

Деформационное упрочнение металлов и сплавов в сверхпроводящем состоянии

В.В. Пустовалов, И.Н. Кузьменко, Н.В. Исаев,
В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина
E-mail: pustovalov@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 23 мая 2003 г.

Исследовано деформационное упрочнение монокристаллов чистого Al и сплава Pb–In в нормальном (N) и сверхпроводящем (S) состояниях. Установлено, что для коэффициентов деформационного упрочнения выполняется неравенство $\theta_S > \theta_N$ независимо от способа осуществления SN -перехода (с помощью внешнего магнитного поля или температуры).

Вивчено деформаційне зміцнення монокристалів чистого Al та сплаву Pb–In у нормальному (N) та надпровідному (S) станів. Встановлено, що для коефіцієнтів деформаційного зміцнення виконується нерівність $\theta_S > \theta_N$ незалежно від способу здійснення SN -переходу (за допомогою зовнішнього магнітного поля або температури).

PACS: 62.20.Fe, 74.25.Ld

1. Введение

Переход металла из нормального в сверхпроводящее состояние при температурах ниже T_c (критическая температура сверхпроводимости) сопровождается заметным изменением его пластичности: уменьшается деформирующее напряжение, увеличиваются глубина релаксации напряжения и скорость ползучести [1]. Для объяснения этих явлений, которые иногда называют эффектами разупрочнения металла при NS -переходе, было предложено несколько теоретических моделей, основанных на возрастании подвижности дислокаций вследствие уменьшения силы электронного торможения в сверхпроводящей фазе. Эти модели объясняли экспериментальные зависимости эффектов разупрочнения от температуры, подобные температурным зависимостям энергетической щели сверхпроводника и коэффициента силы трения дислокаций в кристалле, а также сильную зависимость величины эффектов от концентрации и мощности барьеров, препятствующих движению дислокаций. Однако влияние NS -перехода на дефектную структуру и скорость деформационного упрочнения кристалла оказалось более сложным, а наблюдаемые явления не сводились к «разупрочнению» в сверх-

проводящем состоянии. Так, в работе [2] было обнаружено, что равные деформации ползучести чистого свинца при температуре ниже T_c в N - (в магнитном поле сверхпроводящего соленоида) и S -состояниях приводят к разному приросту электросопротивления: деформация в S -состоянии вызывает больший прирост сопротивления. Авторы предположили, что в процессе ползучести в сверхпроводящем состоянии быстрее образуются дефекты кристаллической решетки. Поскольку основной вклад в увеличение сопротивления вносили точечные дефекты, возникающие при взаимном пересечении дислокаций, рост количества актов пересечения в сверхпроводящем состоянии объяснялся увеличением скорости и плотности подвижных дислокаций из-за изменения условий их динамического торможения. Аналогичные результаты получены в работах [3,4], где изучалось изменение дефектной структуры в ходе активной деформации моно- и поликристаллов свинца. Деформация образцов при температуре $T < T_c$ в N - и S -состояниях сопровождалась монотонным ростом электросопротивления, однако скорость роста в S -состоянии была выше. Наблюдаемое приращение электросопротивления определялось вкладом точечных дефектов (вакансий, межузельных

атомов), а формирование дислокационной структуры не зависело от электронного состояния образца. Дополнительная генерация точечных дефектов при деформации в S -состоянии объяснялась снижением энергии их образования и изменением динамики дислокаций. Прямое сравнение коэффициентов деформационного упрочнения при релаксации напряжений [5] и активной деформации [6,7] в N - и S -состояниях подтверждало гипотезу о разной скорости накопления деформационных дефектов: коэффициент упрочнения зависел от состояния образца. В ряде случаев электронное состояние деформируемого образца меняли циклически, многократно включая и выключая магнитное поле сверхпроводящего соленоида. В этих условиях скорость деформационного упрочнения сплавов Pb–Bi возрастала пропорционально количеству циклов [8]. В результате циклической смены состояния скорость деформационного упрочнения сплава Pb–In даже превышала скорость упрочнения в S -состоянии [9]. Рост коэффициента упрочнения, пропорциональный росту электросопротивления в степени 0,5, объяснялся дополнительным приращением плотности дислокаций в результате движения границ раздела нормальной и сверхпроводящей фазы при многократном включении и выключении магнитного поля.

Таким образом, помимо известных эффектов «разупрочнения» металлических кристаллов при сверхпроводящем переходе в условиях неизменной дефектной структуры (в течение характерного времени сверхпроводящего перехода в магнитном поле соленоида), наблюдаются явления дополнительного деформационного «упрочнения» кристалла как в сверхпроводящем состоянии, так и в результате циклической смены состояний. Такое упрочнение сверхпроводника, по-видимому, отражает сложную динамику дислокационных процессов при перестройке электронного энергетического спектра металла в момент фазового перехода и последующей деформации. В связи с этим представляет интерес изучить деформационное упрочнение сверхпроводника в условиях, когда сверхпроводящий переход осуществляется не только с помощью внешнего магнитного поля, но и путем изменения температуры деформации. Решению этой задачи посвящена настоящая работа.

2. Методика эксперимента

Исследованы монокристаллы Al чистотой 99,999%, а также монокристаллы Pb–5 ат.% In (чистота исходных материалов: Pb – 99,999%, In – 99,997 %). Монокристаллы алюминия выращивали методом Бриджмена двумя способами: I – в виде длинного плоского монокристалла сложной формы произ-

вольной ориентации, который затем разрезали на 5 одинаковых образцов, пригодных для растяжения; II – в разборной графитовой форме, позволяющей получить от одной заправки 10 плоских образцов для растяжения. Монокристаллы свинец–индий выращивали способом II. Размеры деформируемой части образцов: длина – 15 мм, поперечное сечение – 3x1 мм. Ориентация монокристаллов приведена на рисунках.

Образцы алюминия I деформировали с постоянной скоростью $1,1 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ при температуре $T = 0,52 \text{ К}$ ($T < 0,5T_c$, где $T_c = 1,175 \text{ К}$ – критическая температура сверхпроводящего перехода в алюминии [10]), регистрируя диаграммы растяжения в координатах «нагрузка – время». Техника деформирования при сверхнизких температурах подробно описана в [11]. В первой серии экспериментов после пересчета диаграмм в координатах «напряжение сдвига τ – деформация сдвига ϵ » сравнивали коэффициенты упрочнения $\theta = \partial\tau/\partial\epsilon$ образцов, деформированных только в сверхпроводящем или только в нормальном состоянии (в продольном магнитном поле напряженностью $H > H_c$, где $H_c = 104 \text{ Э}$ – напряженность критического магнитного поля в алюминии [10]). Во второй серии экспериментов регистрировали изменение скорости упрочнения одного и того же образца в результате сверхпроводящего перехода в магнитном поле соленоида. Монокристаллы алюминия II деформировали с постоянной скоростью $1,1 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, сравнивая коэффициенты деформационного упрочнения при двух температурах $T_1 = 1,0 \text{ К}$ и $T_2 = 1,3 \text{ К}$, выбор которых определялся условием $T_1 < T_c < T_2$.

Монокристаллы Pb–5 ат.% In, ориентированные для легкого скольжения, деформировали со скоростью $1,1 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$, одновременно нагревая образец в окрестности критической температуры сверхпроводящего перехода $T_c = 7,05\text{--}7,1 \text{ К}$ [10]. Дрейф сигнала, соответствующего нулевой нагрузке на образце, контролировали до и после эксперимента. По диаграмме растяжения определяли коэффициенты деформационного упрочнения θ одного и того же образца ниже и выше T_c .

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Кривые упрочнения в координатах «сдвиговое напряжение – сдвиговая деформация», полученные для двух монокристаллов алюминия одинаковой ориентации при постоянной температуре $T < 0,5T_c$ в среде жидкого He³, представлены на рис. 1. Одна из кривых соответствует деформации сверхпроводящего образца (штриховая линия), вторая – нормального образца (сплошная линия), помещенного

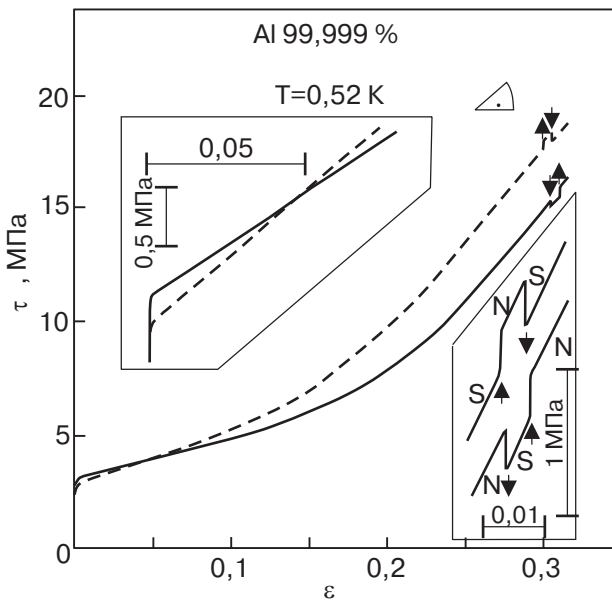


Рис. 1. Кривые упрочнения монокристаллов Al в нормальном (сплошная линия) и сверхпроводящем (штриховая линия) состояниях при $T = 0,52$ К, $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-5}$ с $^{-1}$. В левой вставке начальные участки кривых. В правой вставке скачки деформирующего напряжения при NS - и SN -переходах в области больших деформаций.

в магнитное поле сверхпроводящего соленоида напряженностью $H > H_c$. Видно, что критическое напряжение сдвига сверхпроводящего образца меньше, чем нормального: $\tau_{0S} < \tau_{0N}$. Разница напряжений $\Delta\tau_{0NS} = \tau_{0N} - \tau_{0S}$ для разных пар образцов составляет 0,27 – 0,30 МПа. В то же время скорость деформационного упрочнения сверхпроводящего образца заметно выше, чем нормального: $\theta_S > \theta_N$ (в области деформаций $\epsilon \lesssim 0,15$ их отношение составляет $\theta_S/\theta_N \approx 1,43$). В результате при $\epsilon > 0,05$ для поддержания заданной скорости деформации к сверхпроводящему образцу необходимо приложить большее напряжение, чем к нормальному. В этом смысле можно говорить об упрочнении сверхпроводящего образца, которое при $\epsilon \approx 0,3$ достигает величины более 2,7 МПа. При больших деформациях $\theta_S/\theta_N \approx 1,01$. Важно отметить, что SN -или NS -переходы (в магнитном поле) в любой точке кривых $\tau(\epsilon)$ сопровождаются соответственно ростом $\Delta\tau_{SN}$ или падением $\Delta\tau_{NS}$ уровня деформирующего напряжения (см. вставку на рис. 1), однако скачки напряжения на порядок меньше, чем разница напряжений в области больших деформаций.

Наблюдаемый эффект упрочнения $\theta_S > \theta_N$ может объясняться отличиями дефектной структуры исходных монокристаллов, особенностями ее эволюции в ходе деформации, возникающими во внешнем магнитном поле или в результате изменения электронного состояния кристалла при фазовом пе-

реходе. Наши данные относятся к монокристаллам одной серии роста, с одинаковой ориентацией и с близкими дефектными структурами, на что косвенно указывают знак и абсолютная величина $\Delta\tau_{0NS}$, совпадающие с литературными данными о скачке напряжения в одном и том же образце алюминия [12]. Однако влияние исходной структуры на величину коэффициента θ не исключено, поэтому важно сравнить упрочнение, наблюдаемое на разных образцах, с упрочнением одного и того же монокристалла, деформированного в S - и N -состояниях. Характерные участки кривой растяжения $\tau(\epsilon)$ монокристалла алюминия при температуре 0,52 К с SN -переходами во внешнем магнитном поле представлены на рис. 2. При малых деформациях (рис. 2,а) в результате SN -перехода деформирующее напряжение возрастает на величину $\Delta\tau_{SN} = 0,27$ МПа, а коэффициент упрочнения падает ($\theta_S > \theta_N$) приблизительно на 10%. Наблюдаемое увеличение напряжения $\Delta\tau_{SN}$ равно разности критических напряжений сдвига $\Delta\tau_{0NS} = \tau_{0N} - \tau_{0S}$ нормального и сверхпроводящего образцов в предыдущем эксперименте. Падение коэффициента упрочнения при переходе кристалла в N -состояние (см. рис. 2) также соответствует данным для разных образцов, хотя отношение $\theta_S/\theta_N \approx 1,1$ заметно меньше, чем в предыдущем эксперименте. Обратный переход в S -состояние сопровождается падением деформирующего напряжения $\Delta\tau_{NS}$ и ростом коэффициента θ . На переходном участке деформации (рис. 2,б) параметры кривой упрочнения при SN -переходе изменя-

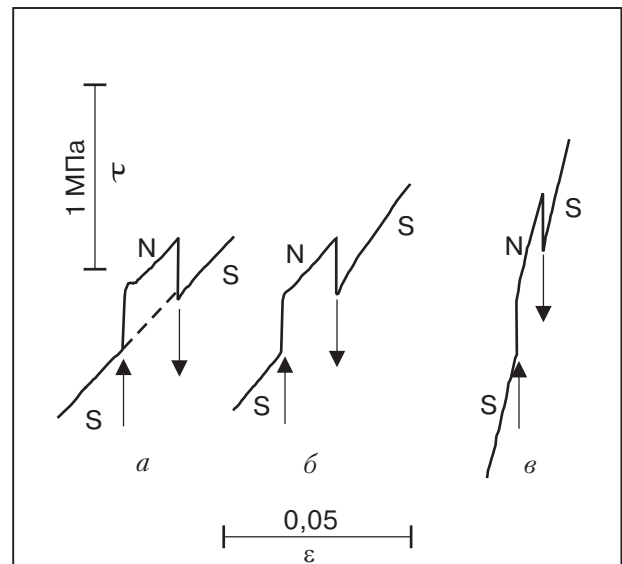


Рис. 2. Участки кривой упрочнения монокристалла Al с изменением электронного состояния образца на первой (а), переходной (б) и второй (в) стадиях деформации при $T = 0,52$ К.

ются аналогично, но при больших деформациях (рис. 2, в) влияние SN -перехода уменьшается. Таким образом, наблюдается качественное соответствие между данными, полученными на одном образце и на разных образцах: при температуре ниже T_c сверхпроводящий переход вызывает увеличение скорости деформационного упрочнения кристалла.

Поскольку все предыдущие эксперименты проводились во внешнем магнитном поле сверхпроводящего соленоида, одной из причин наблюдаемых эффектов могут быть динамические возмущения дефектной структуры кристалла в результате включения и выключения магнитного поля или его неоднородного распределения в плоском образце конечной длины. Влияние поля в этих случаях, очевидно, тем сильнее, чем выше его напряженность, поэтому важно отметить качественное соответствие эффектов, наблюдаемых в алюминии и свинце и его сплавах [9]. Несмотря на то, что напряженность критического магнитного поля H_c алюминия почти на порядок меньше, чем второго критического поля H_{c2} сплава Pb–5 ат. % In [10], характер наблюдаемых эффектов упрочнения при сверхпроводящем переходе в магнитном поле не меняется.

Принципиальное значение для оценки роли магнитного поля могут иметь эксперименты без поля, когда сверхпроводящий переход осуществляется путем изменения температуры. Пользуясь тем, что в области низких температур напряжение течения и коэффициент деформационного упрочнения алюминия слабо зависят от температуры [12], эти параметры измеряли при разных температурах выше и ниже T_c , т.е. в условиях сверхпроводящего перехода без магнитного поля. Результаты для монокристаллов (серия роста II), деформированных в окрестности $T_c = 1,175$ К, иллюстрирует рис. 3. Одна из кривых упрочнения при $T_1 = 1,0$ К соответствует деформации в сверхпроводящем (штриховая линия), другая — при $T_2 = 1,3$ К — в нормальном (сплошная линия) состоянии. В этих условиях разность критических напряжений $\Delta\tau_{0NS} = \tau_{0N} - \tau_{0S} = 0,1$ МПа резко уменьшается по сравнению с данными при $T = 0,52$ К (см. рис. 1 и 2), что соответствует известным экспериментальным и теоретическим зависимостям $\Delta\tau_{0NS}(T)$, обсуждавшимся в [1]. Для скорости упрочнения при $\varepsilon > 0,1$ по-прежнему выполняется неравенство $\theta_S(T_1) > \theta_N(T_2)$: для заданной скорости растяжения сверхпроводящего образца требуется приложить большее напряжение по сравнению с нормальным образцом. Отношение $\theta_S(T_1)/\theta_N(T_2) = 1,68$, а максимальная разница деформирующих напряжений составляет 1,2 МПа. С учетом различных условий роста и ориентации монокристаллов серий I и II, эти оценки со-

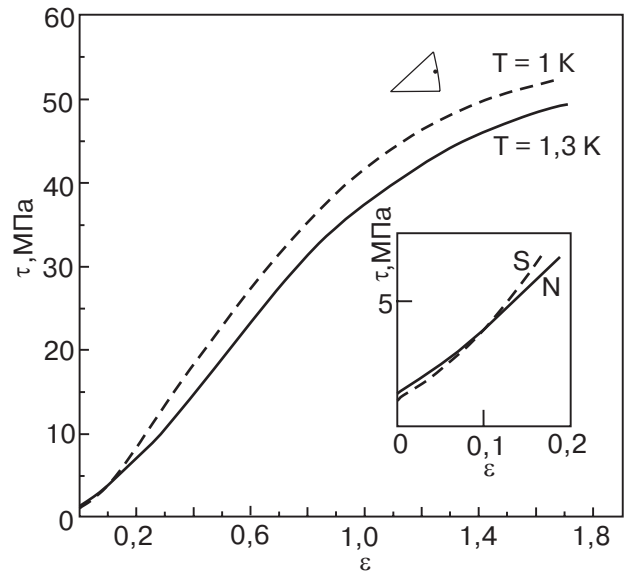


Рис. 3. Кривые упрочнения монокристаллов Al в нормальном (сплошная линия) и сверхпроводящем (штриховая линия) состояниях при температурах выше и ниже T_c . На вставке начальные участки кривых. $\dot{\varepsilon} = 1,1 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$.

гласуются с данными, рассчитанными по кривым упрочнения на рис. 1 и 2. Таким образом, наблюдается качественная аналогия между результатами экспериментов во внешнем магнитном поле и эксперимента с изменением температуры образца вблизи T_c : коэффициент деформационного упрочнения алюминия в сверхпроводящем состоянии больше, чем в нормальном.

Для дальнейшей оценки влияния внешних условий на результат эксперимента представляет интерес совместить преимущества обеих методик: сравнить скорости деформационного упрочнения одного и того же образца при температурах выше и ниже критической, т.е. в условиях сверхпроводящего перехода без магнитного поля. Для достоверности такого сравнения упрочнение кристалла за счет эволюции его дефектной структуры в ходе деформации с одновременным нагревом должно быть минимальным, что, прежде всего, характерно для стадии легкого скольжения. Поскольку обеспечить такое скольжение в алюминии затруднительно из-за очень высокой энергии дефекта упаковки, в качестве объекта исследования был выбран сплав Pb–5 ат. % In с благоприятной кристаллографической ориентацией. Характерный для трех изученных образцов результат деформации при нагреве (скорость нагревания $\dot{T} < 10^{-3} \text{ К} \cdot \text{с}^{-1}$) иллюстрирует рис. 4. Видно, что: в области $T < T_c$ изменение скорости нагревания не влияет на величину $\delta\dot{\tau}$, которая при заданной скорости растяжения пропорциональна коэффициенту θ_S ; при переходе через T_c скорость нагревания постоянна, но наблюдается заметное падение вели-

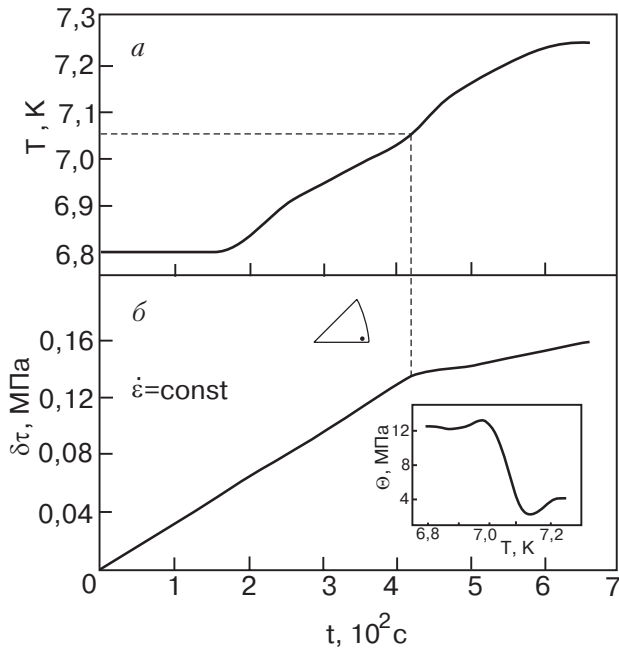


Рис. 4. Деформационное упрочнение монокристалла Pb-5 at. % In на стадии легкого скольжения: изменение температуры кристалла от времени (а); приращение напряжения течения в зависимости от времени растяжения со скоростью $\dot{\varepsilon} = 1,1 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$ (б). На вставке — температурная зависимость коэффициента деформационного упрочнения θ в окрестности T_c .

чины $\delta\dot{\tau}$; при $T = T_c$ скачок деформирующего напряжения $\Delta\tau_{SN} = 0$. Для разных образцов отношение коэффициентов упрочнения изменялось в пределах $2 < \theta_S/\theta_N < 3$. Время эксперимента составляло не более $1/10$ времени деформации с заданной скоростью на всей стадии легкого скольжения. До начала эксперимента все образцы предварительно деформировали на 5–7 % выше предела пропорциональности.

Приведенные на рис. 1–4 экспериментальные результаты показывают, что наблюдаемый эффект упрочнения в сверхпроводящем состоянии $\theta_S > \theta_N$ не определяется естественной неидентичностью дефектных структур исходных (недеформированных) кристаллов или влиянием внешнего магнитного поля на дефектную структуру в ходе их деформации. Изменение коэффициента деформационного упрочнения сверхпроводящих кристаллов следует причислить к особенностям пластичности металлов и сплавов в области низких температур.

К уже известным низкотемпературным особенностям пластичности относятся аномальные температурные зависимости предела текучести ряда металлов и сплавов [13], скачкообразный характер их пластического течения [14], а также изменение деформирующего напряжения, глубины релаксации напряжения и скорости ползучести при SN-пере-

ходе [1]. В настоящее время считается, что большинство перечисленных явлений обусловлено сочетанием флуктуационных и динамических механизмов преодоления подвижными дислокациями потенциальных барьеров в кристаллической решетке. По мере понижения температуры становится существеннее роль инерционных свойств дислокаций, обусловленных изменением силы электронного трения, которая помимо температуры определяется такими фундаментальными характеристиками сверхпроводника, как величина энергетической щели и плотность сверхпроводящей компоненты.

Известные модели деформационного упрочнения (см. обзоры [15,16]), постулируя равенство деформирующего напряжения напряжению трения, действующему на подвижную дислокацию, не учитывают силы электронного торможения при низких температурах и не рассматривают их влияние на увеличение плотности подвижных дислокаций и механизмы образования дислокационных скоплений как основного структурного элемента деформированного материала. Между тем, ярким экспериментальным примером влияния электронного состояния на пластическую деформацию кристалла служит явление скачкообразной деформации при постоянной скорости нагрузки: в результате разрушения сверхпроводимости внешним магнитным полем глубина и частота скачков нагрузки резко возрастают. Феноменологические модели самого явления предполагают, что в ходе деформации в кристалле появляются дислокационные скопления, способные прорывать существующие барьеры за счет высоких напряжений в голове скопления. Не исключается, что в момент прорыва препятствия из-за низких значений теплоемкости и теплопроводности при гелиевых температурах в кристалле возникает локальный разогрев, который способствует лавинообразному движению дислокаций [12,14]. Доказать влияние электронного трения и теплоемкости в S- и N-состояниях на интенсивность такого движения пока не удастся. Однако можно предположить, что развитие скачкообразной деформации в результате SN-перехода связано с особенностями деформационного упрочнения сверхпроводников I и II рода, которые наблюдались в нашей работе: падение коэффициента упрочнения ($\theta_S < \theta_N$) и скачок напряжения $\Delta\tau_{SN} > 0$ при SN-переходе во внешнем магнитном поле могут способствовать нестабильному течению кристалла, что при определенных условиях, объясняет повышение интенсивности скачкообразной деформации в нормальном состоянии; изменение величины θ при сверхпроводящем переходе без магнитного поля, наблюдаемое в жестком сверхпроводнике вблизи T_c , может быть связано с изменением

теплоемкости, кинетических постоянных кристалла и развитием процессов разогрева в полосе скольжения дислокаций.

Полученные результаты показывают, что кроме снижения напряжения течения (разупрочнения) изученных монокристаллов при NS -переходе, их пластическая деформация в сверхпроводящем состоянии характеризуется более высоким коэффициентом деформационного упрочнения по сравнению с нормальным состоянием. Это означает, что физическая модель деформационного упрочнения сверхпроводящего кристалла должна учитывать флуктуационно-динамические механизмы движения дислокаций, обусловленные как самой областью низких температур, так и фундаментальными характеристиками сверхпроводящего перехода.

1. В.И. Старцев, В.Я. Ильичев, В.В. Пустовалов, *Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах*, Металлургия, Москва (1975) с. 328.
2. И.А. Гиндин, В.П. Лебедев, Я.Д. Стародубов, *ФТТ* **14**, 2025 (1972).
3. В.П. Лебедев, В.С. Крыловский, *ФТТ* **18**, 3648 (1976).
4. В.П. Лебедев, В.С. Крыловский, *Металлофизика* **8**, 114 (1986).
5. V.I. Dotsenko, A.I. Landau, and V.V. Pustovalov, *Phys. Status Solidi* **B66**, 279 (1974).
6. И.Н. Кузьменко, *Автореф. дисс. ... канд. физ.-мат. наук*, Харьков, ФТИНТ АН УССР (1984).
7. В.П. Лебедев, В.С. Крыловский, *ФТТ* **33**, 2994 (1991).
8. Д.А. Диденко, В.В. Пустовалов, *ФНТ* **1**, 1428 (1975).
9. В.П. Лебедев, В.С. Крыловский, В.М. Пинто-Самоес, *ФТТ* **23**, 1128 (1997).
10. V.W. Roberts, *Properties of Selected Superconductive Materials*, NBS TN, No 724 (1972).
11. И.Н. Кузьменко, В.В. Пустовалов, С.Э. Шумилин, *ПТЭ* **1**, 196 (1988).
12. L.N. Kuzmenko and V.V. Pustovalov, *Cryogenics* **25**, 346 (1985).
13. В.И. Доценко, А.И. Ландау, В.В. Пустовалов, *Современные проблемы низкотемпературной пластичности материалов*, Наукова думка, Киев (1987).
14. В.В. Пустовалов, *ФНТ* **26**, 515 (2000).
15. А.Л. Ройтбурд, в сб.: *Физика деформационного упрочнения монокристаллов*, Наукова думка, Киев (1972).
16. О.В. Клявин, в сб.: *Физические процессы пластической деформации при низких температурах*, Наукова думка, Киев (1974).

Strain hardening of metals and alloys in the superconducting state

V.V. Pustovalov, I.N. Kusmenko, N.V. Isaev, V.S. Fomenko, and S.E. Shumilin

Strain hardening of pure Al and Pb–In single crystals in superconducting (S) and normal (N) states is studied. It is found that strain hardening coefficients satisfy the inequality $\theta_S > \theta_N$ irrespective of whether the SN transition is realized by applying external magnetic field or temperature.