

Влияние ударного нагружения в β -фазе монокристаллов сплава Cu–Al–Ni на их упругие и неупругие характеристики, измеряемые на частоте 5 MHz

© Н.П. Кобелев, Я.М. Сойфер, А.Ф. Гулов, С.П. Никаноров*, А.Б. Синани*,
R. De Batist**, J. Van Humbeeck***

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

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

**University of Antwerpen (RUCA), Institute of Material Science,
B-2020 Antwerpen, Belgium

***Katholieke Universiteit Leuven, Department MTM,
B-3001 Heverlee, Belgium

E-mail: soifer@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию 16 мая 2001 г.)

На частоте 5 MHz проведены измерения внутреннего трения и скорости ультразвука в монокристаллах Cu–Al–Ni β -фазы в диапазоне температур 190–300 K, включая область термоупругого мартенситного превращения. Исследовано влияние ударного нагружения с амплитудой до 5 GPa на упругие и диссипативные характеристики образцов. Полученные результаты обсуждаются с точки зрения существующих представлений о механизмах, определяющих акустические характеристики материала при мартенситном превращении.

Авторы благодарны программе INTAS (грант № 96-2142) за финансовую поддержку работы. Я.М. Сойфер и Н.П. Кобелев также выражают благодарность Российскому фонду фундаментальных исследований (проект № 01-02-16461) за частичную финансовую поддержку.

Аномалии упругих свойств и внутреннего трения, связанные с мартенситным превращением, вызывают растущий интерес исследователей, поскольку выяснение механизма этой трансформации важно как с фундаментальной, так и прикладной точек зрения. Для сплавов на основе Cu такой вид превращения особенно интересен из-за технологически важного эффекта памяти формы, которым они обладают. Согласно [1], в сплавах на основе меди, испытывающих мартенситное превращение, наблюдаются аномалии динамических свойств решетки, а именно имеется низкая поперечная акустическая фононная ветвь, которой соответствует малая величина упругого модуля $C' = (C_{11} - C_{12})/2$. Эти величины еще более "смягчаются" при приближении к фазовому переходу. При измерении [2] упругих констант и их температурных зависимостей в сплавах Cu–Al–Ni различного состава было обнаружено, что эти сплавы ведут себя подобно другим мартенситным сплавам на основе меди. Никаких аномалий в поведении C_{11} и C_{44} не наблюдалось, они возрастали с понижением температуры. Однако C' уменьшался с падением температуры. Иными словами материал становился мягче для сдвига по (110) $\langle 110 \rangle$. Такое поведение обычно для всех сплавов, испытывающих мартенситное превращение. Однако невыясненным остается вопрос: каким образом внешние факторы могут повлиять на механизмы мартенситного превращения.

Цель настоящей работы — исследование влияния ударного нагружения в аустенитной фазе на термоупругое мартенситное превращение (ТМТ) путем измерения упругих констант и внутреннего трения на высо-

ких частотах. Предыдущие измерения, проведенные на образцах Cu–Al–Ni, подвергнутых ударному нагружению длительностью $2 \mu\text{s}$ и амплитудой до 5.3 GPa [3] в мартенситном состоянии, показали большие изменения упругих и неупругих характеристик материала. Можно было бы ожидать подобных изменений и в случае ударного нагружения образцов в аустенитном состоянии. Однако в этом случае ситуация может оказаться более сложной, чем для мартенситной фазы. Образцы Cu–Al–Ni, подвергнутые ударному нагружению амплитудой до 5.3 GPa, испытывают обратимое $\beta \rightarrow \gamma'$ ТМТ превращение. Поскольку амплитуда импульса явно превышает предел текучести для γ' -мартенсита, можно ожидать пластической деформации образца в мартенситной фазе. Возникает вопрос: сохранится ли память об этой деформации после обратного мартенситного превращения.

1. Методика

Исследовались монокристаллы сплава Cu–Al–Ni (Cu–14.1 wt% Al–4 wt% Ni) в аустенитном состоянии. Температуры превращения, по данным дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC), были следующими: $M_s = 246$, $M_f = 230$, $A_s = 275$ и $A_f = 300$ K. Образцы представляли собой цилиндры диаметром 5 и длиной около 3 mm, вырезанные из монокристаллической цилиндрической заготовки. Плоские поверхности образцов механически шлифовались и химически полировались до плоскопараллельности около $1 \mu\text{m/cm}$.

Характерные температуры термоупругого превращения в кристалле Cu–Al–Ni в исходном состоянии и после ударного нагружения по данным измерений DSC, TMA, скорости звука и внутреннего трения

T_c	DSC	TMA			V_L			Q^{-1}		
	Исходное состояние	Исходное состояние	0.75 GPa	5 GPa	Исходное состояние	0.75 GPa	5 GPa	Исходное состояние	0.75 GPa	5 GPa
M_s , K	246	223	215	220	249	243	245	249	242	245
M_f , K	230	215	210	213	245	239	244	243	240	240
A_s , K	275	282	278	280	272	268	273	270	267	270
A_f , K	300	292	292	292	280	280	280	275	273	275

Структура образцов проверялась с помощью рентгеновской дифракции. Отклонение оси роста монокристалла (оси цилиндра) от направления [100] составляло около 5° . Нагружение осуществлялось вдоль цилиндрической оси образцов (направление [100]), как описано в [3,4]. Измерения внутреннего трения и продольной скорости звука проводились эхо-импульсным (при комнатной температуре) и высокочастотным резонансным методами [5,6] на частоте 5 MHz вдоль цилиндрической оси образцов. Для создания акустического контакта и крепления пьезопреобразователей к образцу в отличие от [2] мы использовали жидкую склейку (моноэтилсилоксан, $[-C_2H_3Si(H)O-]_n$, $n = 9-14$), замерзающую при температуре около 150 K. Это очень существенно, так как твердая склейка разрушается ниже температуры мартенситного превращения [2] из-за появления поверхностного рельефа, связанного с возникновением мартенситных доменов, приводя к исчезновению акустического сигнала. Применение жидкой склейки позволяло проводить измерения в диапазоне от 150 до 300 K, включая область мартенситного превращения.

Измерения линейного расширения (TMA) проводились на тех же образцах на приборе PC SERIES TMA7 в диапазоне температур 100–350 K.

2. Результаты и обсуждение

Температурные зависимости амплитудно-независимого внутреннего трения, скорости продольной звуковой волны (V_L), измеренных на частоте 5 MHz, и линейного расширения для исходных образцов и образцов, подвергнутых ударному нагружению с амплитудой 0.75 и 5 GPa, показаны на рис. 1–9. В таблице приведены характерные температуры TMT, полученные из измерений DSC, TMA, внутреннего трения и скорости звука.

Каковы основные характеристики исследованного материала?

1. В исходном состоянии величины $V_L(T)$ и $Q^{-1}(T)$ обнаруживают очень резкие изменения в области TMT температур. а) $V_L(T)$ (рис. 2) испытывает резкий скачок вверх при охлаждении при TMT. Можно также наблюдать небольшой возврат (понижение) в диапазоне 1–3 K ниже M_s и последующее повышение $V_L(T)$ при

дальнейшем понижении температуры. В цикле нагрева наблюдается резкое понижение $V_L(T)$ при температуре TMT, сопровождающееся быстрым частичным возвратом. б) dV/dT в аустенитной фазе заметно меньше, чем в мартенситной. с) На зависимости $Q^{-1}(T)$ (рис. 1) наблюдаются очень узкие пики при M_s и A_s температурах. Можно отметить, что фон внутреннего трения в аустените ниже, чем в мартенсите.

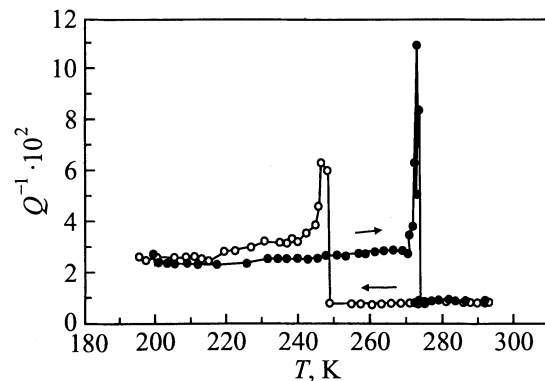


Рис. 1. Температурная зависимость внутреннего трения в исходном кристалле Cu–Al–Ni при охлаждении (светлые кружки) и нагреве (темные кружки) образца. Скорость изменения температуры 1 K/min.

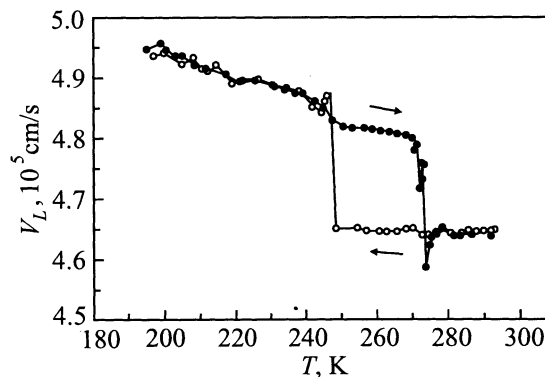


Рис. 2. Температурная зависимость продольной скорости звука в исходном кристалле Cu–Al–Ni при охлаждении (светлые кружки) и нагреве (темные кружки) образца. Скорость изменения температуры 1 K/min.

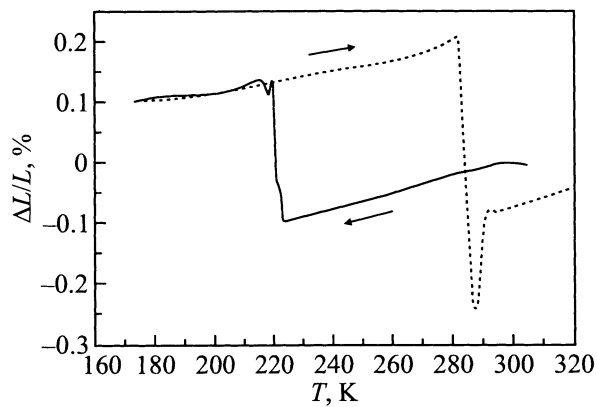


Рис. 3. Температурная зависимость линейного расширения в исходном кристалле Cu–Al–Ni при охлаждении (сплошная кривая) и нагреве (штриховая кривая) образца. Скорость изменения температуры 12 K/min.

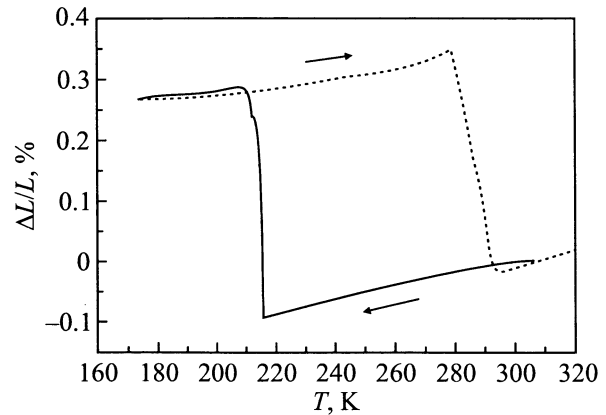


Рис. 6. Температурная зависимость линейного расширения в образце Cu–Al–Ni после ударного нагружения (0.75 GPa) при охлаждении (сплошная кривая) и нагреве (штриховая кривая). Скорость изменения температуры 12 K/min.

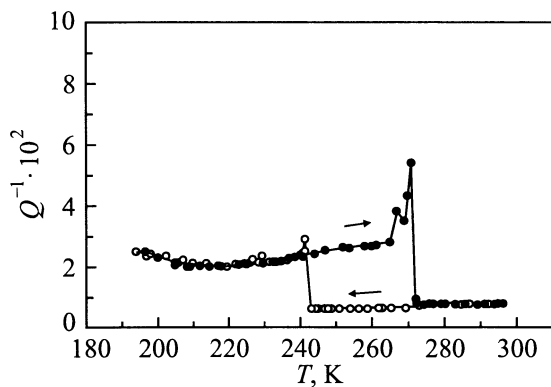


Рис. 4. Температурная зависимость внутреннего трения образца Cu–Al–Ni после ударного нагружения (0.75 GPa) при охлаждении (светлые кружки) и нагреве (темные кружки). Скорость изменения температуры 1 K/min.

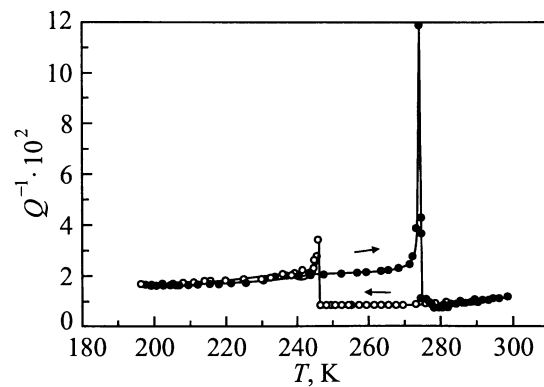


Рис. 7. Температурная зависимость внутреннего трения образца Cu–Al–Ni после ударного нагружения (5 GPa) при охлаждении (светлые кружки) и нагреве (темные кружки). Скорость изменения температуры 1 K/min.

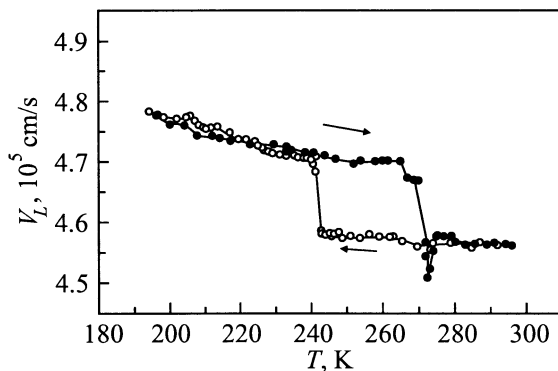


Рис. 5. Температурная зависимость продольной скорости звука в образце Cu–Al–Ni после ударного нагружения (0.75 GPa) при охлаждении (светлые кружки) и нагреве (темные кружки). Скорость изменения температуры 1 K/min.

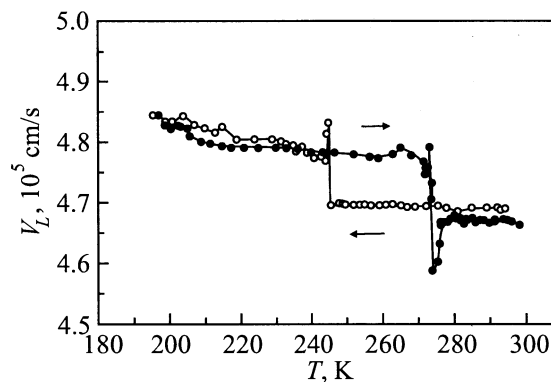


Рис. 8. Температурная зависимость продольной скорости звука в образце Cu–Al–Ni после ударного нагружения (5 GPa) при охлаждении (светлые кружки) и нагреве (темные кружки). Скорость изменения температуры 1 K/min.

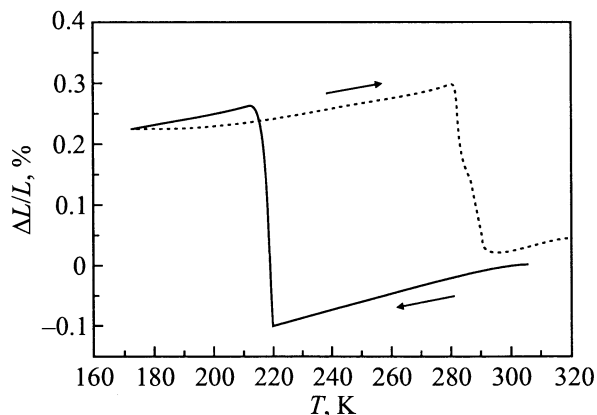


Рис. 9. Температурная зависимость линейного расширения в образце Cu–Al–Ni после ударного нагружения (5 GPa) при охлаждении (сплошная кривая) и нагреве (штриховая кривая). Скорость изменения температуры 12 K/min

2. Согласно DSC, $V_L(T)$ и $Q^{-1}(T)$ измерениям, температуры начала аустенит–мартенсит (AM) и мартенсит–аустенит (МА) превращений практически совпадают, в то время как температуры завершения процесса различаются. (Более низкая температура AM превращения для ТМА измерений имеет методический характер и связана со слишком большой скоростью изменения температуры при дилатометрических измерениях для данной формы образцов).

3. Ударное нагружение практически не влияет на температуры превращения и характер пиков $Q^{-1}(T)$, однако наблюдается существенное понижение разности скоростей ΔV_L в мартенситной и аустенитной фазах с повышением амплитуды нагружения.

4. Кривые $\Delta L/L(T)$ (рис. 3, 6, 9) демонстрируют заметное увеличение $\Delta L/L$ при мартенситном превращении после ударного нагружения.

Согласно [7–9], в материалах, в которых две фазы могут сосуществовать при фазовом переходе в определенном температурном диапазоне, можно выделить три основных вклада в полное внутреннее трение

$$Q_{\text{tot}}^{-1} = Q_{\text{tr}}^{-1} + Q_{\text{pt}}^{-1} + Q_{\text{int}}^{-1}. \quad (1)$$

Здесь Q_{int}^{-1} — сумма вкладов во внутреннее трение каждой из фаз, которая существенно зависит от дефектной структуры (поверхностей раздела, дислокаций, точечных дефектов, границ зерен и кластеров и т.д., их плотности и подвижности), Q_{tr}^{-1} — переходная часть Q_{tot}^{-1} , существующая только при нагреве или охлаждении, т.е. при $(dT/dt) \neq 0$. Она зависит от внешних параметров, таких как скорость изменения температуры, а также амплитуда и частота приложенных осциллирующих напряжений. Q_{tr}^{-1} зависит от кинетики трансформации и пропорциональна скорости объемного превращения в единицу времени. Q_{pt}^{-1} определяется механизмом фазового превращения и не зависит от скорости трансформации. Поскольку Q_{tr}^{-1} обратно пропорциональна частоте, она

должна быть очень мала на мегагерцовых частотах, и Q_{pt}^{-1} будет основным вкладом во внутреннее трение в районе температур превращения. До настоящего времени не существует общепринятой количественной теории затухания акустических волн вблизи критических точек (и, в частности, при ТМТ). Первые объяснения природы не зависящего от dT/dt внутреннего трения были предложены в [7,10]. Высокое затухание в мартенсите объяснялось смещением границ раздела без учета анизотропии. Микроскопическая модель, рассматривающая дислокационный механизм, была предложена в работе [11], где учитывалось влияние анизотропии на упругую энергию дислокации. В [11] было показано, что дислокационное затухание пропорционально плотности дислокаций, частоте, четвертой степени длины дислокационной петли и обратно пропорционально величине $C' = (C_{11} - C_{12})/2$. В предположении, что анизотропия является максимальной при фазовом переходе, было предсказано существование максимума внутреннего трения при этих температурах. Другая модель была предложена в [10] в рамках модели Ландау для перехода первого рода [12]. Рассмотрение затухания релаксационного типа приводит к скачку Q^{-1} и релаксированного модуля при температуре перехода. В [9] были рассмотрены также некоторые модели, основанные на механизме инициированного напряжениями движения когерентных границ раздела, в том числе границ раздела фаз, межвариантных и двойниковых границ. Таким образом, хотя и не существует, как было сказано выше, общепринятой количественной теории, идеи, сформулированные в этих работах, могут быть использованы для качественного описания упругих и диссипативных свойств материала в районе мартенситного превращения.

На рис. 1, 4 и 7 можно видеть очень узкие пики внутреннего трения, что качественно согласуется с пропорциональностью Q^{-1} величине $1/(T_c - T)$ [12–14], где T_c — критическая температура. Если Q^{-1} определяется обратимым смещением границ раздела мартенсит–аустенит или частичными смещениями дислокациями, следует ожидать появления дефекта модуля, т.е. V_L должна понижаться. В то же время при AM переходе происходит структурное превращение, приводящее к увеличению V_L (или понижению V_L при МА переходе). Таким образом, поведение $V_L(T)$ контролируется по крайней мере двумя противоположными процессами. Тот факт, что в цикле охлаждения при мартенситном переходе скорость увеличивается, говорит о том, что вклад, связанный со структурным превращением, является преобладающим. Однако при этом наблюдается интересный факт: понижение (провал) скорости ниже AM перехода и подобный же провал скорости сразу выше МА перехода. В обоих случаях подобное уменьшение можно связать с появлением при превращении подвижных дефектов (дислокаций, границ раздела и т.п.), которые вызывают появление дефекта модуля. При этом следует отметить, что мы измеряем продольную скорость звука вдоль направления $\langle 100 \rangle$ кри-

сталла. Как известно [2], кристаллы Cu–Al–Ni обладают большим фактором анизотропии и продольная скорость вдоль $\langle 100 \rangle$ является наименьшей продольной скоростью в аустенитной фазе. Поэтому наблюдаемое понижение (провал) при МА переходе не может быть связано с изменением кристаллографической ориентации, а только с дополнительным вкладом неупругой деформации в эффективный модуль упругости.

Следует еще раз отметить, что акустические измерения проводились при температурах выше точки замерзания склейки, поэтому влияние акустического контакта на результаты было незначительным.

Обсудим также уровень фона внутреннего трения в аустенитном и мартенситном состояниях. По нашему мнению, он, скорее всего, определяется рассеянием акустических колебаний на различного вида структурных дефектах (объемных и поверхностных), а не поглощением звука. Затухание, связанное с рассеянием, не зависит в первом приближении от температуры, а определяется количеством дефектов, их геометрическими размерами и длиной волны. Хотя в аустенитной фазе образцы были монокристаллами, рентгеновские исследования показывают наличие двойных рефлексов, свидетельствующих о существовании двойников, которые могут быть причиной рассеяния звука на мегагерцовых частотах.

Эффект ударного нагружения оказался не столь значительным, как можно было ожидать. Можно предположить, что он в основном проявляется в появлении дополнительной кристаллографической текстуры при ТМТ (селекции вариантов): больше благоприятно ориентированных вариантов — меньше рассеяние и соответственно затухание. Преимущественная ориентация вариантов может при этом оказаться такой, что произойдет изменение величины скачка скорости и $\Delta L/L$ при ТМТ. Для проверки этого предположения необходимы измерения ориентационных зависимостей скорости и затухания звука.

Список литературы

- [1] A. Gonzalez-Comas, L. Manosa, A. Planes, M. Morin. *Phys. Rev.* **B59**, 249 (1999).
- [2] L. Manosa, M. Jurado, A. Planes, J. Zarezkii, T. Lograsso, C. Stassis. *Phys. Rev.* **B49**, 9969 (1994).
- [3] Yu. Emel'yanov, S. Golyandin, N. Koblelev, S. Kustov, N. Nikanorov, G. Pugachev, K. Sapozhnikov, A. Sinani, Ya. Soifer, J. Van Humbeeck, R. De Batist. *Journal of Alloys and Compounds* **310**, 324 (2000).
- [4] Н.А. Златин, С.М. Мочалов, Г.С. Пугачев, А.М. Барагов. *ЖТФ* **45**, 681 (1975).
- [5] Н.П. Кобелев, Я.М. Соифер. *ФТТ* **21**, 1362 (1979).
- [6] Н.П. Кобелев, Р.К. Николаев, Я.М. Соифер, С.С. Хасанов. *ФТТ* **40**, 154 (1998).
- [7] W. Dejonghe, R. De Batist, L. Delaey. *Scripta Met.* **10**, 1125 (1976).
- [8] J.-E. Bidouh, R. Schaller, W. Benoit. *Acta Met.* **37**, 809 (1989).
- [9] J. Van Humbeeck. *J. Physique IV (suppl. J. Physique III)* **6**, C8–371 (1996).
- [10] S. Koshimizu. Ph. D. Thesis Lausanne EPFL (1981).
- [11] O. Mercier, K.N. Melton. *Scripta Met.* **10**, 1075 (1976).
- [12] Л.Д. Ландау, И.М. Халатников. *ДАН СССР* **96**, 469 (1954).
- [13] И.А. Яковлев, Т.С. Величина. *УФН* **7**, 411 (1957).
- [14] C.W. Garland. In: *Physical Acoustics*. Vol. 7. Academic Press, N.Y. (1970).