defined by the quantity of crystalline phases in the amorphous alloy. With increase of the volume share of crystallization centres in the amorphous matrix only to 5 to 10 %, the rate of the MG samples microcreep at room temperature can decrease by an order of magnitude if compared with the as-quenched state of the alloy. The MG microcreep is not observed (within the sensitivity limits of the deformation determination) if the volume share of the crystalline phase in the amorphous matrix reaches a critical value for a given load.

### References

1. Novikov V. V. Method of the precision dilatometric studies of metallic glasses / V. V. Novikov // Збірник наукових праць Одеської державної академії технічного регулювання та якості. – 2013. – Вип. 1(2). – С. 63 – 65.

Надійшла до редакції 03.02.2014

**Рецензент:** д.т.н., професор Коломієць Л. В., Одеська державна академія технічного регулювання та якості, м. Одеса.

ти МС в той області температур і напружень на кривій «напруження-деформація», котра традиційно считалась абсолютно пружою. Установлено, що характер мікроползучості визначається кількістю кристалічних фаз в аморфному сплаві. Збільшення об'ємної частини центрів кристалізації в аморфній матриці всього до 5 до 10 % зменшує швидкість мікроползучості при кімнатній температурі свіжезакалених образців МС на порядок.

**Ключеві слова:** металічне скло, пластичне формозмінення, аморфний сплав, центр кристалізації, кристалічна фаза, аморфна матриця.

**В. В. Новіков**, к.т.н.

## МІКРОПОВЗУЧІСТЬ МЕТАЛЕВИХ СТЕКОЛ ПРИ КІМНАТНІЙ ТЕМПЕРАТУРІ

Виявлено пластичне формозмінення (мікроповзучість) широкого класу свіжезакалених металевих стекел (МС) при кімнатній температурі і під дією розтягуючої напруги, величина якої на порядок менше межі міцності. Вивчено основні закономірності мікроповзучості МС в тій області температур і напруг на кривій «напруга-деформація», яка традиційно вважалась абсолютно пружою. Установлено, що характер мікроповзучості визначається кількістю кристалічних фаз в аморфному сплаві. Збільшення об'ємної частини центрів кристалізації в аморфній матриці всього до 5 до 10 % зменшує швидкість мікроповзучості при кімнатній температурі свіжезакалених зразків МС на порядок.

**Ключові слова:** металеве скло, пластична формозміна, аморфний сплав, центр кристалізації, кристалічна фаза, аморфна матриця.

УДК 531.7

**Л. В. Коломієць**, д.т.н., **К. О. Подостроєць**

Одеська державна академія технічного регулювання та якості, м. Одеса

## НОРМАТИВНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ СПОСОБУ МЕТРОЛОГІЧНОГО КОНТРОЛЮ ТАХЕОМЕТРІВ

Наведено існуючі еталонні та нормативні бази метрологічного контролю тахеометрів. Розглянуті недоліки існуючих еталонних та нормативних баз метрологічного контролю тахеометрів. Наведені методики метрологічного контролю віддалемірної частини тахеометрів. Запропонована методика метрологічного контролю віддалемірної частини тахеометрів у разі використання нового способу метрологічного контролю тахеометрів.

**Ключові слова:** тахеометри, нормативне забезпечення, метрологічний контроль.

### Вступ

Метрологічний контроль тахеометрів сьогодні має виняткове значення для ефективного розвитку економіки нашої країни. Під поняттям метрологічний контроль тахеометрів слід розуміти такі законодавчо-регульовані процедури як державна метрологічна атестація та перевірка геодезичних засобів вимірювальної техніки для вимірювання переважно великих відстаней, горизонтальних і вертикальних кутів. Конструктивно тахеометр об'єднує в собі такі геодезичні засоби вимірювальної техніки як електронний теодоліт і світловіддалемір, а також невеликий комп'ютер [1, 2].

Для проведення належного метрологічного контролю тахеометрів необхідні:

відповідна еталонна база,  
відповідна нормативна база,

кваліфіковані спеціалісти.

В зв'язку з тим, що тахеометр складається з принципово різних за функціональністю засобів вимірювання: світловіддалемір та електронний теодоліт, тому їх метрологічний контроль необхідно проводити з використанням різних еталонів.

### Еталонна база.

В якості еталона для контролю кутомірної частини тахеометра (електронний теодоліт) використовуються спеціальні автоколімаційні установки, які знаходяться виключно в лабораторіях.

В якості еталона для контролю віддалемірної частини тахеометра (світловіддалемір) сьогодні використовуються спеціальні базисні