

УДК 669.14.018

©1995

ДИСЛОКАЦИОННОЕ ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ МЕДИ ПОСЛЕ МОЩНЫХ ИМПУЛЬСНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ

В.И.Лаврентьев

Институт прикладной физики АН Украины, Сумы
Поступила в Редакцию 17 июня 1994 г.

Изучаются аномалии внутреннего трения (ВТ) меди, облученной мощными ионными пучками. Выделен дебаевский пик, механизм которого связывается с торможением колеблющихся дислокаций закрепляющими дивакансиями. Определена энергия взаимодействия дислокации с дивакансией. Анализ составляющих температурного спектра ВТ показывает эволюцию дислокационной структуры металла при повышении энерговыклада.

Структурные дефекты и их взаимодействия определяют механические свойства металлов [1]. Многообразие обработок, которым подвергаются металлы в связи с их практическим использованием, позволяет варьировать эти свойства в широких пределах, преимущественно выделяя какие-либо из них. Так, при мощных импульсных воздействиях, развиваемых в последнее время [2,3], улучшаются такие поверхностные свойства металлов, как износостойкость, антифрикционные, усталостные и другие свойства. Природа же этих явлений далеко еще не ясна ввиду сложности возникающей при этом дефектной структуры, что создает определенные трудности в эффективном применении традиционных исследовательских методов. В настоящей работе для изучения структурных дефектов в поликристаллической меди, облученной мощными ионными пучками (МИП), впервые применен метод внутреннего трения (ВТ), обладающий высокой чувствительностью к различным изменениям структуры материала и позволяющий получать достоверную информацию о термодинамических и кинетических свойствах дефектов [4].

1. Методика эксперимента

Измерения ВТ осуществлялись на установке электростатического возбуждения изгибных колебаний [4] консольно закрепленного образца на частоте ~ 1 кГц в вакууме $1.3 \cdot 10^{-3}$ Па в интервале температур 293–773 К. Скорость нагрева составляла 5 К/мин. Относительная деформация в процессе измерений не превышала $5 \cdot 10^{-6}$.

Образцы вырезались из медных (99.95 объемных % Cu) поликристаллических пластин толщиной 0.3 мм электроискровым способом и

имели размер 2×10 мм. Перед измерениями ВТ образцы утончались химическим травлением в 50% HNO_3 до толщины 170 мкм со стороны, обратной воздействию МИП.

Облучение проводилось в камере технологического ускорителя «Тонус» [5] ионами углерода (50%) и водорода (50%) при следующих режимах: энергия ионов 450 keV, длительность импульса $\tau = 100$ пс. Варьировали плотность ионного тока (10 – 200 А/см²) и число импульсов ($n = 1$ – 59).

2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Проводились исследования температурной зависимости ВТ меди до и после воздействия МИП, а затем выделялся вклад, обусловленный этим воздействием. Особый интерес в данной работе представляли эффекты, наблюдаемые в температурном интервале 373–773 К. На рис. 1 приведены некоторые экспериментальные результаты, отраженные в зависимостях $\Delta Q^{-1}(T)$, где $\Delta Q^{-1} = Q^{-1} - Q_0^{-1}$ (Q^{-1} и Q_0^{-1} — ВТ исходного и облученного образцов соответственно). Видно, что в рассматриваемом температурном интервале ВТ меняется значительно. Так, для образца, обработанного одним импульсом ($n = 1$) при поверхностной плотности энергии, введенной в образец ионным пучком, $\varepsilon = 2.5$ Дж/см² (кривая 1 на рис. 1), ВТ выше 570 К начинает монотонно возрастать, при 688 К достигает максимума, затем наблюдается непродолжительный спад и после 718 К вновь ВТ растет. Повышение интенсивности воздействия ($n = 1$, $\varepsilon = 3.5$ Дж/см²) (кривая 2 на рис. 1) приводит к тому, что после начального роста ВТ при температурах выше 630 К выходит на плато. Повышение количества импульсов, воздействующих на образец, приводит к формированию максимума ВТ, который при многократном воздействии понижается.

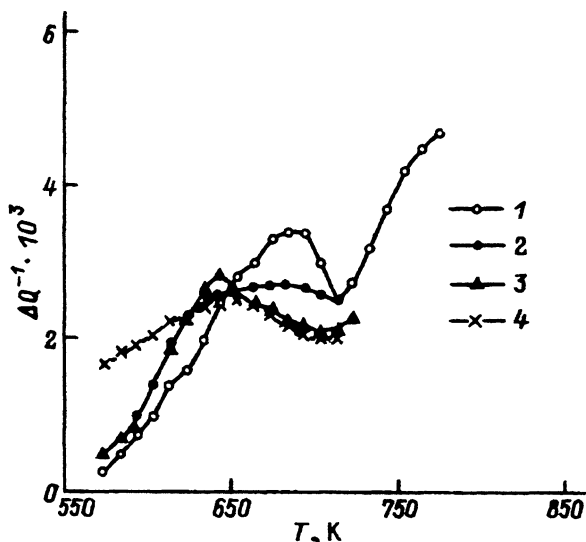


Рис. 1. Температурная зависимость ВТ образцов меди, обусловленного воздействием МИП.

n и ε (Дж/см²): 1 — 1 и 2.5, 2 — 1 и 3.5, 3 — 11 и 3.5, 4 — 59 и 3.5.

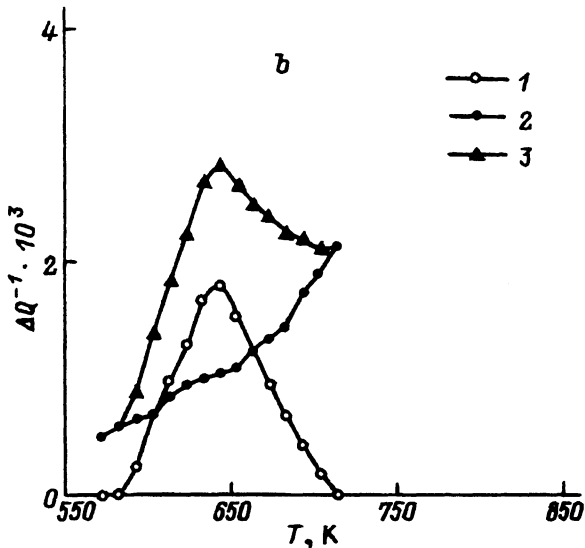
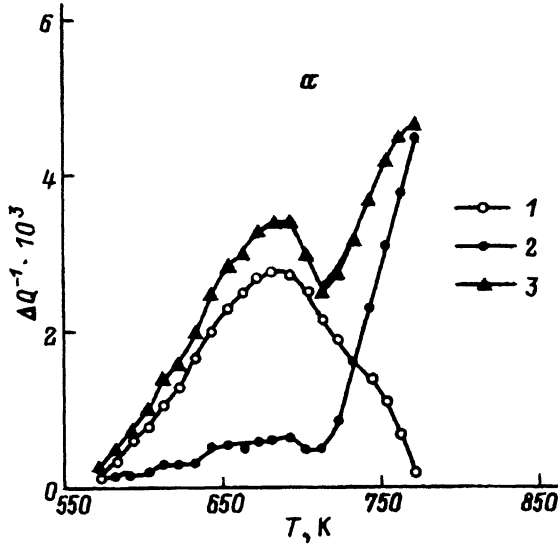


Рис. 2. Разложение температурной зависимости ВТ образцов меди (3) на составляющие с выделением максимума (1) и фона (2) после воздействия МИП. n и ε (J/cm^2): 1 и 2.5 (а), 11 и 3.5 (б).

Появление максимума на полученных зависимостях в одном и том же температурном интервале наводит на мысль о возможности релаксационного процесса. Действительно, выделение пика ВТ (кривая 1 на рис. 2) и построение его в координатах $\Delta Q^{-1} - T^{-1}$ подтверждает его дебаевскую форму (рис. 3), причем пик для всех образцов обладает одним временем релаксации. Выделение максимума ВТ показывает, что для образцов, обработанных одним импульсом, фон ВТ начинает резко возрастать при температурах выше 700 К, а при $n > 1$ такой рост будет наблюдаться, видимо, при более высоких температурах (кривая 2 на рис. 2).

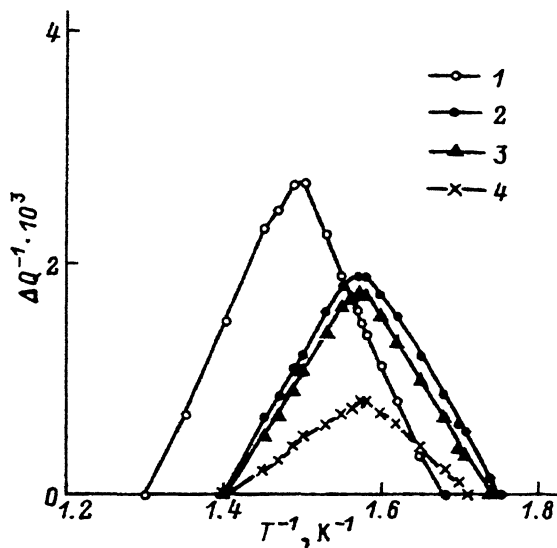


Рис. 3. Зависимость ВТ образцов меди от обратной температуры за вычетом фона после воздействия МИП.
 n и ϵ (J/cm^2): 1 — 1 и 2.5, 2 — 1 и 3.5, 3 — 11 и 3.5, 4 — 59 и 3.5.

Таким образом, при температурах 620–690 К в облученной меди протекает релаксационный процесс, приводящий к максимальному затуханию колебаний, энергия активации которого, определенная по температурному положению пика [6], для образца с минимальным энерговкладом ($n = 1$, $\epsilon = 2.5 J/cm^2$) равна 1.20 eV, а для остальных образцов — 1.15 eV.

Для трактовки природы обнаруженного максимума ВТ в первую очередь необходимо констатировать, что он связан с повреждениями кристаллического строения, привнесенными мощными импульсными энергетическими воздействиями. Большая плотность энерговклада (до $5 J/cm^2$ за один импульс) и высокие скорости закалки ($\sim 10^9 K/s$) вызывают возникновение волн деформации, в результате чего в металле образуется большое количество дефектов: вакансий, междоузельных атомов, их комплексов, дислокаций и дефектов упаковки [2,3]. К температурам обсуждаемого пика междоузельные атомы, обладающие большой подвижностью, в основном оседают на стоках. Избыточные вакансии при этом также интенсивно отжигаются. Поэтому данный пик ВТ нельзя связывать только лишь с точечными дефектами, к тому же его энергия активации превышает значения, характеризующие вакансии и их комплексы в меди [7]. Вместе с тем возрастание ВТ наблюдал Касвелл [8] после закалки монокристаллической меди с 1270 К до комнатной температуры. Наклеп также приводил к увеличению ВТ монокристаллов меди и других металлов [9]. Подобные результаты многие авторы объясняют с помощью дислокационного ВТ, основываясь на модели Келлера-Гранато-Люкке [4]. Учитывая вышесказанное, а также значение высоты пика ВТ, уместно предположить, что наблюдаемый пик также некоторым образом обусловлен дислокациями. Действительно, дислокационное ВТ в килогерцевом диапазоне частот может увеличиваться или уменьшаться за счет изменения плотности дислокаций Λ средней длины дислокационных сегментов l [10], но также иметь вид дебаевского пика за счет действия различных механизмов

тормозения колебаний дислокаций в поле периодических напряжений, предложенных, в частности, Кеслером, Шоеком, Шиллером и др. [4].

С учетом полученного значения энергии активации наблюдаемый нами пик можно приписать взаимодействию дислокаций с дивакансиями. Именно такие дефектные комплексы в данном случае являются точками закрепления на дислокациях ввиду большой концентрации избыточных вакансий и устойчивости дивакансии в упругом поле дислокации. Механизм пика ВТ может быть следующим. Колебания дислокации приводят в движение и точки закрепления (дивакансии), которые тоже начинают совершать малые колебания с той же частотой f , но с некоторым запаздыванием. При условии

$$\omega\tau_v = 1 \quad (1)$$

($\omega = 2\pi f$, τ_v — время релаксации диффузионного перескока дивакансии, взаимодействующей с дислокацией) запаздывание становится максимальным, и на зависимости $Q^{-1}(T)$ должен наблюдаться дебаевский пик, причем в этот момент взаимодействие между дислокацией и дивакансией минимально. Отсюда энергия активации E данного пика ВТ должна складываться из энергии миграции дивакансии E_m^{2v} и энергии взаимодействия дислокации с дивакансией E_i :

$$E = E_m^{2v} + E_i. \quad (2)$$

Поскольку для меди $E_m^{2v} = 0.68$ eV [9], в нашем случае получаем $E_i \approx 0.52$ eV. Теоретическое значение энергии связи дивакансии с дислокацией можно получить с помощью выражения [11]

$$E_i = \frac{9}{6\pi^2} \frac{1+\nu}{1-\nu} Gv, \quad (3)$$

где ν — коэффициент Пуассона, G — модуль сдвига, v — объем дивакансии. Для вакансии в меди выражение (3) дает $E_i = 0.35$ eV [11]. Соответственно для дивакансии получаем $E_i = 0.60$ eV, что соответствует оценке, полученной из эксперимента с помощью (2).

При минимальном энерго вкладе (кривая 1 на рис. 3) высота пика ВТ максимальна, что объясняется большим расстоянием между неподвижными точками закрепления на дислокациях и участием почти всех закрепляющих дислокаций в формировании пика при колебаниях дислокаций. Увеличение энергии, введенной в образец ионным пучком, приводит к возрастанию плотности дислокаций Λ и уменьшению среднего расстояния между неподвижными точками закрепления дислокаций l . Это сказывается на уменьшении амплитуды колебаний дислокационных сегментов, и многие дивакансии перестают участвовать в данном релаксационном процессе. Кроме того, взаимодействие точечных дефектов при повышении их концентрации приводит к разрушению закрепляющих дивакансий. В результате пик ВТ понижается (рис. 3). Одновременное смещение пика в сторону низких температур при условии неизменности частотного фактора τ_0^{-1} может быть связано

с ростом внутренних напряжений за счет увеличения степени дефектности структуры. Так, если E_0 — энергия активации этого процесса в условиях внутренних напряжений σ , согласно [1] имеем

$$E = E_0 - \Omega\sigma, \quad (4)$$

где Ω — активационный объем. Для меди в связи с описанным процессом торможения дислокаций Ω имеет порядок 10^{-21} см^3 [1], поэтому соотношение (4) позволяет оценить внутренние напряжения в исследуемых образцах после многократных импульсных воздействий. Принимая $E = 1.15 \text{ eV}$, $E_0 = 1.20 \text{ eV}$, имеем $\sigma \approx 5 \cdot 10^7 \text{ dyn/cm}^2$.

Поскольку максимальное значение поля внутренних напряжений, обусловленных дислокациями, можно определить и с помощью соотношения [1]

$$\sigma = \frac{Gb\Lambda^{1/2}}{2\pi}, \quad (5)$$

b — вектор Бюргера, то можно оценить плотность дислокаций. Для меди $G \sim 10^{11} \text{ dyn/cm}^2$ [1] и полагая $b \sim 10^{-8} \text{ см}$, получаем $\Lambda \sim \sim 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Полученное значение на порядок превышает плотность дислокаций в поверхностных слоях металла после ионной имплантации [12] и поэтому представляется вполне разумным.

Известно [1], что вакансии, осажденные на дислокациях, являются благоприятным местом для зарождения дислокационных петель, которые образуются в контакте с дислокациями легче, чем в объеме материала. Конденсация точечных дефектов в металле с ГПК решеткой приводит к образованию призматических дефектов упаковки, которые называют «сидячими дислокациями Франка» [1]. Равновесная форма таких дислокационных петель в плоскостях $\{111\}$ должна быть гексагональной, ограниченной направлениями $\langle 110 \rangle$ с векторами Бюргера $1/2 \langle 110 \rangle$, которые наклонены к плоскости петли. В условиях внутренних напряжений и пересыщения вакансиями эти петли должны действовать как источники Франка-Рида, размножая дислокации в плоскостях $\langle 110 \rangle$. Напряжение σ_c , выше которого начинает работать источник Франка-Рида, можно оценить из соотношения [1]

$$\sigma_c = \frac{Gb}{l}. \quad (6)$$

Воспользуемся данным выражением для оценки средней длины дислокации между точками закрепления l , что имеет большое значение и для дислокационного ВТ. При этом будем считать, что величина внутренних напряжений в металле, определенная с помощью (4), равна σ_c . В пользу этого допущения свидетельствует тот факт, что пик ВТ, даже при многократном воздействии, не смещается больше в сторону низких температур (рис. 3). Следовательно, внутренние напряжения достигли уровня, при котором начинают действовать процессы микропластичности, компенсирующие дальнейший рост σ . Уровень напряжений при этом можно оценить как 10^{-4} Г [1], что как раз соответствует значению σ , полученному с помощью (4). С учетом всего выше изложенного

с помощью выражения (6) получаем $l \sim 10^{-4}$ см. Эта величина соответствует максимальному смещению ξ дислокационной петли (при периодических колебаниях с амплитудой деформации 10^{-6}), равному 10^{-7} см [8]. Уменьшение l лишь на порядок дает значение $\xi \sim 10^{-9}$ см, что приведет к резкому понижению пика ВТ. Разумность полученных оценок свидетельствует в пользу предложенного механизма пика.

Экспоненциальное возрастание составляющей ВТ выше 700 К после однократного воздействия (рис. 2) можно связывать с интенсивным осаждением избыточных вакансий на закрепляющие вакансии и дивакансии с образованием дислокационных петель, размножающих дислокации по механизму Франка-Рида (см. выше). Об этом свидетельствует и значение энергии активации, определенное, согласно [8], по наклону прямой, построенной для фоновой составляющей ВТ в координатах $\ln Q^{-1} - T^{-1}$, равное ~ 1.0 eV и совпадающее с энергией активации миграции вакансий в меди [9]. Последний процесс в данном случае как раз и будет определять повышение плотности дислокаций с ростом температуры. При повторном нагреве пик ВТ сохраняется лишь для образца с минимальным энерговыделением, так как концентрация избыточных вакансий недостаточна для подавления пика, хотя его высота понижается. При повышении концентрации избыточных вакансий ($n \geq 1$, $\varepsilon > 2.5$ J/cm²) пик ВТ повторно уже не проявляется. В результате многократных воздействий ($n > 1$) в металле формируется развитая сетка дислокаций сразу после облучения, поэтому объединение вакансий и осаждение их на дислокациях происходят на более ранних стадиях нагрева, и роста фона ВТ в рассматриваемом температурном интервале не наблюдается (рис. 2). Дальнейший нагрев образца приводит к диффузии вакансий вдоль дислокаций и осаждению их в узлах дислокационной сетки с образованием дефектов упаковки, что сказывается на исчезновении пика ВТ при повторном нагреве.

Таким образом, в работе получены следующие основные результаты.

- 1) Выделен пик на температурной зависимости ВТ поликристаллической меди после воздействия МИП, имеющий дебаевскую форму.
- 2) Предложен механизм пика ВТ, обусловленный диффузионным перескоком дивакансий, взаимодействующих с дислокациями, в поле периодических напряжений.
- 3) На основе предложенного механизма пика ВТ определена энергия взаимодействия дивакансии с дислокацией в меди, равная 0.52 eV, а также даны оценки плотности дислокаций в приповерхностных слоях меди после воздействия МИП ($\Lambda \approx 10^{11}$ см⁻²).
- 4) Предложен механизм роста фона ВТ при однократном воздействии ионного пучка на металл, заключающийся в интенсивном осаждении избыточных вакансий на точки закрепления дислокаций (вакансии, дивакансии) с образованием дислокационных петель.
- 5) Показано, что однократное воздействие ионного пучка приводит к преимущественному росту концентрации точечных дефектов, а многократное — к преимущественному росту плотности дислокаций с образованием развитой дислокационной сетки.

В заключение автор выражает благодарность А.Д. Погребняку за предоставленные образцы.

Список литературы

- [1] Физическое металловедение / Под ред. Р. Кана. В. 3. М.: Мир, 1968. 484 с.
- [2] Быковский Ю.А., Неволин В.Н., Фоминский В.Ю. Ионная и лазерная имплантация металлических материалов. М.: Энергоатомиздат, 1991. 240 с.
- [3] Шулов В.А., Ремнев Г.Е., Ночовная Н.А. и др. // Поверхность. 1993. № 5. С. 127-140.
- [4] Постников В.С. Внутреннее трение в металлах. М.: Metallургия, 1969. 330 с.
- [5] Веригин А.А., Крючков Ю.Ю., Погребняк А.Д. и др. // Поверхность. 1988. № 9. С. 106-111.
- [6] Новик А., Берри Б. Релаксационные явления в кристаллах. М.: Атомиздат, 1975. 472 с.
- [7] Ламаск А., Динс Дж. Точечные дефекты в металлах. М.: Мир, 1966. 292 с.
- [8] Внутреннее трение металлов / Под ред. Б.Н. Финкельштейна. М.: Metallургия, 1963. 128 с.
- [9] Томпсон М. Дефекты и радиационные повреждения в металлах. М.: Мир, 1971. 368 с.
- [10] Внутреннее трение и дефекты в металлах / Под ред. В.С. Постникова. М.: Metallургия, 1965. 420 с.
- [11] Фридель Ж. Дислокации. М.: Мир, 1967. 644 с.
- [12] Диденко А.Н., Козлов Э.В., Шаркеев Ю.П. и др. // Поверхность. 1989. № 3. С. 120-131.