

УДК 539.67 : 539.374

© 1992

ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ И ПОДОБИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ЗАВИСИМОСТЕЙ НАПРЯЖЕНИЙ МИКРО- И МАКРОТЕКУЧЕСТИ В ПРИМЕСНЫХ КРИСТАЛЛАХ АЛЮМИНИЯ

А. Б. Лебедев

Проведено исследование влияния температуры в интервале 6—300 К на амплитудно-зависимое внутреннее трение (АЗВТ) при частоте колебаний около 100 кГц в диапазоне амплитуд колебательной деформации 10^{-7} — 10^{-4} . Измерения проводились в монокристаллах примесного алюминия состава Al + 0.66 мас. % Si + 0.22 мас. % Fe. Подробно регистрировалась температурная зависимость амплитуды при постоянном уровне АЗВТ. Сделан вывод, что эта зависимость не отражает взаимодействия единичного стопора с единичным дислокационным сегментом и поэтому с помощью существующих теорий отрыва невозможно получение информации о силовом законе и энергии связи дислокации с точечным дефектом. Закон подобия температурных зависимостей пределов микро- и макротекучести хорошо выполняется при низких температурах (ниже 150 К). Наблюдаемые расхождения при $T > 150$ К объясняются тем, что в условиях старения процессы закрепления дислокаций сильнее проявляются в акустических экспериментах, чем при макродеформировании.

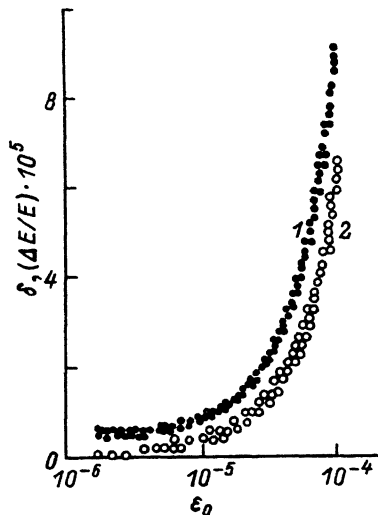
В [1, 2] показано, что из данных по амплитудно-зависимому внутреннему трению (АЗВТ) можно получить температурные зависимости амплитуды колебаний $\sigma_c(T)$, обеспечивающей постоянный и весьма малый (порядка 10^{-9}) уровень обратимой дислокационной деформации ε_{cb} и для ряда кристаллов они оказываются пропорциональными температурному ходу макроскопического предела текучести $\sigma_c(T)$. Также отмечалось [2], что пропорциональность зависимостей $\sigma_c(T)$ и $\sigma_c(T)$, возможно, нарушается в условиях деформационного старения. С этой точки зрения исследования примесного алюминия представляют интерес, так как известно [3, 4], что старение в нем начинает проявляться при достаточно низкой температуре (около 200 К).

Согласно теориям [5-7], АЗВТ обусловлено взаимодействием дислокаций с точечными дефектами, причем температурная зависимость амплитуды колебательной деформации при постоянном уровне АЗВТ отражает силовой закон $H(F)$. Здесь H — энергия активации процесса отрыва, F — сила связи точечного дефекта и дислокации. Энергия связи H_0 определяется как $H(F)$ при $F=0$. В ряде экспериментальных работ эти параметры были определены таким способом (например, в ионных кристаллах [8], молибдене [9], алюминии [10] и т. д.). Однако недавние исследования (в алюминии и его сплавах [11-14], магнии [15], высокочистом молибдене [16, 17]) показали, что простой алгоритм теорий [5-7] оказывается неприменимым.

В настоящей работе продолжено подробное исследование влияния температуры на внутреннее трение (ВТ) и предел текучести в примесном алюминии. Предварительные результаты показывают [18], что закон подобия пределов микро- и макротекучести выполняется лишь при низких температурах ($T < 150$ К). Причины расхождения при более высоких T связываются с различиями акустических и статических экспериментов в условиях деформационного старения.

Рис. 1. Амплитудные зависимости декремента δ (1), дефекта модуля Юнга $\Delta E/E$ (2) при 6.5 К.

$\Delta E = E_i - E$, где E_i — модуль в области малых амплитуд. Экспериментальные точки (как и на рис. 2) приведены для увеличивающейся и уменьшающейся амплитуды колебательной деформации.



1. Методика

Исследовались образцы монокристаллов примесного алюминия, выращенные способом Степанова [19] в виде стержней, ориентированных вдоль направления [100] сечением 3×3 мм. Длина стержней (24 мм) соответствует половине длины волны используемого ультразвука (102 кГц). Химический анализ образцов показал, что основными примесями являются кремний (0.66 мас.%) и железо (0.22 мас.%). Содержание остальных примесей не превосходит 0.1 мас.%. Некоторые результаты по ВТ в этом материале уже опубликованы в [13, 20]. Там же

можно найти более подробные данные о примесном составе. Перед измерениями все образцы отжигались в вакууме в течение 1 ч при 600 °С.

Внутреннее трение измерялось методом составного пьезоэлектрического вибратора по схеме Маркса в установке с компьютерным управлением [13, 20]. Представлены три типа ВТ экспериментов: а) зависимости логарифмического декремента δ и дефекта модуля Юнга $\Delta E/E$ от амплитуды колебательной деформации ϵ_0 или напряжения σ_0 , здесь $\sigma_0 = E_{100} \epsilon_0$; б) температурные спектры ВТ; в) температурные зависимости амплитуды ультразвука $\sigma_s(T)$ при постоянном уровне АЗВТ.

Макроскопический предел текучести определялся при деформировании образцов трехточечным изгибом по точке пересечения упругой и пластической областей диаграммы. Температурная зависимость $\sigma_C(T)$ регистрировалась по методике «на одном образце» [21] последовательного нагружения этого образца при охлаждении от 295 до 4.2 К.

2. Результаты по внутреннему трению

Испытывались два образца, один из которых исследовался подробно; все данные по ВТ, представленные ниже, относятся именно к этому образцу. На втором образце были проведены лишь измерения $\delta(\epsilon_0)$ при двух температурах (комнатной и 6.5 К), а также регистрация зависимости $\sigma_s(T)$. Качественно на обоих образцах были получены одинаковые результаты. Количественная разница имела место лишь в уровнях затухания, но не в функциональном виде зависимостей $\delta(\epsilon_0)$ и $\sigma_s(T)$.

АЗВТ в исследуемом материале при комнатной температуре сильно зависит от времени, а зависимости логарифмического декремента, измеренные при увеличении и уменьшении амплитуды, не совпадают между собой. При понижении температуры до 6.5 К кривые АЗВТ становятся стабильными (прямая и обратная зависимости совпадают, за исключением, возможно, первого измерения). Рис. 1 показывает типичные зависимости декремента и дефекта модуля для низкотемпературной области. Можно отметить, что отношение r амплитудно-зависимых декремента (δ_s) и дефекта модуля не зависит от амплитуды (здесь $\delta_s = \delta - \delta_1$, δ — общий декремент, а δ_1 — амплитудно-независимый). При $T = 6.5$ К $r = 1.3$. Температурной зависимости r не обнаружено. В исследованном температурном интервале для разных кривых значения r имели разброс от 1.2 до 1.5.

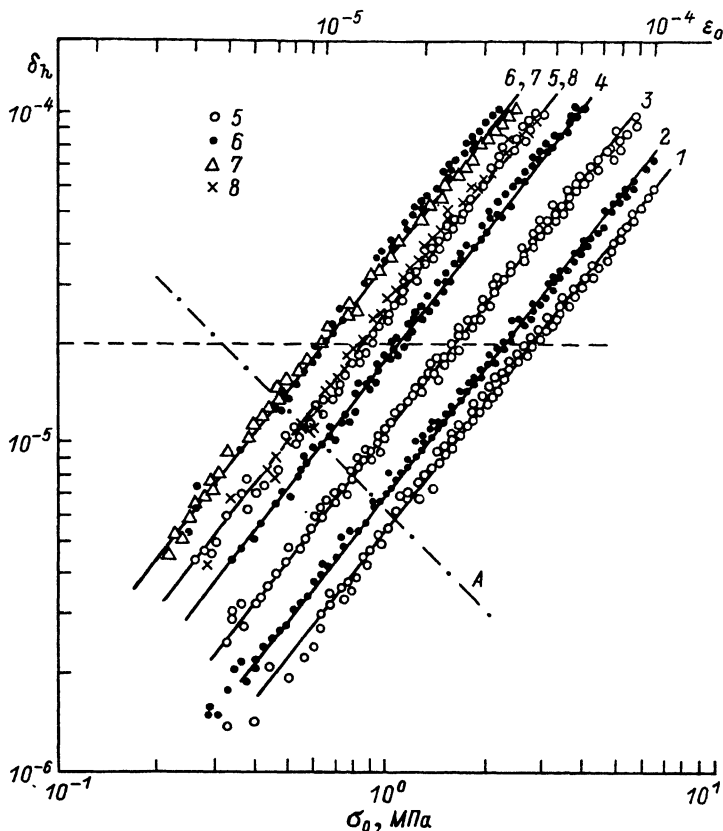


Рис. 2. Амплитудно-зависимый декремент при разных температурах.

$T = 6.5$ (1), 26 (2), 60 (3), 100 (4), 140 (5), 197 (6), 227 (7) и 247 К (8); $A = \delta_h \epsilon_0 = 10^{-10}$. Сплошные линии соответствуют степенным функциям $\delta_h = A\sigma^n$ с показателем $n = 1.3$.

Из рис. 2 очевидно, что кривые АЗВТ, измеренные при разных температурах, хорошо могут быть аппроксимированы степенными функциями вида

$$\delta_h = A(T) \sigma_0^n \quad (1)$$

с показателем n , равным 1.3.

На рис. 3 показаны результаты одновременного измерения $\delta_j(T)$, $\delta_j(T) + \delta_h$ и $\sigma_j(T)$ при уровне $\delta_h = 2 \cdot 10^{-5}$ (кривые 1, 2 и 3b соответственно). Кривая 2 является контрольной, показывающей, что компьютер держит при изменении температуры требуемую величину δ_h (более подробно методика измерений изложена в [13]). Кривые 3a и 5 получены обычным способом путем сечения семейств амплитудных зависимостей (рис. 2). Кривая 4 представляет собой данные [13], где измерения проводились на образце непосредственно после отжига. Первые температурные спектры $\delta_j(T)$ показывали отличие между охлаждением и нагревом (при $T > 150$ К). В частности, пик ВТ около 250 К появлялся только при отогреве [13]. В данной работе приводятся данные, полученные после многократных измерений с ультразвуковым воздействием в АЗВТ области (около 10 термоциклирований). Спектры $\delta_j(T)$ стабилизировались: разница между охлаждением и нагревом практически исчезла, а температура максимума слегка уменьшилась (с 250 до 230 К), кроме того, максимум стал выше. Несмотря на

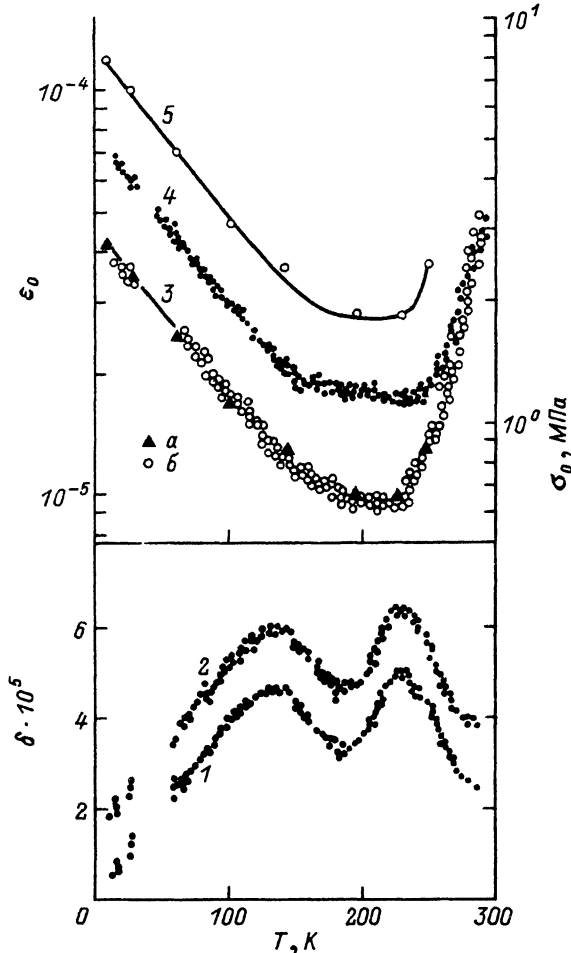


Рис. 3. Температурные зависимости: 1 — амплитудно-независимого декремента; 2 — суммы кривой 1 и управляемой компьютером величины амплитудно-зависимого декремента $\delta_h = 2 \cdot 10^{-5}$; 3 — амплитуды колебательной деформации при $\delta_h = 2 \cdot 10^{-5}$ (а — из данных рис. 2, б — регистрировалась автоматически одновременно с кривыми 1, 2); 4 — то же, что 3б при $\delta_h = 8 \cdot 10^{-5}$ для отожженного образца [1]; 5 — то же, что 3а при $\delta_h = 8 \cdot 10^{-5}$.

Кривые 1—3 и 5 получены на образце после нескольких измерений при $\delta_h = 8 \cdot 10^{-5}$ в соответствии с процедурой [1].

эти отличия, температурный ход $\sigma_\delta(T)$ остался таким же (особенно в низкотемпературной области $T < 150$ К). Все зависимости в этой области спрямляются в координатах $\log \sigma - T$, что означает, учитывая (1), экспоненциальный вид функции $A(T)$

$$A(T) = A_0 \exp(LT), \quad (2)$$

где A_0 и L — константы. Действительно, из (1) и (2) легко получить

$$\ln(\sigma_\delta / \sigma_m) = -LT/n, \quad (3)$$

где σ_m имеет смысл значения $\sigma_\delta(T)$ при $T=0$.

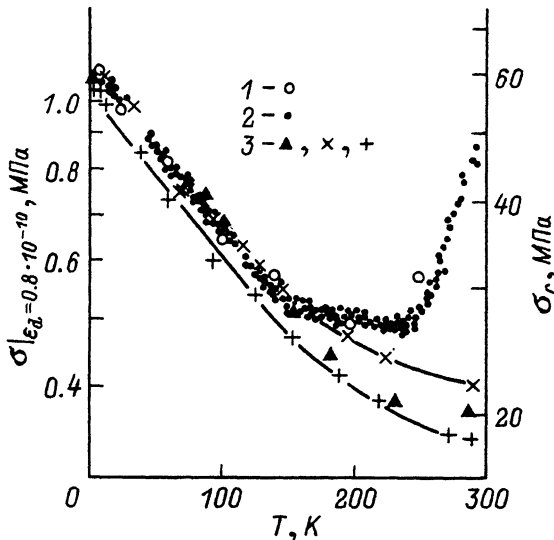


Рис. 4. Температурные зависимости: 1 — амплитуды колебательного напряжения σ_ϵ при постоянном уровне дислокационной деформации $\epsilon_d = 0.8 \cdot 10^{-10}$, $\delta_h \epsilon_0 = 10^{-10}$, $\epsilon_d = \delta_h \epsilon_0 / r$ (данные рис. 2); 2 — $\sigma_\epsilon(T)$ в относительных единицах (пересчет по формуле (4) из кривой 4 на рис. 3); 3 — макроскопический предел текучести $\sigma_c(T)$ для трех разных образцов.

В области температур выше 150 К зависимость $\sigma_\delta(T)$ становится немонотонной и неоднозначной. Особенно это становится заметным выше 230—250 К, где $\sigma_\delta(T)$ сильно зависит от скорости изменения температуры во время измерения (чем медленнее идет отогрев, тем больше рост σ_δ).

3. Сравнение температурных зависимостей напряжений микро- и макротекучести

Шварц и Гранато [6] предложили рассматривать в качестве предела макротекучести напряжение σ_δ . Согласно [5-8], это напряжение обеспечивает постоянное число дислокаций, дающих вклад в АЗВТ. Несмотря на качественное подобие (в относительных единицах), температурные зависимости $\sigma_\delta(T)$ и макроскопического предела текучести $\sigma_c(T)$ могут значительно расходиться количественно [2, 22]. В [1, 2] предлагается рассматривать в качестве условного предела макротекучести напряжение σ_ϵ вместо σ_δ , где σ_ϵ обеспечивает постоянный уровень обратимой дислокационной деформации ϵ_d . Поскольку δ_h пропорционален дефекту модуля $\Delta E/E = \epsilon_d/\epsilon_0$, то условие $\epsilon_d = \text{const}$ эквивалентно условию $\delta_h \epsilon_0 = \text{const}$. Таким образом, из данных по АЗВТ можно (по меньшей мере двумя путями) получить зависимость $\sigma_\epsilon(T)$ [2, 17]: а) непосредственно из семейства АЗВТ кривых, измеренных при разных температурах, путем сечения этих кривых линией $\delta_h \epsilon_0 = \text{const}$ (рис. 2); б) пересчетом из известной $\sigma_\delta(T)$ зависимости по следующей формуле:

$$\sigma_\epsilon^{n+1} = (EC/\delta_{ha}) \sigma_\delta^n, \quad (4)$$

где n — показатель степени из уравнения (1), σ_ϵ соответствует величине $\delta_h \epsilon_0 = \text{const} = C$, а σ_δ — величине $\delta_h = \delta_{ha}$.

На рис. 4 показано сравнение температурных зависимостей пределов микро- и макротекучести. Приведены данные $\sigma_c(T)$ для трех образцов вместе с двумя кривыми $\sigma_\epsilon(T)$, первая из которых получена способом а) при величинах $C =$

$= 10^{-10}$, $r = 1.3$ и $\varepsilon_d = 0.8 \cdot 10^{-4}$, а вторая ось (рис. 4 ясно видно, что при $T < 150$ К наблюдается очень хорошее согласие (в относительных единицах) между температурными зависимостями напряжений микро- и макротекучести, хотя абсолютные значения могут отличаться более чем в 50 раз.

4. Обсуждение

К настоящему времени надежно установлено [2, 17, 22–24], что АЗВТ для широкого класса кристаллов (как чистых, так и примесных) хорошо аппроксимируется уравнением (1). Однако функциональный вид $A(T)$ остается неизвестным. В исследованных примесных кристаллах явно наблюдаются три стадии поведения АЗВТ от температуры. На первой (низкотемпературной) стадии экспериментальные кривые $\sigma_z(T)$ согласуются с формулами (2) и (3). В этом случае, согласно теории [5–7], зависимость $H(F)$ должна иметь вид $H = -H_1 \log(F/F_0)$, где H_1 и F_0 — константы. Такой функциональный вид не позволяет определить конечную величину энергии связи H_0 . По крайней мере необходимо использовать дополнительные предположения (о роли ядра дислокации [12] или о пространственном распределении стопоров в кристалле [25]). С другой стороны, имеется ряд [26] экспериментальных свидетельств того, что АЗВТ контролируется более сложным процессом, чем отрыв единичной дислокационной петли от единичного точечного дефекта. Об этом свидетельствует форма гистерезисной петли $\sigma - \varepsilon_\sigma$, получаемая на низких (около 1 Гц) частотах [27, 28]: согласно моделям отрыва, разгрузочная ветвь петли должна быть линейной в отличие от нелинейной нагрузочной, а в эксперименте обе ветви одинаково нелинейны так, что петля имеет ось симметрии второго порядка. В ионных кристаллах исследовалась форма электрического сигнала от заряженных дислокаций, из которой также реконструируется аналогичная петля, но на частотах от сотен герц до 100 кГц [26, 29, 30]. Также не согласуется с моделью отрыва тот факт, что на АЗВТ не оказывает влияния статическая нагрузка, прикладываемая к свежепредеформированному образцу в упругой области [28, 31, 32]. По-видимому, амплитудно-температурные зависимости ВТ отражают некие эффективные характеристики, которые получаются в результате статистического усреднения при преодолении дислокацией планарного массива точечных стопоров, т. е. движение дислокаций при измерениях АЗВТ имеет тот же характер, что и при макроскопическом деформировании. В этом может заключаться причина наблюдаемого подобия температурных зависимостей напряжений микро- и макротекучести.

К сожалению, альтернативные теории АЗВТ, которые в [27] названы теориями трения (например, [27, 33, 34]), носят феноменологический характер и не развиты еще до такой степени, чтобы вывести из экспериментальных данных характеристики взаимодействия дислокаций с точечными дефектами. Эксперименты показывают, что это взаимодействие оказывает существенное влияние на АЗВТ: изменения в микропластическом поведении имеют место при температурах 150 и 230–250 К в примесном и при 90–100 К в чистом алюминии [14]. Эти температуры находятся в хорошем согласии с температурами, при которых наблюдаются стадии возврата электросопротивления и модуля упругости в Al и твердых растворах на его основе [35]. Более того, форма кривых $\sigma_z(T)$ и $\sigma_c(T)$ качественно похожа на теоретически предсказанную в [36] диаграмму $\sigma - T$, которая отражает различные стадии взаимодействия дислокаций с примесями.

Таким образом, отклонения от подобия $\sigma_z(T)$ и $\sigma_c(T)$ объясняются взаимодействием дислокаций с точечными дефектами: увеличение подвижности последних при температурах 150 и 230–250 К приводит к закреплению дислокаций, которое сильнее проявляется в ультразвуковых экспериментах, так как при макродеформировании имеет место размножение дислокаций, и вновь образовавшиеся свежие дислокации обеспечивают деформирование с заданной скоростью. Труднее объяснить сам факт подобия при низких температурах, когда в

акустических опытах система «дислокация—точечные дефекты» остается стабильной. Если в основе наблюдаемого подобия лежит термоактивированное преодоление дислокациями точечных дефектов, то необходимо, чтобы не только сами дефекты были одинаковыми для микро- и макрообластей, но и средние скорости движения дислокаций при статическом нагружении и ультразвуковом воздействии с частотой около 100 кГц также должны быть одинаковыми [2]. В этом случае время задержки дислокаций на барьере при квазистатическом деформировании должно быть около 10^{-5} с во всем температурном интервале закона подобия, а это маловероятно. В [2] выдвинута гипотеза, что температурная зависимость предела текучести формируется за счет атермической (силовой) пластичности, т. е. не подчиняющейся уравнению типа аррениусовского. В основе такого механизма, в частности, может лежать нелинейное взаимодействие дислокаций (по аналогии с ангармонизмом колебаний атомов, приводящим к температурной зависимости модулей упругости).

Очевидным следствием из закона подобия является вывод о том, что размножение дислокаций не вносит вклада в функциональный вид температурной зависимости напряжения течения, т. е. размножение не есть термоактивированный процесс (ранее было показано [37], что параметры двойного поперечного скольжения не зависят от температуры и что размножение по этому механизму происходит на атермических стопорах [38]).

Автор считает своим приятным долгом поблагодарить В. И. Иванова за помощь при проведении экспериментов, а также Г. Г. Хохлова, вырастившего кристаллы для исследования. Кроме того, автор признателен Б. К. Кардашеву и С. П. Никанорову за интерес к работе и полезные дискуссии.

Список литературы

- [1] Лебедев А. Б., Кустов С. Б. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 3. С. 915—918.
- [2] Lebedev A. B., Kustov S. B. // Phys. Stat. Sol. (a). 1989. V. 116. N 2. P. 645—656.
- [3] Мальгин Г. А., Владимирова Г. В., Привалова Н. Н. // ФММ. 1983. Т. 55. № 5. С. 1005—1015.
- [4] Schwarz R. B. // J. de Phys. 1985. V 46. Suppl. N 12. P. C10-207—C10-214.
- [5] Indenbom V. L., Chernov V. M. // Phys. Stat. Sol. (a). 1972. V. 14. N 1. P 347—354.
- [6] Schwarz R. B., Granato A. V. // Phys. Rev. Lett. 1975. V. 34. N 18. P. 1174—1177.
- [7] Gabbay M., Vincent A., Fantozzi G. // Phys. Stat. Sol. (a). 1987. V. 100. N 1. P. 121—137.
- [8] Кардашев Б. К., Никаноров С. П. // ФТТ. 1974. Т. 16. № 4. С. 1073—1081.
- [9] Kaufmann H.-J., Pal-Val P. P. // Phys. Stat. Sol. (a). 1980. V. 62. N 2. P. 569—575.
- [10] Ivanov V. I., Kardashev B. K., Nikanorov S. P. // Phys. Stat. Sol. (a). 1981. V. 65. N 1. P. 335—339.
- [11] Kosugi T., Kino T. // J. Phys. Soc. Japan. 1984. V. 53. N 11. P. 3837—3842.
- [12] Kosugi T., Kino T. // J. de Phys. 1985. V. 46. Suppl. N 12. P. C10-179—C10-182; J. Phys. Soc. Japan. 1987. V. 56. N 3. P. 999—1009.
- [13] Лебедев А. Б., Иванов В. И., Кардашев Б. К., Никаноров С. П. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 1. С. 294—296.
- [14] Лебедев А. Б., Иванов В. И., Кардашев Б. К. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 5. С. 1514—1517.
- [15] Иванов В. И., Лебедев А. Б., Кардашев Б. К., Никаноров С. П. // ФТТ. 1986. Т. 28. № 5. С. 1535—1537.
- [16] Kardashev B. K., Kaufmann H.-J., Lebedev A. B., Pal-Val P. P. // Phys. Stat. Sol. (a). 1987. V. 104. N 1. P. K17—K20.
- [17] Lebedev A. B., Kardashev B. K., Hofmann U., Kaufmann H.-J., Schulze D. // Cryst. Res. Technol. 1989. V. 24. N 11. P. 1143—1149.
- [18] Ivanov V. I., Lebedev A. B. // Coll. Abstracts 12 European Crystallographic Meeting (ECM-12). V. 1. Moscow, 1989. P. 344—345.
- [19] Антонов П. И., Затуловский Л. М., Костыгов А. С. и др. Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова. Л., 1981. 280 с.
- [20] Лебедев А. Б., Кустов С. Б., Кардашев Б. К. // ФТТ. 1987. Т. 29. № 12. С. 3563—3569.
- [21] Kamada K., Joshizawa I. // J. Phys. Soc. Japan. 1971. V. 31. N 4. P. 1056—1068.
- [22] Кардашев Б. К. // ФТТ. 1977. Т. 19. № 8. С. 2490—2497.
- [23] Nowick A. S. // Phys. Rev. 1950. V. 80. N 2. P. 249—257.
- [24] Pilecki S., Ivanov V. I., Lebedev A. B. // Phys. Stat. Sol. (a). 1990. V. 119. N 1. P. 87—91.
- [25] Кардашев Б. К. // ФТТ. 1985. Т. 27. № 3. С. 797—800.

- [26] Ivanov V. I., Kardashev B. K., Kustov S. B., Lebedev A. B., Nikanorov S. P. // Proc. 9 Int. Conf. Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids (ICIFUAS-9)/Ed. T. S. Ke. IAP-Pergamon, Oxford, 1990. P. 159—162.
- [27] Asano S. // J. Phys. Soc. Japan. 1970. V. 29. N 4. P. 952—963.
- [28] Кустов С. Б., Голядин С. Н., Кардашев Б. К. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 7. С. 2167—2176.
- [29] Tanibayashi M. // J. Phys. Soc. Japan. 1978. V. 45. N 3. P. 1063—1064; 1980. V. 48. N 3. P. 890—897.
- [30] Robinson W. H. // Phil. Mag. A. 1981. V. 43. N 4. P. 967—977.
- [31] Baker G. S., Carpenter S. H. // J. Appl. Phys. 1967. V. 38. N 4. P. 1586—1591.
- [32] Лебедев А. Б., Кустов С. Б., Кардашев Б. К. // ФТТ. 1989. Т. 31. № 1. С. 62—68.
- [33] Челноков В. А., Кузьмин Н. Л. // ФТТ. 1980. Т. 22. № 10. С. 3000—3003.
- [34] Schwarz R. B. // Acta Met. 1981. V. 29. N 2. P. 311—323.
- [35] Takamura S., Kobiyama M. // Phys. Stat. Sol. (a). 1986. V. 95. N 1. P. 165—170.
- [36] Gremaud G., Bujard M., Benoit W. // J. Appl. Phys. 1987. V. 61. N 5. P. 1795—1805.
- [37] Appel F., Messerschmidt U., Schmidt V., Klyavin O. V., Nikiforov A. V. // Mat. Sci. Eng. 1982. V. 52. N 3. P. 211—218.
- [38] Смирнов Б. И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л., 1981. 326 с.

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

Поступило в Редакцию
7 февраля 1992 г.