

УДК 548.571;548.4

АКУСТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ДИСЛОКАЦИЙ С ПОЛЯРИЗОВАННОЙ АТМОСФЕРОЙ АТОМОВ КИСЛОРОДА В НИОБИИ

В. В. Зонинашвили, И. А. Наскидашвили, В. А. Мелик-Шахназаров

Методом низкочастотной акустики исследован процесс формирования и распада атмосферы атомов кислорода в ниобии, поляризованных в упругом поле дислокаций. Показано, что образование такой атмосферы приводит к уменьшению как времени, так и степени релаксации низкотемпературных релаксационных процессов, связанных с движением дислокаций. Предпринята попытка воспроизвести из акустических измерений потенциальный рельеф, обусловленный взаимодействием дислокаций с атмосферой поляризованных в ее упругом поле кислородных атомов.

Известно, что дальнедействующее взаимодействие дислокаций с точечными дефектами, обладающими тетрагональной симметрией (например, примеси внедрения типа O, C, N в ОЦК металла), приводит к ориентационному упорядочению дефектов в упругом поле дислокаций. Образование таких поляризованных атмосфер (так называемых атмосфер Снука) протекает за времена, достаточные для перескока примеси всего на одно-два межатомных расстояния, и проявляется, с одной стороны, в увеличении напряжения течения [1, 2], а с другой — в уменьшении дислокационного поглощения звука [3, 4]. Однако, несмотря на то что измерение затухания звука является одним из наиболее распространенных способов исследования кинетики образования таких атмосфер, причины, приводящие при этом к его уменьшению, до сих пор не рассматривались. Кроме того, до настоящего времени нет экспериментальных данных о влиянии таких поляризованных атмосфер на релаксационные процессы, обусловленные движением дислокаций в ОЦК металлах, хотя исследование именно этих процессов во многом обусловило понимание тех закономерностей, которые определяют специфику пластической деформации в ОЦК металлах при низких температурах.

В настоящей работе представлены результаты акустических исследований процесса формирования и распада атмосферы атомов кислорода, поляризованных в упругом поле дислокаций, и влияния этой атмосферы на низкотемпературные релаксационные процессы в ниобии, связанные с движением дислокаций, а также предпринята попытка воспроизвести из акустических измерений потенциальный рельеф, обусловленный взаимодействием дислокаций с атмосферой поляризованных в ее упругом поле атомов кислорода.

1. Методика эксперимента

Измерения проводились на установке для акустических исследований образцов в процессе их упругого нагружения или пластической деформации [5]. Образцы длиной 0.1 и диаметром 0.002 м представляли собой двоярный четвертьволновой вибратор с закрепленными в цапгах растяж-

ной машины концами. Горсионная мода колебаний образца возбуждалась электростатическим методом на его резонансной частоте [6]. Поглощение звука (в единицах обратной добротности вибратора Q^{-1}) определялось по декременту затухания свободных колебаний образца при помощи дифференциального амплитудного дискриминатора и счетчика импульсов. Меры, обеспечивающие однородность статических напряжений в объеме образца и высокую стабильность скорости деформации, позволили настолько понизить акустические шумы, что они не создавали помех при измерениях малых значений внутреннего трения ($Q^{-1} \geq 5 \cdot 10^{-6}$) даже в столь чувствительном к акустическим шумам диапазоне частот ($f \sim \sim 10^3$ Гц). Помимо акустических исследований в процессе нагружения, аппаратура позволяла также регистрировать температурные спектры поглощения звука при постоянной растягивающей нагрузке и кривые возврата поглощения звука при постоянных температуре и нагрузке.

Исследования поглощения звука в зависимости от температуры или растягивающей нагрузки проводились на частоте $\sim 1.3 \cdot 10^3$ Гц в интервале температур 120—300 К. Во всех экспериментах использовались образцы из чистого зонно-плавленого поликристаллического ниобия, которые после придания им соответствующей геометрии проходили следующую предварительную обработку: отжиг при $T \sim 950^\circ\text{C}$ (после отжига образцы содержали $\sim 1.5 \cdot 10^{-2}$ ат. % кислорода), пластическую деформацию растяжения $\sim 7\%$ при комнатной температуре непосредственно в установке, выдержку при комнатной температуре и нулевой нагрузке в течение суток. Возросший после пластической деформации уровень поглощения звука, обусловленный увеличением плотности подвижных дислокаций, уменьшался в течение выдержки почти в два раза, причем это уменьшение завершалось в основном за несколько часов, и дальнейшая выдержка при комнатной температуре на величину Q^{-1} практически не влияла.

После описанной обработки образцов их предел текучести при комнатной температуре равнялся 280 МПа. Поскольку прикладываемые в дальнейшем напряжения не превышали ~ 200 МПа, т. е. находились в квазиупругой области, вызываемые ими смещения носили обратимый характер.

Следует отметить, что подобная методика, т. е. акустические измерения образцов при наличии квазиупругих напряжений, использовалась ранее для исследования закрепления дислокаций атмосферами Коттрелла в ГЦК металлах [7, 8].

2. Экспериментальные результаты

На рис. 1 представлены зависимости дислокационного поглощения звука от упругой нагрузки с последующим возвратом. Измерения проводились при комнатной температуре. Скорость нагружения составляла $\dot{\epsilon} \sim 0.5$ МПа \cdot с $^{-1}$. Как видно из этого рисунка, после выдержки образца при нулевой нагрузке в течение суток поглощение звука в процессе нагружения увеличивается, выходя на насыщение (кривая 1), а затем, после прекращения активного нагружения при достижении напряжений $\sigma \sim \sim 110$ МПа и выдержки образца при этих напряжениях, наблюдается почти полный возврат поглощения звука за времена $\sim 10^4$ с (точки на рис. 2). Надо отметить, что в не деформированных предварительно образцах поглощение звука практически не зависит от нагрузки, если нагружение осуществляется в упругой области. Последующая разгрузка снова приводит к увеличению Q^{-1} (кривая 3) с почти полным его возвратом в процессе выдержки при $\sigma=0$ (точки на кривой 4). Кинетика возврата хорошо описывается выражением

$$(Q^{-1} - Q_0^{-1}) / (Q_m^{-1} - Q_0^{-1}) = \exp - (t/\tau)^{1/2},$$

предложенным в [4] для описания процесса формирования атмосферы звука из кислородных атомов в ниобии, $\tau = 7.0 \cdot 10^3$ с для $\sigma = 110$ МПа и $\tau = 6.7 \cdot 10^3$ с для $\sigma = 0$ (сплошные линии 2, 4 соответственно). Эти значения τ достаточно близки к времени релаксации, обусловленному пере-

ориентацией атомов кислорода в матрице $\tau_0 \sim 1.4 \cdot 10^4$ с, что позволяет связать процесс возврата дислокационного поглощения звука (рис. 1, 2, 4) с формированием упорядоченной (или поляризованной) атмосферы атомов кислорода около дислокаций. Отметим, что времена релаксации τ , полученные в эксперименте, несколько меньше τ_0 , но, как показано в [9], времена, необходимые для формирования упорядоченной атмосферы примесных атомов в поле дислокаций, могут быть в несколько раз меньше,

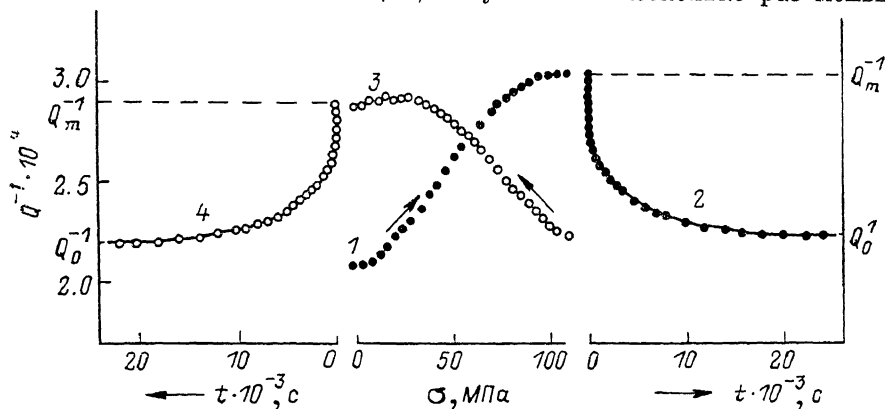


Рис. 1. Зависимость дислокационного поглощения звука от упругой нагрузки с последующим возвратом при $T \sim 295$ К.

чем для их переориентации в матрице под влиянием внешних нагрузок. Итак, рис. 1 демонстрирует процесс выхода дислокаций из атмосферы поляризованных в поле дислокаций атомов кислорода (кривые 1, 3) и формирование этой атмосферы вновь около новых положений дислокаций при $\sigma = 110$ МПа и $\sigma = 0$ (кривые 2, 4 соответственно).

Зависимости дислокационного поглощения звука Q^{-1} от упругой нагрузки, снятые в процессе распада атмосферы Снука, образованной выдержкой образца при $\sigma = 80$ МПа, при одновременном формировании ее

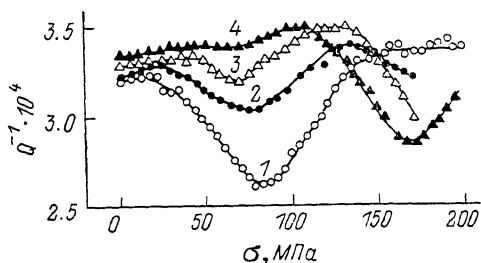


Рис. 2. Зависимость Q^{-1} от σ .

в процессе выдержки при $\sigma = 170$ МПа, представлены на рис. 2. Эксперименты проводились при $T \sim 295$ К. Для получения этих зависимостей образец выдерживался при $\sigma \sim 80$ МПа в течение 20 ч, затем разгружался, и при последующем нагружении со скоростью 0.5 МПа \cdot с $^{-1}$ снималась зависимость Q^{-1} от σ (кривая 1). После достижения упругих напряжений $\sigma \sim 200$ МПа нагружение прекращалось, образец разгружался до $\sigma \sim 170$ МПа и выдерживался при этой нагрузке в течение некоторого времени t с последующей разгрузкой и повторным нагружением. Зависимости Q^{-1} от σ , снятые в процессе нагружения после выдержки при $\sigma = 170$ МПа в течение $t = 0$ (1), $3.6 \cdot 10^3$ (2), $9 \cdot 10^3$ (3) и $3.6 \cdot 10^4$ с (4), демонстрируют наличие характерного минимума Q^{-1} для положений дислокаций, которые определяются нагрузками $\sigma \sim 80$ и ~ 170 МПа, т. е. нагрузками, при которых шло формирование облака Снука. Из рис. 2 следует,

что сформированное выдержкой образца при $\sigma \sim 80$ МПа облако Снука полностью распадается за время его формирования при $\sigma \sim 170$ МПа. Причем при $t \leq 10^4$ с для одного и того же дислокационного сегмента в образце могут одновременно существовать два пространственно разделенных облака Снука.

Нами также было исследовано влияние кислородного облака Снука на температурные спектры поглощения звука. Для этого температурные спектры снимались при одной и той же нагрузке $\sigma \sim 130$ МПа в двух разных случаях, когда около дислокаций сформирована атмосфера Снука и когда ее нет. Как оказалось, в обоих случаях на температурном спектре проявляются две релаксационные полосы, температурное положение которых ($T \sim 150$ и $T \geq 230$ К) в деформированном ниобии для частот $\sim 10^3$ Гц характерно для хорошо известных α и β релаксаций [10], причем формирование снуковской атмосферы кислородных атомов около подвижных дислокаций приводит к уменьшению степени релаксации и смещению в сторону низких температур как α , так и β процессов.

3. Обсуждение результатов

Как известно, наличие около дислокаций неподвижной поляризованной атмосферы примесных атомов адекватно наличию широкой (порядка 5—7 межатомных расстояний) потенциальной ямы, профиль которой был получен в [1, 9] путем машинного расчета. Это значит, что для смещения дислокации относительно центра атмосферы на расстояние $\sim x$ требуются дополнительные усилия, причем градиент сил, возникающих при этом смещении $\partial F_{SN}/\partial x$, уменьшается по мере увеличения x [7] (F_{SN} — сила, приходящаяся на единицу длины дислокации). Тогда если в отсутствие атмосферы среднее смещение дислокации Δx под действием малых нагрузок $\Delta \sigma$ равно $b\Delta\sigma/C$ (где b — вектор Бюргера; C — жесткость, обусловленная линейным натяжением дислокации), то при наличии атмосферы это смещение уменьшится и будет равно $b\Delta\sigma/(C + \partial F_{SN}/\partial x)$, т. е. наличие атмосферы увеличивает эффективную жесткость дислокационной линии $C_{\text{эф}} = C + \partial F_{SN}/\partial x$. Как показал Чамберс [10], независимо от того, чем обусловлен релаксационный процесс, связанный с движением дислокаций в ОЦК металлах, как время τ_i , так и степень Δ_i релаксации этого процесса обратно пропорциональны $C_{\text{эф}}$. При наличии около дислокаций неподвижной поляризованной атмосферы примесных атомов выражения для τ_i и Δ_i , полученные в [10], примут следующий вид:

$$\tau_i = \frac{1}{\mu_i (C + \partial F_{SN}/\partial x)}, \quad \Delta_i = \frac{ab^2 \Lambda G}{C + \partial F_{SN}/\partial x}, \quad (1)$$

где μ_i — подвижность дислокаций; Λ — плотность подвижных дислокаций; G — модуль сдвига; a — ориентационный фактор; $\partial F_{SN}/\partial x$, как уже отмечалось, является функцией смещения дислокации относительно центра атмосферы x , а C , определяемое линейным натяжением, от x не зависит.

Воспользовавшись выражением (1) для определения Q^{-1} в диапазоне температур, соответствующем α или β релаксациям, получим

$$Q^{-1} = \frac{\omega \tau_i}{1 + \omega^2 \tau_i^2} = \frac{ab^2 \Lambda G \omega \mu_i}{(C + \partial F_{SN}/\partial x)^2 + (\omega/\mu_i)^2}, \quad (2)$$

где ω — частота приложенного синусоидального напряжения σ . Подчеркнем, что, согласно (2), Q^{-1} непосредственно связано с градиентом силы, действующей со стороны атмосферы на дислокацию. Следует также иметь в виду, что ни α , ни β полосы не являются простыми релаксационными процессами, так что в применении к α или β процессам выражение (1) дает некий набор близлежащих значений времен и степеней релаксации. Исходя из (2), результаты (рис. 1) можно объяснить следующим образом. Выдержка образцов при той или иной растягивающей нагрузке в течение

определенного времени приводит к тому, что с течением времени растет число атомов кислорода, упорядочивающихся около соответствующего данной нагрузке положения дислокации. Это в свою очередь [9] увеличивает $\partial F_{SN}/\partial x$, что при фиксированной температуре, т. е. при фиксированном значении μ_i , приводит к уменьшению Q^{-1} (рис. 1, 2, 4). Последующее увеличение или уменьшение нагрузки приводит к смещению дислокации относительно центра атмосферы, т. е. к увеличению x , что влечет за собой постепенное уменьшение $\partial F_{SN}/\partial x$ до нуля, и, согласно (2), к увеличению Q^{-1} с выходом на плато (рис. 1, 1, 2). Аналогичным образом можно объяснить кривые на рис. 2. Температурный спектр можно понять, если учесть, что в отсутствие атмосферы $\partial F_{SN}/\partial x=0$, что, согласно (1), увеличивает и τ_i , и Δ_i . Следовательно, образование атмосферы должно сдвигать релаксационные процессы как α , так и β в сторону низких температур и уменьшать их по величине, что и наблюдается на эксперименте.

Следует обратить внимание на то, что β полоса оказалась плохо разрешенной. В диапазоне $70^\circ \leq T \leq 300 \text{ K}$ Q^{-1} почти не зависит от T , причем такое поведение наблюдается при наличии и отсутствии поляризованной атмосферы. Это позволяет связать поглощение звука Q^{-1} с градиентом силы $\partial F_{SN}/\partial x$ более простым выражением, чем выражение (2). Действительно, считая,

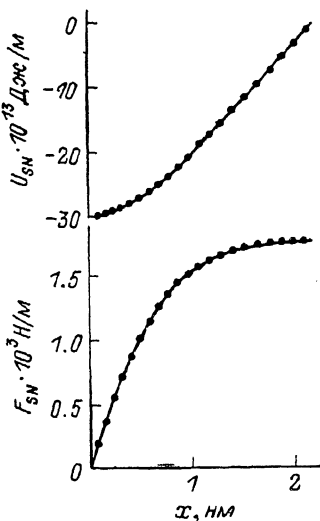


Рис. 3. Зависимости U_{SN} и F_{SN} от смещения x дислокации относительно центра атмосферы, полученные путем обработки результатов рис. 1, 1, с помощью выражения (4) при $L=10^{-6}$ см.

что в этой области температур $\omega\tau_i$ есть постоянная величина, близкая к единице, получим

$$Q^{-1} \sim \Delta_i/2 = \alpha b^2 \Delta G / (C + \partial F_{SN}/\partial x). \quad (3)$$

Выражение (3) позволяет из зависимости Q^{-1} от σ , например такой, как на рис. 1, 1, довольно просто воспроизвести, по крайней мере качественно, профиль потенциального рельефа, обусловленного взаимодействием дислокации с неподвижной поляризованной атмосферой примесных атомов.

Действительно, поскольку на рис. 1, 1 Q^{-1} достигает своего максимального значения Q_m^{-1} при $\partial F_{SN}/\partial x=0$, то из (3) следует, что

$$\partial F_{SN}/\partial x = C (Q_m^{-1}/Q^{-1} - 1). \quad (4)$$

Используя (4) и считая, что C определяется только линейным натяжением ($C \sim \sigma G b^2 / L^2$, где L — средняя длина дислокационного сегмента), можно для разумных значений L путем обработки результатов рис. 1, 1 получить зависимость F_{SN} от x , а затем из полученной зависимости F_{SN} от x построить зависимость U_{SN} от x , считая что $-\partial U_{SN}/\partial x = F_{SN}$. Найденные таким образом зависимости $F_{SN}(x)$ и $U_{SN}(x)$ для обычных в нашем случае значений $L \sim 10^{-6}$ см представлены на рис. 3. Как видно из этого рисунка, максимальное значение $F_{SN} = 1.75 \cdot 10^{-3}$ Н/м, что хорошо согласуется с теоретическими расчетами для концентрации кислорода ~ 0.015 ат. % — $1.85 \cdot 10^{-3}$ Н/м [11]. Смещение дислокации x , на котором достигается это значение (~ 2 нм), также хорошо согласуется со значениями смещений, необходимых для высвобождения дислокации из атмосферы (~ 1.75 нм), которые были получены в [9] путем машинного расчета.

Таким образом, результаты данной работы позволяют заключить, что движение дислокаций в поляризованной атмосфере кислородных атомов адекватно движению в широкой потенциальной яме, жесткость которой растет с увеличением степени поляризации атмосферы и уменьшается с расстоянием от дна ямы. Формирование такой атмосферы приводит к уменьшению времени и степени релаксации как α , так и β процессов в ниобии. Исследования затухания звука в условиях упругого нагружения образцов позволяют в определенных условиях прощупать профиль потенциального рельефа, создаваемого поляризованной в упругом поле дислокаций атмосферой примесных атомов типа кислорода.

В заключение авторы выражают глубокую благодарность Э. К. Саралидзе за полезные дискуссии, Л. М. Колесниковой и Н. Я. Ястребовой за помощь в проведении экспериментов, А. М. Уварову и И. А. Баглаенко за изготовление образцов.

Л и т е р а т у р а

- [1] Evans J. T., Douthwaite R. M. // *Acta Metal.* 1973. V. 21. N 1. P. 49—54.
- [2] Delobelle D., Varchon D., Ottana C. // *Phys. St. Sol. (a)*. 1984. V. 83. N 1. P. 235—243.
- [3] Rosinger H. E., Craig G. B., Bratina W. J. // *Phil. Mag.* 1972. V. 25. N 6. P. 1331—1343.
- [4] Quist O. P., Carpenter S. H. // *Acta Metal.* 1975. V. 23. N 3. P. 321—328.
- [5] Зонинашвили В. В., Мессершмидт У., Мелик-Шахназаров В. А. и др. // *ПТЭ*. 1984. № 6. С. 175—178.
- [6] Мелик-Шахназаров В. А., Наскидашвили И. А. // *ПТЭ*. 1967. N 1. С. 181—184.
- [7] Sachse W., Green R. E. // *J. Phys. Chem. Sol.* 1970. V. 30. N 8. P. 1955—1961.
- [8] Lenz D., Edenhofer B., Lücke K. // *Scripta Met.* 1971. V. 5. N 5. P. 387—394.
- [9] Reed-Hill R. E. // *Dislocat. Model. Syst. Proc. Conf. Gainesville, Fla.* 1980. P. 163—167.
- [10] *Физическая акустика* / Под ред. У. Мезона. М., 1969. Т. III. А. 578 с.
- [11] Schoek G., Seeger A. // *Acta Metal.* 1959. V. 7. N 7. P. 469—477.

Институт физики АН ГССР
Тбилиси

Поступило в Редакцию
23 марта 1988 г.
В окончательной редакции
3 августа 1988 г.