

Низкотемпературная пластичность сплавов Pb–Bi: роль термической активации и инерционных эффектов

Н. В. Исаев, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко,
С. Э. Шумилин

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины,
Украина, 310164, г. Харьков, пр. Ленина, 47
E-mail: isaev@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 6 марта 1998 г.

В температурном интервале 0,5–295 К детально исследованы температурные зависимости критического напряжения сдвига и скоростной чувствительности деформирующего напряжения монокристаллов Pb–Bi с содержанием примеси висмута 0,1–6,0 ат.%. Изучен эффект понижения деформирующего напряжения при переходе деформируемого сплава в сверхпроводящее состояние и измерена зависимость эффекта от концентрации примеси. Развита представления о последовательном переходе при охлаждении от термически активированного движения дислокаций через примесные барьеры к термоинерционному в области температур 10–25 К и к квантоинерционному движению при температурах порядка и ниже 1 К. Выполнен детальный термоактивационный анализ экспериментальных данных и получены эмпирические оценки величины внутренних напряжений, параметров дислокационно-примесного взаимодействия, электронной и фононной компонент коэффициента динамического трения дислокаций.

В температурному інтервалі 0,5–295 К детально досліджено температурні залежності критичної напруги зсуву та швидкісної чутливості деформуючої напруги монокристалічних сплавів Pb–Bi з концентрацією домішок вісмута в межах 0,1–6,0 ат.%. Досліджено ефект пониження деформуючої напруги при переході деформуемого сплава в стан надпровідності та виміряно залежності ефекта від концентрації домішок. Розвинуто уявлення про послідовний перехід при охолодженні від термічно активованого руху дислокацій через домішкові бар'єри до термоінерційного руху в температурній області 10–25 К і до квантоінерційного руху при температурах порядку і нижче 1 К. Проведено детальний термоактиваційний аналіз експериментальних даних і одержано емпіричні оцінки величин внутрішніх напружень, параметрів дислокаційно-домішкової взаємодії, електронної та фононної компонент коефіцієнта динамічного тертя дислокацій.

PACS: 62.20.Fe, 83.50.Bv, 61.72.Bb

1. Введение

Теория предела текучести твердых растворов, основанная на представлениях о термически активированном преодолении дислокациями локальных примесных барьеров, предсказывает монотонное возрастание эффективного напряжения с понижением температуры [1,2]. Ранее было показано [3,4], что в случае твердых растворов олова и сурьмы в свинце эта теория достаточно хорошо описывает все основные особенности пластического течения, зарегистрированные в экспериментах в области

умеренно низких температур. Термоактивационный анализ экспериментальных данных, проведенный в этих работах по схеме, предложенной в [1,5], позволил оценить эмпирические параметры теории и установить статистику распределения барьеров вдоль линии дислокации.

Вместе с тем в области водородно-гелиевых температур наблюдаются низкотемпературные особенности (аномалии) пластичности, которые не находят объяснения в рамках простых термофлуктуационных представлений. К ним относятся прежде всего сложная температурная зависимость

предела текучести, атермическая ползучесть, скачок напряжения при сверхпроводящем переходе. Изучению этих эффектов посвящено большое количество экспериментальных работ, обзор которых дан в [6]. Для объяснения низкотемпературных аномалий выдвинуто несколько гипотез, учитывающих специфику динамического и активационного движения дислокаций при низких температурах. Так, для сплавов на основе ГЦК и ГПУ металлов получены доказательства определяющего влияния как инерционных [7,8], так и квантовомеханических [3,9,10] эффектов на движение дислокаций через примесные барьеры. Однако полной ясности в вопросе о механизмах низкотемпературных аномалий пластичности пока не существует.

Как стало ясно в последнее время [11,12], корректная трактовка экспериментальных данных возможна лишь при соблюдении ряда условий, главными из которых являются:

- максимально широкий изученный интервал температур, в котором пластическая деформация осуществляется путем скольжения дислокаций и не подвержена существенному влиянию диффузионных процессов;

- необходимость наряду с температурной зависимостью предела текучести исследовать температурные зависимости дифференциальных характеристик пластичности, таких как чувствительность деформирующего напряжения к скорости и температуре деформации;

- возможно более широкий интервал концентраций примесных барьеров, тормозящих движение дислокаций;

- значительное разнообразие высоты локальных барьеров, достигаемое за счет изменения типа легирующего элемента.

Соблюдение этих условий и использование усовершенствованной процедуры термоактивационного анализа [11,12] позволяют получить весьма обширную информацию о динамических параметрах дислокаций и дислокационно-примесного взаимодействия: установить статистику распределения примесей вдоль дислокационных линий, оценить высоту примесных барьеров и характерный уровень внутренних напряжений, величину коэффициента динамического трения дислокаций.

Одним из наиболее удобных объектов исследования, удовлетворяющих перечисленным выше условиям, являются монокристаллы твердых растворов на основе свинца. В настоящей работе проведено детальное изучение кинетики низкотемпературной пластической деформации

монокристаллов Pb–Bi с широким набором значений концентрации примеси Bi. Применение строгой процедуры термоактивационного анализа экспериментальных данных позволило расширить и углубить представления о специфических для низких температур динамических эффектах при движении дислокаций. Интерес к сплаву Pb–Bi дополнительно связан с необычным изменением его тепловых свойств при сверхпроводящем переходе, что является существенным для выяснения вопроса о возможной роли тепловых эффектов в низкотемпературных особенностях пластичности металлов.

2. Методика эксперимента

Исследовались сплавы Pb–Bi с содержанием Bi 0,1; 0,5; 1,0; 3,0; 6,0 ат.%. Чистота исходных материалов для приготовления сплавов составляла: Pb — 99,9999%, Bi — 99,997%. Монокристаллы выращивались методом Бриджмена в разборной графитовой форме [13], позволяющей получать серию из 10-ти образцов от одной затравки. Размеры рабочей части образца 15×3×1 мм. Ориентация оси растяжения образцов находилась вблизи направления [110]. Кривые деформационного упрочнения $\tau(\epsilon)$ при растяжении с постоянной скоростью $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ (τ — сдвиговое напряжение, ϵ — сдвиговая деформация) были получены в температурном интервале 0,5–295 К. При $T \geq 4,2$ К эксперименты проводились на низкотемпературной деформационной установке с ^4He -криостатом, а при 0,5–4,2 К образцы деформировались на установке с ^3He -криостатом [14]; изменение температуры регулировалось с помощью откачки паров ^4He и ^3He . Контроль за температурой осуществлялся с помощью трех термометров сопротивления, прикрепленных к различным точкам образца. Относительная погрешность измерения температуры образца не превышала 10^{-2} .

Значение критического напряжения сдвига τ_0 определяли по отклонению начального участка кривой $\tau(\epsilon)$ от закона Гука. В ряде случаев вблизи напряжения τ_0 образец разгружали, охлаждали и вновь нагружали. При этом значения τ_0 , полученные путем нагружения образца при трех-четырёх различных температурах с учетом упрочнения при каждом нагружении, соответствовали значениям, определяемым из кривой $\tau(\epsilon)$ при фиксированной температуре.

При $T < T_c$ ($T_c \approx 7,2$ К — критическая температура сверхпроводящего перехода свинца) измерения проводились на образцах в сверхпро-

водящем и нормальном состояниях: переход в нормальное состояние производился включением магнитного поля сверхпроводящего соленоида, в котором находился образец. В этих экспериментах регистрировалась величина скачка деформирующего напряжения $\Delta\tau_{SN}$. В слабо легированных сплавах не наблюдалось влияние захвата магнитного потока, искажающее величину скачка $\Delta\tau_{SN}$. В случае сильно легированных сплавов для исключения влияния захвата магнитного потока на измеряемые параметры их значения регистрировались только при первом разрушении сверхпроводимости внешним магнитным полем.

В процессе деформирования при фиксированной температуре кроме τ_0 измеряли также чувствительность деформирующего напряжения $[\Delta\tau(\epsilon)]_T$ к увеличению скорости деформирования от значения $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ в 10 и 100 раз. Для построения температурной зависимости $\Delta\tau(T)$ величину $\Delta\tau$ определяли путем экстраполяции зависимости $\Delta\tau(\tau)$ в точку $\tau = \tau_0$, что позволяло свести до минимума неконтролируемое влияние деформационных дефектов. Погрешность измерения напряжения составляла ± 2 кПа.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

3.1. Температурные зависимости параметров пластичности

Зарегистрированные в эксперименте температурные зависимости критического напряжения сдвига $\tau_0(T)$ и чувствительности деформирующего напряжения к изменению скорости деформирования $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ для всех изученных сплавов показана на рис. 1–4.

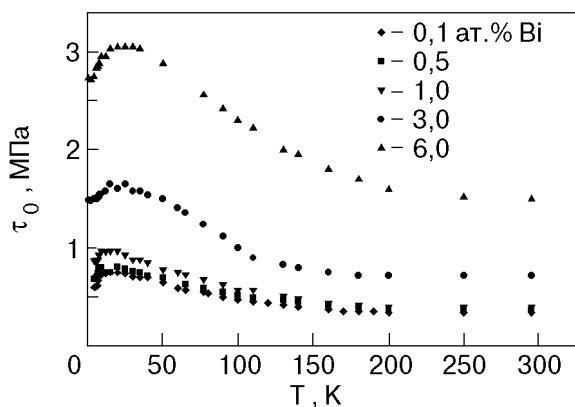


Рис. 1. Температурная зависимость критического напряжения сдвига $\tau_0(T)$ для монокристаллов Pb–Bi с различным содержанием Bi, ось растяжения ориентирована вблизи направления [110].

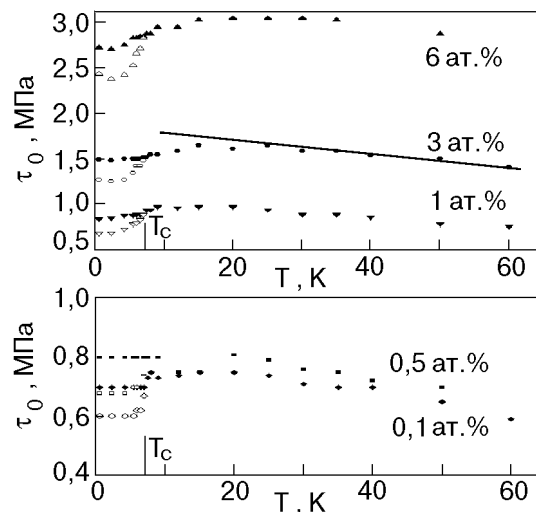


Рис. 2. Аномалия критического напряжения сдвига $\tau_0(T)$ для монокристаллов Pb–Bi в нормальном и сверхпроводящем состояниях (низкотемпературная детализация зависимостей, показанных на рис. 1): темные символы – нормальное состояние, светлые символы – сверхпроводящее состояние, T_c – температура сверхпроводящего перехода. Сплошная линия – теоретическая зависимость (3), соответствующая чисто термоактивированному скольжению дислокаций в сплаве Pb–3 ат.% Bi, полученная для значений параметров из таблицы.

На зависимостях $\tau_0(T)$ для всех пяти значений концентрации примеси можно выделить четыре участка (рис. 1, 2): практическое отсутствие температурной зависимости (атермичность) при $T > 150\text{--}200$ К; возрастание τ_0 при охлаждении образцов до некоторой температуры $T_{m1} \approx 10\text{--}30$ К; заметное убывание τ_0 при охлаждении образцов ниже T_{m1} ; появление еще одного интервала атермичности при $T < 5$ К. При этом температурные границы указанных интервалов, высота пика на кривой

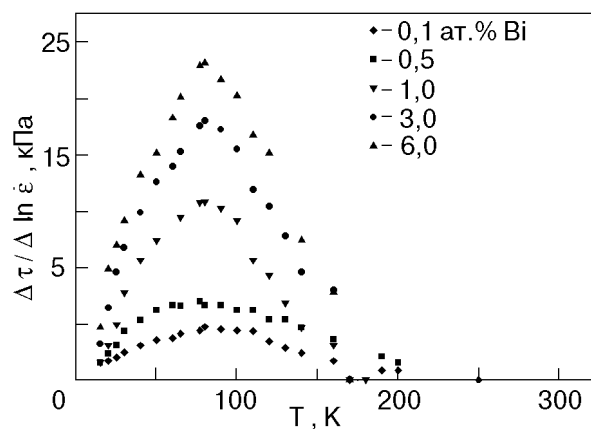


Рис. 3. Температурная зависимость чувствительности деформирующего напряжения к изменению скорости деформирования $\dot{\epsilon}$ от $1,1 \cdot 10^{-5}$ до $1,1 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ для сплавов Pb–Bi с различным содержанием Bi.

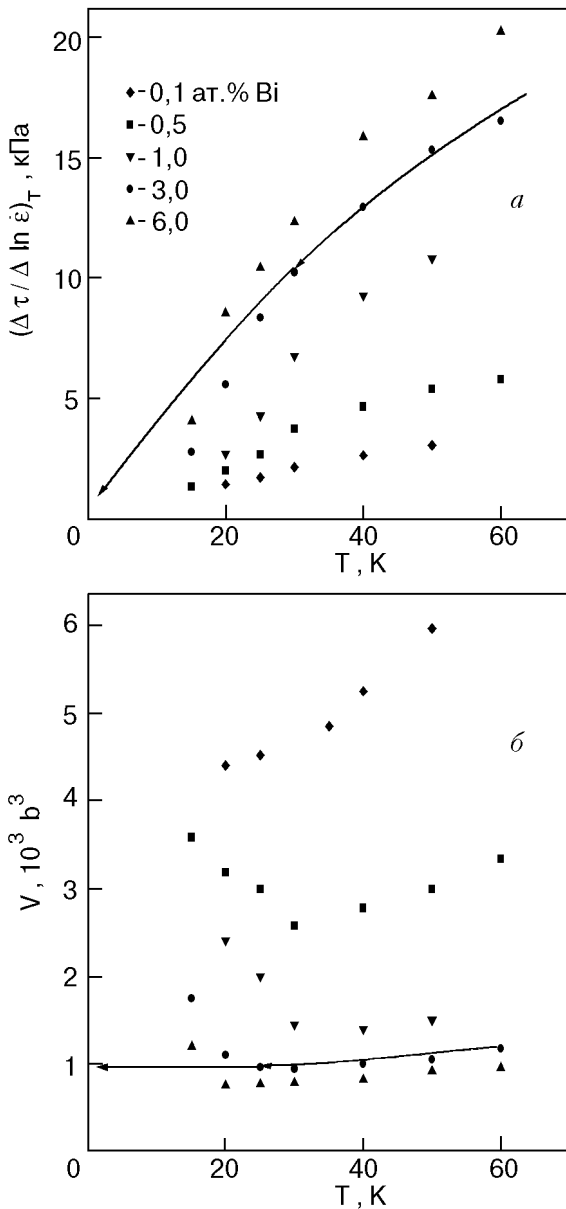


Рис. 4. Низкотемпературные аномалии скоростной чувствительности деформирующего напряжения (а) и активационного объема (б). Сплошные линии – теоретические зависимости, соответствующие чисто термоактивируемому скольжению дислокаций в сплаве Pb–3 ат.% Bi, построенные для значений параметров из таблицы.

$\tau_0(T)$, а также значения τ_0 в области высокотемпературного и низкотемпературного интервалов атермичности довольно существенно зависят от концентрации C примесных атомов.

Ниже критической температуры сверхпроводящего перехода T_c наблюдается хорошо известный эффект изменения пластичности [6]: перевод образцов из сверхпроводящего в нормальное состояние включением магнитного поля сопровождается повышением критического напряжения сдвига на величину $\Delta\tau_{NS} = \tau_{0N}(T) - \tau_{0S}(T) > 0$ (рис. 2).

Следует отметить большую относительную величину эффекта разупрочнения ($\Delta\tau_{NS}/\tau_{0N} \approx 10-15\%$) и существенную зависимость $\Delta\tau_{NS}$ от концентрации примесей.

Зависимость $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ (рис. 3, 4) для всех исследованных сплавов представляет собой кривую с максимумом при $T_{m2} \approx 80-90$ К. Температура максимума T_{m2} не зависит от концентрации примесей, а величина $\Delta\tau(T_{m2})/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ существенно возрастает с ростом концентрации. В температурных областях $T \approx 180-200$ К и $T < 12-15$ К скоростная чувствительность деформирующего напряжения практически исчезает (с точностью до погрешности измерения $\Delta\tau \approx 2$ кПа). Следует отметить, что в области $T > 200$ К величина $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ становится отрицательной, а на кривых упрочнения наблюдается сокращение стадии линейного упрочнения и первые признаки нестабильного (скачкообразного) пластического течения. Эти наблюдения свидетельствуют о существенной роли в процессах неупругой деформации при $T > 200$ К диффузии примесей и диффузионно-дислокационных эффектов деформационного старения.

Приведенные на рис. 3, 4 зависимости $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ были получены при изменении скорости деформации в 10 раз. В случае изменения скорости деформации в 100 раз наблюдались аналогичные значения $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$.

На рис. 4 в увеличенном масштабе по оси температур показана низкотемпературная аномалия скоростной чувствительности $[\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}]_T$: при $T < 20-30$ К скорость убывания этой величины при охлаждении резко возрастает. Более наглядно аномалия видна на температурной зависимости активационного объема (рис. 4, б):

$$V(T) = kT(\Delta \ln \dot{\epsilon}/\Delta\tau)_T.$$

Общие закономерности температурных зависимостей $\tau_0(T)$ и $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ для сплавов Pb–Bi качественно подобны тем, что наблюдались для других сплавов на основе ГЦК металлов [3,4,8].

3.2. Термически активированная пластичность

Экспериментально наблюдаемые в области $30 \text{ К} < T < 150 \text{ К}$ зависимости критического напряжения сдвига τ_0 и скоростной чувствительности напряжения течения $\Delta\tau(T)/\Delta \ln \dot{\epsilon}$ от температуры и концентрации примеси для монокристаллов Pb–Bi имеют все признаки, характерные для дислокационной

пластической деформации, которая определяется термически активированным движением дислокаций через локальные барьеры, образованные примесными атомами. В таких случаях связь между скоростью пластической деформации $\dot{\epsilon}$, деформирующим напряжением τ и температурой T определяется классическим уравнением Аррениуса:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp [-H(\tau^*)/kT] . \quad (1)$$

Здесь $\tau^* = \tau_0 - \tau_i$ — эффективное напряжение, представляющее собой разность между деформирующим τ_0 и дальнедействующим (внутренним) τ_i напряжениями; $H(\tau^*)$ — эффективная энергия (энтальпия) активации, конкретный вид которой зависит от силового закона взаимодействия дислокации с центром закрепления и статистики распределения этих центров вдоль дислокационной линии.

Для различных моделей твердорастворного упрочнения зависимость энтальпии активации от напряжения хорошо аппроксимируется общим выражением [1]

$$H(\tau^*) = H_0 [1 - (\tau^*/\tau_c)^p]^q , \quad (2)$$

где H_0 — энергетический параметр дислокационно-примесного взаимодействия, характерный для конкретной примеси; τ_c — критическое напряжение безактивационного движения дислокации через примесные барьеры. Показатели степени в формуле (2) p и q — численные параметры порядка единицы: значение параметра q зависит от формы барьера, а параметра p и величины τ_c — от свойств самого барьера и статистики распределения барьеров вдоль линии дислокации.

Из соотношений (1) и (2) легко получить явные выражения для экспериментально изученных характеристик пластичности:

$$\tau_0(T) = \tau_i + \tau_c \left[1 - (T/T_0)^{1/q} \right]^{1/p} , \quad (3)$$

$$\left(\frac{\Delta \tau}{\Delta \ln \dot{\epsilon}} \right)_T = \frac{\tau_c}{pqA} \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \left[1 - \left(\frac{T}{T_0} \right)^{1/q} \right]^{(1-p)/p} . \quad (4)$$

Здесь использованы обозначения: $A = \ln(\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon})$; $T_0 = H_0/kA$.

Сопоставление соотношений (3) и (4) с экспериментальными зависимостями, представленными на рис. 1–4, позволяет определить эмпирические значения параметров теории p , q , τ_i , τ_c , A , H_0 . При этом в общем случае необходимо учитывать, что параметры τ_c , τ_i , H_0

прямо пропорциональны модулю сдвига G и, следовательно, зависят от температуры в меру зависимости $G(T)$. Пренебрежение этим обстоятельством может привести к значительным погрешностям в оценке параметров теории в тех случаях, когда формулы (3) и (4) используются для описания показаний эксперимента в очень широком интервале температур [11]. Однако для сплавов на основе свинца этот интервал, как правило, не превышает 200 К, и поправки, связанные с температурной зависимостью $G(T)$, оказываются малыми.

Дополнительные трудности возникают также при корректном учете температурной зависимости параметра τ_i , входящего в выражение (3), что обусловлено ненадежностью методов измерения $\tau_i(T)$ в области низких температур [15]. Избежать возможных ошибок, обусловленных указанными выше обстоятельствами, позволяет схема термоактивационного анализ, предложенная в [11].

Прежде всего следует проанализировать температурную зависимость скоростной чувствительности напряжения $(\Delta \tau / \Delta \ln \dot{\epsilon})_T$, для которой теоретическое выражение (4) не содержит параметр τ_i . С помощью этой зависимости можно получить эмпирические значения параметров p , q , T_0 , а также отношение τ_c/A . После этого для вычисления τ_c необходимо найти независимым образом параметр A . Это можно сделать, если найти эмпирические значения производной $d\tau_0/dT$ численным дифференцированием графиков на рис. 1, и, считая $d\tau_i/dT \ll d\tau_0/dT$, воспользоваться соотношением

$$A = -T \left(\frac{\Delta \tau}{\Delta \ln \dot{\epsilon}} \right)_T^{-1} \left(\frac{d\tau_0}{dT} \right)_T . \quad (5)$$

В рамках сделанных предположений о примесной природе барьеров, преодолеваемых дислокацией путем термоактивации, а также слабой зависимости $\tau_i(T)$, вычисленная из выражения (5) величина A не должна существенно зависеть от концентрации примеси и температуры. Атермичность эмпирических значений параметра A является одним из критериев применимости уравнения (1) и соотношения (2) для описания процесса пластического течения.

Для согласования выражений (3) и (4) следует в качестве эмпирической оценки уровня внутренних напряжений взять значения $\tau_i = \tau_0(T_0)$. После этого необходимо найти для

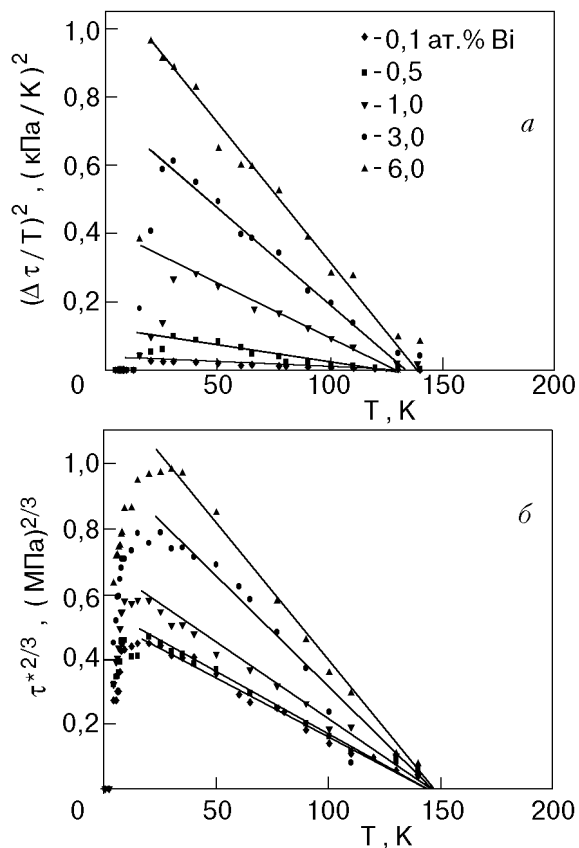


Рис. 5. Сравнение экспериментальных температурных зависимостей $(\Delta\tau/T)^2$ (а) и $\tau^{*2/3}$ (б) с формулами (3) и (4) (сплошные линии) при значениях параметров $p = 2/3$ и $q = 1$.

каждой концентрации эмпирические значения эффективного напряжения $\tau^*(T) = \tau_0(T) - \tau_i = \tau_0(T) - \tau_0(T_0)$ и проверить соответствие выбранных значений p , q экспериментальным зависимостям, показанным на рис. 1.

При обработке экспериментальных данных по описанной выше схеме нами были рассмотрены все возможные комбинации значений показателей степени в формуле (2): $p = 1; 2/3$ и $q = 2; 3/2; 1$. В каждом случае анализировалась корреляция экспериментальных данных с теоретическими зависимостями (3) и (4), а также температурные

и концентрационные зависимости входящих в эти выражения параметров теории. В результате анализа оптимальными оказались значения $p = 2/3; q = 1$. При этих значениях в интервале температур $T = 30-140$ К зависимость $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T$ является линейной в координатах $(\Delta\tau/T)^2$ от T для всех изученных сплавов (рис. 5,а). В том же температурном интервале зависимость $\tau_0(T)$ линейна в координатах $(\tau^*)^{2/3}$ от T , где $\tau^*(T) = \tau_0(T) - \tau_0(T_0)$ (рис. 5,б).

Эмпирические значения параметров T_0 , τ_c , τ_i , рассчитанные с помощью графиков на рис. 1, 2, рис. 5,а,б и выражений (3) и (4), представлены в таблице. Значения параметра A , полученные в результате численного дифференцирования $\tau_0(T)$ (рис. 1), а также использования формулы (5) и данных рис. 2, оказались не зависящими от температуры в интервале 30–140 К. Средние по этому температурному интервалу значения A и соответствующие им значения $H_0 = kT_0A$ также приведены в таблице. Из таблицы видно, что существенную зависимость от концентрации примеси имеют только критическое напряжение τ_c и внутреннее напряжение τ_i . При этом влияние примесей на внутреннее напряжение τ_i оказывается незначительным при малых концентрациях и заметно проявляется только при $C > 0,01$.

Дополнительным свидетельством корректности проведенного выше анализа и полученных оценок являются следующие обстоятельства. Значение параметра $A \approx 20$ характерно для большинства ГЦК металлов [1,2]. Этот параметр практически не зависит от температуры в довольно широком интервале (30–140 К), что свидетельствует о несущественной роли зависимостей $G(T)$ и $\tau_i(T)$. Температура T_0 , соответствующая верхнему пределу применимости уравнения (1), приблизительно одинакова для всех сплавов. Согласно выражению (2), это является признаком того, что при повышении концентрации висмута тип и параметры барьеров,

Таблица

Эмпирические значения параметров теории

C , ат.%	T_0 , К	τ_c , МПа	τ_i , МПа	A	H_0 , эВ	f_m , $\text{H} \cdot 10^{-11}$	T_i , К	$\Delta\tau_{NS}/\tau_c$
0,1	141	0,30	0,40	20	0,25	2,0	12	0,31
0,5	140	0,37	0,45	20	0,25	2,0	15	0,31
1,0	138	0,57	0,50	20	0,25	2,0	17	0,28
3,0	137	0,99	0,80	20	0,25	2,0	22	0,24
6,0	140	1,35	1,95	23	0,27	2,2	25	0,24

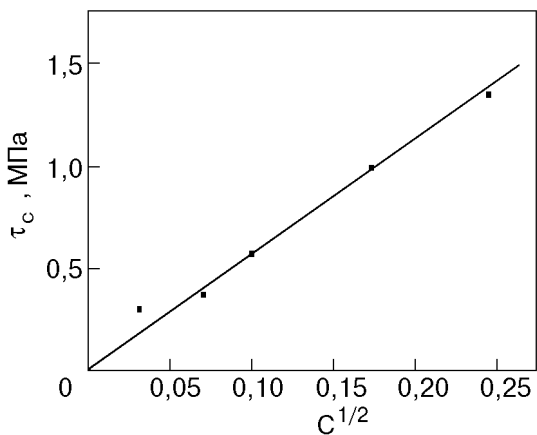


Рис. 6. Концентрационная зависимость критического напряжения безактивационного движения дислокаций.

тормозящих движение дислокаций, не изменяются.

Подобно T_0 ведет себя и характерный энергетический параметр H_0 . Эмпирическое значение H_0 соответствует случаю, когда эффективным барьером для дислокаций в ГЦК кристалле являются одиночные атомы примеси. При этом среднее значение $H_0 \approx 0,26$ эВ оказывается близким к соответствующей величине, полученной в результате термоактивационного анализа в [3,4] для сплавов Pb–Sn (0,27 эВ), и заметно меньшим, чем для сплавов Pb–Sb (0,31 эВ). Значение H_0 хорошо согласуется с данными о мощности примесных барьеров в свинце, полученными другими методами [16–18].

Существует еще один важный тест, позволяющий оценить корректность выбора численных значений p и q , — проверка корреляции между значениями температур T_{m2} и T_0 , которая вытекает из формулы (4). Исследование формулы (4) на максимум приводит к соотношению $T_{m2} = p^q T_0$. Легко видеть, что для значений $p = 2/3$ и $q = 1$ это соотношение выполняется с точностью порядка 10%.

Значение параметра p и вид зависимости $\tau_c(C)$ дают возможность, как известно, получить представление о статистике распределения барьеров вдоль линии дислокации. Значение $p = 2/3$ относится к ситуации, когда средняя длина дислокационных сегментов L зависит от действующего на дислокацию напряжения τ^* (статистика Фриделя). В этом случае L в первом приближении определяется выражением [19]

$$L \approx \left(2E_L b / \tau^* C \right)^{1/3}, \quad (6)$$

где E_L — сила линейного натяжения дислокации; b — вектор Бюргерса. Для статистики Фриделя

напряжение безактивационного отрыва дислокации от барьера определяется выражением

$$\tau_c = (2E_L / b^2) \delta^{2/3} C^{1/2}, \quad (7)$$

где $\delta = f_m / 2E_L$ — безразмерная прочность барьера (f_m — максимальная сила, необходимая для преодоления барьера без помощи термоактивации). На рис. 6 показано, что полученные значения параметра τ_c для сплавов с различным содержанием примеси действительно удовлетворяют выражению (7). Наклон прямой на рис. 6 дает возможность оценить величину параметра f_m :

$$\frac{2E_L}{b^2} \delta^{2/3} = \frac{f_m^{3/2}}{b^2} \sqrt{2E_L} = 7 \cdot 10^6 \text{ Па}. \quad (8)$$

Используя соотношение (8), стандартную оценку $2E_L = Gb^2$, значения модуля сдвига $G = 10^{10}$ Па и вектора Бюргерса $b = 3,5 \cdot 10^{-10}$ м для системы легкого скольжения свинца, получаем значения f_m , приведенные в таблице. Величина f_m для примесей висмута оказывается несколько меньшей, чем при легировании свинца оловом [3] и сурьмой [4]. Это хорошо согласуется с данными о влиянии примесей Bi, Sn и Sb на твердорастворное упрочнение свинца, полученными в [16–18].

Отметим, что эмпирическое значение параметра $q = 1$ для примесей висмута оказалось отличным от значения $q = 3/2$, найденного для примесей Sn и Sb в работах [3,4]. В случае примесей Bi значения $q = 3/2$ или 2 не удовлетворяют выражениям (3) и (4), или приводят к необъяснимо высоким значениям параметров H_0 , T_0 , f_m . Данное обстоятельство свидетельствует о различии профилей потенциальных барьеров, создаваемых этими примесями.

Таким образом, оптимальное значение параметра $p = 2/3$ и конкретный вид концентрационной зависимости $\tau_c(C)$ свидетельствуют о том, что в изученных сплавах распределение барьеров вдоль линии дислокации соответствует статистике Фриделя. Величины энергетического параметра барьера H_0 , максимальной силы f_m и предельной температуры T_0 характерны для барьеров, образованных отдельными атомами замещения в свинце. При $T > 140$ К эффективный вклад в деформирующее напряжение вносят только препятствия дальнедействующего характера.

Все описанные выше закономерности пластического течения сплавов Pb–Bi существенно

изменяются при $T < 30$ К: температурные зависимости измеренных характеристик пластичности отклоняются от закономерностей, характерных для термоактивированного процесса, описываемого уравнением Аррениуса. Подобные отклонения получили название низкотемпературных аномалий пластичности.

3.3. Низкотемпературные аномалии пластичности

Отклонение при $T < 30$ К экспериментальных данных от теоретических зависимостей (3) и (4) хорошо видно на рис. 2 и 4. При охлаждении образца ниже некоторой характерной температуры T_i наблюдается более резкое убывание температурной $(d\tau_0/dT)_i$ и скоростной $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T$ чувствительностей деформирующего напряжения, чем предсказывается зависимостями (3) и (4). При этом производная $(d\tau_0/dT)_i$ меняет знак и становится положительной, а $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T$ убывает до нуля (с точностью до погрешности в измерении напряжения $\Delta\tau \sim 2$ кПа). В области максимума $\tau_0(T)$ зависимость активационного объема от температуры имеет ярко выраженный минимум (см. рис. 4,б). Температура начала аномалии T_i , как видно из таблицы, повышается с ростом концентрации примесей.

При температуре $T < T_c$, где T_c — критическая температура сверхпроводящего перехода, все изученные сплавы переходят в сверхпроводящее состояние. Это сопровождается характерным явлением скачкообразного изменения τ_0 на величину $\Delta\tau_{NS}$ [6]. Как видно на рис. 2, величина $\Delta\tau_{NS}(T)$ возрастает с понижением температуры, а $\Delta\tau_{NS}(0)$ зависит от концентрации примеси.

Физические механизмы, действием которых можно объяснить низкотемпературные аномалии пластичности, были рассмотрены в [20]. Учитывая типичный для ГЦК сплавов характер аномалий, наблюдаемых в данной работе, мы остановимся более подробно на тех теоретических гипотезах, которые в последнее время получили экспериментальное подтверждение.

Под действием высоких эффективных напряжений в области низких температур дислокации могут разгоняться до высоких скоростей. При этом возможен переход к надбарьерному режиму движения дислокаций, для которого должны выполняться соотношения [21]

$$\tau^* = \gamma \dot{\epsilon} \quad \text{и} \quad \delta\tau/\delta\dot{\epsilon} = \gamma \dot{\epsilon}, \quad (9)$$

где γ — параметр, пропорциональный коэффициенту динамического торможения дислокаций. В нашем случае (см. разд. 3.1) измеренные значения скоростной чувствительности деформирующего напряжения находятся в существенном противоречии с соотношениями (9). В частности, как видно на рис. 2, 4, температурные зависимости $\tau_0(T)$ и $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T$ отличаются друг от друга, в то время как, согласно (9), они должны быть одинаковыми. Таким образом, в наших экспериментах аномальный характер параметров пластичности не может объясняться переходом от термофлуктуационного к надбарьерному движению дислокаций.

Одной из возможных причин аномалий может быть переход от термически активированного к квантовому движению дислокаций через барьеры. В работе [22] влиянием квантовых эффектов была объяснена ползучесть чистого свинца при $T < 10$ К, а в [22, 23] было показано, что граничная температура Θ , ниже которой квантовый механизм является определяющим, должна иметь величину порядка $0,1\Theta_D$ (Θ_D — температура Дебая). При описании движения дислокации через локальные барьеры учет влияния квантовых эффектов сводится к замене в уравнении (1) температуры T на «эффективную» температуру $T^*(T)$:

$$T^*(T) = \begin{cases} \Theta/2(1 + T^2/\Theta^2), & T < \Theta \\ T, & T > \Theta \end{cases} \quad (10)$$

После замены в (1) $T \rightarrow T^*(T)$ соотношения (3) и (4) с учетом полученных значений p , q приобретают вид

$$\tau_0(T^*) = \tau_i - \tau_c(1 - T^*/T_0)^{3/2}, \quad (11)$$

$$\left(\frac{\Delta\tau}{\Delta \ln \dot{\epsilon}} \right)_T = \frac{3\tau_c}{2A} \sqrt{1 - T^*/T_0} (T^*/T_0). \quad (12)$$

Эти формулы позволяют объяснить атермичность пластического течения при $T < 5$ К, если принять $\Theta \approx 10$ К [22]. Однако появление максимума на зависимости $\tau_0(T)$ при $T = 20$ – 30 К выражениями (11), (12) не объясняется.

Как показано в работах [3,4], более однозначные выводы о влиянии квантовых эффектов на движение дислокаций через примесные барьеры можно сделать, анализируя температурную зависимость величины $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\epsilon})_T$. Однако в нашем случае скоростная чувствительность при $T < 12$ К становится равной нулю, что связано с ограниченной

чувствительностью измерительной аппаратуры. Таким образом, можно лишь утверждать, что при $T < 30$ К изученные характеристики пластичности имеют аномалии, которые невозможно объяснить только квантовыми эффектами.

В качестве одной из причин проявления низкотемпературных аномалий пластичности обсуждается влияние инерционных свойств дислокаций [7,8,24]. В области низких температур вследствие увеличения эффективного напряжения $\tau^*(T)$ и убывания фоновой компоненты $B_{ph}(T)$ коэффициента динамического трения $B(T) = B_{ph}(T) + B_e$ (B_e — атермический вклад в торможение дислокаций электронами проводимости) происходит переход дислокационных сегментов из задемпфированного в незадемпфированное состояние. При этом время затухания собственных колебаний дислокационного сегмента составляет значительную часть времени ожидания благоприятной термической или квантовой флуктуации. В результате флуктуационный отрыв от отдельного барьера сопровождается продвижением дислокации через большое количество соседних барьеров (анзиппинг). Условием незадемпфированности дислокаций является одновременное выполнение двух неравенств:

$$\tau_0 - \tau_i = \tau^* > 0,5\tau_c, \quad (13)$$

$$BL < 2\pi(ME_L)^{1/2}, \quad (14)$$

здесь M — линейная плотность массы дислокации.

Предположение о последовательном переходе при понижении температуры от чисто

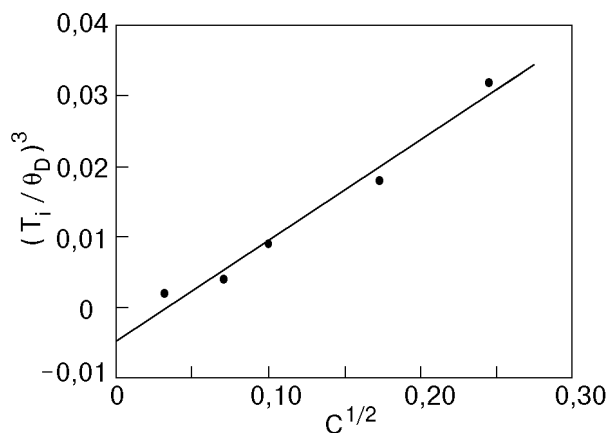


Рис. 7. Концентрационная зависимость пороговой температуры низкотемпературной аномалии T_i , иллюстрирующая справедливость выражения (16) при $\nu = 3$.

активационного к термоинерционному, а потом к квантовоинерционному механизму движения дислокаций через примесные барьеры позволило полностью описать низкотемпературную аномалию пластичности сплавов Pb–Sn и Pb–Sb [3,4]. Для сплавов Pb–Bi, согласно таблице и данным на рис. 1, условие (13) выполняется уже при $T < 60$ К. Для проверки условия (14) воспользуемся приближенными оценками $E_L \approx 0,5Gb^2$, $M \approx 0,5\rho b^2$ (ρ — плотность кристалла), а для коэффициента трения в области низких температур примем характерное для свинцовых сплавов значение $B = 4 \cdot 10^{-5} \text{ Нм}^{-2} \cdot \text{с}$ [25]. Полагая $G \approx 10^{10} \text{ Па}$, $\rho \approx 10^4 \text{ кг/м}^3$, $b \approx 3,5 \cdot 10^{-10} \text{ м}$, получим условие выполнения (14): $L < 10^{-7} \text{ м}$. Согласно соотношению (7), при $\tau^* \approx 0,5\tau_c$ с учетом выражения (9) длина сегмента имеет величину $L \approx 10^{-7} \text{ м}$ уже для сплава с минимальной концентрацией примеси $C = 0,001$. Таким образом, при $T \approx T_i$ и условие (14) выполняется для всех пяти изученных сплавов.

Совместное влияние инерционных эффектов и термических флуктуаций на движение дислокаций через препятствие рассмотрено с помощью методов машинного моделирования в [26]. Признаками такого влияния, вытекающими из термоинерционной модели, являются: а) уменьшение до нуля и изменение знака производной $d\tau^*/dT$; б) резкое увеличение активационного объема V по мере понижения температуры как следствие квазидинамического характера движения; в) возникновение аномалий только при наличии примесных барьеров и повышение пороговой температуры аномалии с ростом концентрации примеси. Закономерности проявления низкотемпературных особенностей параметров пластичности, наблюдаемые в настоящей работе, качественно согласуются с перечисленными признаками термоинерционной модели. Следовательно, низкотемпературные аномалии пластичности сплавов Pb–Bi определяются теми же физическими механизмами, которые привлекались для объяснения аномалий пластичности сплавов Pb–Sn и Pb–Sb [3,4]: при $T < 20\text{--}30$ К реализуется термоинерционный, а при $T < 10$ К — квантовоинерционный механизм движения дислокаций через примесные барьеры.

3.4. Коэффициент динамического трения дислокаций

Экспериментальная регистрация пороговой температуры низкотемпературной аномалии T_i и использование основных положений теории

термоинерционного движения дислокаций позволяют получить информацию о характерной величине и температурной зависимости коэффициента динамического торможения дислокации $B(T)$ [12].

Согласно теории термоинерционных эффектов, с ростом концентрации примесных барьеров пороговая температура T_i повышается. При выполнении неравенства $\tau^* > 0,5\tau_c$ зависимость $T_i(C)$ должна определяться условием $B(T)L(\tau^*, C) = 2\pi(ME_L)^{1/2}$, в котором температурная зависимость $B(T)$ обусловлена фоновой компонентой. При $T < \Theta_D$ фоновый вклад в динамическое трение дислокаций достаточно хорошо аппроксимируется степенной функцией [27], поэтому для $B(T)$ можно воспользоваться выражением

$$B(T) = B_e + \eta(T/\Theta_D)^{\nu}, \quad (15)$$

где $\eta = \text{const}$, а значение показателя ν зависит от конкретного процесса взаимодействия дислокаций с фононами. Учитывая, что в нашем случае $L(\tau^*, C)$ определяется выражением (7), полагая $\tau^* \approx \tau_c$ и принимая во внимание зависимость $\tau_c(C)$ (см. (9)), можно ожидать выполнения соотношения

$$\begin{aligned} \eta(T/\Theta)^{\nu} &= \alpha C^{1/2} - B_e, \\ \alpha &= 2\pi\delta^{2/9}(ME_L/b^2)^{1/2}. \end{aligned} \quad (16)$$

Данные, приведенные на рис. 7, показывают, что для всех значений T_i выполняется соотношение (16), если для температуры Дебая взять значение $\Theta_D = 94$ К [19] и принять $\nu = 3$, $\eta = 7\alpha$. Значение $\nu = 3$ в формуле (16) качественно соответствует случаю, когда вклад в торможение дислокаций связан с процессом неупругого рассеяния дислокационными линиями тепловых фононов (флаттер-эффект) [27]. Экстраполируя прямую на рис. 7 до пересечения с осью ординат, можно получить эмпирическое значение коэффициента электронного трения $B_e = 3,5 \cdot 10^{-5}$ Н·м⁻²·с. Эта величина хорошо согласуется с эмпирическими оценками коэффициента электронного трения в нормальном состоянии B_{eN} , полученными при анализе данных других экспериментов для свинца и его сплавов [25], но примерно на порядок выше теоретических оценок [28].

Для коэффициента η в формуле (15) получаем эмпирическую оценку $\eta = 7\alpha \approx 7 \cdot 10^{-3}$ Н·с·м⁻².

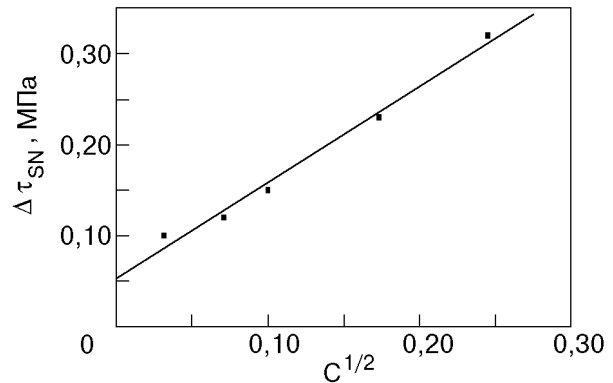


Рис. 8. Концентрационная зависимость изменения деформирующего напряжения $\Delta\tau_{NS} = \tau_{0N} - \tau_{0S}$ при сверхпроводящем переходе; $T = 0,55$ К.

3.5. Изменение напряжения при сверхпроводящем переходе

Влияние электронного состояния образца на критическое напряжение сдвига является, как известно, общим свойством сверхпроводников [6]. В твердых растворах переход из N - в S -состояние вызывает скачкообразное изменение напряжения на величину $\Delta\tau_{NS} = \tau_{0N} - \tau_{0S}$, а величина эффекта существенно зависит от температуры, концентрации и величины примесных барьеров $\Delta\tau_{NS} = \Delta\tau_{NS}(T, C)$. При температурах ниже $0,5T_c$ температурная зависимость $\Delta\tau_{NS}$ выходит на насыщение. Для выяснения механизма скачка напряжения принципиальное значение имеет вид концентрационной зависимости $\Delta\tau_{NS}(0, C)$, а также относительная величина скачка $\Delta\tau_{NS}(0, C)/\tau_c$, где τ_c — критическое напряжение отрыва дислокации от барьера.

Анализ экспериментальных данных, выполненный нами в предыдущих разделах, достаточно убедительно показал, что в области существования сверхпроводимости кинетика пластической деформации определяется инерционным механизмом преодоления дислокациями примесных барьеров. Учитывая данное обстоятельство, целесообразно для интерпретации полученных данных о влиянии сверхпроводящего перехода на критическое напряжение сдвига монокристаллов Pb–Bi воспользоваться инерционным механизмом эффекта разупрочнения, разработанным в [24] на основе струнной модели дислокации и модифицированным в [29] с учетом роли скорости набега дислокации на препятствия. Эта модель предсказывает монотонное возрастание эффекта с ростом концентрации примесей $\Delta\tau_{NS} \sim C^{1/2}$, если длина

дислокационных сегментов изменяется в интервале $L \approx 10^{-5}-10^{-8}$ м. Такие значения L согласуются с оценками, полученными в нашей работе. Кроме того, инерционный механизм предсказывает независимость относительной величины эффекта $\Delta\tau_{NS}/\tau_c$ от величины барьеров.

Концентрационная зависимость $\Delta\tau_{NS}(0, C)$ для сплавов Pb–Bi представлена на рис. 8, а относительное изменение напряжения $\Delta\tau_{NS}(0, C)/\tau_c$ приведено в таблице (значения $\Delta\tau_{NS}(0, C)$ получены экстраполяцией данных для $T = 0,55$ К). Видно, что зависимость скачка напряжения от концентрации хорошо описывается эмпирическим выражением

$$\Delta\tau_{NS} = \Delta\tau_{NS}^0 + KC^{1/2}, \quad (17)$$

где $K = 1,06$ МПа, а $\Delta\tau_{NS}^0 = 0,05$ МПа соответствует величине эффекта в чистом свинце [30]. В то же время относительное изменение напряжения при сверхпроводящем переходе слабо зависит от концентрации примеси ($\Delta\tau_{NS}/\tau_c \approx 0,31-0,24$).

Таким образом, экспериментальные данные удовлетворительно объясняются инерционным механизмом эффекта разупрочнения сплава при сверхпроводящем переходе.

4. Заключение

1. В широком интервале низких температур (0,5–295 К) изучены закономерности пластического течения монокристаллов твердых растворов Pb–Bi с концентрацией висмута в пределах 0,1–6,0 ат.%. Зарегистрирована низкотемпературная аномалия пластичности, характерная для твердых растворов на основе ГЦК и ГПУ металлов.

2. Выполнен термоактивационный анализ температурных зависимостей параметров пластичности и показано, что в интервале температур 25–150 К пластическая деформация определяется термически активированным движением дислокаций через примесные барьеры. Получены эмпирические оценки параметров дислокационно-примесного взаимодействия и внутренних напряжений.

3. Показано, что существенное отклонение температурных зависимостей параметров пластичности от закономерностей простого термически активированного процесса ниже 25 К (низкотемпературная аномалия) обусловлено действием механизмов термонерционного и

квантовоинерционного движения дислокаций через примесные барьеры.

4. В результате анализа концентрационной зависимости пороговой температуры низкотемпературной аномалии получены эмпирические оценки для электронной и фононной компонент коэффициента динамического трения дислокаций.

5. Ниже критической температуры сверхпроводящего перехода изучен эффект скачкообразного изменения деформирующего напряжения при переводе образца из сверхпроводящего в нормальное состояние с помощью внешнего магнитного поля. Показано, что зависимость скачка деформирующего напряжения от концентрации примеси соответствует предположению о флуктуационно-инерционном движении дислокаций через примесные барьеры.

Авторы выражают благодарность Ю. Г. Казарову за выращивание серии высокосовершенных монокристаллов сплавов Pb–Bi, исследованных в данной работе, а также В. В. Демирскому за интерес к работе и полезные обсуждения результатов.

Работа выполнена при поддержке Фонда фундаментальных исследований Украины (проект 2.4/156 «Бион-2»).

1. U. F. Kocks, A. S. Argon, and M. F. Ashby, *Progr. Mater. Sci.*, Oxford, Pergamon Press, **19**, 288 (1975).
2. P. Haasen, *Physical Metallurgy*, vol. 2, R. W. Cahn and P. Haasen (eds.), Amsterdam, North-Holland (1983), p. 1341.
3. И. А. Шепель, Л. Н. Загоруйко, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, В. П. Солдатов, *ФНТ* **17**, 390 (1991).
4. Н. В. Исаев, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, И. А. Шепель, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **18**, 911 (1992).
5. V. D. Natsik and H.-J. Kaufmann, *Phys. Status Solidi* **A65**, 571 (1981).
6. V. I. Startsev, in: *Dislocation in Solids*, vol. 6, F. R. N. Nabarro (ed.), North Holland, Amsterdam (1983), p. 145.
7. R. B. Schwarz, R. D. Isaak, and A. V. Granato, *Phys. Rev. Lett.* **38**, 554 (1977).
8. Th. Wille, W. Gieseke, and Ch. Schwink, *Acta Met.* **35**, 2679 (1987).
9. V. D. Natsik, A. I. Osetskii, V. P. Soldatov, and V. I. Startsev, *Phys. Stat. Solidi* **B54**, 99 (1972).
10. Л. Н. Загоруйко, В. Д. Нацик, В. П. Солдатов, *ФНТ* **12**, 1073 (1986).
11. N. V. Kovaleva, V. A. Moskalenko, and V. D. Natsik, *Philos. Mag.* **70**, 423 (1994).
12. В. А. Москаленко, В. Н. Ковалева, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **22**, 1459 (1996).
13. Ю. Г. Казаров, *Физика конденсированного состояния*, Харьков, вып. 11, 100 (1973).
14. Б. Г. Веркин, В. В. Пустовалов, *Низкотемпературные исследования пластичности и прочности*, Энергоиздат, Москва (1982), 192 с.
15. V. I. Dotsenko, *Phys. Status Solidi* **B54**, 99 (1979).

16. G. Kostorz and S. Michailovich, *Proc. of ICSMA-2*, Asilomar, 12 (1970).
17. I. Van der Planken and A. Deruyttere, *J. Mat. Science* **4**, 499 (1969).
18. В. П. Солдатов, В. Д. Нацик, Л. Г. Иванченко, *ФНТ* **22**, 1087 (1996).
19. J. Friedel, *Dislocation*, London, Pergamon (1964).
20. В. И. Доенко, А. И. Ландау, В. В. Пустовалов. *Современные проблемы низкотемпературной пластичности материалов*, Наукова думка, Киев (1987), 162 с.
21. Т. Сузуки, Т. Иши, *Физика прочности и пластичности* Металлургия, Москва (1972).
22. А. И. Осецкий, В. П. Солдатов, В. И. Старцев, *ФММ* **38**, 604 (1974).
23. В. Д. Нацик, *ФНТ* **5**, 400 (1979).
24. A. V. Granato, *Phys. Rev.* **B4**, 2196 (1971).
25. V. R. Parameswaran and J. Weertman, *Met. Trans.* **2**, 1233 (1971).
26. A. I. Landau, *Phys. Status Solidi* **A61**, 555 (1980); *Ibid* **A65**, 119 (1981).
27. В. И. Альшиц, В. Л. Инденбом, *УФН* **115**, 1 (1975).
28. М. И. Каганов, В. Я. Кравченко, В. Д. Нацик, *УФН* **111**, 655 (1973).
29. G. Kostorz, *J. Low Temp. Phys.* **10**, 167 (1973).
30. V. V. Pustovalov, V. I. Startsev, and V. S. Fomenko, *Phys. Status Solidi* **37**, 319 (1970).

Low temperature plasticity of Pb–Bi alloys: role of thermal activation and inertial effects

N. V. Isaev, V. D. Natsik, V. V. Pustovalov, V. S. Fomenko, and S. E. Shumilin

Temperature dependencies of critical resolved shear stress and strain rate sensitivity of deformation stress of Pb–Bi single crystals with 0.1–6.0 at.% bismuth have been studied comprehensively in the temperature range 0.5–295 K. The effect of decrease in deformation stress at the superconducting transition of the sample and its dependence on concentration are measured. The experimental results suggest that with decreasing temperature the thermoactivation mechanism of overcoming of impurity barriers by dislocation is changed to a thermoinertial one in the temperature range 10–25 K and then to a quantum-inertial motion near and below 1 K. The thermoactivation analysis of the experimental data is made to obtain empirical estimates of internal stresses, dislocation-impurity interaction parameters, electron and phonon components of dynamic drag coefficient of dislocations.