

# Амплитудная зависимость внутреннего трения и дефекта модуля Юнга поликристаллического индия

© К.В. Сапожников, С.Н. Голяндин, С.Б. Кустов\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

\* Department de Física, Universitat de les Illes Balears,  
Palma de Mallorca, Spain

E-mail: k.sapozhnikov@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 6 мая 2009 г.

В окончательной редакции 25 мая 2009 г.)

Исследована зависимость внутреннего трения и дефекта модуля Юнга поликристаллического индия от амплитуды колебательной деформации в широком диапазоне температур (7–320 К) и амплитуд колебательной деформации ( $10^{-7}$ – $3.5 \cdot 10^{-4}$ ) при частотах колебательного нагружения около 100 kHz. Выявлены стадии амплитудной зависимости внутреннего трения и дефекта модуля Юнга, обусловленные взаимодействием дислокаций с точечными дефектами и междислокационным взаимодействием. Определен температурный диапазон, характеризующийся образованием атмосфер точечных дефектов (атмосферы Коттрелла) вблизи дислокаций в индии.

## 1. Введение

Индий и сплавы на его основе вызывают значительный практический интерес как материалы, обладающие высокой демпфирующей способностью [1–2], в частности, в качестве компоненты высокодемпфирующих композитных материалов [3–5]. В то же время внутреннее трение (ВТ) индия остается малоизученным. Имеющиеся данные [1,6–10] недостаточны для сколько-нибудь убедительных заключений о механизмах ВТ индия. Настоящая работа посвящена исследованию зависимости неупругих свойств (ВТ и дефекта модуля Юнга) поликристаллического индия от амплитуды колебательной деформации в широком диапазоне температур.

## 2. Методика эксперимента

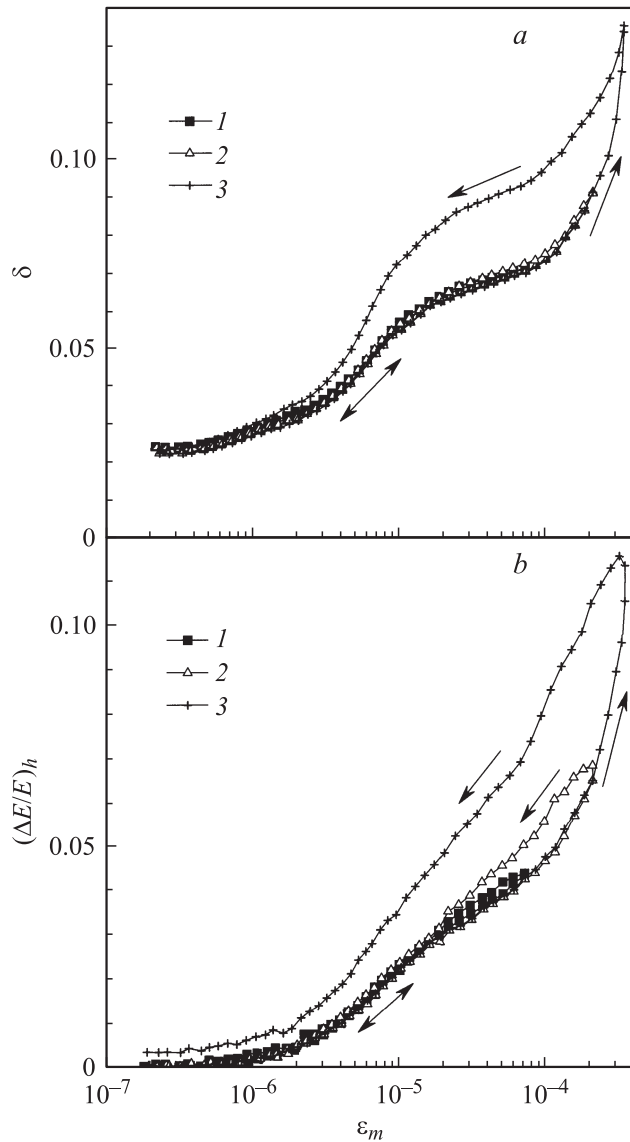
Компьютерно-управляемая система [10], основанная на ультразвуковой резонансной методике составного пьезоэлектрического осциллятора [11], была использована для возбуждения продольных колебаний образцов в виде стержня и измерения ВТ и динамического модуля Юнга на ультразвуковых частотах около 100 kHz. Система, оборудованная гелиевым криостатом, позволяла проводить измерения зависимостей декремента колебаний  $\delta$  и дефекта модуля Юнга  $(\Delta E/E)_n$  от амплитуды колебательной деформации  $\varepsilon_m$  в диапазоне  $10^{-7}$ – $3.5 \cdot 10^{-4}$  в изотермических условиях и в процессе термоциклирования в диапазоне 7–320 К. Измерения амплитудных зависимостей производились как при увеличении амплитуды колебательной деформации, так и при ее последующем уменьшении. Одно измерение такой амплитудной зависимости длилось 1–2 min. Скорость изменения температуры при термоциклировании составляла 1–2 K/min.

Поликристаллический индий чистотой не менее 99.99 wt.% был произведен заводом „Электроцинк“, Рос-

сия. По данным химического анализа основной примесью является Pb — 0.006 wt.%. Обнаружены также следы Cu, As, Cd, Sn, Zn, Fe. Предел текучести на сжатие для исследуемого материала при комнатной температуре не превышает 1 МПа. Образцы для акустических измерений в виде стержней прямоугольного сечения размером около  $1 \times 1$  mm вырезались из отливок электроискровым способом. Поскольку величина модуля Юнга индия в исследуемом диапазоне температур меняется примерно в 2.5 раза, резонансным методом невозможно промерить весь диапазон на одном образце. Поэтому сначала производились измерения в низкотемпературном диапазоне (7–190 К) на образце, длина которого составляла 8.3 mm. Затем образец укорачивался до 6.0 mm без отклеивания от кварцевого преобразователя, и производились измерения в высокотемпературном диапазоне (130–320 К).

## 3. Экспериментальные результаты

На рис. 1 представлены амплитудные зависимости ВТ и дефекта модуля Юнга образца индия, измеренные при комнатной температуре. Можно выделить две стадии амплитудных зависимостей, характеризующиеся различным поведением. При измерениях в низкоамплитудном диапазоне ( $\varepsilon_m$  ниже  $\sim 10^{-4}$ ) ВТ и дефект модуля упругости являются полностью обратимыми, т. е. отсутствует их амплитудный гистерезис (несовпадение зависимостей, измеренных при возрастании и последующем убывании амплитуды колебаний). При измерениях в высокоамплитудном диапазоне ( $\varepsilon_m$  выше  $\sim 10^{-4}$ ) резкий рост ВТ и дефекта модуля Юнга сопровождается их амплитудным гистерезисом, усиливающимся с увеличением максимальной амплитуды колебаний, достигнутой при измерениях. Отметим, что величина амплитуды колебательных напряжений, соответствующей границе



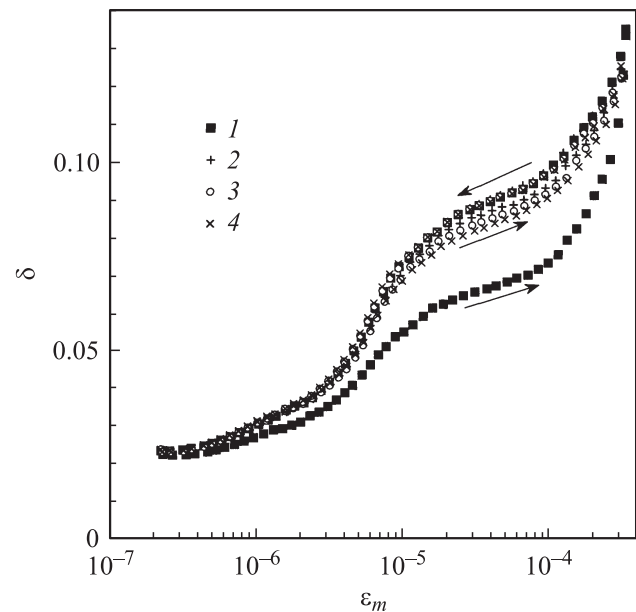
**Рис. 1.** Зависимости декремента колебаний (а) и дефекта модуля Юнга (б) образца индия от амплитуды колебательной деформации, последовательно измеренные при комнатной температуре с увеличивающейся максимальной амплитудой: 1 —  $7 \cdot 10^{-5}$ , 2 —  $2 \cdot 10^{-4}$ , 3 —  $3.4 \cdot 10^{-4}$ . Стрелки указывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.

между диапазонами, близка к величине статического предела текучести исследуемого материала ( $\sim 1$  МПа).

Возврат амплитудной зависимости ВТ образца индия при комнатной температуре после высокоамплитудного нагружения, сопровождающегося появлением амплитудного гистерезиса, показан на рис. 2. Видно, что все кривые, измеренные при убывании амплитуды, совпадают, а на зависимостях, измеренные при возрастании амплитуды, оказывает влияние предыстория образца. Незначительный амплитудный гистерезис ВТ сохраняется при повторном измерении сразу после первого высокоамплитудного нагружения, и он медленно увеличивается при последующем старении образца

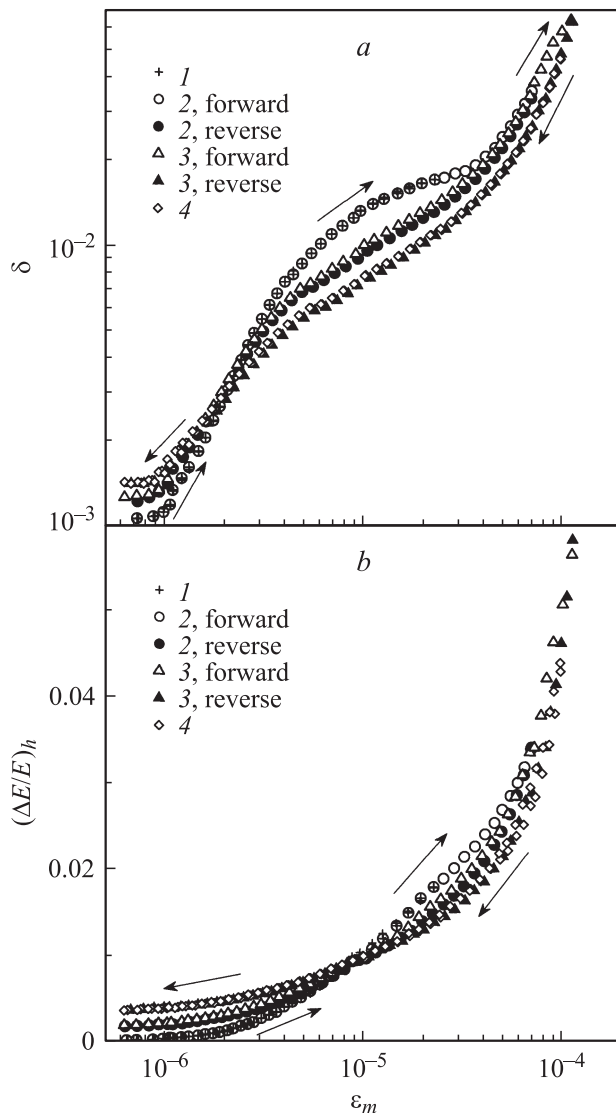
при комнатной температуре. Таким образом, возврат амплитудно-зависимого ВТ в данном случае протекает очень медленно.

Амплитудные зависимости ВТ и дефекта модуля Юнга образца индия, измеренные при температуре 7 К, также демонстрируют две характерные стадии (рис. 3). При измерениях, ограниченных максимальной амплитудой колебательной деформации около  $2 \cdot 10^{-5}$ , амплитудный гистерезис ВТ и дефекта модуля Юнга отсутствует (кривая 1 на рис. 3). При более высоких максимальных амплитудах появляется перекрестный амплитудный гистерезис ВТ и дефекта модуля Юнга, состоящий из двух участков: участка „отрицательного“ гистерезиса (зависимость, измеренная при убывании амплитуды, располагается ниже зависимости, измеренной при возрастании амплитуды) при высоких амплитудах и участка „положительного“ гистерезиса (зависимость убывания выше зависимости возрастания) при низких амплитудах (ниже  $2 \cdot 10^{-6}$  по декременту или  $8 \cdot 10^{-6}$  по дефекту модуля Юнга). Такой амплитудный гистерезис наблюдался только в тех случаях, когда максимальная амплитуда колебаний при измерении превышала величину, достигнутую в предшествующих измерениях (кривые 2 и 3 на рис. 3). В противном случае амплитудный гистерезис отсутствовал даже при измерениях, захватывающих высокоамплитудную стадию амплитудной зависимости (кривая 4 на рис. 3).

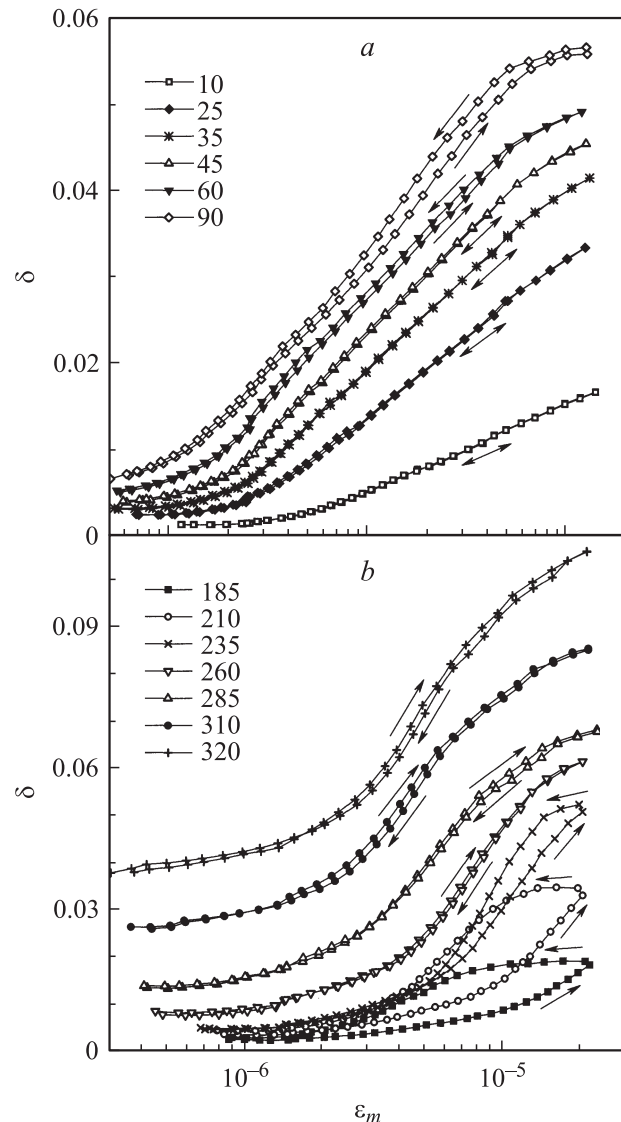


**Рис. 2.** Зависимости декремента колебаний образца индия от амплитуды колебательной деформации, последовательно измеренные при комнатной температуре до одной и той же максимальной амплитуды. 1 — первое измерение до максимальной амплитуды колебательной деформации  $3.4 \cdot 10^{-4}$ , 2 — повторное измерение сразу после первого, 3 — измерение через 1 день после двух первых, 4 — измерение через 6 дней после третьего измерения. Стрелки указывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.

Измерения низкоамплитудной стадии амплитудной зависимости ВТ, проведенные при различных температурах в процессе термоциклирования, показали, что эта стадия не всегда характеризуется отсутствием амплитудного гистерезиса. На рис. 4, *a* показано появление „положительного“ амплитудного гистерезиса на низкоамплитудной стадии амплитудной зависимости ВТ образца индия в процессе нагрева при температурах около 5 К. Исчезновение этого гистерезиса при температурах около 250 К показано на рис. 4, *b*. При более высоких температурах появляется слабый „отрицательный“ амплитудный гистерезис ВТ. Отметим, что возврат амплитудно-зависимого ВТ при измерениях,



**Рис. 3.** Зависимости декремента колебаний (*a*) и дефекта модуля Юнга (*b*) образца индия от амплитуды колебательной деформации, последовательно измеренные при температуре 7 К до различных максимальных амплитуд: 1 —  $2 \cdot 10^{-5}$ , 2 —  $7 \cdot 10^{-5}$ , 3 —  $1.1 \cdot 10^{-4}$ , 4 —  $1.0 \cdot 10^{-4}$ . Стрелки указывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.



**Рис. 4.** Зависимости декремента колебаний образца индия от амплитуды колебательной деформации, измеренные при различных температурах (указаны в К) в процессе нагрева в низкотемпературном (*a*) и высокотемпературном (*b*) диапазонах. Стрелки указывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.

ограниченных низкоамплитудной стадией амплитудной зависимости ВТ, происходил значительно быстрее, чем при высокоамплитудном нагружении.

#### 4. Обсуждение результатов

Хотя индий склонен к деформации двойникованием, его пластическая деформация при низких напряжениях обусловлена скольжением дислокаций, причем скольжение всегда предшествует двойникованию, а двойники обычно появляются при напряжениях, значительно превышающих предел текучести [12,13]. Поэтому мы будем

рассматривать движение дислокаций в качестве причины наблюдаемых неупругих эффектов.

Проведенные исследования амплитудной зависимости ВТ и дефекта модуля Юнга индия в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации (рис. 1–3) позволили выявить две стадии амплитудно-зависимой неупругости, которые наблюдаются как при комнатной температуре, так и при температуре 7 К. Характерные особенности этих стадий дают возможность сделать вывод, что они обусловлены различными микроструктурными механизмами.

Низкоамплитудная стадия амплитудно-зависимой неупругости, не сопровождающаяся необратимыми микроструктурными изменениями, обусловлена взаимодействием дислокаций с точечными дефектами (см., например, обзор [14]). „Положительный“ амплитудный гистерезис ВТ, наблюдающийся на этой стадии в ограниченном температурном диапазоне (рис. 4), можно объяснить образованием атмосфер подвижных точечных дефектов вблизи дислокаций (атмосферы Коттрелла) [15,16]. Перераспределение точечных дефектов вблизи плоскостей скольжения дислокаций при измерениях амплитудной зависимости приводит к временному возрастанию величины амплитудно-зависимого ВТ и, как следствие, к обратимому амплитудному гистерезису ВТ. При температурах ниже  $\sim 50$  К диффузионная подвижность точечных дефектов в индии становится недостаточной для того, чтобы зарегистрировать ее влияние при измерении амплитудной зависимости ВТ. Исчезновение „положительного“ амплитудного гистерезиса ВТ при температурах около 250 К может быть связано либо с растворением атмосфер точечных дефектов вследствие того, что тепловая энергия становится выше энергии связи дислокации с точечными дефектами [17], либо с тем, что при высокотемпературных измерениях равновесная конфигурация атмосфер восстанавливается быстрее, чем производится измерение [18,19]. По-видимому, оба варианта могут реализовываться в экспериментах. Наблюдающийся в нашем случае быстрый рост величины амплитудно-зависимого ВТ, происходящий параллельно с исчезновением амплитудного гистерезиса ВТ, свидетельствует в пользу первого варианта. Таким образом, наши данные позволили определить температурный диапазон ( $\sim 50$ –250 К), характеризующийся образованием атмосфер точечных дефектов вблизи дислокаций в индии.

Высокоамплитудную стадию амплитудно-зависимой неупругости индия, для которой при любых температурах характерно появление амплитудного гистерезиса, возврат которого даже при комнатной температуре протекает очень медленно, можно связать с междислокационными взаимодействиями, сопровождающимися перестройкой дислокационной структуры и размножением дислокаций. В литературе эту стадию амплитудно-зависимой неупругости обычно называют „пластической“ [20–23] („микропластической“ [19]) и связывают с необратимой деформацией локальных областей твердого

тела. Однако в нашем случае высокоамплитудная стадия наблюдается и тогда, когда измерения не фиксируют каких-либо необратимых изменений структуры (кривая 4 на рис. 3), а, следовательно, она обусловлена обратимой микропластической деформацией (такое же поведение наблюдалось нами ранее для свинца [24] и алюминия [25]). Это позволяет заключить, что основным механизмом амплитудно-зависимой неупругости индия при высоких амплитудах колебаний является обратимое гистерезисное движение дислокаций в рельефе полей внутренних напряжений дислокационного ансамбля. Такой механизм амплитудно-зависимой неупругости был предложен в работе [26] и получил экспериментальное подтверждение [27,28]. Можно предположить, что вклад этого механизма является доминирующим, если подвижные дислокации могут совершить достаточно дальние пробеги (сопоставимые со средним расстоянием между дислокациями). Вклад необратимой микропластической деформации может быть выявлен, когда пробеги дислокаций ограничены мощными стопорами, такими, например, как примесные кластеры и преципитаты [29]. Следует также отметить, что двухстадийный характер амплитудно-зависимой неупругости не является однозначным признаком проявления микропластической стадии при высоких амплитудах, так как он может быть связан и с другими причинами (см., например, [30–32]). Для определения причины стадийности амплитудной зависимости в каждом конкретном случае требуется дополнительная информация, в частности, о наличии и особенностях амплитудного гистерезиса.

Исходя из предложенного механизма высокоамплитудной стадии амплитудно-зависимой неупругости индия различный характер амплитудного гистерезиса ВТ и дефекта модуля Юнга при 7 К и комнатной температуре можно объяснить формированием дефектных микроструктур, характеризующихся меньшей (при 7 К) или большей (при комнатной температуре) подвижностью дислокаций. Фоновые (амплитудно-независимые) величины ВТ и дефекта модуля Юнга в обоих случаях возрастают вследствие увеличения плотности дислокаций в результате их размножения, что при 7 К приводит к формированию перекрестного амплитудного гистерезиса. Уменьшение подвижности дислокаций в результате высокоамплитудного нагружения при 7 К может быть обусловлено как формированием стабильных дислокационных конфигураций, так и генерацией избыточных вакансий [33], которые при низких температурах (в отсутствие диффузии) являются дополнительными препятствиями для скольжения дислокаций. Данные по влиянию высокоамплитудного нагружения на температурную зависимость ВТ индия, которые будут представлены в отдельном сообщении, свидетельствуют в пользу второго механизма. При комнатной температуре избыточные вакансии в индии очень быстро отжигаются и не оказывают заметного влияния на подвижность дислокаций.

С формированием стабильных (низкоэнергетичных) дислокационных конфигураций под действием ультразвуковых колебаний можно связать появление при самых высоких температурах слабого „отрицательного“ амплитудного гистерезиса на низкоамплитудной стадии амплитудной зависимости ВТ (рис. 4, *b*). Такой гистерезис отсутствует в изотермических условиях (кривая 1 на рис. 1, *a*), когда дислокационная структура релаксирована, и при термоциклировании в области низких температур (рис. 4, *a*), что позволяет связать его появление с активизацией процессов поперечного скольжения и переползания дислокаций. Энергия дислокационной структуры поликристаллического индия возрастает при термоциклировании под действием термических напряжений, обусловленных анизотропией теплового расширения (тепловое расширение индия сильно анизотропно [34]).

Таким образом, зависимости ВТ и дефекта модуля Юнга поликристаллического индия от амплитуды колебательной деформации, измеренные в диапазоне  $10^{-7}$ – $3.5 \cdot 10^{-4}$  при различных температурах, демонстрируют две стадии, различающиеся особенностями амплитудного гистерезиса (его наличие, температурный диапазон, время возврата). Эти особенности позволяют заключить, что амплитудно-зависимая неупругость индия обусловлена взаимодействием дислокаций с точечными дефектами при умеренных амплитудах и междислокационными взаимодействиями, сопровождающимися перестройкой дислокационной структуры и размножением дислокаций, при высоких амплитудах. Амплитудный гистерезис при умеренных амплитудах появляется в температурном диапазоне  $\sim 50$ – $250$  К, характеризующемся образованием атмосфер Коттрелла вблизи дислокаций в индии.

## Список литературы

- [1] L.S. Cook, R.S. Lakes. Scripta Met. Mater. **32**, 773 (1995).
- [2] M. Brodt, R.S. Lakes. J. Mater. Sci. **31**, 6577 (1996).
- [3] M. Brodt, R.S. Lakes. J. Compos. Mater. **29**, 1823 (1994).
- [4] M.N. Ludwigson, R.S. Lakes, C.C. Swan. J. Compos. Mater. **36**, 2245 (2002).
- [5] J. San-Juan, M.L. N6. Mater. Sci. Eng. A **442**, 429 (2006).
- [6] M.E. De Morton. J. Phys. D: Appl. Phys. **4**, 541 (1971).
- [7] Л.Н. Паль-Валь, В.Я. Платков, В.И. Старцев. ФНТ **2**, 1347 (1976).
- [8] .B. Hermida, D.G. Melo, J.C. Aguiar, D.E. L6pez. J. Alloys Comp. **319**, 91 (2000).
- [9] A. Riviere. Mater. Sci. Eng. A **370**, 204 (2004).
- [10] G. Gremaud, S. Kustov, . Bremnes. Mater. Sci. Forum **366–368**, 652 (2001).
- [11] W.H. Robinson, A. Edgar. IEEE Trans. Sonics Ultrasonics **21**, 98 (1974).
- [12] O. Van Der Biest, J. Van Der Planken. Acta Met. **21**, 1629 (1973).
- [13] Л.С. Фоменко, С.В. Лубенец, В.И. Старцев, В.Н. Никифорова. ФММ **42**, 160 (1976).
- [14] G. Gremaud. Mater. Sci. Forum **366–368**, 178 (2001).
- [15] R.H. Chambers, R. Smoluchowski. Phys. Rev. **117**, 725 (1960).
- [16] R.B. Schwarz, L.L. Funk. Acta Met. **31**, 299 (1983).
- [17] В.А. Челноков, В.А. Степанов, Н.Л. Кузьмин. ФТТ **12**, 841 (1970).
- [18] N.F. Fiore, C.L. Bauer. J. Appl. Phys. **35**, 2242 (1964).
- [19] М.А. Криштал, С.А. Головин. Внутреннее трение и структура металлов. Металлургия. М. (1976). 376 с.
- [20] W.P. Mason. J. Acoust. Soc. Am. **28**, 1207 (1956).
- [21] P. Peguin, J. Perez, P. Gobin. Trans. Metall. Soc. AIME **239**, 438 (1967).
- [22] C.F. Burdett. Phil. Mag. **24**, 1459 (1971).
- [23] M.C. Jon, W.P. Mason, D.N. Beshers. J. Appl. Phys. **47**, 2337 (1976).
- [24] S. Kustov, S. Golyandin, K. Sapozhnikov, W.H. Robinson. Mater. Sci. Eng. A **237**, 191 (1997).
- [25] С.Н. Голяндин, С.Б. Кустов, К.В. Сапожников, Ю.А. Емельянов, А.Б. Синани, С.П. Никаноров, У.Х. Робинсон. ФТТ **40**, 1839 (1998).
- [26] H. Kressel, M. Bown. In: Dislocation dynamics / Eds A.R. Rosenfield, G.T. Hanh, A.L. Bement, jr., R.I. Jaffee. McGraw-Hill, N.Y. (1968). P. 337.
- [27] S.N. Golyandin, S.B. Kustov. J. Alloys Comp. **211–212**, 164 (1994).
- [28] S.B. Kustov, S.N. Golyandin. In:  $M^3D$  III: mechanics and mechanisms of material damping / Eds A. Wolfenden, V.K. Kinra. ASTM Spec. Tech. Publ. N 1304. ASTM, Philadelphia (1997). P. 22.
- [29] К.В. Сапожников, С.Б. Кустов. ФТТ **38**, 2760 (1996).
- [30] S. Kustov, G. Gremaud, W. Benoit, S. Golyandin, K. Sapozhnikov, Y. Nishino, S. Asano. J. Appl. Phys. **85**, 1444 (1999).
- [31] S.B. Kustov, J. Van Humbeeck, I. Hurtado, S.N. Golyandin, R. De Batist. In:  $M^3D$  III: mechanics and mechanisms of material damping / Eds A. Wolfenden, V.K. Kinra. ASTM Spec. Tech. Publ. N 1304. ASTM, Philadelphia (1997). P. 94.
- [32] К.В. Сапожников, С.Б. Кустов. ФТТ **39**, 1794 (1997).
- [33] Н.А. Тяпунина, Е.К. Наими, Г.М. Зиненкова. Действие ультразвука на кристаллы с дефектами. Изд-во МГУ, М. (1999). 238 с.
- [34] J.S. Collins, J.A. Cowan, G.K. White. Cryogenics **7**, 219 (1967).