

УДК 539.67:539.374

©1995

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА АМПЛИТУДНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМИРОВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ

*К.В. Сапожников, С.Б. Кустов*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021, Санкт-Петербург, Россия

(Поступила в Редакцию 10 марта 1995 г.)

В окончательной редакции 20 апреля 1995 г.)

Зависимости поглощения энергии ультразвуковых колебаний частотой 100 кГц от амплитуды колебательной деформации исследованы в широком диапазоне температур непосредственно в процессе квазистатического деформирования монокристаллов NaCl и примесного алюминия. Обнаружено, что зависимость амплитудно-зависимого внутреннего трения, измеренного в процессе деформирования, от температуры имеет максимум при температуре около 180 К для алюминия и 340 К для NaCl. Обсуждаются физические механизмы, определяющие температурные зависимости величины амплитудно-зависимого внутреннего трения и типа амплитудного гистерезиса внутреннего трения.

Исследования дислокационного амплитудно-зависимого внутреннего трения (АЗВТ) позволяют получать информацию о взаимодействии дислокаций и точечных дефектов (ТД) при колебательном и квазистатическом нагружении твердых тел [1-3]. Имеется значительное число работ, в которых исследовалось влияние температуры на АЗВТ, но почти во всех этих работах измерения проводились на предварительно деформированных образцах. Только в [4] измерения проводились непосредственно в процессе деформирования при различных температурах. Было обнаружено, что АЗВТ в монокристаллах алюминия убывает с ростом температуры в диапазоне 200-400 К.

Известно, что при измерениях АЗВТ в процессе деформирования наблюдается акустопластический эффект (АПЭ) [1,3], который проявляется как увеличение скорости ползучести или как уменьшение напряжения течения при активном деформировании. Измерения зависимостей поглощения энергии колебаний, вызывающих АПЭ, от амплитуды колебаний можно использовать в качестве дополнительного источника информации о механизмах АПЭ. Такие измерения проводились ранее только при комнатной температуре [5-8]. Таким образом, представляют интерес совместные исследования АЗВТ и АПЭ в процессе деформирования кристаллов в широком диапазоне температур. В настоящей работе приведены результаты исследований АЗВТ. Влиянию температуры на АПЭ, наблюдавшийся нами при измерениях АЗВТ, будет посвящено отдельное сообщение.

Компьютерно-управляемая установка [9] на базе метода составного пьезоэлектрического вибратора использовалась для возбуждения в образцах ультразвуковых колебаний частотой около 100 kHz и измерения АЗВТ. Совместная регистрация АЗВТ и АПЭ производилась в процессе трехточечного изгиба образцов, длина которых составляла три полуволны ультразвука. При этом точки приложения нагрузки совпадали с узлами смещения стоячей волны [1]. Образцы деформировались в гидравлической испытательной машине «Инстрон 1341», оснащенной температурной камерой, при постоянной скорости перемещения деформирующих опор  $10^{-5}$  mm/s.

В качестве материалов для исследования были выбраны монокристаллы NaCl и примесного алюминия. Для данных материалов имеются исследования как АЗВТ для предварительно деформированных образцов в широком диапазоне температур [1,10], так и АПЭ при комнатной температуре [5,6]. Образцы NaCl в виде стержней прямоугольного сечения, ориентированных вдоль направления [100], выкалывались по плоскостям спайности из монокристалла заводского изготовления, выращенного методом Киропулоса из химически чистого сырья (общее содержание примесей катионного типа составляло меньше  $10^{-2}$  mol.%). Исследованные образцы NaCl имели предел текучести на сжатие около 1 МПа (нормальные напряжения). Образцы алюминиевого сплава отрезались от монокристаллических стержней сечением  $3 \times 3$  mm, выращенных в направлении [100] методом Степанова. Основные примеси: Si — 0.66 wt.%, Fe — 0.22 wt.%, прочие — в сумме не более 0.1 wt.% [10]. Экспериментальные образцы исходно были в отожженном состоянии, а АЗВТ в исследуемом диапазоне амплитуд колебаний отсутствовало. Следовательно, АЗВТ, наблюдавшееся в экспериментах, есть результат колебательного движения свежих дислокаций, появление и поступательное движение которых обуславливало макроскопическое пластическое течение.

Зависимости внутреннего трения от амплитуды колебательной деформации при различных температурах измерялись на одном и том же образце. Чтобы проверить влияние степени предварительной деформации на измеряемые зависимости, измерения проводились как при последовательном увеличении, так и при последовательном понижении температуры опыта. Влияние степени предварительной деформации на АЗВТ было заметным, но им можно пренебречь в связи с гораздо более сильным влиянием температуры. Эксперименты были проведены на трех образцах NaCl и двух образцах алюминия и показали хорошую воспроизводимость результатов.

Измерения производились следующим образом. Когда температура опыта стабилизировалась, образец нагружался. После начала пластического течения последовательно производились 1–3 совместных измерения амплитудных зависимостей внутреннего трения и АПЭ. Амплитуда колебаний с заданным шагом сначала увеличивалась от минимального значения в амплитудно-независимой области до заданного максимального значения, а затем уменьшалась до минимума. Одно измерение амплитудных зависимостей внутреннего трения и АПЭ занимало около 30 s.

## 2. Экспериментальные результаты

На рис. 1 приведены некоторые характерные экспериментальные зависимости декремента колебаний  $\delta$  вибратора от амплитуды колебательной деформации  $\varepsilon_m$  для образца алюминия при различных температурах. Результаты обработки всех экспериментальных кривых представлены на рис. 2. Там изображены температурные зависимости амплитудно-зависимых декремента колебаний  $\delta_h$  и дефекта модуля Юнга  $(\Delta E/E)_h$  вибратора с образцом алюминия, зарегистрированных при определенной величине амплитуды колебательных напряжений  $\sigma_m = \varepsilon_m E_{100}$ , где  $E_{100}$  — модуль Юнга в направлении [100]. Данные по температурным зависимостям  $E_{100}$  взяты из [11]. Учитывая, что в наших экспериментах  $(\Delta E/E)_h \ll 1$ , температурной зависимостью дефекта модуля Юнга можно пренебречь. Рис. 3 демонстрирует некоторые экспериментальные зависимости для образца NaCl; результаты обработки всех зависимостей для двух значений амплитуды колебательных напряжений приведены на рис. 4.

Видно, что АЗВТ является характеристикой, весьма чувствительной к изменениям температуры. Оба исследованных материала демонстрируют наличие максимума АЗВТ при температурах около 180 К в алюминии и около 340 К в NaCl. Представляет интерес различный характер амплитудного гистерезиса АЗВТ (несовпадение АЗВТ, измеренного при возрастании и последующем убывании амплитуды колебаний) в исследованных материалах. В примесном алюминии наблюдается обычный гистерезис АЗВТ (зависимость убывания выше зависимости возрастания), практически исчезающий при низких температу-

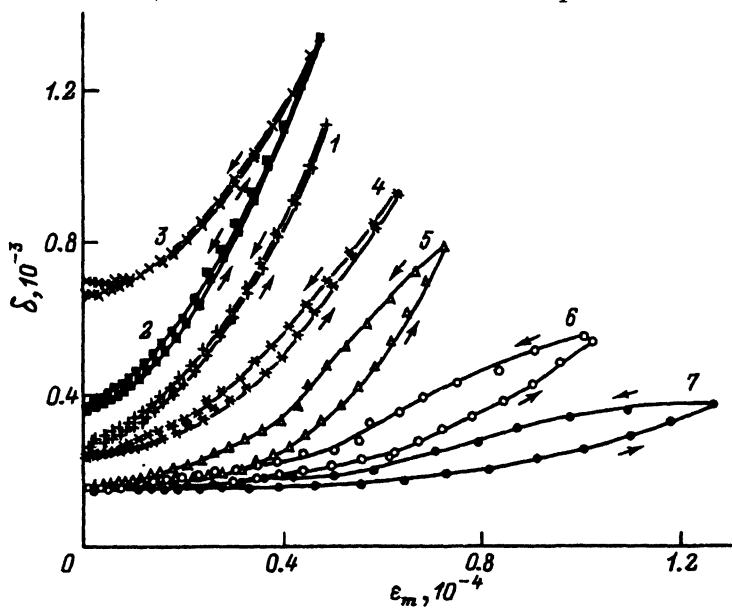


Рис. 1. Амплитудные зависимости декремента  $\delta$  вибратора с образцом алюминия, измеренные в процессе деформирования при различных температурах.  $T$  (К): 1 — 160, 2 — 190, 3 — 211, 4 — 258, 5 — 295, 6 — 327, 7 — 366. Стрелки показывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.

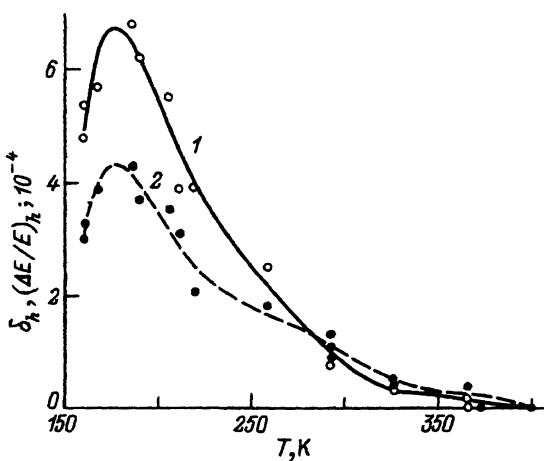


Рис. 2. Температурные зависимости амплитудно-зависимых декремента колебаний  $\delta_h$  (1) и дефекта модуля Юнга  $(\Delta E/E)_h$  (2) вибратора с образцом алюминия при фиксированной величине амплитуды колебательных напряжений  $\sigma_m = 2.5$  МПа.

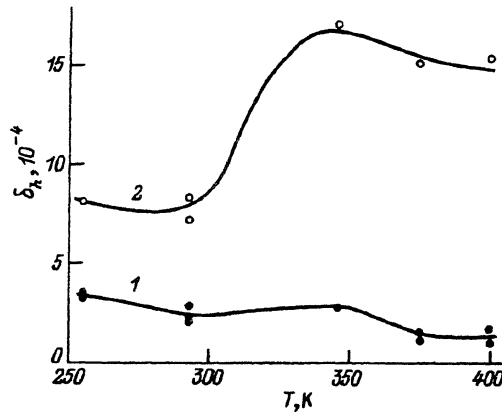


Рис. 4. Температурные зависимости амплитудно-зависимого декремента  $\delta_h$  вибратора с образцом NaCl при фиксированных величинах амплитуды колебательных напряжений.  $\sigma_m$  (МПа): 1 — 0.75, 2 — 1.5.

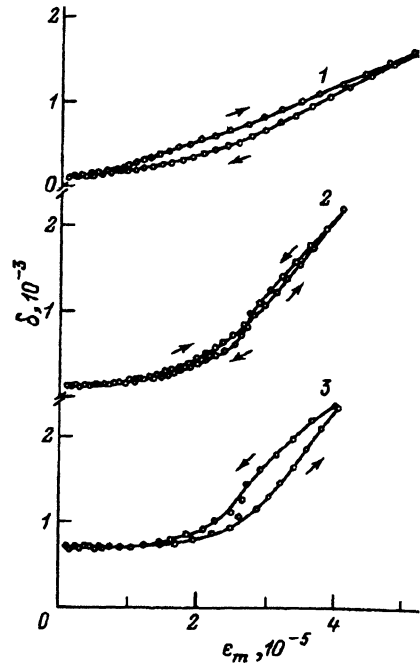


Рис. 3. Амплитудные зависимости декремента  $\delta$  вибратора с образцом NaCl, измеренные в процессе деформирования при различных температурах.  $T$  (K): 1 — 255, 2 — 345, 3 — 400. Стрелки показывают направление изменения амплитуды колебаний при измерениях.

рах. В NaCl наблюдается более сложное поведение. При относительно низких температурах наблюдается четко выраженный аномальный гистерезис АЗВТ (зависимость убывания ниже зависимости возрастания), который с ростом температуры опыта уменьшается и меняется на нормальный при превышении некоторой критической температуры. Температура, при которой меняется тип амплитудного гистерезиса в NaCl, приблизительно совпадает с температурой максимума АЗВТ.

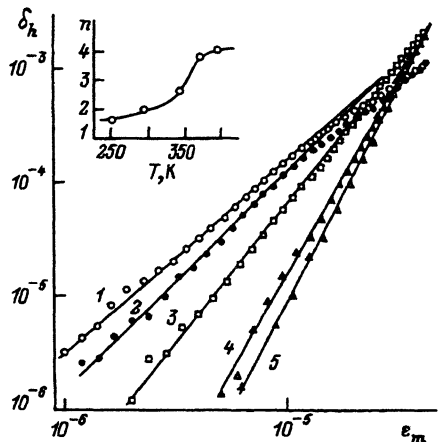


Рис. 5. Амплитудно-зависимая часть  $\delta_h$  декремента вибратора с образцом NaCl в процессе деформирования при различных температурах.

$T$  (К): 1 — 255, 2 — 295, 3 — 345, 4 — 375, 5 — 400. В координатах  $\ln \delta_h - \ln \varepsilon_m$  представлены возрастающие ветви амплитудных зависимостей внутреннего трения. Прямые линии соответствуют степенным функциям, зависимость показателя степени  $n$  которых от температуры показана на врезке.

Результаты обработки экспериментальных кривых для образца NaCl представлены на рис. 5. Видно, что АЗВТ, измеренное при возрастании амплитуды колебаний, хорошо аппроксимируется степенными функциями  $\delta_h \propto \varepsilon_m^n$  (на кривых 1 и 2 при высоких амплитудах имеется насыщение, обусловленное заметанием вакансий дислокациями [2]). Показатель степени  $n$  значительно возрастает в окрестности температуры максимума АЗВТ и смены типа амплитудного гистерезиса.

### 3. Обсуждение

Считается, что при частотах порядка  $10^5$  Hz и не слишком высоких амплитудах колебаний АЗВТ отражает колебательное гистерезисное движение дислокаций в потенциальном рельефе ТД [1,13,14]. При этом преодоление препятствий дислокациями может происходить как с помощью процессов термической активации, так и чисто силовым путем [13,14]. При низких температурах, когда подвижность ТД мала, АЗВТ сильно растет при увеличении температуры вследствие увеличения вероятности термоактивированного преодоления ТД (открепления от ТД в моделях отрыва [1]). С точки зрения авторов [14], дополнительный вклад в эту зависимость может вносить перераспределение между термоактивированными и атермическими процессами преодоления ТД в пользу первых с ростом температуры. Увеличение подвижности ТД с ростом температуры приводит к образованию облаков ТД дислокаций (атмосферы Коттрелла), а в процессе пластической деформации — к проявлению эффекта динамического деформационного старения (ДДС), т.е. к образованию подвижных атмосфер Коттрелла вокруг подвижных дислокаций. Это обуславливает переход к уменьшению АЗВТ с дальнейшим ростом температуры вследствие уменьшения подвижности дислокаций. Таким образом, при некоторой температуре должен иметь место максимум АЗВТ. Для исследованного примесного алюминия в случае измерений на предварительно деформированном образце [10] широкий максимум АЗВТ наблюдался при температурах около 200 К. Подобный, но более узкий, максимум, сопровождаемый максимумом амплитудно-зависимого дефекта модуля Юнга, наблюдался и в наших экспериментах (рис. 2). Полученные результа-

ты хорошо согласуются с данными [14,15] по влиянию температуры на АЗВТ в алюминии и его сплавах. Для исследованных монокристаллов NaCl максимум наблюдался при более высокой температуре — около 340 К (рис. 4). Это связано с тем, что ТД основного типа, определяющие гистерезисные потери в NaCl, становятся достаточно подвижными при более высокой температуре, чем в алюминии.

Рассмотрим теперь особенности амплитудного гистерезиса АЗВТ в исследованных материалах. Поведение АЗВТ в примесном алюминии достаточно обычно. При низких температурах, когда ТД малоподвижны, амплитудный гистерезис АЗВТ отсутствует. При высоких температурах, когда подвижные дислокации окружены атмосферами Коттрелла, измерение АЗВТ в процессе деформирования ведет к потере этих атмосфер. В результате этого АЗВТ, измеренное при убывании амплитуды, оказывается выше АЗВТ, измеренного при предшествующем возрастании амплитуды. Чем выше температура, тем насыщенней атмосферы и больше амплитудный гистерезис АЗВТ. Имеет значение также скорость деформирования. В [6], где исследовался тот же самый материал, амплитудный гистерезис АЗВТ при комнатной температуре не наблюдался, поскольку скорость перемещения деформирующих опор была в 10 раз выше, чем в настоящей работе. Таким образом, наличие нормального гистерезиса у АЗВТ, измеренного в процессе деформирования, является индикатором эффекта ДДС (при условии отсутствия процесса размножения дислокаций ультразвуком), так же как и убывание АЗВТ с ростом температуры.

При рассмотрении взаимодействия дислокаций и ТД в ионных кристаллах необходимо учитывать не только упругую, но и электростатическую силу. Считается, что при не слишком высоких температурах дислокации в номинально чистых или с катионным типом примесей кристаллах типа NaCl заряжены отрицательно и, если они неподвижны, окружены облаками ТД противоположного знака (атмосферы Дебая-Хюккеля) [16]. В [12] показано, что аномальный амплитудный гистерезис АЗВТ в щелочно-галогидных кристаллах при комнатной и более низких температурах обусловлен заметанием катионных вакансий подвижными дислокациями в процессе измерения. При  $T > 340$  К поведение АЗВТ в NaCl аналогично поведению АЗВТ в примесном алюминии при  $T > 180$  К. Таким образом, следует предположить, что в NaCl при  $T > 340$  К также начинает проявляться эффект ДДС, связанный с образованием подвижных атмосфер Дебая-Хюккеля у подвижных дислокаций. ТД, ответственными за это, являются примесные катионы  $Me^{2+}$  [16]. В пользу такой интерпретации свидетельствует сильный рост показателя  $n$  степенных функций, аппроксимирующих АЗВТ, в окрестностях температуры максимума АЗВТ (рис. 5). Известно, что при низких температурах  $n$  практически не зависит от температуры, но растет со временем последеформационного старения [1]. Таким образом, вид амплитудного гистерезиса в NaCl определяется конкуренцией двух процессов, происходящих при измерении АЗВТ: заметанием вакансий подвижными дислокациями и потерей подвижными дислокациями атмосфер, состоящих из катионов  $Me^{2+}$  (высокие температуры). При определенной промежуточной температуре влияние этих процессов на АЗВТ компенсируется, и амплитудный гистерезис практически отсутствует. Точнее, компенсация происходит не одновременно при всех амплитудах (кривая 2 на рис. 3).

Таким образом, исследование АЗВТ в процессе деформирования монокристаллов NaCl и Al в широком диапазоне температур показали существование максимума АЗВТ. При температурах выше температуры максимума АЗВТ наблюдается нормальный амплитудный гистерезис внутреннего трения. Поведение АЗВТ при температурах выше температуры максимума АЗВТ определяется эффектом ДДС.

Авторы выражают благодарность С.Н.Голяндину за помощь в работе, А.Б.Лебедеву, С.П.Никанорову и Б.И.Смирнову за обсуждение рукописи.

### Список литературы

- [1] Никаноров С.П., Кардашев Б.К. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. М. (1985). 254 с.
- [2] Блантер М.С., Головин И.С., Головин С.А., Ильин А.А., Саррак В.И. Механическая спектроскопия металлических материалов. М. (1994). 250 с.
- [3] Лебедев А.Б. ФТТ **35**, 9, 2305 (1993).
- [4] Laun H.M., Friedrich R. Zs. Metallkunde. **64**, 2, 129 (1973).
- [5] Лебедев А.Б., Кустов С.Б., Кардашев Б.К. ФТТ **24**, 10, 3169 (1982).
- [6] Лебедев А.Б., Кустов С.Б., Кардашев Б.К. ФТТ **29**, 12, 3563 (1987).
- [7] Лебедев А.Б., Кустов С.Б., Кардашев Б.К. ФТТ **31**, 1, 62 (1989).
- [8] Ohgaku T., Takeuchi N. Phys. Stat. Sol. (a). **105**, 1, 153 (1988).
- [9] Кустов С.Б., Кардашев Б.К., Иванов В.И. Препринт ФЭИ-2141. Обнинск (1990). 22 с.
- [10] Лебедев А.Б. ФТТ **34**, 6, 1889 (1992).
- [11] Simmons G., Wang H. Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties. Cambridge (USA) (1971). 370 p.
- [12] Сапожников К.В., Кустов С.Б. ФТТ **37**, 10 (1995).
- [13] Голяндин С.Н., Кустов С.Б. ФТТ **34**, 12, 3771 (1992).
- [14] Голяндин С.Н., Кустов С.Б. ФТТ **37**, 11 (1995).
- [15] Schwarz R.V. J. de Physique **46**, C 10, Suppl, 12, 207 (1985).
- [16] Whitworth R.W. Adv. Phys. **24**, 2, 203 (1975).