

# О возможной природе осцилляций на временных зависимостях внутреннего трения и эффективного модуля сдвига в сплавах Al–Cu

© А.В. Олейнич-Лысюк, А.П. Процюк

Черновицкий национальный университет им. Ю. Федьковича,

58012 Черновцы, Украина

E-mail: ss-dpt@chnu.cv.ua

(Поступила в Редакцию в окончательном виде 14 мая 2006 г.)

Исследованы условия возникновения синхронных осцилляций на временных зависимостях низкочастотного внутреннего трения и эффективного модуля сдвига  $G_{\text{eff}}$  в сплавах Al–0.01 wt.% Cu и Al–0.001 wt.% Cu. Показано, что синхронные осцилляции образуются в сплавах, только когда их дислокационно-примесная структура выведена из состояния равновесия, а концентрация примеси возле дислокации оптимальна. Это позволяет объяснить их появление коллективным характером взаимодействия в системе дислокация–примесь, приводящим к перекачке энергии поступательного движения дислокаций в их поперечные колебания в плоскости основного скольжения.

PACS: 62.40.+i, 61.72.Hh, 61.72.Ji, 81.05.Vx

Ранее [1] было показано, что осцилляции на временных зависимостях внутреннего трения (ВТ) бериллевого конденсата появляются только после выведения его дислокационно-примесной системы из состояния равновесия и циклической деформации при оптимальных значениях деформации  $\gamma_0$  в течение определенного времени  $t_0$ . Это позволило нам предположить синергетический характер обнаруженного явления. Однако в исследованном бериллевым конденсате, несмотря на достаточно высокую чистоту используемого металла (99.95 wt.% Be), суммарная концентрация примесей составляет 0.05 wt.%, что, согласно критерию, предложенному в [2] для отожженных сплавов, является максимально возможной концентрацией при изучении временных зависимостей ВТ. Поэтому для выяснения роли примеси в образовании осцилляций на временных зависимостях ВТ мы решили исследовать модельные системы с определенной дислокационно-примесной структурой, содержащей такое количество примеси одного сорта, которое попадало бы в интервал 0.001–0.05 wt.%, позволяющий фиксировать временные зависимости ВТ [2]. Отметим, что в работе [2] приводится несколько иной интервал концентраций примеси: 0.005–0.05 wt.%, нижний предел которого определялся чувствительностью установок того времени. В наших исследованиях мы использовали модернизированную полуавтоматическую установку для измерения ВТ по новой методике [3]. Относительная погрешность при измерении ВТ по этой методике составляет 2% (при уровне трения  $\sim 0.1$ ) и не превышает 1% (при трении  $\sim 10^{-4}$ ). Возможности новой методики позволили нам вслед за авторами [2] предположить, что временные зависимости ВТ можно наблюдать и при концентрациях примеси порядка 0.001 wt.%.

В качестве объекта исследований мы выбрали разбавленные твердые растворы алюминия с медью. Наш выбор определялся двумя обстоятельствами. Во-первых, максимальной чистотой доступных исходных материалов: сплавы изготовлялись из алюминия марки А999 (99.999 wt.% Al) и безкислородной меди. Во-вторых,

тем, что свойства дислокационно-примесной структуры полученных сплавов достаточно хорошо изучены методом ВТ [2,4]. Кроме того, температура конденсации дислокационных атмосфер Коттрелла ( $T_C$ ) этих сплавов лежит незначительно выше области комнатных температур. Это делает их дислокационно-примесные структуры достаточно лабильными, позволяет относительно легко выводить их из состояния равновесия, например термоциклированием с разными скоростями в интервале температур, включающем  $T_C$ , или нагреванием и отжигами выше этой температуры [5] с последующим быстрым охлаждением, позволяющим притормозить возврат на дислокации тех атомов примеси, которые в процессе отжига успели продиффундировать в глубь кристалла. Из температурных зависимостей первой критической амплитуды деформации  $\gamma_1$ , при которой начинается рост ВТ с увеличением амплитуды [6], нами была определена величина  $T_C$  для сплавов с 0.01–0.001 wt.% Cu, лежащая в интервале 40–80°C.

С учетом изложенного выше настоящая работа посвящена исследованию влияния внешних воздействий (термоциклов, отжигов, деформации) на особенности проявления осцилляций на временных зависимостях ВТ в сплавах Al–0.01 wt.% Cu и Al–0.001 wt.% Cu с целью выяснения роли примесных дислокационных атмосфер в этих процессах.

## 1. Образцы и методика эксперимента

Исследования поглощения упругой энергии и динамического модуля сдвига проводились на полуавтоматическом низкочастотном вакуумном релаксаторе типа обратного крутильного маятника на частотах порядка  $1 \text{ s}^{-1}$  в вакууме  $\sim 10^{-3}$  Па. По методике, описанной в [3,7], измерялись температурные, амплитудные и временные зависимости низкочастотного ВТ и эффективного модуля сдвига, пропорционального квадрату частоты

собственных крутильных колебаний образца ( $f^2$ ). Относительная погрешность определения значений ВТ не превышала 1–2%, для  $f^2$  — 0.1%, а для относительной деформации сдвигом  $\gamma$  — 1%.

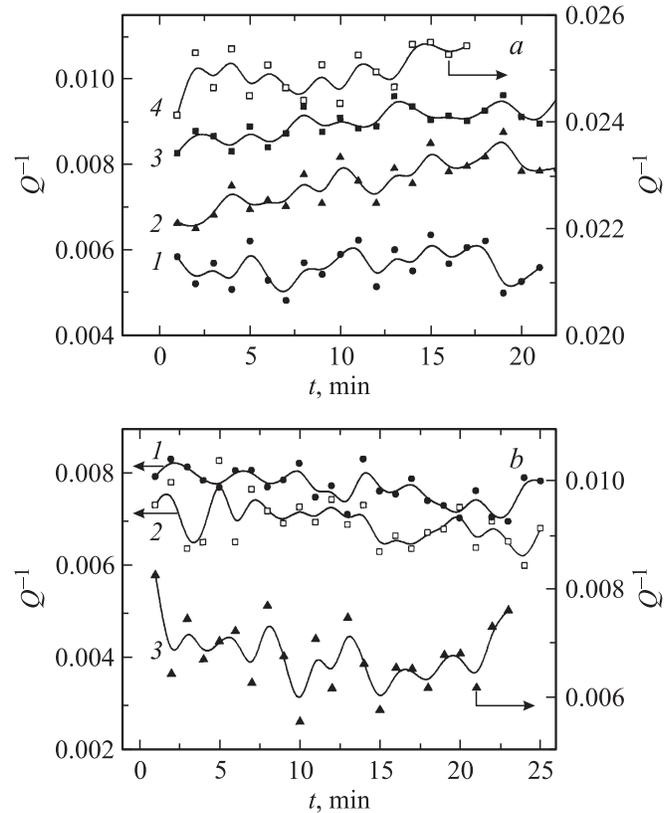
Образцы в виде цилиндров диаметром 1 mm и длиной 100–110 mm изготавливались из сплавов Al–0.001 wt.% Cu и Al–0.01 wt.% Cu протяжкой через маршрут фильер с последующим отжигом при 350°C (2 h). После этого образцы находились в течение длительного периода времени (более  $10^4$  h) при комнатной температуре для получения насыщенных дислокационных атмосфер.

Для формирования осцилляций на временных зависимостях ВТ образцы циклически деформировались в течение некоторого времени  $t_0$  при определенных значениях амплитуды деформации  $\gamma_0$ . Такую обработку материала вслед за авторами [8] мы назвали „накачкой“. После „накачки“ амплитуда деформации уменьшалась до  $\sim 2.4 \cdot 10^{-5}$  и проводилось исследование временных зависимостей ВТ и  $f^2 \sim G_{\text{эф}}$ . При „накачке“ амплитуду деформации удерживали в интервале  $\pm 2 \cdot 10^{-6}$ , при измерении временных зависимостей — в интервале  $\pm 2 \cdot 10^{-7}$ .

Для дестабилизации дислокационно-примесной атмосферы в сплавах одна часть образцов термоциклировалась в окрестности температуры конденсации Коттрелла в интервале 20–150°C, включающем  $T_C$ , с различными скоростями нагрева-охлаждения. Это способствовало уменьшению концентрации атомов примеси на дислокациях и увеличению их количества в областях вокруг дислокационных линий. Вторая часть образцов нагревалась и выдерживалась при температурах выше  $T_C$  некоторое время, достаточное для того, чтобы атомы примеси после испарения с дислокаций успевали продиффундировать на определенное расстояние в глубь образца, а затем охлаждалась до комнатной температуры, после чего измерялись временные зависимости. Третья часть образцов после естественного старения микропластически деформировалась в релаксметре для создания свежих дислокаций, свободных от примесных атмосфер. Образцы этой партии затем отжигались при 160–170°C (в течение разного времени) для снятия напряжений, возникших при деформации, и выдерживались при температурах ниже  $T_C$  для получения начальных дислокационных атмосфер. Все образцы после исследований стабилизировались при комнатных температурах в течение длительного времени. Состояние дислокационной структуры образцов контролировалось по амплитудным зависимостям ВТ и  $f^2$ , измеряемым при увеличении и уменьшении амплитуды относительной деформации сдвига  $\gamma$ .

## 2. Экспериментальные данные и их обсуждение

Исследования временных зависимостей ВТ ( $Q^{-1}$ ) и  $f^2$ , проведенные на обоих образцах после длительного естественного старения, показали, что осцилляции на

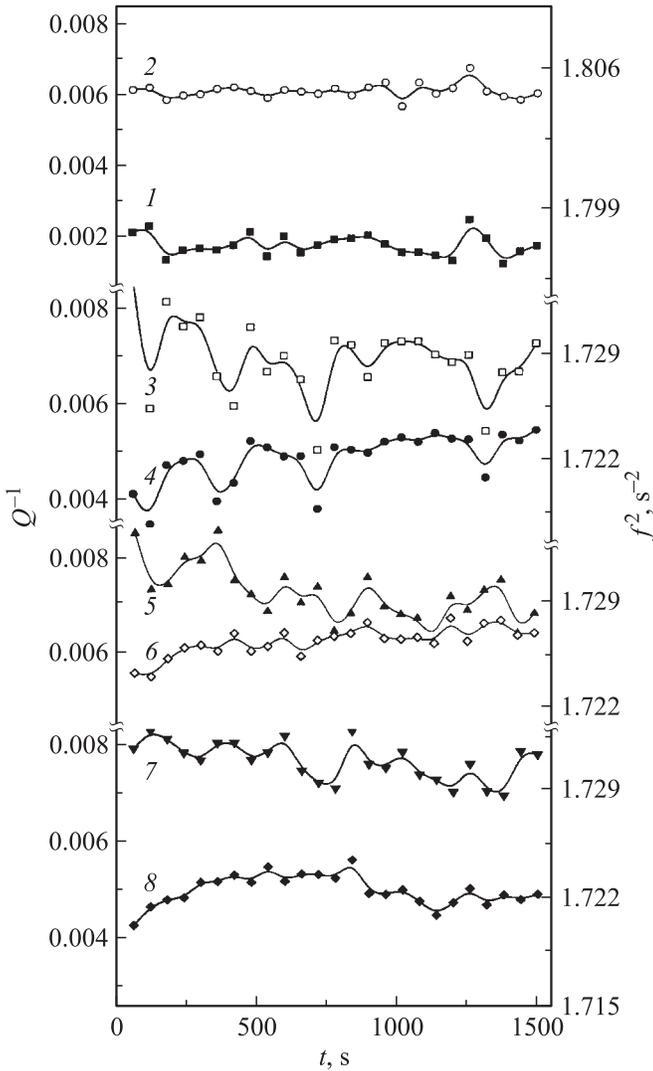


**Рис. 1.** Влияние  $\gamma_0$  и  $t_0$  на временные зависимости ВТ Al–0.01 wt.% Cu после естественного старения более  $3.6 \cdot 10^3$  h. а)  $t_0 = 5$  min;  $\gamma_0 = 3.6 \cdot 10^{-5}$  (1),  $6.2 \cdot 10^{-5}$  (2),  $8.0 \cdot 10^{-5}$  (3),  $10.1 \cdot 10^{-5}$  (4). б)  $t_0 = 3$  min;  $\gamma_0 = 3.5 \cdot 10^{-5}$  (1),  $6.3 \cdot 10^{-5}$  (2),  $8.2 \cdot 10^{-5}$  (3).

кривых  $Q^{-1}(t)$  при тех значениях  $t_0$  и  $\gamma_0$ , которые мы использовали в исследованиях, не возникают. Этот факт подтверждает наше предположение о важной роли нестабильности дислокационно-примесной структуры в исследуемых процессах (рис. 1). На рис. 1, а, б представлены результаты изучения временных зависимостей ВТ в сплаве Al–0.01 wt.% Cu непосредственно после длительного хранения при комнатной температуре. Видно, что „накачки“ при различных значениях  $\gamma_0$  и  $t_0$  приводят только к дестабилизации ВТ, при увеличении  $\gamma_0$  разброс данных увеличивается, но ярко выраженные осцилляции не возникают.

Результаты исследований, проведенных на образцах сплавов Al–0.001 wt.% Cu и Al–0.01 wt.% Cu с дестабилизированной дислокационно-примесной структурой, можно свести к следующему.

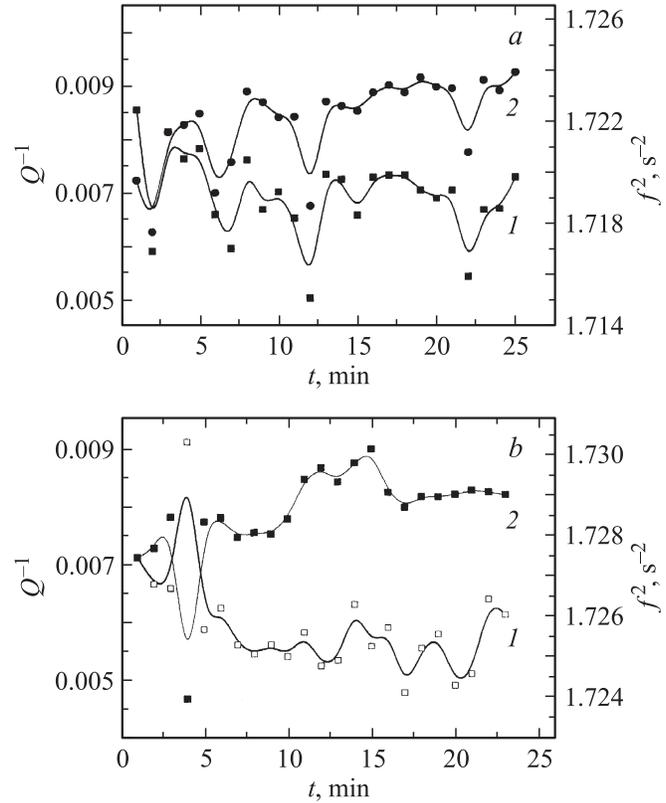
1) Ярко выраженные осцилляции на временных зависимостях ВТ возникают только при определенных значениях параметров „накачки“  $t_0$  и  $\gamma_0$  (см., например, рис. 2, на котором представлены результаты исследования влияния величины  $\gamma_0$  на формирование осцилляций на временных зависимостях ВТ и  $G_{\text{эф}}$  при оптимальном для данного образца времени накачки  $t_0$ ).



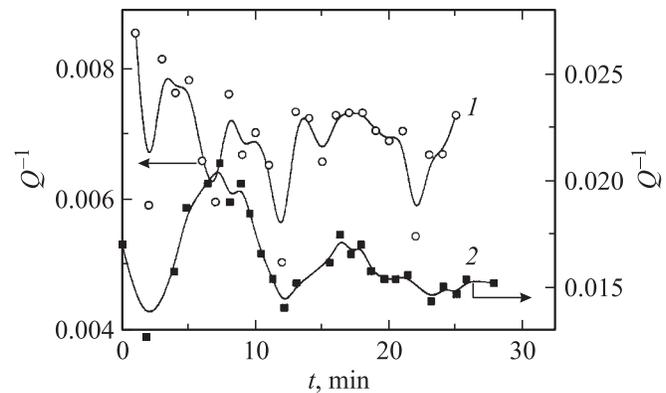
**Рис. 2.** Временные зависимости ВТ и  $G_{\text{эфф}} \sim f^2$  сплава Al–0.01 wt.% Cu после „отжига“ при 150°C (2 h), охлаждения до комнатной температуры и „накачек“ при этой температуре с различной амплитудой деформации  $\gamma_0$  в течение 3 min. 1, 3, 5, 7 — ВТ, 2, 4, 6, 8 —  $G_{\text{эфф}}$ .  $\gamma_0 = 3.5 \cdot 10^{-5}$  (1, 2),  $6.4 \cdot 10^{-5}$  (3, 4),  $8.1 \cdot 10^{-5}$  (5, 6),  $10.4 \cdot 10^{-5}$  (7, 8).

2) Осцилляции в системе алюминий–медь возникают не только на временных зависимостях ВТ, но и на временных зависимостях динамического модуля сдвига. Следует отметить необычную для классического дислокационного ВТ синхронность поведения динамического модуля сдвига и поглощения упругой энергии. Действительно, возрастание ВТ в нашем случае сопровождается возрастанием  $G_{\text{эфф}}$  (и наоборот), причем такая синхронность проявляется в области существования ярко выраженных осцилляций (рис. 3, a). Если же после стабилизации структуры осцилляции сильно ослабевают или не возникают вообще, то поведение ВТ и  $G_{\text{эфф}}$  переходит в обычное для этих свойств изменение в противофазе (рис. 3, b).

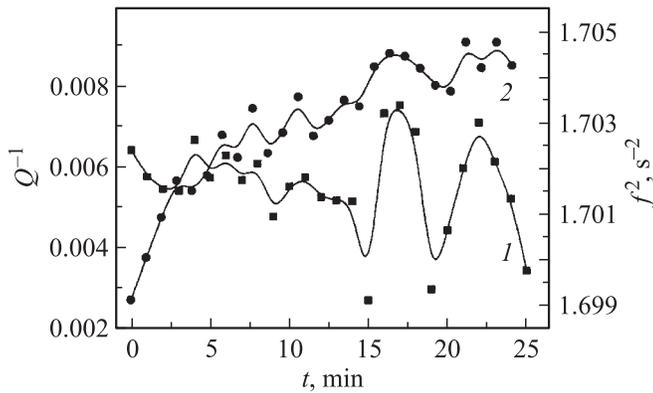
3) Амплитуда и период осцилляций после различных обработок разные, однако уменьшение содержания примесей в 10 раз при переходе от сплава Al–0.01 wt.% Cu к сплаву Al–0.001 wt.% Cu при одинаковых исходных обработках приводит лишь к незначительному уменьшению амплитуды осцилляций и заметному изменению их периода (рис. 4).



**Рис. 3.** Временные зависимости ВТ (1) и  $f^2 \sim G_{\text{эфф}}$  (2) Al–0.01 wt.% Cu. Кривые измерены после „накачки“ при  $3.5 \cdot 10^{-5}$  в течение 3 min при комнатной температуре. a — после серии термоциклов в интервале 20–150°C, b — после выдержки в течение  $7.2 \cdot 10^2$  h при комнатной температуре.



**Рис. 4.** Временные зависимости ВТ в сплавах Al–0.01 wt.% Cu (1) и Al–0.001 wt.% Cu (2) после „накачки“ при  $\gamma_0 = 6.4 \cdot 10^{-5}$  в течение 3 min.



**Рис. 5.** Временные зависимости ВТ (1) и  $G_{\text{эф}} \sim f^2$  (2) сплава Al–0.001 wt.% Cu после микропластической деформации и отжига при 170°C (1.5 h). Параметры „накачки“:  $\gamma_0 = 3.5 \cdot 10^{-5}$ ,  $t_0 = 3$  min.

4) Осцилляции на микропластически деформированных образцах практически не появляются, однако отжига существенно изменяют картину: ярко выраженные осцилляции на временных зависимостях возникают не сразу, а по истечении некоторого времени (рис. 5).

5) В исследуемых системах существует, как минимум, два вида временных зависимостей ВТ: осциллирующие временные зависимости ВТ и  $G_{\text{эф}}$  и более сложные, в которых осцилляции накладываются на общее уменьшение поглощения упругой энергии (или увеличение  $G_{\text{эф}}$ ) со временем.

6) Старение при комнатной температуре на протяжении длительного времени (более трех месяцев для сплава Al–0.01 wt.% Cu и более года для Al–0.001 wt.% Cu) снова приводит к практически полному исчезновению осцилляций на временных зависимостях и ВТ, и  $G_{\text{эф}}$ . Поведение ВТ и эффективного модуля сдвига со временем в этом случае становится подобным представленному на рис. 1.

Оценка параметров дислокационной структуры сплавов проводилась с использованием модели Келлера–Гранато–Люкке, которая удовлетворительно описывает поведение ВТ с амплитудой деформации в этих сплавах и дает физически приемлемые значения длины дислокационных сегментов между слабыми точками закрепления ( $L_C$ ), расстояния между узлами дислокационной сетки ( $L_N$ ) и энергии связи примеси с дислокацией ( $E$ ). Такая оценка осуществлялась после каждой обработки образцов. Так, расчеты показали, что концентрация примесей на дислокациях в сплаве Al–0.01 wt.% Cu после дестабилизации дислокационно-примесной структуры циклированием в окрестности  $T_C$  уменьшилась: после трех циклов (до 150°C) величина  $L_C$  возросла с  $2.36 \cdot 10^{-8}$  до  $7.02 \cdot 10^{-8}$  м, количество атомов примеси на дислокационных сегментах уменьшилось с 28 до 9 на сегмент, а энергия связи  $E$ , определенная из температурных зависимостей  $\gamma_1$ , составила 0.031 eV, что неплохо согласуется с литературными данными [9].

„Накачки“ при оптимальных значениях  $\gamma_0$ ,  $t_0$  приводили к еще большему освобождению дислокаций от примесей и уменьшению концентрации последних на дислокациях. Следовательно, осцилляции появляются тогда, когда содержание примеси на дислокациях меньше, чем в стабилизированном состоянии. Исходя из классических представлений такие дислокации должны вносить больший вклад в общий уровень ВТ, и трение должно увеличиваться, а эффективный модуль уменьшаться, поскольку возрастает дислокационная деформация образца. Мы же наблюдали нечто противоположное: и ВТ, и эффективный модуль росли одновременно. Более того, их изменение во времени было периодическим, что невозможно объяснить с точки зрения современных представлений о дислокационном ВТ (по крайней мере, мы не нашли подобных моделей). В то же время такое поведение исследуемых величин можно попытаться объяснить, исследуя эволюцию дестабилизированной дислокационно-примесной структуры во времени. Известно, что выведенная из состояния равновесия дислокационно-примесная структура, эволюционируя во времени, может потерять пространственную устойчивость под действием внешних факторов. Потеря пространственной устойчивости в свою очередь может привести к образованию флуктуаций как плотности самих дислокаций (при образовании дислокационных ячеек), так и плотности закрепляющих дислокации атмосфер (иными словами, к самоорганизации) [10,11]. Такой подход, как нам представляется, позволит объяснить появление осцилляций на временных зависимостях и ВТ, и эффективного модуля сдвига, их исчезновение в „стабилизированных“ образцах и значительную зависимость „качества осцилляций“ от состояния дислокационно-примесной структуры образца в каждый конкретный момент времени, не прибегая к дополнительным предположениям.

Действительно, если допустить, что в нестабильных системах, каковыми являются дислокационно-примесные ансамбли всех исследуемых образцов (кроме состаренных), дефектная структура под действием используемых нами „накачек“ может терять пространственную устойчивость [10,11], то в ней могут возникнуть и процессы самоорганизации. Обычно такие процессы (коллективные процессы, как их иногда называют) проявляются в формировании полос скольжения, дислокационных ячеек, упорядоченных магнитных доменов и т.п. В чем же проявится коллективный характер взаимодействия дислокаций с примесными атмосферами? Согласно [12,13], он может выражаться в резком увеличении „лобового“ сопротивления среды движению дислокаций, если их скорость превысит некоторую критическую величину. Дислокациям для преодоления этого сопротивления в условиях продолжающегося воздействия внешних напряжений приходится совершать поперечные колебательные движения в плоскости скольжения. Попробуем представить, как такое поведение дислокаций отразится на ВТ и поведении эффектив-

ного модуля сдвига. Рост „лобового“ сопротивления движению дислокаций должен проявляться в увеличении эффективного модуля сдвига (фактическая дислокационная деформация образца уменьшится) и одновременном увеличении ВТ (вязкость среды возрастает). Для преодоления возникшего препятствия дислокации начнут, согласно [12,13], колебательные поперечные движения в плоскости основного скольжения. В этом случае они не будут „ощущать“ такого сопротивления среды, как при движении в направлении приложенного внешнего напряжения. Следовательно, дислокационная податливость вырастет, деформация увеличится, эффективный модуль уменьшится. Станет меньше и ВТ (вязкость среды в этом случае меньше). Таким образом, перекачка кинетической энергии поступательного движения дислокаций (под действием переменной внешней силы) в их поперечное колебательное движение в основной плоскости скольжения при проявлении коллективного характера взаимодействия дислокаций с примесными атмосферами может стать, по нашему мнению, причиной синхронного осциллирующего поведения модуля сдвига и ВТ.

Отметим, что возникновение подобного состояния возможно только при определенной концентрации примесей вокруг дислокаций и только в нестабильных системах, подчиняющихся термодинамике неравновесных процессов. Если оба условия выполняются, то осцилляции будут возникать. Если хотя бы одно из них отсутствует, то будет наблюдаться хаотическое изменение во времени характеристик, связанных с дислокационной деформацией (как на рис. 1).

Сложный характер временных зависимостей ВТ и динамического модуля сдвига может свидетельствовать о том, что одновременно с процессами коллективного взаимодействия дислокаций с примесями в образцах могут протекать и классические процессы движения примесей вдоль дислокационных трубок, приводящие к классическим же экспоненциально убывающим временным зависимостям ВТ [2].

Все изложенное выше позволяет нам предположить, что обнаруженное синхронно-осциллирующее поведение ВТ и динамического модуля сдвига есть результат коллективного взаимодействия дислокаций с примесями в разбавленных сплавах алюминия с медью. Однако только моделирование этого процесса с учетом рассеяния упругой энергии дислокациями, движущимися в направлении приложенных переменных напряжений или совершающими поперечные колебательные движения в плоскости основного скольжения, сможет подтвердить это предположение.

Таким образом, в настоящей работе получены следующие результаты.

1) Впервые обнаружены синхронные осцилляции на временных зависимостях ВТ и динамического модуля сдвига в разбавленных сплавах системы Al–Cu.

2) Установлено, что необходимыми условиями возникновения синхронных осцилляций являются неста-

бильность дислокационно-примесной структуры и оптимальная концентрация точечных дефектов вблизи дислокаций.

3) Высказано предположение, что возникновение таких осцилляций на временных зависимостях и ВТ, и динамического модуля можно объяснить появлением при определенных условиях коллективного характера взаимодействия между дислокациями и примесными атомами.

## Список литературы

- [1] А.В. Олейнич-Лысюк. ФТТ **44**, 1053 (2002).
- [2] М.А. Криштал, С.А. Головин. Внутреннее трение и структура металлов. Металлургия, М. (1976). 375 с.
- [3] И.А. Варвус, С.Б. Стронгин. Демпфирующие металлические материалы. Тез. докл. 5-й Науч.-техн. конф. Киров (1988). С. 96–97.
- [4] Метод внутреннего трения в металловедческих исследованиях. Справочник / Под ред. М.С. Блантера, Ю.В. Пигузова. Металлургия, М. (1991). 248 с.
- [5] A.V. Oleynich-Lysyuk, B.I. Gutsulyak. In: The XXI Int. Conf. on Relaxation Phenomena in Solids. Abstracts. Voronezh State University, Voronezh (2004). P. 25.
- [6] С.А. Головин, И.В. Троицкий, Л.А. Устинова. Взаимодействие дефектов и свойства тел. Тульск. политехн. ин-т, Тула (1976). С. 56.
- [7] А.В. Олейнич, Б.Г. Стронгин, Н.Д. Раранский, В.В. Лисюк, В.Т. Маслюк. Металлофизика и новейшие технологии **19**, 62 (1997).
- [8] П.А. Яковишин, Б.Г. Стронгин. ФХОМ **4**, 123 (1982).
- [9] И.И. Новиков. Дефекты кристаллического строения металлов. Металлургия, М. (1975). С. 135–142.
- [10] Г.А. Малыгин. УФН **169**, 979 (1999).
- [11] Г.А. Малыгин. ФТТ **33**, 3267 (1991).
- [12] В.В. Малашенко, В.Л. Соболев, Б.И. Худик. ФТТ **29**, 1614 (1987).
- [13] В.В. Малашенко. ФТТ **39**, 493 (1997).