

# Температурная зависимость внутреннего трения поликристаллического индия

© К.В. Сапожников<sup>1</sup>, С.Н. Голяндин<sup>1</sup>, С.Б. Кустов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Departament de Física, Universitat de les Illes Balears, Palma de Mallorca, Spain

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

(Поступила в Редакцию 18 февраля 2010 г.  
В окончательной редакции 20 мая 2010 г.)

Температурная зависимость внутреннего трения и модуля упругости поликристаллического индия исследована в диапазоне температур 7–320 К при частотах колебательного нагружения около 100 кГц. Исследовано влияние температуры на амплитудную зависимость, а также высокоамплитудного нагружения при 7 К на температурную и амплитудную зависимости внутреннего трения индия. Показано, что термоциклирование приводит к микропластическому деформированию индия вследствие анизотропии теплового расширения и появлению „рекристаллизационного“ максимума в спектре амплитудно-зависимого внутреннего трения. Сделан вывод, что объемная диффузия вакансий и примесей начинается при температурах около 90 К, а при более низких температурах диффузия происходит вблизи дислокаций. Обнаружено, что высокотемпературный фон внутреннего трения становится заметным при растворении атмосфер Коттрелла.

## 1. Введение

В предыдущей публикации [1], посвященной исследованию зависимости внутреннего трения (ВТ) и дефекта модуля Юнга поликристаллического индия от амплитуды колебательной деформации в широком диапазоне температур, были выявлены стадии амплитудной зависимости, обусловленные взаимодействием дислокаций с точечными дефектами и междислокационным взаимодействием, а также определен температурный диапазон, характеризующийся образованием атмосфер Коттрелла вблизи дислокаций в индии. Настоящая работа является продолжением [1] и посвящена исследованию микроструктурных механизмов, определяющих температурную зависимость ВТ поликристаллического индия. Низкая температура плавления индия делает его удобным модельным материалом для исследования широкого спектра неупругих явлений, обусловленных термоиндуцированной эволюцией дефектной микроструктуры.

## 2. Методика эксперимента

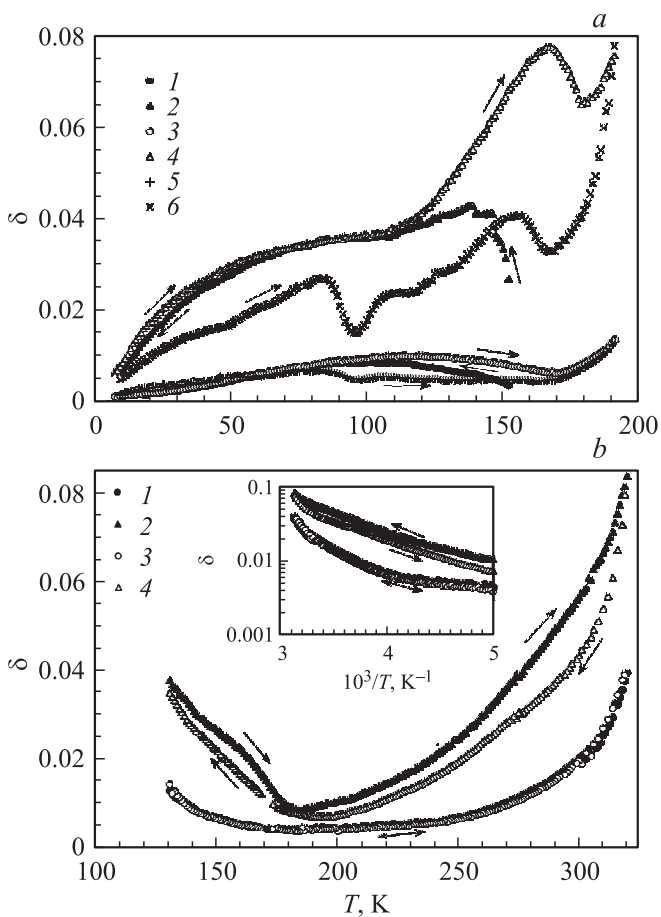
Компьютерно-управляемая система [2], основанная на ультразвуковой резонансной методике составного пьезоэлектрического осциллятора [3], была использована для возбуждения продольных колебаний образцов в виде стержня и измерения ВТ и динамического модуля Юнга на ультразвуковых частотах около 100 кГц. Система, оборудованная гелиевым криостатом, позволяла квазидновременно регистрировать температурные зависимости декремента колебаний  $\delta$  и модуля Юнга образца  $E$  при двух различных значениях амплитуды колебательной деформации  $\epsilon_m$  в диапазоне температур 7–320 К, а также при произволь-

ных температурах проводить измерения зависимостей  $\delta$  и  $E$  от  $\epsilon_m$  в диапазоне  $10^{-7}$ – $3 \cdot 10^{-4}$ . Выбор двух фиксированных значений амплитуды колебательной деформации, соответствующих амплитудно-независимому и амплитудно-зависимому диапазонам, позволял получать в одном термоцикле температурные спектры амплитудно-независимого и амплитудно-зависимого ВТ, эффективного модуля Юнга и амплитудно-зависимого дефекта модуля Юнга. 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“ (Россия). 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 размерами 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 измерить 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

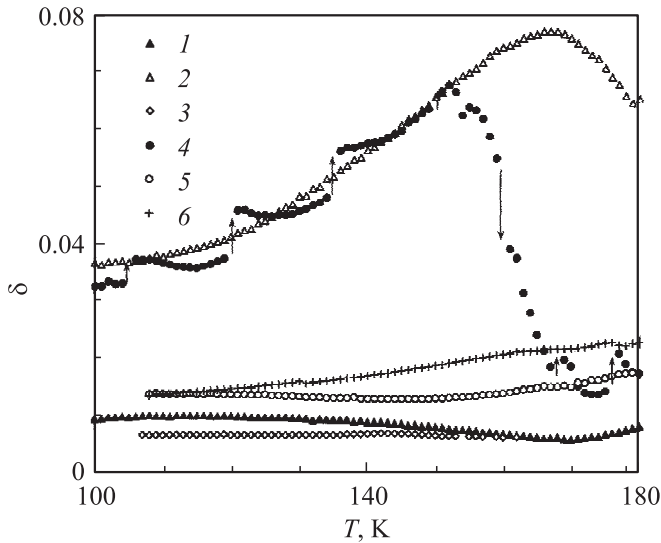
Температурные зависимости ВТ образца индия, одновременно измеренные для двух значений амплитуды колебательной деформации при термоциклировании в различных температурных диапазонах (до и после укорочения образца), изображены на рис. 1 (кривые 1–4). Измерения при малой амплитуде ( $5 \cdot 10^{-7}$ ) отражают в основном поведение фонового (амплитудно-независимого) ВТ, тогда как второе значение амплитуды ( $5 \cdot 10^{-6}$ ) соответствует низкоамплитудной стадии амплитудно-зависимого ВТ [1]. Быстрый рост ВТ с увеличением температуры в области низких температур сменяется насыщением или даже убыванием (в случае фонового ВТ) при температурах около 100 К (рис. 1, *a*). На температурный спектр амплитудно-зависимого ВТ при нагреве



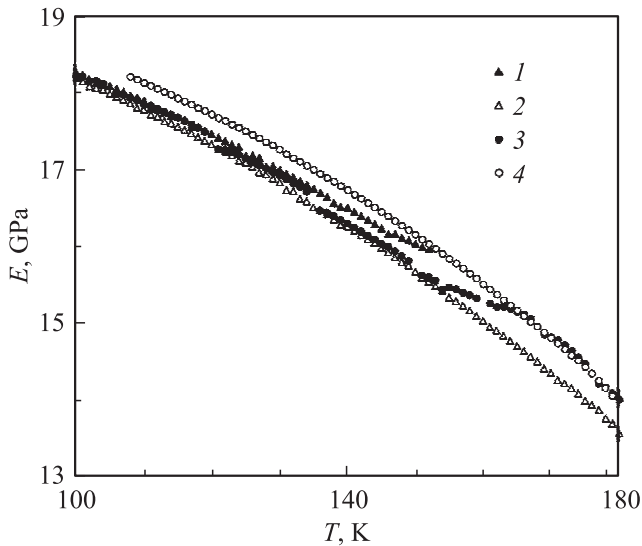
**Рис. 1.** Температурные зависимости декремента колебаний образца индия, измеренные в циклах охлаждение–нагрев (низкие температуры) (*a*) или нагрев–охлаждение (высокие температуры) (*b*) при амплитудах колебательной деформации  $5 \cdot 10^{-7}$  (1, 3, 5) и  $5 \cdot 10^{-6}$  (2, 4, 6). Кривые 5, 6 (часть *a*) представляют зависимости, измеренные при нагреве после колебательного нагружения до максимальной амплитуды колебательной деформации  $1.1 \cdot 10^{-4}$  при 7 К. На вставке показана полулогарифмическая зависимость декремента колебаний от обратной температуры. Стрелки указывают направление изменения температуры при измерениях.

выше 110 К накладывается значительный асимметричный максимум (кривая 4 на рис. 1, *a*). При этом для фонового ВТ, напротив, наблюдается минимум (кривая 3 на рис. 1, *a*). Отметим резкий рост амплитудно-зависимого ВТ, сопровождающийся скачками, в самом начале охлаждения от температуры 152 К (кривая 2 на рис. 1, *a*), вблизи которой образец некоторое время (около 10 h) выдерживался до начала эксперимента. В высокотемпературном диапазоне (рис. 1, *b*) фоновое и амплитудно-зависимое ВТ проходит через минимум при температурах около 180–200 К. При более высоких температурах наблюдается сильный рост ВТ с увеличением температуры. На вставке к рис. 1, *b* для высокотемпературных участков температурных спектров показана полулогарифмическая зависимость ВТ от обратной температуры. Сопоставление зависимостей, измеренных на нагреве и охлаждении, показывает, что в некоторых температурных диапазонах наблюдается температурный гистерезис амплитудно-зависимого ВТ: 1) при низких температурах (7–70 К); 2) в окрестностях максимума, накладывающегося на нагрев при температурах выше 110 К; 3) в высокотемпературной области, где гистерезис усиливается с увеличением максимальной температуры и длительности выдержки при этой температуре. В отличие от амплитудно-зависимого ВТ низкоамплитудное фоновое ВТ хорошо воспроизводится в цикле нагрев–охлаждение без какого-либо температурного гистерезиса. Единственным исключением является переходный начальный участок охлаждения на рис. 1, *a*. Кривые 5, 6 на рис. 1, *a* показывают, как трансформируются температурные спектры ВТ, измеряемые на нагреве, в результате высокоамплитудного колебательного нагружения (измерения амплитудной зависимости ВТ) при температуре 7 К. Укажем наиболее существенные эффекты: 1) амплитудно-зависимое ВТ сохраняет значительно более низкий уровень в широком интервале температур, возвращаясь к исходному уровню лишь при температурах 180–190 К; 2) на температурных спектрах как фонового, так и амплитудно-зависимого ВТ появляется провал при температурах около 95 К.

Рис. 2 демонстрирует особенности поведения ВТ в окрестности максимума амплитудно-зависимого ВТ, накладывающегося на температурный спектр, измеренный при нагреве (кривая 2). Измерение амплитудных зависимостей ВТ в процессе нагрева приводит к понижению температуры максимума (кривая 4). Влияние процесса измерения на величину ВТ показано на рис. 2 стрелками. Видно, что измерение амплитудной зависимости ВТ обычно приводит к временному возрастанию ВТ, однако на высокотемпературном склоне максимума наблюдается уменьшение ВТ в результате измерения (при 160 К). После регистрации кривой 4 были проведены измерения при термоциклировании в температурном диапазоне максимума. Они показали, что максимум не наблюдается в этом случае не только при охлаждении (кривая 5), но и при нагреве (кривая 6). Поведение фонового ВТ представлено кривыми 1 и 3. Измерение, выполненное при охлаждении (кривая 3), показывает, что уменьшение



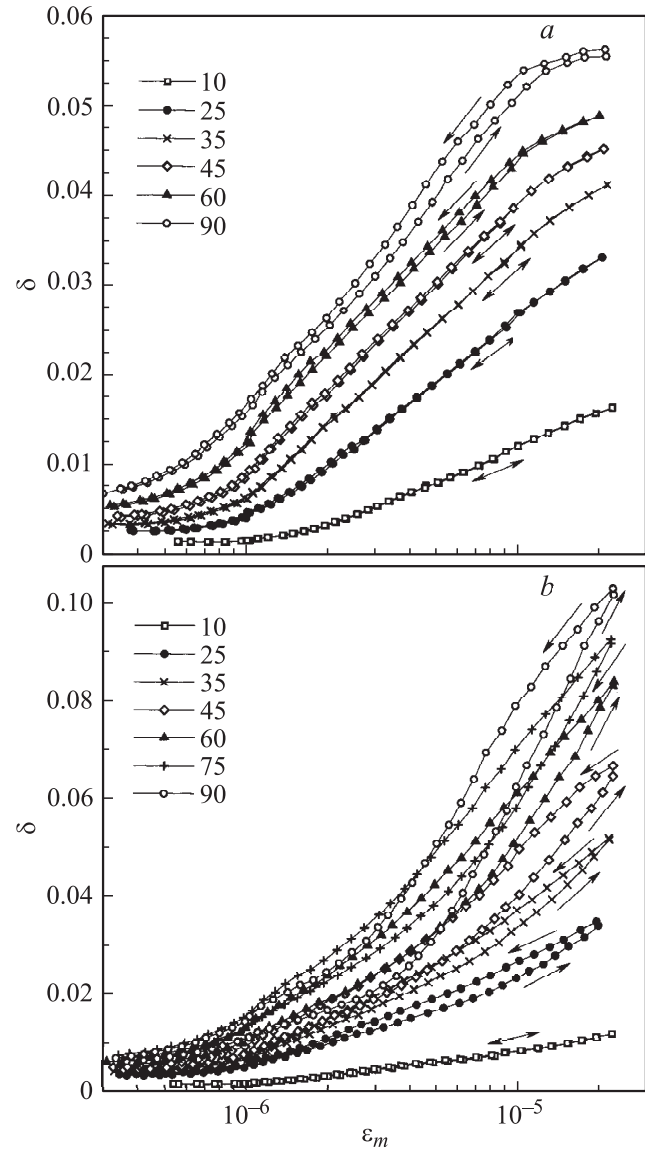
**Рис. 2.** Температурные зависимости декремента колебаний образца индия, измеренные при амплитудах колебательной деформации  $5 \cdot 10^{-7}$  (1, 3) и  $5 \cdot 10^{-6}$  (2, 4–6) в процессе нагрева (1, 2, 4, 6) и охлаждения (3, 5). Кривые 1 и 2 соответствуют кривым 3 и 4 на рис. 1, а. Кривая 3 измерялась сразу после измерения кривых 1 и 2. Регистрация кривой 4 сопровождалась измерениями амплитудных зависимостей декремента до максимальной амплитуды колебательной деформации  $2 \cdot 10^{-5}$ . Стрелки показывают изменение величины декремента в результате этих измерений. Кривые 5, 6 получены в термоцикле охлаждение–нагрев в диапазоне 180–108 К сразу после измерения кривой 4.



**Рис. 3.** Температурные зависимости эффективного модуля Юнга, измеренные при амплитуде колебательной деформации  $5 \cdot 10^{-6}$ . 1 — охлаждение от 152 К после выдержки при этой температуре в течение 10 ч, 2 — нагрев от 7 К, 3 — нагрев от 7 К с измерениями амплитудных зависимостей декремента до максимальной амплитуды колебательной деформации  $2 \cdot 10^{-5}$ , 4 — охлаждение от 180 К сразу после измерения кривой 3. Кривые 1 и 2 измерялись одновременно с кривыми 2 и 4 на рис. 1, а соответственно. Кривые 3 и 4 измерялись одновременно с кривыми 4 и 5 на рис. 2 соответственно.

фонового ВТ (кривая 1), наблюдающееся на нагреве параллельно с ростом амплитудно-зависимого ВТ, является в значительной степени необратимым.

Особенности поведения эффективного модуля Юнга, регистрируемого в амплитудно-зависимом диапазоне, в той же области температур представлены на рис. 3. Видно, что для модуля характерны два примерно параллельных хода температурной зависимости: низкие значения эффективного модуля (кривая 2, низкотемпературные части кривых 1 и 3) соответствуют высокому уровню амплитудно-зависимого ВТ и, наоборот, высокие значения модуля (кривая 4, высокотемпературная часть



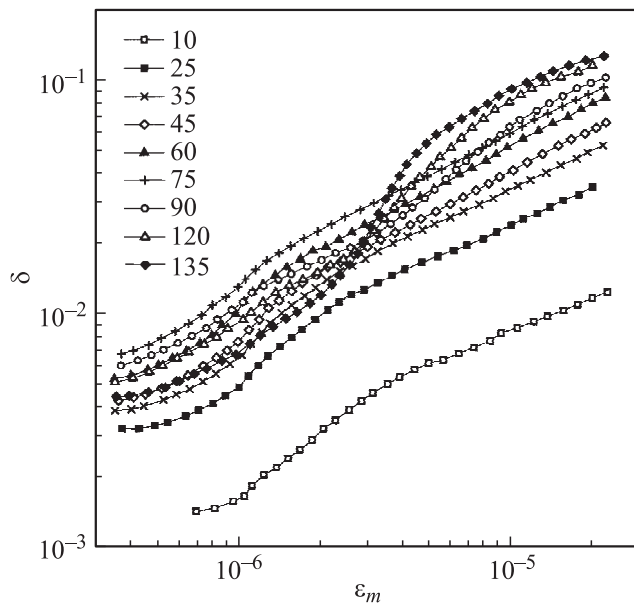
**Рис. 4.** Зависимости декремента колебаний образца индия от амплитуды колебательной деформации, измеренные при различных температурах (значения приведены в К) в процессе нагрева от температуры 7 К, при которой не производилось (а) или производилось (б) измерение амплитудной зависимости до максимальной амплитуды колебательной деформации  $10^{-4}$ . Стрелки указывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.

кривой 3) наблюдаются при низком ВТ. Резкие изменения (рост и или падение) амплитудно-зависимого ВТ при термоциклировании сопровождаются переходными участками на температурной зависимости эффективного модуля Юнга (кривые 1 и 3).

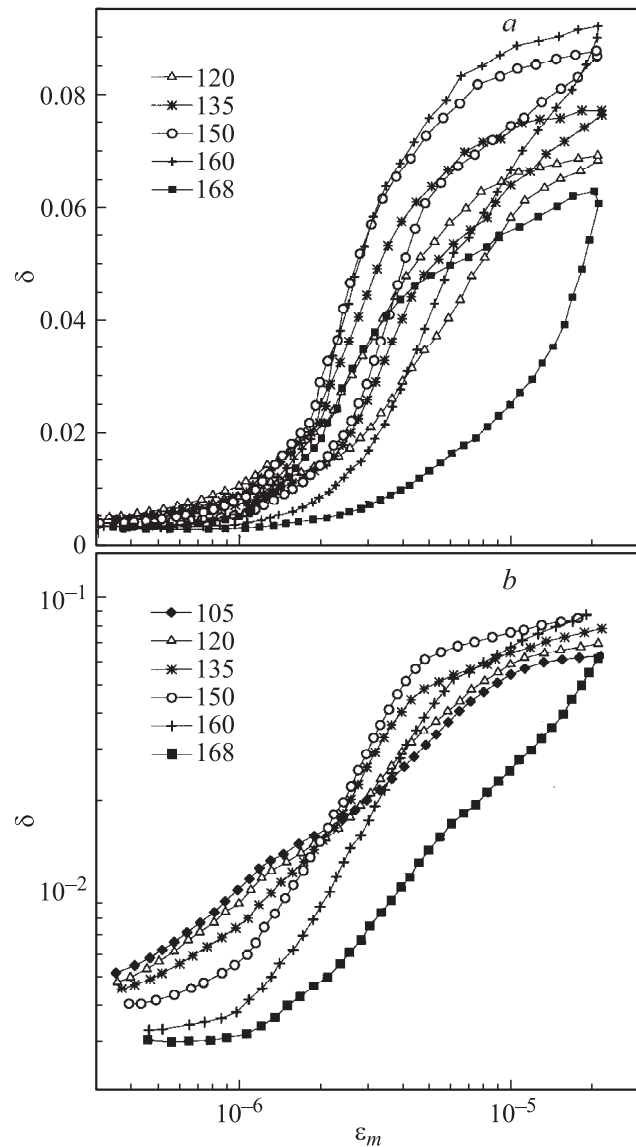
На рис. 4 показаны амплитудные зависимости ВТ образца индия, измеренные в процессе нагрева в низкотемпературном диапазоне после высокоамплитудного колебательного нагружения при 7 К (рис. 4, *b*) и без такого нагружения (рис. 4, *a*). Сравнение рис. 4, *a* и *b* показывает, что высокоамплитудное нагружение образца при 7 К приводит к значительно более выраженному амплитудному гистерезису ВТ и его появлению при значительно более низких температурах.

Амплитудные зависимости ВТ, измеренные в низкотемпературном диапазоне, представлены на рис. 5 в логарифмических координатах. Видно, что при температурах около 90 К меняется характер влияния температуры на амплитудную зависимость ВТ. При более низких температурах наблюдается пропорциональный рост ВТ с ростом температуры для всех значений амплитуды. При 90 К и выше влияние температуры становится неоднозначным: при низких амплитудах колебаний ВТ начинает убывать с ростом температуры, тогда как при высоких амплитудах сохраняется прежняя тенденция роста ВТ.

Особенности амплитудных зависимостей ВТ, измеренных в окрестностях максимума ВТ (кривая 4 на рис. 2), показаны на рис. 6. Из рис. 6, *a* видно, что на низко-



**Рис. 5.** Зависимости декремента колебаний образца индия от амплитуды колебательной деформации, измеренные при различных температурах (значения приведены в К) в процессе нагрева от температуры 7 К, при которой производилось измерение амплитудной зависимости до максимальной амплитуды колебательной деформации  $10^{-4}$ , в логарифмических координатах. Представлены ветви зависимостей, измеренные при возрастании амплитуды.



**Рис. 6.** Зависимости декремента колебаний образца индия от амплитуды колебательной деформации, измеренные при различных температурах (значения приведены в К) в процессе нагрева в окрестностях максимума на температурных зависимостях декремента (кривая 4 на рис. 2). На части *a* ветви зависимостей, измеренные при возрастании амплитуды, всегда расположены ниже ветвей, измеренных при ее последующем убывании. На части *b* в логарифмических координатах представлены ветви зависимостей, измеренные при возрастании амплитуды. Высокоамплитудное нагружение при 7 К в данном термоцикле не производилось.

температурном склоне максимума (кривые, измеренные при 120, 135, 150 К) величина амплитудного гистерезиса ВТ меняется слабо, тогда как для высокотемпературного склона максимума (кривые, измеренные при 160 и 168 К) характерно резкое усиление амплитудного гистерезиса ВТ. При переходе через максимум меняется также характер влияния температуры на амплитудную зависимость ВТ: неоднозначное влияние температуры,

обозначившиеся при температуре 90 К, сменяется подавлением ВТ с ростом температуры для всех исследованных значений амплитуды (рис. 6, *b*). При этом процесс подавления ВТ постепенно распространяется из области низких амплитуд (кривая 160 К) в область более высоких амплитуд (кривая 168 К).

## 4. Обсуждение результатов

4.1. Термические напряжения и „рекристаллизационный“ максимум внутреннего трения. Индий имеет тетрагональную кристаллическую решетку. Известно, что некубические кристаллические решетки характеризуются анизотропией теплового расширения, которая приводит к генерации термических напряжений при термоциклировании поликристаллов. Эти напряжения могут приводить к микро- и даже макропластическому деформированию образцов в результате термоциклирования [4]. Тепловое расширение индия сильно анизотропно [5,6]. По данным [5] максимальное значение микроструктурных напряжений термической анизотропии для индия достигает величины около 0.23 МПа/К. Учитывая низкий предел текучести индия и его слабую температурную зависимость [7], можно предположить, что образцы индия при термоциклировании в широком температурном диапазоне подвергаются значительному микропластическому деформированию.

Отметим особенности температурных зависимостей ВТ индия (рис. 1), обусловленные эволюцией термических напряжений. Во-первых, это резкий рост амплитудно-зависимого ВТ, сопровождающийся скачкообразными изменениями, сразу после начала охлаждения (кривая 2 на рис. 1, *a*), который можно связать с образованием свежих подвижных дислокаций под действием термических напряжений в результате размножения дислокаций и/или отрыва имеющихся дислокаций от закрепляющих атмосфер точечных дефектов. Уровень амплитудно-зависимого ВТ стабилизируется, когда плотность подвижных дислокаций достигает равновесной величины. Во-вторых, это температурный гистерезис амплитудно-зависимого ВТ, являющийся следствием температурного гистерезиса термических напряжений. При переходе от нагрева к охлаждению при высоких температурах (рис. 1, *b*) плотность подвижных дислокаций (и, как следствие, амплитудно-зависимое ВТ) быстро уменьшается вследствие остановки микропластического деформирования и протекания процессов возврата. В области низких температур амплитудно-зависимое ВТ при переходе от охлаждения к нагреву, напротив, становится несколько выше (рис. 1, *a*), поскольку сохраняется плотность подвижных дислокаций, достигнутая к концу охлаждения.

Особенности максимума, появляющегося в процессе нагрева при температурах около 150–170 К в спектре амплитудно-зависимого ВТ, — отсутствие его на

охлаждении и при термоциклировании в узком температурном диапазоне, сопутствующее ему необратимое уменьшение фонового ВТ, а также характерная асимметричная форма максимума со значительно более плавным низкотемпературным склоном по сравнению с высокотемпературным (см., например, [8–12]) — позволяют сделать вывод, что максимум обусловлен процессами возврата и рекристаллизации. Наблюдение этого максимума подтверждает сделанное нами предположение, что индий при термоциклировании подвергается значительному микропластическому деформированию. Температура максимума хорошо согласуется с температурой стадии возврата электросопротивления индия, которую авторы [13] также связали с рекристаллизацией.

Влияние рекристаллизации на температурный спектр ВТ металлов осуществляется главным образом через эволюцию дислокационной микроструктуры [11]. Анализируя имеющиеся в литературе данные о поведении ВТ при возврате и рекристаллизации (см., например, обзоры [8,11]), необходимо учитывать, что два основных метода исследований — метод непрерывного изменения температуры и метод изохронных изотермических отжигов — дают различающиеся результаты. Хотя в обоих случаях наблюдается максимум ВТ (в зависимости от температуры или температуры отжига), имеется ряд существенных различий, например, в поведении ВТ на стадии возврата. Интерпретации максимума ВТ для этих методов также значительно различаются. По-разному объясняется максимум ВТ и в случае, когда авторы используют одинаковый метод. Для метода непрерывного изменения температуры можно привести следующие интерпретации: 1) рост ВТ с температурой, обусловленный высокотемпературным фоном ВТ или зернограничной релаксацией, при возврате и рекристаллизации сменяется уменьшением ВТ вследствие уменьшения плотности дислокаций [10]; 2) низкотемпературный склон максимума ВТ обусловлен увеличением подвижности дислокаций в результате перестройки дислокационной структуры при образовании зародышей новых зерен, а высокотемпературный склон связан с уменьшением общей плотности дислокаций при рекристаллизации, причем началу рекристаллизации соответствует температура максимума ВТ [11]; 3) ВТ обусловлено обратимой структурной релаксацией с распределенным спектром энергий активации, а максимум ВТ является результатом конкуренции между процессами обратимой и необратимой структурной релаксации [12].

Ультразвуковое амплитудно-зависимое ВТ отражает колебательное движение наиболее подвижных элементов дислокационной микроструктуры, а именно внутризеренных дислокаций, в то время как фоновое ВТ, пропорциональное общей плотности дислокаций, определяется всем дислокационным ансамблем. Одновременное появление „рекристаллизационного“ максимума ВТ в спектре амплитудно-зависимого ВТ и минимума в спектре фонового ВТ (рис. 1, 2) показывает, что уменьшение общей плотности дислокаций происходит одновременно

с ростом подвижности внутризеренных дислокаций на низкотемпературном склоне максимума ВТ, а высокотемпературный склон максимума ВТ в индии связан не с уменьшением общей плотности дислокаций, а с уменьшением подвижности внутризеренных дислокаций. Особенности амплитудных зависимостей ВТ, измеренных в окрестностях „рекристаллизационного“ максимума ВТ (рис. 6), позволяют сделать более детальные заключения (см. подраздел 4.3).

4.2. Механизмы диффузии и влияние избыточных вакансий. Сильное влияние высокоамплитудного нагружения при 7 К на нижнюю границу температурного диапазона амплитудного гистерезиса (рис. 4) можно объяснить генерацией вакансий в результате междислокационных взаимодействий при измерении высокоамплитудной стадии амплитудной зависимости ВТ (сама зависимость представлена в работе [1]). Эти избыточные вакансии облегчают диффузию примесных атомов по вакансионному механизму, а кроме того, могут усиливать амплитудный гистерезис ВТ за счет образования вакансионных атмосфер. Более интенсивная диффузия вакансий и примесей к дислокациям приводит к подавлению амплитудно-зависимого ВТ в широком температурном диапазоне (ср. кривые 4 и 6 на рис. 1, а). Отметим, что вследствие ограниченной протяженности атмосфер такое подавление наблюдается только для низких амплитуд колебаний. С ростом амплитуды тенденция меняется на обратную (рис. 4). При низких температурах (в отсутствие диффузии) избыточные вакансии являются дополнительными препятствиями для скольжения дислокаций. Это является причиной „отрицательного“ амплитудного гистерезиса ВТ при высокоамплитудном нагружении при 7 К (рис. 3 из работы [1]).

Избыточные вакансии приводят также к особенно интенсивному закреплению дислокаций в диапазоне температур 85–95 К (кривые 5, 6 на рис. 1, а). Этой стадии закреплению соответствует стадия возврата электросопротивления деформированного индия [13–15]. Данные по эволюции амплитудной зависимости ВТ при нагреве (рис. 5) позволяют сделать вывод, что эта стадия возврата обусловлена изменением механизма диффузии вакансий, а именно переходом от диффузии вблизи дислокаций к объемной диффузии. На это указывает изменение характера влияния температуры на амплитудную зависимость ВТ при 90 К, а именно появление при низких амплитудах колебаний стадии амплитудной зависимости, характеризующейся уменьшением амплитудно-зависимого ВТ с ростом температуры, при сохранении обратной тенденции для высоких амплитуд. Эту низкоамплитудную стадию можно связать с движением дислокаций внутри протяженных атмосфер точечных дефектов, формирование становится возможным с началом объемной диффузии. При температурах ниже 90 К формирование протяженных атмосфер по данным ВТ не наблюдается. Следовательно, диффузия вакансий и примесей при этих температурах происходит вблизи

дислокаций. Этот вывод согласуется с результатами исследования кинетики деформационного старения сплавов In–Sn и In–Pb при низких температурах [16,17].

Сильное влияние избыточных вакансий на диффузионные процессы в индии является свидетельством того, что диффузия примесей в индии (как объемная, так и вблизи дислокаций) осуществляется по вакансионному механизму. Этот вывод согласуется с заключением [16,17] о роли избыточных вакансий, создаваемых пластической деформацией, в процессах низкотемпературного деформационного старения сплавов In–Sn и In–Pb. Отметим, что иная ситуация наблюдалась для алюминия, в котором, согласно данным [18], избыточные вакансии, созданные низкотемпературной пластической деформацией, не облегчают сегрегацию примесных атомов на дислокации, а низкотемпературная диффузия примесей осуществляется по междоузельному механизму вблизи ядер дислокаций.

Сравнение кривых 4 и 6 на рис. 1, а позволяет сделать вывод, что избыточные вакансии, созданные высокоамплитудным нагружением при 7 К, полностью отжигаются лишь при температурах 180–190 К. Такой вывод хорошо согласуется с результатами исследований аннигиляции позитронов после деформирования [19] и электронного облучения [20] индия, показывающими, что именно при этих температурах завершается отжиг регистрируемых данным методом структурных изменений, произведенных деформацией или облучением.

4.3. „Рекристаллизационный“ максимум и амплитудная зависимость внутреннего трения. Особенности эволюции амплитудной зависимости ВТ вблизи „рекристаллизационного“ максимума ВТ (рис. 6) позволяют уточнить механизм образования максимума. Слабое изменение величины амплитудного гистерезиса ВТ (рис. 6, а) и протяженности низкоамплитудной стадии амплитудной зависимости ВТ, связанной с движением дислокаций внутри протяженных атмосфер точечных дефектов (рис. 6, б), на низкотемпературном склоне максимума ВТ указывает на то, что степень закреплённости подвижных дислокаций точечными дефектами при этих температурах меняется слабо. В противоположность этому на высокотемпературном склоне максимума ВТ наблюдается резкое усиление закреплённости подвижных дислокаций, проявляющееся в резком усилении амплитудного гистерезиса ВТ (рис. 6, а) и быстром распространении процесса подавления амплитудно-зависимого ВТ с ростом температуры из области низких амплитуд на весь диапазон амплитуд (рис. 6, б). Таким образом, можно сделать вывод, что при температурах, соответствующих низкотемпературному склону максимума ВТ, происходит перестройка внутризеренной дислокационной структуры. При этом дислокации перемещаются вместе с протяженными атмосферами точечных дефектов, поэтому „рекристаллизационный“ максимум ВТ не проявляется не только в фоновом ВТ, но и на низкоамплитудной стадии амплитудной зависимости ВТ (рис. 6, б). Рост ВТ наблюдается

только при амплитудах колебаний, соответствующих движению дислокаций за пределами атмосфер. Фоновое же ВТ, напротив, необратимо уменьшается параллельно с ростом амплитудно-зависимого ВТ во всем диапазоне амплитуд колебаний в результате интенсивного закрепления дислокаций точечными дефектами.

Если перестройка внутризеренной дислокационной структуры происходит только на стадии возврата, то справедлива интерпретация максимума ВТ, предложенная в [11], с той существенной поправкой, что падение ВТ на высокотемпературном склоне максимума обусловлено не уменьшением общей плотности дислокций, а уменьшением подвижности внутризеренных дислокаций в результате их закрепления точечными дефектами. Однако есть основания полагать, что перестройка внутризеренной дислокационной структуры происходит не только на стадии образования зародышей зерен, но и на стадии их роста [21]. В этом случае процессам возврата и рекристаллизации соответствует в основном низкотемпературный склон максимума ВТ. В пользу такой интерпретации свидетельствует тот факт, что необратимое уменьшение фонового ВТ заканчивается одновременно с началом падения амплитудно-зависимого ВТ (рис. 1, *a* и 2).

4.4. Влияние ультразвука на процессы возврата и рекристаллизации. Известно, что наложение механических колебаний ускоряет процессы возврата [22] и рекристаллизации [23] деформированных металлов. Данные, приведенные на рис. 2 и 3, являются иллюстрацией этого факта. Измерения амплитудных зависимостей ВТ в процессе нагрева привели к значительному сдвигу „рекристаллизационного“ максимума ВТ в область более низких температур (кривая 4 на рис. 2) и полному возврату эффективного модуля Юнга при температурах максимума ВТ (кривая 3 на рис. 3). В случае, когда амплитудные зависимости ВТ не измерялись, уменьшение уровня на высокотемпературном склоне „рекристаллизационного“ максимума ВТ (кривая 2 на рис. 2) и соответствующий возраст модуля (кривая 2 на рис. 3) были незначительны, что свидетельствовало о продолжающемся процессе рекристаллизации.

В литературе рассматривались следующие механизмы влияния механических колебаний на процессы возврата и рекристаллизации: 1) генерация вакансий [22]; 2) отрыв дислокаций и границ зерен от центров закрепления [23,24]; 3) разогрев [23]. При измерениях, представленных на рис. 2 и 3, диапазон амплитуд колебательной деформации соответствовал стадии амплитудной зависимости ВТ, обусловленной взаимодействием дислокаций с точечными дефектами и не сопровождающейся заметной генерацией вакансий [1]. Отношение величин амплитудно-зависимого ВТ и дефекта модуля Юнга в наших измерениях было близко к единице и практически не зависело от температуры, что указывает на дислокационную природу дефекта модуля и отсутствие заметного разогрева при измерениях амплитудных зависимостей. Таким образом, наблюдаемый эффект влияния

ультразвука можно связать с откреплением дислокаций и границ зерен от закрепляющих атмосфер точечных дефектов под действием колебаний.

4.5. Высокотемпературный фон внутреннего трения. Рост фонового ВТ при температурах выше  $\sim 200$ – $250$  К соответствует так называемому высокотемпературному фону ВТ, наблюдающемуся в металлических материалах при достаточно высоких гомологических температурах (см., например, обзоры [25,26]). Обычно высокотемпературный фон ВТ демонстрирует экспоненциальную зависимость от обратной температуры [25,26], однако для наших данных этого не наблюдается (вставка к рис. 1, *b*). Для установления причин такого поведения требуется дополнительные исследования. Отметим только, что отсутствие температурного гистерезиса фонового ВТ в области высоких температур свидетельствует о том, что такое поведение не связано с необратимыми изменениями структуры, на которые указывает значительный температурный гистерезис амплитудно-зависимого ВТ. Отметим также, что высокотемпературный фон ВТ в индии начинает заметно проявляться при температурах, при которых происходит растворение атмосфер Коттрелла (по результатам исследований амплитудной зависимости ВТ [1]). Таким образом, на ультразвуковых частотах атмосферы эффективно препятствуют движению дислокаций, приводящему к высокотемпературному фону ВТ.

## 5. Заключение

ВТ и модуль упругости поликристаллического индия исследованы в диапазоне температур 7–320 К при частотах колебательного нагружения около 100 кГц и различных уровнях амплитуды колебательного нагружения, соответствующих амплитудно-независимому и амплитудно-зависимому диапазонам амплитудной зависимости ВТ. Показано, что термоциклирование индия может сопровождаться появлением ряда особенностей в спектре амплитудно-зависимого ВТ (резкий рост в начале термоцикла, температурный гистерезис, „рекристаллизационный“ максимум на нагреве), свидетельствующих о его значительном микропластическом деформировании. Причиной деформирования являются термические напряжения, обусловленные анизотропией теплового расширения индия. Высокоамплитудное нагружение индия при 7 К до максимальной амплитуды колебательной деформации  $\sim 10^{-4}$  приводит к значительному подавлению амплитудно-зависимого ВТ в диапазоне температур 7–190 К и усилению амплитудно гистерезиса ВТ при низких температурах. Эти эффекты связываются с генерацией избыточных вакансий вследствие междислокационных взаимодействий. Исследование влияния температуры на амплитудную зависимость и амплитудный гистерезис ВТ, а также влияния высокоамплитудного нагружения при 7 К на температурную и амплитудную зависимость ВТ позволило сделать вывод, что объемная диффузия вакансий и примесей в индии начинается

при температурах около 90 К, а при более низких температурах диффузия происходит вблизи дислокаций. Измерения амплитудных зависимостей ВТ до максимальной амплитуды колебательной деформации  $2 \cdot 10^{-5}$  в процессе нагрева приводят к значительному ускорению процессов возврата и рекристаллизации индия. Этот эффект объясняется откреплением внутризеренных дислокаций и границ зерен от атмосфер точечных дефектов под действием механических колебаний. Обнаружено, что высокотемпературный фон ВТ в индии становится заметным при температурах, при которых по данным ВТ растворяются атмосферы Коттрелла.

## Список литературы

- [1] К.В. Сапожников, С.Н. Голяндин, С.Б. Кустов. ФТТ **52**, 43 (2010).
- [2] G. Gremaud, S. Kustov, Ø. Bremnes. Mater. Sci. Forum **366–368**, 652 (2001).
- [3] W.H. Robinson, A. Edgar. IEEE Trans. Sonics Ultrasonics **21**, 98 (1974).
- [4] R.W.K. Honeycombe. The plastic deformation of metals. Edward Arnold, London (1968). 477 p.
- [5] В.А. Лихачёв. ФТТ **3**, 1827 (1961).
- [6] J.S. Collins. J.A. Cowan, G.K. White. Cryogenics **7**, 219 (1967).
- [7] Л.С. Фоменко, С.В. Лубенец, В.И. Старцев, В.Н. Никифорова. ФММ **42**, 160 (1976).
- [8] R. Schaller, W. Benoit. J. Phys. (France) **44**, Coll. C9, C9-17 (1983).
- [9] N.A. Akhmedeev, N.P. Kobelev, R.R. Mulyukov, Ya.M. Soifer, R.Z. Valiev. Acta Met. Mater. **41**, 1041 (1993).
- [10] W. Johnson. J. Appl. Phys. **83**, 2462 (1998).
- [11] R. Schaller, A. Riviere. Mater. Sci. Forum **366–368**, 276 (2001).
- [12] N. Kobelev, E. Kolyvanov, Y. Estrin. Acta Mater. **56**, 1473 (2008).
- [13] M.L. Swanson, A.F. Quenneville. Phys. Status Solidi A **9**, 135 (1972).
- [14] J.F. Schenk, R.W. Shaw. J. Appl. Phys. **40**, 5165 (1969).
- [15] J. Hasse, W. Seifritz. Z. Phys. **193**, 52 (1966).
- [16] С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко. ФММ **62**, 377 (1986).
- [17] S.V. Lubenets, V.I. Startsev, L.S. Fomenko. Czech. J. Phys. B **36**, 493 (1986).
- [18] R.B. Schwarz. J. Phys. (France) **46**, Coll. C10, C10-207 (1985).
- [19] P. Rice-Evans, I. Chaglar, F.El Khangi. Phys. Rev. Lett. **40**, 716 (1978).
- [20] J. del Río, F. Plazaola, N. de Diego, P. Moser. Solid State Commun. **89**, 913 (1994).
- [21] P. Gondi, R. Montanari. Nuovo Cimento D **8**, 647 (1986).
- [22] A.J. Kennedy. Natur **178**, 810 (1956).
- [23] G.A. Hayes, J.C. Shyne. IEEE Trans. Sonics Ultrasonics **16**, 68 (1969).
- [24] H. Gleiter, B. Chalmers. High-angle grain boundaries. Pergamon Press, Oxford (1972). 303 p.
- [25] A.S. Nowick, B.S. Berry. Anelastic relaxation in crystalline solids. Academic Press, N.Y. (1972). 677 p.
- [26] A. Rivière. Mater. Sci. Forum **366–368**, 268 (2001).