

## Низкотемпературные релаксационные процессы в наноструктурном волокнистом композите Cu–Nb

Е.Н. Ватажук<sup>1</sup>, П.П. Паль-Валь<sup>1</sup>, Л.Н. Паль-Валь<sup>1</sup>, В.Д. Нацик<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина

<sup>2</sup>Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина  
пл. Свободы, 4, г. Харьков, 61077, Украина  
E-mail: palval@ilt.kharkov.ua

М.А. Тихоновский, А.А. Куприянов

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»  
ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина  
E-mail: tikhonovsky@kipt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 5 декабря 2008 г.

На частотах порядка 70 кГц в интервале температур 2–320 К изучены упругие и диссипативные свойства наноструктурных сверхпроводящих волокнистых композитов Cu–32 об.% Nb. Композиты, приготовленные методом интенсивной пластической деформации, представляли собой сильно фрагментированную медную матрицу, равномерно заполненную ниобиевыми волокнами диаметром 200–500 нм. Установлено, что акустические свойства композита определяются, в основном, свойствами медной матрицы. Вблизи 90 К обнаружен релаксационный пик внутреннего трения, активационные параметры которого близки к параметрам пика Бордони в меди. Ниже 12 К температурная зависимость динамического модуля Юнга определяется термоактивированной релаксацией двухуровневых систем в сильно разупорядоченной среде. Изучено влияние высокотемпературного отжига на обнаруженные эффекты.

На частотах порядку 70 кГц в інтервалі температур 2–320 К вивчено пружні та дисипативні властивості наноструктурних надпровідних волокнистих композитів Cu–32 об.% Nb. Композити, які виготовлено методом інтенсивної пластичної деформації, являли собою сильно фрагментовану мідну матрицю, рівномірно заповнену ніобієвими волокнами діаметром 200–500 нм. Встановлено, що акустичні властивості композита визначаються, в основному, властивостями мідної матриці. Поблизу 90 К знайдено релаксаційний пік внутрішнього тертя, активаційні параметри якого близькі до параметрів піка Бордоні в міді. Нижче 12 К температурна залежність динамічного модуля Юнга визначається термоактивованою релаксацією дворівневих систем у сильно розупорядкованому середовищі. Вивчено вплив високотемпературного відпалу на виявлені ефекти.

PACS: 75.50.Tt Мелкодисперсные системы; нанокристаллические материалы;  
62.40.+i Неупругость, внутреннее трение, релаксация напряжений, механический резонанс.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, волокнистые композиты, динамический модуль Юнга, внутреннее трение, низкие температуры.

### 1. Введение

В последние годы значительное внимание уделяется исследованию структуры и свойств интенсивно деформированных металлических материалов. В результате интенсивной пластической деформации (ИПД) в метал-

лах формируется фрагментированная микроструктура с размерами отдельных фрагментов порядка нескольких десятых микрона. ИПД позволяет получить наноструктурные материалы, которые обладают повышенными механическими характеристиками и могут быть использованы при разработке современного оборудования,

работающего в экстремальных условиях эксплуатации, например, в области низких и сверхнизких температур.

До сих пор метод ИПД применялся в основном к чистым металлам или однофазным металлическим системам. Существует, однако, достаточно широкий класс двухфазных сплавов (по существу, композитов), в которых обе фазы являются пластичными, и их объемное соотношение может меняться в широких пределах. ИПД таких материалов методами волочения или прокатки позволяет сформировать в них субмикронную или нанокомпозитную структуру, которая обеспечивает уникальное сочетание различных физических свойств, например, высокую электропроводность и высокую прочность. Представителями таких материалов являются двухфазные сплавы Cu–Nb, которые перспективны для использования в криогенной технике (обмотки импульсных магнитов, упрочняющие элементы технических сверхпроводников и др.). В настоящее время в литературе имеется ограниченное количество экспериментальных данных о свойствах таких композитов. В частности, отсутствуют данные о динамических упругих и диссипативных свойствах указанных материалов при низких температурах. В настоящей работе представлены результаты исследования акустических свойств двухфазных волокнистых нанокомпозитов Cu–32 об.% Nb в области температур 2–320 К. Методом составного вибратора измерены динамический модуль Юнга и внутреннее трение на частотах порядка 70 кГц.

## 2. Методика измерений

### 2.1. Приготовление образцов

Существуют различные точки зрения о типе диаграммы состояния Cu–Nb [1]. В [2,3] указывается, что в данной системе при  $\sim 1365$  К имеет место превращение перитектического типа. Авторы [4] настаивают на эвтектическом характере превращения с эвтектической концентрацией  $\sim 0,31$  об. % Nb. Металлографический и рентгеновский анализ показывает наличие двух фаз: твердых растворов на основе Cu ( $\alpha$ -фаза) и на основе Nb ( $\beta$ -фаза). Согласно [2], растворимость Nb в  $\alpha$ -фазе при температурах 1373, 1273 и 293 К составляет 1,72; 0,47 и 0,21 об.% Nb соответственно. Растворимость Cu в  $\alpha$ -фазе при температуре перитектики составляет около 3 об. % и 0,11 об.% при 982 К. В работе [4] получены более низкие значения взаимной растворимости Nb и Cu. Так, при температуре эвтектики в  $\alpha$ -фазе растворяется не более 0,16 об.% Nb. Растворимость Cu в Nb при 2073, 1303 и 982 К составляет 0,77; 0,71 и 0,096 об. % соответственно. Параметр решетки  $\alpha$ -фазы составляет  $a = 0,3616$  нм, практически совпадая с параметром решетки чистого Cu. Параметр решетки  $\alpha$ -фазы при отжиге и закалке от температур 1303 и 1023 К составляет

0,33030 и 0,33032 нм, что выше значения  $a$  для чистого Nb (0,32986 нм).

Приготовление нанокомпозитных образцов Cu–Nb осуществляли по следующей схеме. Сплав выплавляли с помощью дуговой гарнисажной плавки в слитки диаметром 120 мм, в которых ниобиевые дендриты размером  $\sim 20$  мкм были равномерно распределены в медной матрице (рис. 1,а). Исходный слиток при высокой температуре выдавливали в прутки и волочили в шестигранник со стороной около 2 мм. Из этих шестигранников в медном стакане диаметром около 30 мм набирали заготовку, которую отжигали в вакууме при 1273 К в течение 1 часа, после чего стакан заваривали с обеих сторон в вакууме. Из заготовки путем гидроэкструзии и холодного волочения были получены прутки диаметром 3,2 мм. В процессе деформации ниобиевые дендриты вытягивались в ниобиевые волок-

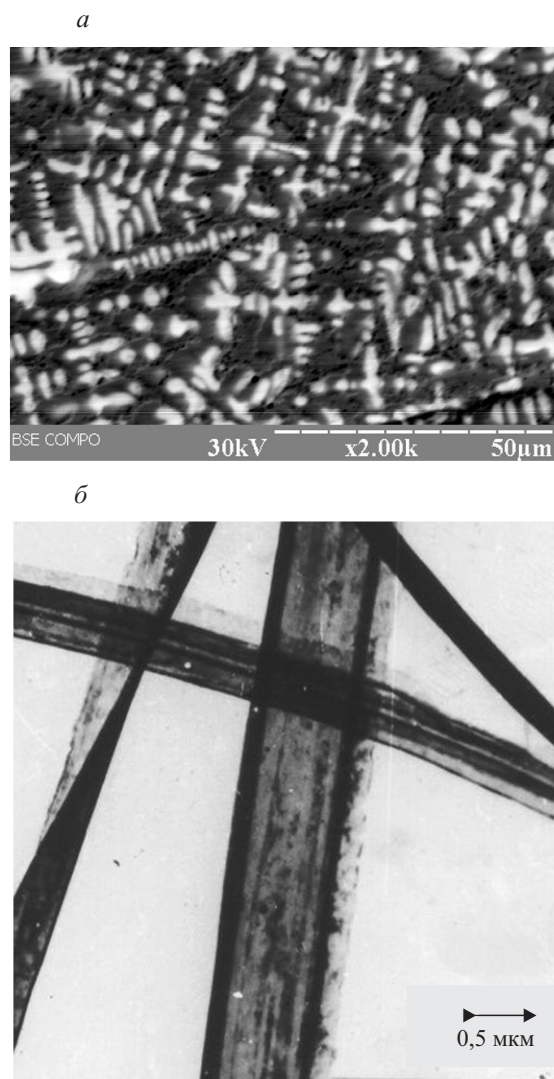


Рис. 1. Структура композита Cu–Nb: исходный слиток до ИПД (а), Nb волокна в медной матрице исследованных образцов (б).

на толщиной 0,2–0,5 мкм (рис. 1,б). Такого же порядка была толщина медных прослоек.

Исследуемые образцы отрезали от полученных прутков с помощью электроискровой резки. Торцы образцов притирали с помощью абразивных материалов до достижения требуемых плоскостности, параллельности и длины (~ 30 мм).

### 2.2. Акустические и резистивные измерения

Акустические измерения проведены в интервале температур 2–320 К методом двойного составного вибратора [5]. В образцах возбуждались стоячие продольные волны на основной частоте вибратора  $f \sim 70$  кГц, а также на третьей и пятой гармониках основной частоты. Проводили измерения декремента колебаний  $\delta$  и динамического модуля Юнга  $E$  в амплитудно независимой области при постоянной амплитуде ультразвуковой деформации  $\epsilon_0 \sim 5 \cdot 10^{-8}$ .

Переход в сверхпроводящее состояние контролировали измерением резистивных свойств образца на постоянном токе стандартным четырехзондовым методом.

### 2.3. Отжиг образцов

С целью обнаружения возможных изменений в структуре образцов при повышении температуры образцы отжигались в течение 1 часа в вакууме при температуре 750 К и охлаждались вместе с печью. После отжига цикл измерений повторялся.

## 3. Результаты и их обсуждение

### 3.1. Низкотемпературные релаксационные пики

При термоциклировании образцов, приготовленных по описанной выше технологии, на температурной зависимости декремента колебаний  $\delta(T)$  в области низких температур был обнаружен хорошо выраженный пик внутреннего трения с температурой локализации  $T_{p1} \approx 88$  К при частоте колебаний  $f \approx 68$  кГц (рис. 2,а). На восходящей (низкотемпературной) ветви пика был выявлен небольшой спутник основного пика при  $T_{p2} \approx 35$  К. Увеличение частоты колебаний приводило к возрастанию температур пиков  $T_{p1}$  и  $T_{p2}$ . Это позволило предположить, что пики обусловлены термически активированными релаксационными процессами.

Декремент колебаний  $\delta_r$  для простого релаксационного процесса дебаевского типа с единственным временем релаксации  $\tau$  описывается формулой

$$\delta_r = \pi \Delta_0 \frac{\omega\tau}{1+(\omega\tau)^2}, \quad (1)$$

где  $\omega = 2\pi f$  — круговая частота колебаний,  $\Delta_0$  — сила релаксации. В реальном эксперименте релаксацион-

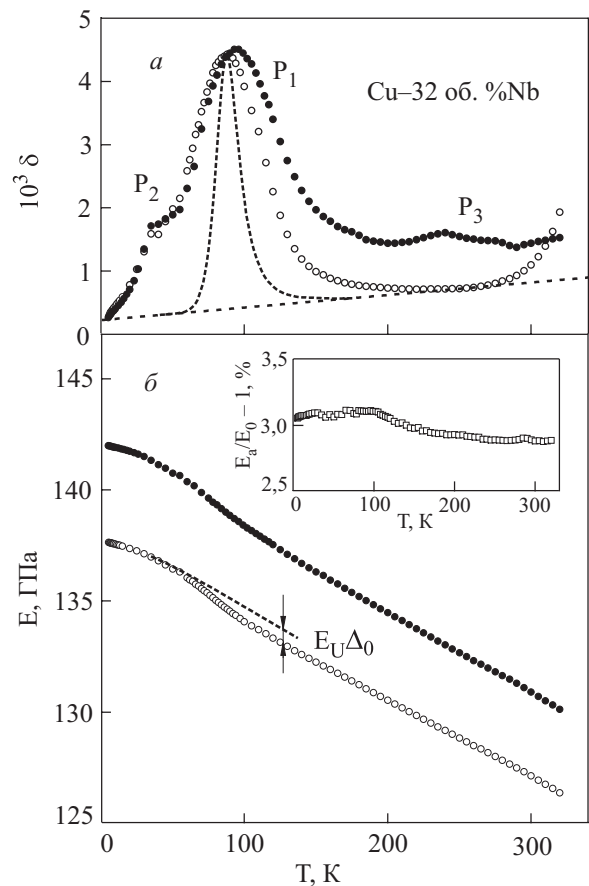


Рис. 2. Температурные зависимости декремента (а) и модуля Юнга (б) в исходном (О) и отожженном (●) наноструктурном волокнистом композите Cu–Nb. Пунктирной линией нанесен релаксационный пик Дебая. На вставке показано относительное изменение модуля Юнга в результате отжига.

ный вклад  $\delta_r$  в измеряемый декремент может быть получен путем вычитания фоновых потерь (рис. 2,а). Величина  $\delta_r$  достигает своего максимального значения  $\delta_{r,max}$  при  $\omega\tau(T_p) = 1$ . Температурная зависимость  $\tau$  при термоактивированной релаксации с энергией активации  $U_0$  и периодом попыток  $\tau_0$  определяется известной формулой:

$$\tau(T) = \tau_0 \exp(U_0/kT). \quad (2)$$

Энергию активации  $U_0$  и период попыток  $\tau_0$  можно определить, проводя измерения на нескольких частотах и откладывая полученные данные для  $\ln \omega$  в зависимости от  $T_p^{-1}$  на графике Аррениуса:

$$\ln \omega = \ln \tau_0^{-1} - \frac{U_0}{k} T_p^{-1}(\omega). \quad (3)$$

Таблица 1. Основные характеристики низкотемпературных пиков внутреннего трения

Параметр	Пик P <sub>1</sub>		Пик P <sub>2</sub>	
	Исходный	Отожженный	Исходный	Отожженный
T <sub>p</sub> , К	88	93	35	35
δ <sub>r</sub> max	4,03·10 <sup>-3</sup>	3,92·10 <sup>-3</sup>	–	–
(ΔE/E) <sub>r</sub> max	4,85·10 <sup>-3</sup>	4,37·10 <sup>-3</sup>	–	–
U <sub>0</sub> , эВ	0,093	0,099	0,017	0,017
τ <sub>0</sub> , с	1·10 <sup>-11</sup>	9·10 <sup>-12</sup>	8·10 <sup>-9</sup>	8·10 <sup>-9</sup>
α	0,346	0,320	–	–

На рис. 3 приведен график Аррениуса для основного пика и его низкотемпературного сателлита в исходном и отожженном образце, а соответствующие активационные параметры и другие характеристики пиков приведены в табл. 1. На рис. 3 видно, что отжиг образца не приводит к существенному изменению активационных параметров обоих пиков. Для основного пика P<sub>1</sub> наблюдается небольшое и почти параллельное смещение активационного графика в область более высоких температур, что незначительно изменяет значения энергии активации U<sub>01</sub> и периода попыток τ<sub>01</sub>.

Полученные значения активационных параметров близки к параметрам низкотемпературного пика Бордони и его сателлита (пика Ниблетта–Уилкса), наблюдавшихся и подробно изученных ранее на крупнозернистых поликристаллах и монокристаллах чистой меди [6]. Это позволяет сделать вывод о том, что обнаруженные в сильно фрагментированном наноструктурном волокнистом композите Cu–32 об.% Nb пики внутреннего трения определяются низкотемпературной динамикой движения дислокационных сегментов в первичном и вторичном рельефах Пайерлса медной

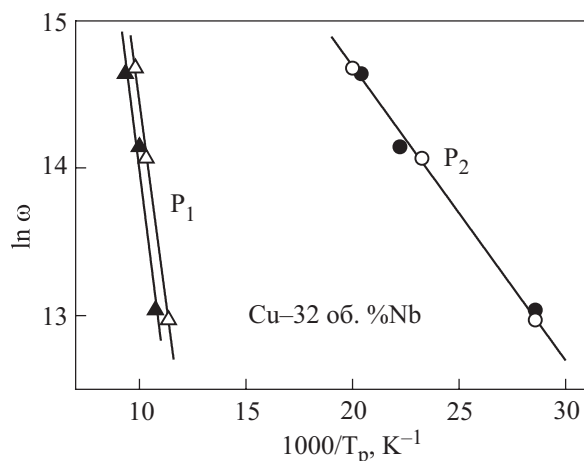


Рис. 3. График Аррениуса для пика P<sub>1</sub> и его низкотемпературного сателлита P<sub>2</sub> в исходном (светлые символы) и отожженном (темные символы) образцах наноструктурного волокнистого композита Cu–Nb.

матрицы. Микроскопическим механизмом основного пика является термоактивированное зарождение двойных перегибов на дислокациях. Низкотемпературный пик-сателлит может быть обусловлен термоактивированным преодолением потенциальных барьеров Пайерлса второго рода геометрическими перегибами на дислокациях.

При физической интерпретации характеристик динамической релаксации важным представляется также анализ ширины пика внутреннего трения и ее изменения в результате различных воздействий на материал, например, в результате термообработки. Релаксационные пики, обусловленные подвижностью элементарных дефектов кристаллической структуры, в реальных экспериментах часто оказываются гораздо шире, чем предсказывают простые выражения (1) и (2) для дебаевской релаксации с единственным временем релаксации [7,8]. На рис. 2,а пунктиром показан дебаевский пик внутреннего трения, который имеет активационные параметры, приведенные в табл. 1 для пика P<sub>1</sub>. Видно, что ширина измеренного пика почти в 3 раза превышает ширину дебаевского пика. Уширение пиков связано с тем, что релаксация в реальном кристалле характеризуется не одним значением τ, а некоторым спектром времен релаксации. В качестве возможных причин существования такого распределения для времени релаксации могут служить наличие в кристалле внутренних напряжений и/или статистических вариаций локального состава многокомпонентных систем. Структурные неоднородности такого типа должны приводить к непрерывному распределению значений τ. В литературе было предложено много различных функций распределения для времен релаксации. Наиболее реалистичным представляется использование при вычислении τ распределения Гаусса для значений энергии активации U вокруг некоторого среднего значения U<sub>0</sub> [9]. Подобный подход был позднее развит в работах [10–12]. Кирквуд и Фуосс [13] применили упрощенный феноменологический способ учета дисперсии времен релаксации, который не требует громоздких вычислений и в то же время дает количественную оценку изменения ширины пиков, в частности, после пластической деформации или высокотемпературного отжига. Они записали выражение (1) в более общем виде:

$$\delta_r = \pi \Delta_0 \alpha \frac{(\omega\tau)^\alpha}{1 + (\omega\tau)^{2\alpha}}, \quad (4)$$

в котором уширение релаксационных пиков характеризуется параметром распределения 0 < α < 1. При α = 1 выражение (4) переходит в выражение (1) для процессов с единственным временем релаксации, а при α → 0 спектр распределения значений τ становится бесконечно широким.



В табл. 1 отражены изменения активационных параметров пиков  $P_1$  и  $P_2$  после высокотемпературного отжига, а также приведены значения параметров  $\delta_{r\max}$  и  $\alpha$  для пика  $P_1$  в исходном и отожженном образцах. Высокотемпературный отжиг сильно фрагментированных композитных образцов не приводит к существенному уменьшению высоты пика и увеличивает его ширину (см. рис. 2,а и табл. 1). Кроме того, возрастает сила релаксации  $\Delta_0$ , которая определяется произведением числа релаксаторов на вклад отдельного релаксатора во внутреннее трение. Действительно, можно показать, что, согласно (4), сила релаксации в отожженном состоянии равна

$$\Delta_0^{\text{an}} = \Delta_0^{\text{init}} \frac{\alpha^{\text{init}} \delta_{r\max}^{\text{an}}}{\alpha^{\text{an}} \delta_{r\max}^{\text{init}}}$$

(верхние индексы показывают состояние образца). Это выражение позволяет определить знак и величину относительного изменения силы релаксации. Подстановка данных для  $\alpha$  и  $\delta_{r\max}$  из табл. 1 показывает, что  $\Delta_0$  увеличивается в результате отжига примерно на 5%. Увеличение ширины и температуры пика  $P_1$  за счет смещения высокотемпературной ветви после отжига наноструктурного композита свидетельствует о смещении энергетического спектра релаксаторов в область более высоких энергий при некотором увеличении силы релаксации. В отличие от этого, отжиг крупнозернистых поликристаллов и монокристаллов меди, как правило, приводит к значительному уменьшению силы динамической релаксации, ширины и температуры локализации пиков Бордони.

### 3.2. Динамический модуль Юнга

Температурные зависимости динамического модуля Юнга в исходном и отожженном образцах композита показаны на рис. 2,б. Абсолютные значения упругих модулей при 300, 78 и 4,2 К и их изменение в результате отжига приведены в табл. 2.

Таблица 2. Динамический модуль Юнга в исходном и отожженном образцах

Параметр	T, К			
	4,2	78	300	
$E^{\text{init}}$ , ГПа	137,7	135,1	127,1	
$E^{\text{an}}$ , ГПа	142,0	139,4	130,9	
$E^{\text{init}}/E^{\text{an}} - 1$ , %	3,12	3,18	2,98	
$E_{\text{Cu}}$ , ГПа [14]	134,0	133,7	129	
$E_{\text{Nb}}$ , ГПа	110,0 [9]	109,2	104,1	
$E_{\text{Cu-32об.}\% \text{Nb}}$ , ГПа	Фойгт	127,0	125,9	120,4
	Ройсс	125,9	124,8	119,2

В области температур, близких к  $T_{p1}$ , на зависимостях  $E(T)$  наблюдалась отчетливая «ступенька» дефекта модуля в обоих состояниях образца. Динамический дефект модуля вблизи релаксационного дебаевского пика (1) описывается формулой

$$(\Delta E/E)_r = \frac{E_U - E}{E_U} = \Delta_0 \frac{1}{1 + (\omega\tau)^2}, \quad (5)$$

где  $E_U$  — нерелаксированный модуль Юнга. Это означает, что в случае релаксации с единственным  $\tau$  отношение высоты релаксационного пика к максимальному дефекту модуля должно иметь значение  $\delta_{r\max}/(\Delta E/E)_{r\max} = \pi/2$ . Из данных табл. 1 следует, что это отношение составляет менее единицы ( $\approx 0,9$ ). Согласно (4), статистический разброс характеристик элементарных релаксаторов приводит не только к уширению пика, но и к снижению его высоты  $\delta_{r\max}$ . Ранее это было также показано в [10] при детальном рассмотрении влияния дисперсии энергии активации на ширину релаксационного пика. В то же время, полный дефект модуля во всех случаях определяется величиной  $\Delta_0$  (произведением числа релаксаторов на вклад единичного релаксатора) независимо от типа и ширины распределения.

Отметим еще одну особенность динамического модуля Юнга изученного композита. Для исходных образцов измеренные величины  $E_0$  во всем интервале температур превосходят значения модуля упругости в композите, вычисленные по правилу смесей, как в приближении Фойгта, так и в приближении Ройсса [15] (см. табл. 2). Более того, при низких температурах значения  $E_0$  оказались выше значений модуля Юнга в поликристаллической отожженной меди. Таким образом, образование мелкодисперсного состояния с помощью ИПД выдавливанием и волочением приводит к повышению жесткости данного композита, в отличие от чистой меди, где прокатка [14] или равноканальное угловое прессование [16] существенно понижали модули упругости. Указанный эффект может быть обусловлен образованием текстуры в процессе приготовления образцов.

После отжига модуль Юнга возрастает еще примерно на 3 % практически равномерно во всем интервале температур (см. вставку на рис. 1,б и табл. 2) с небольшим дополнительным дефектом модуля в окрестности пика Бордони.

Изменение упругих модулей в результате пластической деформации или высокотемпературного отжига наблюдалось во многих работах, в том числе и в работах авторов настоящей статьи. В большинстве случаев это изменение связывалось с изменением дислокационного вклада в модуль упругости, который определяется параметрами дислокационной структуры кристаллов: плотностью дислокаций  $\Lambda$ , средней длиной  $L_c$  и типом

распределения дислокационных сегментов по длинам. В динамических экспериментах важную роль играют релаксационные свойства дислокационных сегментов. В области температур ниже комнатной возможно проявление различных термоактивированных дислокационных релаксационных процессов с энергиями активации  $0,002 \text{ эВ} < U < 1 \text{ эВ}$ : миграция дислокационных кинков в потенциальном рельефе Пайерлса 2-го рода, образование пар кинков на дислокациях (преодоление рельефа Пайерлса 1-го рода), взаимодействие дислокаций с примесными центрами закрепления и др. Релаксационные механизмы движения дислокаций дают температурно-зависимый вклад в модули упругости, как это было показано, например, для ряда ОЦК металлов в [7]. Из этого можно сделать вывод, что наблюдаемое температурно-независимое увеличение динамического модуля Юнга на  $\approx 3\%$  в результате высокотемпературного отжига обусловлено изменениями таких структурных параметров композита, которые в исследуемой области температур не дают зависящих от температуры релаксационных вкладов в динамический модуль упругости, в частности, изменением композиционного равновесия или параметров текстуры материала. Следует отметить, что в отожженном образце в области низких температур продолжает наблюдаться (и даже несколько усиливается) дислокационная релаксация Бордони. Это может свидетельствовать о том, что при высокотемпературном отжиге суммарная длина дислокационных сегментов (плотность дислокаций) не претерпевает существенных изменений. Уширение пика Бордони в результате отжига может быть обусловлено увеличением дисперсии активационных параметров данного релаксационного процесса (уменьшением  $\alpha$  в (4)). Природа такого изменения распределения активационных параметров в настоящее время остается невыясненной.

### 3.3. $\alpha$ -пик в ниобиевой компоненте композита

Как показано на рис. 2,а, акустические свойства изученного композита в области умеренно низких температур определяются, главным образом, свойствами медной матрицы. После высокотемпературного отжига на температурной зависимости декремента колебаний  $\delta(T)$  при температуре  $T_{p3} \approx 240 \text{ К}$  наблюдается слабый пик  $P_3$ , который может представлять собой следы  $\alpha$ -пики, наблюдавшегося ранее в моно- и поликристаллах ниобия различной чистоты [10,12] и обусловленного релаксационным процессом термоактивированного образования пар кинков на невинтовых дислокациях [18].

### 3.4. Область температур ниже 12 К

**3.4.1. Сверхпроводящие свойства композита.** Наличие ниобиевых волокон в композите приводит к тому, что сплав Cu–32 об.% Nb обнаруживает сверхпроводя-

щие свойства ниже  $T_c \approx 8,6 \text{ К}$ . Напомним, что в ниобии температурная зависимость динамического модуля Юнга в точке  $T_c$  разделяется на две ветви, соответствующие нормальному ( $N$ ) и сверхпроводящему ( $S$ ) состояниям (см. рис. 4,б), причем значения  $E$  в  $N$ -состоянии систематически выше значений модуля Юнга в  $S$ -состоянии. Наблюдающийся при этом дефект модуля  $(\Delta E/E)_{NS}$  коррелирует с температурной зависимостью плотности термализованных «нормальных» электронных возбуждений в металле при температурах ниже  $T_c$  и не зависит от чистоты материала и частоты звуковых колебаний [19]. В отличие от поли- и монокристаллов ниобия, переход композита Cu–32 об.% Nb в сверхпроводящее состояние практически не отражается на акустических свойствах изученного композита как в исходном, так и в отожженном состояниях (рис. 5,а,б). Этот факт свидетельствует о том, что и в области низких температур медная матрица определяет упругие свойства композита.

Объемная доля ниобиевых волокон, образовавшихся в результате деформации ниобиевых дендритов, в изученных образцах находится выше предела перко-

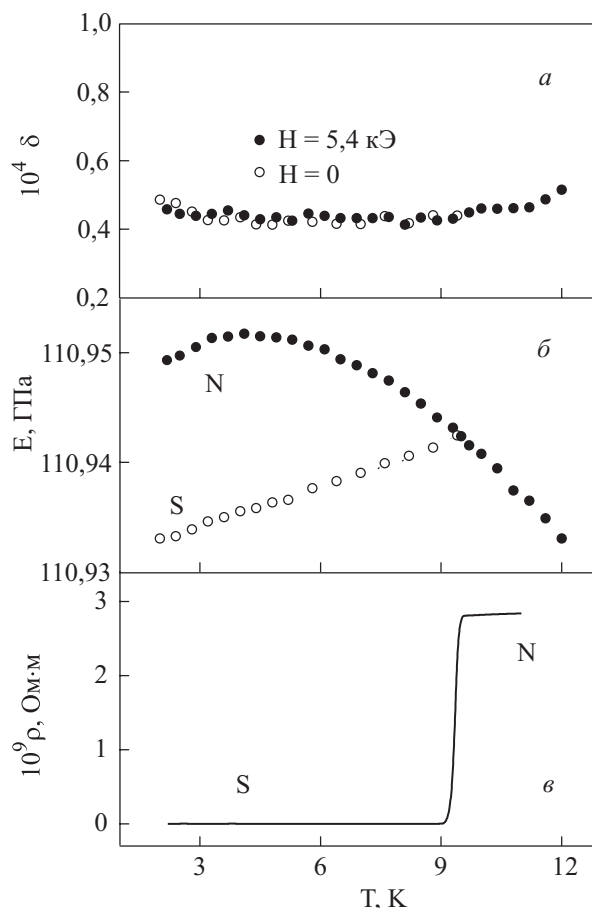


Рис. 4. Низкотемпературное изменение декремента (а), модуля Юнга (б) и электросопротивления (в) в поликристаллах Nb. Акустические свойства измеряли в сверхпроводящем (при  $H = 0$ ) и в нормальном (при  $H > H_{c2}$ ) состояниях.

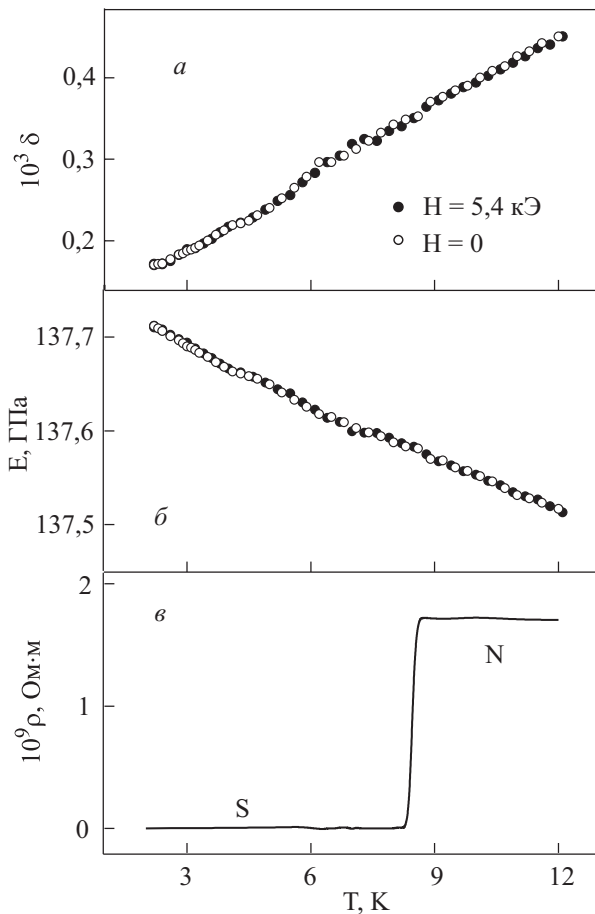


Рис. 5. Температурные зависимости декремента (а), модуля Юнга (б) и электросопротивления (в) в наноструктурном волокнистом композите Cu–Nb в нормальном и сверхпроводящем состояниях.

ляции [20]. Однако следует учитывать, что ниобиевые волокна разделены наноразмерными медными прослойками, поэтому объемная макроскопическая сверхпроводимость в композите реализуется, в том числе, и за счет эффекта близости [21]. Поэтому критическая температура перехода в сверхпроводящее состояние  $T_c$  в композите, определенная резистивным методом, несколько ниже, чем в чистом ниобии ( $T_c \approx 8,6$  К вместо 9,27 К в Nb, см. рис. 5,в).

3.4.2. *Термоактивированная релаксация двухуровневых систем.* Кроме отсутствия влияния NS-перехода на упругие свойства композита, следует отметить и другое отличие поведения упругих свойств в крупнозернистых поликристаллах ниобия и в наноструктурном композите. В области температур ниже 12 К как в исходных, так и в отожженных образцах наблюдалась почти линейная зависимость модуля Юнга от температуры  $E(T)$  (рис. 6). Такое поведение модулей упругости характерно для сильно разупорядоченных твердотельных структур и может быть объяснено в терминах феноменологической модели релаксирующих двухуровневых систем (ДУС) [22,23]. В модели

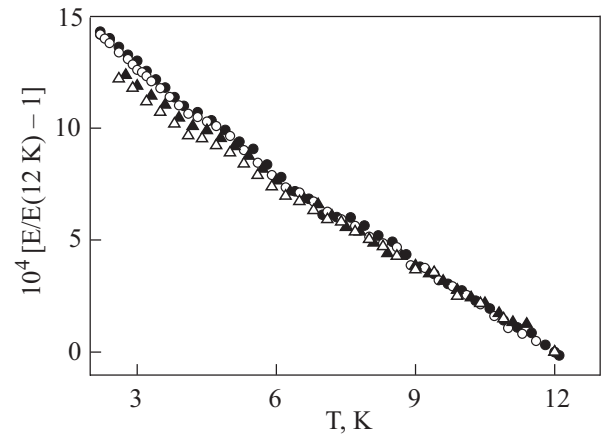


Рис. 6. Влияние отжига на относительное изменение модуля Юнга в наноструктурном волокнистом композите Cu–Nb в нормальном (темные символы) и сверхпроводящем (светлые символы) состояниях: исходный (●,○), отожженный (▲,△).

предполагается, что атомы (или группы атомов) могут занимать ряд равновесных положений в разупорядоченной решетке, разделенных малыми энергетическими барьерами. Ультразвуковые фононы возмущают равновесие электронного газа и тепловых фононов и модулируют параметры преодоления энергетических барьеров. В наших экспериментах  $\hbar\omega \ll kT$  ( $\hbar$  — постоянная Планка), доминирующими в изученной температурной области являются релаксационные вклады, и вкладом резонансных механизмов взаимодействия ДУС с акустическими фононами можно пренебречь. Туннельная модель релаксации ДУС дает логарифмическую зависимость  $\Delta E/E$  от температуры, что не согласуется с экспериментом. В то же время, линейный ход  $\Delta E/E(T)$  соответствует представлениям о термоактивированной релаксации ДУС со статистически однородным распределением активационных параметров. В работе [24] было показано, что в рамках этих представлений изменение модуля упругости с температурой должно описываться формулой

$$\Delta E/E(T, \omega) = AT \ln \omega + C. \quad (6)$$

Однако оказалось, что экспериментальные данные, полученные в [24], лучше согласуются с эмпирическим выражением

$$\Delta E/E(T, \omega) = AT + B \ln \omega. \quad (7)$$

Здесь  $A, B, C$  — константы. Оба выражения предсказывают линейную зависимость модуля упругости от температуры, что легко установить в условиях низкотемпературного эксперимента. В то же время при измерениях на фиксированной частоте выявить экспериментально различие между (6) и (7) не представ-

ляется возможным. Константа  $A$  имеет смысл величины силы релаксации для данного релаксационного процесса, т.е. термоактивированной релаксации ДУС, термодинамическое равновесие которых нарушается упругим полем ультразвуковой волны. Незначительное уменьшение величины  $A$  в отожженных образцах (см. рис. 6) может быть обусловлено уменьшением плотности ДУС в результате высокотемпературного отжига.

#### 4. Заключение

Проведено экспериментальное исследование низкотемпературных акустических свойств двухфазного наноструктурного композита Cu–32 об.% Nb, полученного путем выплавки двухфазного сплава и последующей интенсивной пластической деформации выдавливанием и волочением. Также получены данные об изменении этих свойств в результате отжига образцов в вакууме при 750 К. Анализ всей совокупности экспериментальных данных позволяет сделать следующие выводы.

1. Акустические свойства композита в основном определяются свойствами медной матрицы. В частности, при  $T \approx 90$  К наблюдается пик внутреннего трения, активационные параметры которого близки к параметрам низкотемпературной динамической релаксации Бордони в меди.

2. Измеренные величины модуля Юнга композита в исходном интенсивно деформированном образце при всех температурах превосходят значения модуля, вычисленные для данного композита по правилу смесей, что может быть обусловлено образованием текстуры в процессе приготовления образцов.

3. Отжиг образцов незначительно изменяет параметры низкотемпературной дислокационной релаксации и заметно (примерно на 3% во всем интервале температур) увеличивает значение модуля Юнга. Отсутствие заметной чувствительности модуля упругости к изменению температуры свидетельствует о недислокационной природе этого эффекта.

4. Переход в сверхпроводящее состояние не влияет на акустические свойства наноструктурного композита в области температур ниже  $T_c \approx 8,6$  К: температурные зависимости декремента колебаний и динамического модуля Юнга, измеренные в  $N$ - и  $S$ -состояниях, совпадают между собой.

5. В области температур  $2 \text{ К} < T < 12 \text{ К}$  наблюдалась линейная зависимость модуля Юнга от температуры. Такая зависимость характерна для сильно разупорядоченных твердотельных структур, к которым, по-видимому, относятся образцы изученного композита, и может быть объяснена термоактивированной релаксацией двухуровневых систем. Выявлено уменьшение

плотности ДУС в результате высокотемпературного отжига образцов.

1. *Диаграммы состояния двойных металлических систем*, Справочник, Н.П. Лякишев (ред.), Машиностроение, Москва (1997), т. 2.
2. *Двойные и многокомпонентные системы на основе меди*, Справочник, Наука, Москва (1979).
3. Г.И. Терехов, Л.Н. Александрова, *Известия АН СССР. Сер. Металлы* № 4, 210 (1984).
4. В.Т. Петренко, М.А. Тихоновский, А.П. Бердник, А.И. Сомов, М.М. Олексиенко, В.М. Аржавитин, *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Общая и ядерная физика* № 3 (9), 20 (1979).
5. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, С.Н. Смирнов, *Акустический журнал* **44**, 640 (1998).
6. Д. Ниблетт, Дж. Уилкс, *УФН* **80**, 125 (1963).
7. R. De Batist, *Internal Friction of Structural Defects in Crystalline Solids*, North Holland, Amsterdam (1972).
8. А. Новик, Б. Берри, *Релаксационные явления в кристаллах*, Атомиздат, Москва (1975).
9. A.S. Nowick and B.S. Berry, *IBM J. Res. Dev.* **5**, 297 (1961).
10. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **25**, 748 (1999) [*Low Temp. Phys.* **25**, 558 (1999)].
11. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **26**, 711 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 522 (2000)].
12. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **27**, 547 (2001) [*Low Temp. Phys.* **27**, 404 (2001)].
13. J.G. Kirkwood and R.M. Fuoss, *J. Chem. Phys.* **9**, 329 (1941).
14. Н.М. Ledbetter and S.A. Kim, *Mater. Science & Eng.* **101**, 87 (1988).
15. Т.Д. Шермергор, *Теория упругости микронеоднородных сред*, Наука, Москва (1977).
16. N. Kobelev, E. Kolyvanov, and Y. Estrin, *Acta Mater.* **56**, 1473 (2008).
17. П.П. Паль-Валь, *ФНТ* **23**, 1250 (1997) [*Low Temp. Phys.* **23**, 938 (1997)].
18. A. Seeger and C. Wüthrich, *Nuovo Cimento* **B33**, 38 (1976).
19. P.P. Pal-Val, V.D. Natsik, and L.N. Pal-Val, *Mater. Science & Eng.* **A442**, 212 (2006).
20. C.J. Lobb, M. Tinkham, and W.J. Skocpol, *Solid State Commun.* **27**, 1273 (1978).
21. В.Т. Петренко, М.М. Олексиенко, М.А. Тихоновский, А.П. Бердник, А. И. Сомов, Г.Ф. Тихинский, *ФММ* **50**, 293 (1980).
22. S. Hunklinger and A.K. Raychaudhuri, *Progress in Low Temp. Phys.*, D.F. Brewer (ed.), Elsevier, Amsterdam, Netherlands (1986), v. IX, ch. 3.
23. P.W. Anderson, *J. Phys. (Paris)*, Colloq. **37**, C4-339 (1976).
24. G. Bellessa, *Phys. Rev. Lett.* **40**, 1456 (1978).



Low-temperature relaxation processes in  
Cu–Nb nanostructured fiber composite

E.N. Vatazhuk, P.P. Pal-Val, L.N. Pal-Val,  
V.D. Natsik, M.A. Tikhonovsky, and A.A. Kupriyanov

The elastic and dissipative properties of nanostructured superconducting fiber composites Cu–32 vol.% Nb have been studied at frequencies of 70 kHz and temperatures ranged from 2 to 320 K. The composites were prepared using intensive plastic deformation techniques. The niobium fibers 200–500 nm in diameter were uniformly distributed in the copper matrix. It is established that the acoustic properties of the composite are determined mainly by the properties of the copper matrix. In the vicinity of 90 K, an internal friction

relaxation peak is observed. The activation parameters of the peak are close to those for Bordoni relaxation in pure copper. It is shown that below 12 K the temperature dependence of the dynamic Young's modulus is governed by thermoactivated relaxation of two-level systems in a highly disordered medium. The influence of high-temperature annealing on the effects found is investigated.

PACS: 75.50.Tt Fine-particle systems; nanocrystalline materials;

**62.40.+i** Anelasticity, internal friction, stress relaxation, and mechanical resonances.

Keywords: intensive plastic deformation, fiber composites; dynamic Young's modulus, internal friction, low temperatures.