

УДК 539.67 : 539.32 : 539.374

© 1992

О ВНУТРЕННЕМ ТРЕНИИ И ДЕФЕКТЕ МОДУЛЯ ЮНГА В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМИРОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ

А. Б. Лебедев, С. Б. Кустов, Б. К. Кардашев

Приведены результаты исследований поглощения ультразвука и модуля Юнга на частоте 100 кГц в процессе упругого и пластического изгиба образцов монокристаллов фтористого натрия и алюминия. Измерения выполнялись в амплитудно-независимой области. Результаты показывают, что внутреннее трение, как правило, растет при нагружении. При этом модуль Юнга также растет в упругой области диаграммы деформирования и падает (в NaF) или продолжает расти подобно кривой упрочнения (в Al) при переходе в пластическую область. Аномальное поведение модуля на ранних стадиях деформирования обсуждается с точки зрения влияния как дислокаций, так и решеточного ангармонизма.

К настоящему времени накоплено немало экспериментальных данных, которые демонстрируют рост модуля упругости при статическом нагружении [1-9]. В алюминии и хлористом натрии [1, 2] такой рост сопровождается также ростом поглощения ультразвука и объясняется влиянием вязкого торможения на движение дислокаций в соответствии с теорией [10]. В кремнии [5], вольфраме [6, 7] и алюминии высокой чистоты [8] причину роста модуля авторы этих работ видят в истощении движения перегибов на дислокациях под действием статической нагрузки (согласно [11]). Той же версии придерживаются и авторы [9], исследовавшие ниобий. Кроме того, рост модуля при статическом нагружении может быть обусловлен ангармонизмом колебаний кристаллической решетки, который теоретически объясняется влиянием упругих констант высших порядков [4, 5, 12].

До сих пор остаются непонятными результаты Алерса [3] на меди, которые показывают, что приложение статической нагрузки к облученному кристаллу (дислокации в котором закреплены) дает увеличение модуля в 50 раз меньше, чем для того же кристалла после отжига, вызывающего разблокировку дислокаций.

В данной работе получены данные о росте модуля упругости при нагружении, сопровождаемом ростом поглощения ультразвука, которые не могут быть объяснены ни влиянием вязкого торможения [1, 2, 10], ни влиянием геометрических перегибов [11] на движение дислокаций.

1. Методика и результаты

Поглощение ультразвука и собственные резонансные частоты образцов измерялись резонансным методом составного пьезоэлектрического вибратора в модификации Маркса [13]. Этот метод дает возможность проводить измерения *in situ* при статическом нагружении, если точки приложения нагрузки совпадают с узлами смещения в стоячей ультразвуковой волне [14]. Наглядное представление о простой акустической системе, позволяющей прикладывать к образцу статические и ультразвуковые нагрузки, дает рис. 1. Видно, что статическое

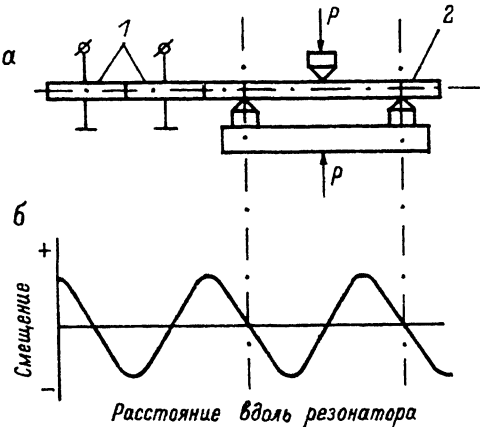


Рис. 1. Схематическое изображение резонатора, позволяющего проводить измерения внутреннего трения и модуля Юнга в процессе трехточечного изгиба (а), и распределение амплитуды смещения вдоль резонатора в один из полупериодов колебаний (б).

1 — кварцы, 2 — образец.

деформирование производится трехточечным изгибом образца длиной три полуволны ультразвука используемой частоты. Впервые такая акустическая система была применена для регистрации зависимости внутреннего трения в области малых амплитуд от внешней нагрузки при нагружении композиций алюминий—сталь [15] и блочных монокристаллов алюминия [16].

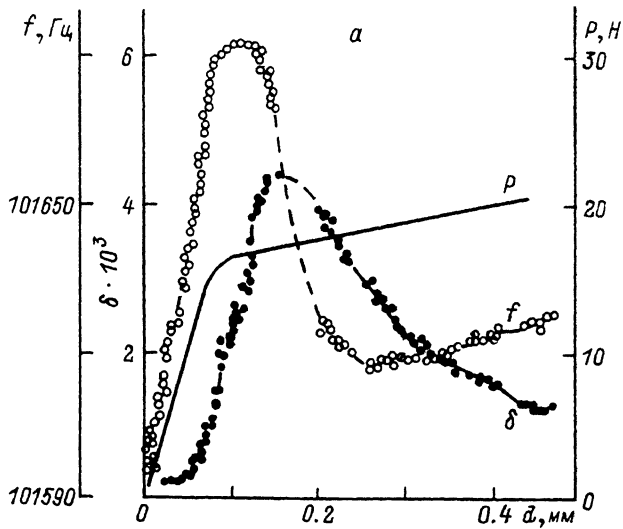
Использовалась аналоговая автоматизация эксперимента для поддержания постоянной величины амплитуды колебательной деформации и регистрации амплитудно-независимого поглощения [17]. Нами использовалась компьютерно-управляемая установка [18, 19], которая уже применялась ранее [19–23] в основном для исследования закономерностей амплитудно-зависимого внутреннего трения (АЗВТ). При регистрации амплитудно-независимого затухания и резонансной частоты вибратора компьютер поддерживает заданную амплитуду колебательной деформации ($5 \cdot 10^{-7}$ для NaF и 10^{-6} для Al), корректируя ее каждые 250 мс.

Деформирование изгибом с постоянной скоростью перемещения опор (0.1 мм/ч для NaF и 0.3 мм/ч для Al) осуществлялось в гидравлической испытательной машине «Инстрон 1341». Эксперименты проводились при комнатной температуре на воздухе.

Ниже приведены данные для образцов монокристаллов алюминия и фтористого натрия, ориентированных вдоль [010]. Монокристаллы алюминия выращивались из расплава способом Степанова [24] в форме стержней сечением 3×3 мм. Образцы длиной 72 мм, что соответствует трем полуволнам для частоты ультразвука около 102 кГц, отрезались от выращенного стержня, и торцы зашлифовывались. Химический анализ показал, что основными примесями являются (в массовых процентах) Si (0.6655) и Fe (0.2232); кроме того, обнаружены Cu (0.0340), Zn (0.0286), Ca (0.0268), Ti (0.0053), Mg (0.0042), Mn (0.0031). Рентгеновские исследования показали, что монокристаллы имеют блочную структуру в поперечном сечении обнаруживалось от 1 до 3 субблоков, разориентированных на $1-3^\circ$.

Монокристаллы NaF были заводского изготовления, выращенные методом Киропулоса из химически чистого (99.99%), специально нелегированного сырья. Полуколичественный спектральный анализ образцов показал, что общее содержание примесей не превосходит 0.01%. Среди них Ca, Cu, Al, Fe, Mg — по $10^{-4}\%$; Ag, Ti, Na — от 10^{-5} до $10^{-4}\%$, остальные — менее $10^{-5}\%$. Образцы выкальвывались по плоскостям спайности в виде стержней сечением 5.6×5.6 мм и длиной примерно 58 мм, что соответствует трем полуволнам для частоты около 140 кГц.

На рис. 2, а показаны диаграмма деформирования монокристалла примесного алюминия вместе с кривой амплитудно-независимого декремента колебаний и данными по резонансной частоте. Видно, что декремент по мере деформирования проходит через два максимума. Природа этих максимумов подробно здесь не исследовалась; в [16] было показано, что их причиной являются малоугловые границы. По-видимому, максимумы вызваны перестройками дислокационной



б

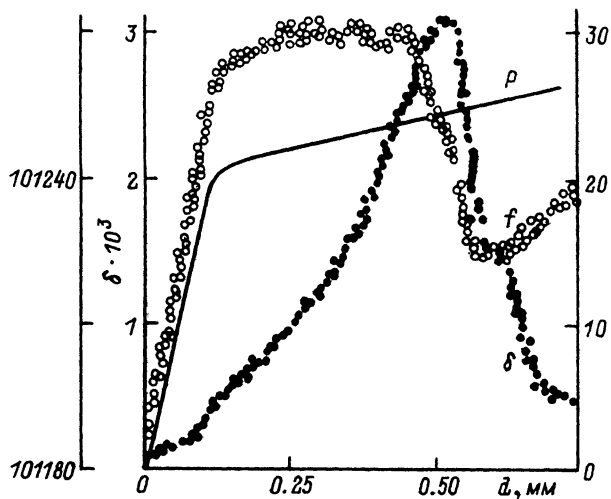


Рис. 2. Зависимости декремента δ и резонансной частоты f от стрелы прогиба d для резонаторов с образцами № 1 (а) и № 2 (б) примесного алюминия в процессе их деформирования со скоростью перемещения опор 0.3 мм/ч.

$P(d)$ — диаграмма деформирования.

структуры при деформировании. Пики подобной природы наблюдались на низких частотах (порядка 1 Гц) в процессе ползучести алюминия [25]. На рис. 2, б показана аналогичная диаграмма для другого образца алюминия. Здесь виден только один максимум. Если не обращать внимания на эти пики, то можно отметить небольшой рост общего фона внутреннего трения при деформировании.

Главной особенностью обоих рисунков является поведение резонансной частоты, которая растет (за исключением перегибов в районе пиков внутреннего трения) по мере нагружения как в упругой, так и в пластической области.

На рис. 3 показана диаграмма деформирования монокристалла NaF, где в разных точках диаграммы измерялись амплитудные зависимости поглощения

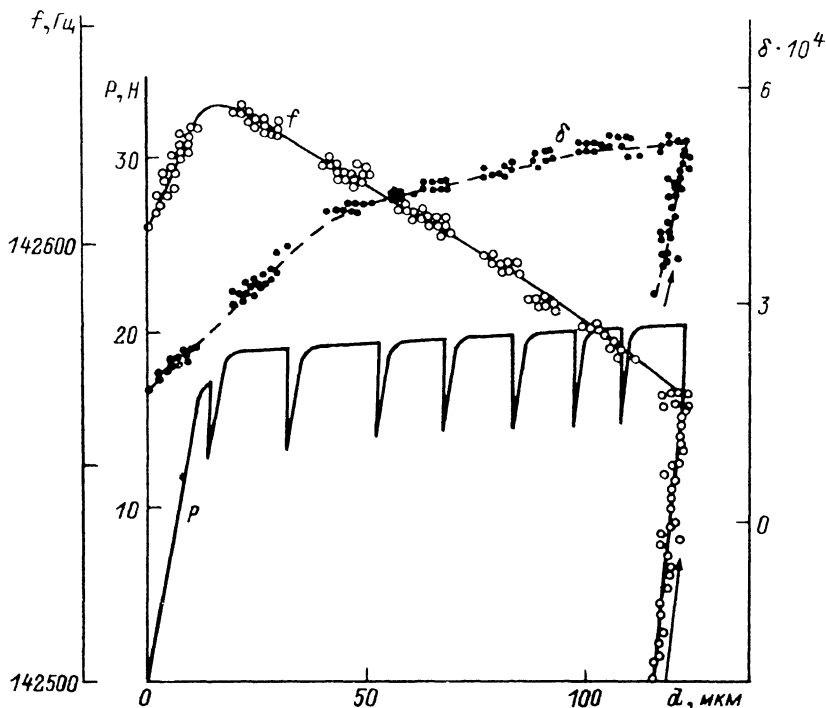


Рис. 3. Зависимости декремента δ и резонансной частоты f от стрелы прогиба d для резонатора с образцом NaF в процессе его деформирования со скоростью перемещения опор 0.1 мм/ч.

$P(d)$ — диаграмма деформирования.

ультразвука. Сбросы нагрузки, соответствующие этим измерениям, происходят вследствие акустопластического эффекта, который (для режима активного деформирования) заключается в том, что под действием дополнительной колебательной нагрузки снижается напряжение макроскопического течения [26]. В промежутках между измерениями амплитудных зависимостей, обсуждаемых в [22, 23], регистрировались приведенные на рис. 3 декремент и резонансная частота в амплитудно-независимой области. Декремент колебаний монотонно растет в упругой и пластической областях диаграммы. Резонансная частота растет в упругой и падает в пластической области. При разгрузке как декремент, так и частота падают, а при повторном нагружении в упругой области — возрастают.

Резонансная частота f продольных колебаний стержня длиной l связана с модулем Юнга E известным соотношением

$$E = 4\rho (l/n)^2 f^2, \quad (1)$$

где ρ — плотность материала, n — номер возбуждаемой гармоники. Таким образом, рис. 2, 3 демонстрируют аномальный ΔE -эффект, так как одновременно растут и декремент, и модуль Юнга. Причем в алюминии такое поведение имеет место не только в упругой области, но и в области макропластического течения.

Необходимо отметить, что на рис. 2, 3 приведены данные для f и δ , которые относятся не к образцу, а к составному резонатору. Для пересчета на образец нужно использовать формулы работы [13]. В частности, относительное изменение модуля образца при $\Delta E \ll E$ дается выражением $\Delta E/E = 2 (m_1/m_s) \Delta f/f$, где m_s — масса образца, а m_1 — сумма масс образца и пьезокварцев (для Al $m_1/m_s = 1.53$, а для NaF — 1.15).

Аномальный ΔE -эффект в подобных экспериментах был замечен нами еще при исследовании ВТ [20, 21] монокристаллов NaCl, однако рост частоты в упругой области был мал (около 10 Гц), эффект требовал дополнительной проверки и не был опубликован. Можно отметить тот факт, что в серии работ Бейкера и Карпентера [28–30], где впервые был использован метод составного вибратора для измерений внутреннего трения в процессе растяжения, полностью отсутствуют данные о поведении модуля Юнга.

Очевидным источником систематической ошибки может быть изменение длины образца при деформировании. При малых прогибах длина средней линии остается неизменной, а при дальнейшем деформировании она может только увеличиться, что должно привести (при неизменном модуле) к уменьшению резонансной частоты, согласно формуле (1). Другим источником ошибки может быть несовпадение опор деформирующего устройства с узлами смещения. Еще Рэлей отмечал [27], что дополнительное нагружение образца не влияет на собственную частоту колебаний, если нагрузка прикладывается в узле смещения, и уменьшает частоту, если имеет место смещение из узла. В наших экспериментах всегда наблюдался рост частоты при упругом деформировании.

С точки зрения дислокационных теорий (например, [31]), наличие дислокаций в кристалле уменьшает величину действующего модуля упругости E на величину $\Delta E = E_0 - E$, где E_0 — модуль бездислокационного кристалла. Приложение статического напряжения способствует разблокировке дислокаций, дислокационный дефект модуля $\Delta E/E_0$ увеличивается, т. е. E падает, а поглощение звука при этом должно расти.

Однако в рамках дислокационных представлений были развиты теории, предсказывающие уменьшение $\Delta E/E_0$ (увеличение E) при деформировании. По теории Алефельда [11], $\Delta E/E_0$ уменьшается за счет истощения под действием статической нагрузки движения геометрических перегибов на дислокациях. Этот механизм может быть эффективным только в достаточно чистых кристаллах, и рост действующего модуля должен сопровождаться уменьшением поглощения звука [11]. Такое явление действительно наблюдалось в вольфраме [6, 7] и в очень чистом алюминии (99.9999%), в то время как менее чистый материал (99.999%) демонстрировал обычное (падение модуля и рост поглощения) поведение [8]. Одновременный рост и модуля, и поглощения (аномальный ΔE -эффект) не укладывается в рамки перегибной модели.

Теория этого явления и сам термин «аномальный ΔE -эффект» были предложены Труэлом и Гранато [9] для объяснения экспериментов [1] на высоких частотах (около 10 МГц). Согласно этой теории [2, 10], для проявления аномального ΔE -эффекта необходимы три условия: а) чистый материал, в котором могут существовать достаточно длинные дислокационные сегменты; б) соответствующий интервал частот ультразвука, практически находящийся в мегагерцевой области, так как движение сегментов должно контролироваться не столько линейным натяжением, сколько вязким торможением дислокаций; в) нагружение лишь в упругой области диаграммы деформирования, пока не началось размножение дислокаций, и нагрузка только инициирует отрыв от стопоров, увеличивая среднюю длину сегмента. Массовое размножение дислокаций, имеющее место, как правило, при напряжениях макроскопического предела текучести (или чуть ниже), снижает длину сегмента за счет пересечения дислокаций различных систем скольжения.

Приведенные в данной работе результаты не могут быть объяснены теорией Труэла—Гранато [10], поскольку ни чистота материалов, ни частота ультразвука не удовлетворяют условиям проявления аномального ΔE -эффекта. В примесном алюминии рост действующего модуля имеет место и в пластической области. На рис. 2, б хорошо видно, что зависимость

относительного изменения частоты (равного половине относительного изменения модуля) подобна (за исключением области пика внутреннего трения) диаграмме деформирования, т. е. напряжению. То же можно сказать и о поведении модуля в упругой области для NaF.

Зависимость ΔE от напряжения является одним из признаков влияния модулей третьего порядка [4, 12]. Если считать, что рост модуля в наших опытах не связан с дислокациями, то можно легко объяснить разницу в поведении модуля при пластическом деформировании Al и NaF. В исследованных кристаллах алюминия при комнатной температуре имеет место сильное старение [19]. Поэтому, несмотря на высокую плотность дислокаций (10^9 — 10^{10} см⁻²), основная их масса заблокирована, а деформирование обеспечивается лишь за счет не большого числа подвижных в данный момент времени. Даже в процессе деформации число подвижных дислокаций намного меньше общего их числа, отсюда и отсутствие заметного дислокационного вклада в модуль упругости. В кристаллах NaF старение идет очень медленно [32], поэтому увеличение плотности дислокаций при деформировании приводит к падению модуля и росту внутреннего трения в пластической области. Ранее было показано [23], что амплитудно-зависимый декремент δ_h при деформировании NaF растет пропорционально амплитудно-независимому δ_i , т. е. оба растут пропорционально плотности дислокаций. При разгрузке δ_h не меняется [22], а δ_i уменьшается незначительно (возможно, за счет уменьшения длины дислокационного сегмента, согласно [31]). Можно отметить, что падение модуля при разгрузке больше, чем рост при первоначальном нагружении (рис. 3). Очевидно, данный факт объясняется тем, что дислокационный вклад, уменьшающий модуль, в процессе первого нагружения больше, чем при разгрузке и последующей нагрузке, так как размножение дислокаций в исходном образце начинается раньше, чем при нагружении уже деформированного кристалла, где новые дислокации не появляются до достижения напряжения течения.

Зависимость действующего модуля от напряжения может появиться и за счет ангармонизма колебательного движения дислокаций. Согласно [4, 33], если дислокационные сегменты выгнуты под действием внешнего напряжения, то появляется зависящая от напряжения добавка к дислокационному дефекту модуля. Следовательно, такая добавка будет иметь место и под действием внутренних напряжений. Если внешнее напряжение при макроскопическом деформировании будет способствовать уменьшению количества выгнутых сегментов, то добавка будет исчезать, увеличивая действующий модуль. Такое уменьшение может происходить либо за счет срыва дислокаций со стопоров и перезакрепления их в новой конфигурации с меньшими прогибами сегментов, либо когда внешнее напряжение, противоположное внутреннему, уменьшает воздействие на дислокации и сегменты стягиваются за счет сил линейного натяжения.

Таким образом, наиболее вероятной причиной наблюдаемого здесь аномального ΔE -эффекта является решеточный либо дислокационный ангармонизм. Вторая причина может иметь место при неоднородной деформации и в неоднородных материалах, где уровень внутренних напряжений высок, хотя влияние дислокаций на модуль упругости высших порядков все еще остается неясным. Простой учет ангармонизма движения дислокаций [4] не способен объяснить данные [3], показывающие значительную (в десятки раз) разницу в увеличении скорости звука под действием сжимающей нагрузки для облученной и отожженной меди. Возможно, механизм, объясняющий и результаты работы [3], и наши данные, одинаков.

В заключение авторы выражают благодарность С. П. Никанорову за постоянный интерес к работе, полезные дискуссии и ценные замечания при подготовке рукописи, а также Г. Г. Хохлову, вырастившему исследованные монокристаллы алюминия.

- [1] Hikata A., Chick B., Elbaum C., Truell R. // *Acta Met.* 1962. V. 10. N 4. P. 423—429.
- [2] Труэлл Р., Эльбаум Ч., Хиката А. *Физическая акустика*. Т. 3. Ч. А. / Под ред. У. Мэзона. М., 1969. С. 236—262.
- [3] Алерс Дж. *Физическая акустика*. Т. 4. Ч. А. / Под ред. У. Мэзона. М., 1969. С. 322—344.
- [4] Alers G. A., Salama K. *Dislocation Dynamics* / Ed. A. R. Rosenfeld et al. New York, 1968. P. 211—226.
- [5] Suzuki T., Chick B. V., Elbaum C. // *Appl. Phys. Letters*. 1965. V. 7. N 1. P. 2—4.
- [6] Alefeld G., Filloux J., Harper Y. *Dislocation Dynamics* / Ed. A. R. Rosenfeld et al. New York, 1968. P. 191—206.
- [7] Pinatti D. G., Roberts J. M. // *Proc. 6th Int. Conf. Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Solids*. Tokyo, 1977. P. 593—597.
- [8] Deterre Ph., Peguin P., Vanoni F. // *Rev. Phys. Appliquee*. 1979. V. 14. N 9. P. 807—813.
- [9] Zoninashvili V. V., Naskidashvili I. A., Messerschmidt U., Melik-Shakhnazarov V. A., Yastrebova N. M., Kolesnikova L. M. // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1983. V. 75. N 2. P. K205—K208.
- [10] Truell R., Granato A. // *J. Phys. Soc. Japan*. 1963. V. 18. Suppl. 1. P. 95—101.
- [11] Alefeld G. // *J. Appl. Phys.* 1965. V. 36. N 9. P. 2642—2651.
- [12] Терстон Р. *Физическая акустика*. Т. 1. Ч. А. / Под ред. У. Мэзона. М., 1966. С. 13—139.
- [13] Marx J. // *Rev. Sci. Instrum.* 1951. V. 22. N 7. P. 503—509.
- [14] Baker G. S. // *J. Appl. Phys.* 1957. V. 28. N 6. P. 734—737.
- [15] Хохлов Г. Г., Кардашев Б. К., Костыгов А. С., Никаноров С. П., Пеллер В. В., Регель В. Р. // *Изв. АН СССР. Сер. физ.* 1976. Т. 40. № 7. С. 1388—1391.
- [16] Иванов В. И., Воробьев М. А., Кардашев Б. К., Никаноров С. П., Пеллер В. В. // *Изв. АН СССР. Сер. физ.* 1980. Т. 44. № 2. С. 337—339.
- [17] Буренков Ю. А., Иванов В. И., Кардашев Б. К. // *ПТЭ*. 1979. № 5. С. 210—212.
- [18] Лебедев А. Б., Бахолдин С. И., Иванов В. И., Кардашев Б. К. *Внутреннее трение в металлах и неорганических материалах*. М., 1982. С. 35—39.
- [19] Лебедев А. Б., Кустов С. Б., Кардашев Б. К. // *ФТТ*. 1987. Т. 29. № 12. С. 3563—3569.
- [20] Лебедев А. Б., Кустов С. Б., Кардашев Б. К. // *ФТТ*. 1982. Т. 24. № 10. С. 3169—3171.
- [21] Лебедев А. Б., Кустов С. Б., Кардашев Б. К. // *ФТТ*. 1983. Т. 25. № 3. С. 890—892.
- [22] Лебедев А. Б., Кустов С. Б., Кардашев Б. К. // *ФТТ*. 1989. Т. 31. № 1. С. 62—68.
- [23] Лебедев А. Б. *Внутреннее трение в исследовании металлов, сплавов и неметаллических материалов*. М., 1989. С. 248—253.
- [24] Антонов П. И., Затуловский Л. М., Костыгов А. С. и др. *Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова*. Л., 1981. 280 с.
- [25] Bonetti E., Evangelista E., Gondi P. // *Phys. Stat. Sol. (a)*. 1981. V. 63. N 2. P. 645—653.
- [26] Blaha F., Langenecker V. // *Acta Met.* 1959. V. 7. N 2. P. 93—100.
- [27] Стретт Дж. В. (Лорд Рэлей). *Теория звука*. Т. 1: Пер. с англ. М., 1955. 504 с.
- [28] Baker G. S., Carpenter S. H. // *Rev. Sci. Instrum.* 1965. V. 36. N 1. P. 29—31.
- [29] Baker G. S., Carpenter S. H. // *Trans. AIME*. 1966. V. 236. N 5. P. 700—702.
- [30] Baker G. S., Carpenter S. H. // *J. Appl. Phys.* 1967. V. 38. N 4. P. 1586—1591.
- [31] Granato A. V., Lücke K. // *J. Appl. Phys.* 1956. V. 27. N 6. P. 583—593.
- [32] Воинова О. А., Кардашев Б. К., Никаноров С. П. // *ФТТ*. 1980. Т. 22. № 3. С. 1058—1065.
- [33] Hikata A., Elbaum C. // *Phys. Rev.* 1966. V. 144. N 2. P. 469—477.

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

Поступило в Редакцию
8 мая 1992 г.

