

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА УПРУГИЕ И ДИССИПАТИВНЫЕ СВОЙСТВА ТАНТАЛА РАЗЛИЧНОЙ ЧИСТОТЫ В ОБЛАСТИ ТЕМПЕРАТУР 4,2...800 К

*Л.А. Чиркина, В.С. Оковит, Я.Д. Стародубов, В.М. Ажажа,
Н.Н. Пилипенко, В.В. Калиновский*

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

Изучены температурные зависимости декремента затухания и модуля сдвига в области 4,2...800 К тантала разной чистоты до и после деформации кручением на 180 и 360° при 4,2 К. Обнаружены пики внутреннего трения и дефекты модуля сдвига в областях 50...250 К, 400...470 К и 550...650 К. Установлено, что температура максимума и высота пика внутреннего трения в области 400...470 К определяются соотношением концентраций углерода и кислорода в твёрдом растворе тантала. Высказывается предположение, что пик в области 550...650 К обусловлен в основном вязким течением по границам раздела между основной матрицей и образовавшимися новыми частицами α - и β -фаз TaN.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время в связи с исследованиями и разработками новых перспективных материалов для электроники, радиотехники, атомных реакторов заметно возрос интерес к чистым металлам и, в частности, к танталу. Тантал технической чистоты не всегда удовлетворяет требованиям, предъявляемым к материалам, используемым в современных областях техники. Физико-механические свойства тантала повышенной чистоты изучены недостаточно [1-4]. Известно, что свойства материалов, особенно металлов с ОЦК-решёткой, в значительной степени определяются содержанием примесей, в частности атомов внедрения, концентрацией и спектром кристаллических дефектов.

Деформация вносит широкий спектр деформационных дефектов и вызывает метастабильное состояние структуры и, следовательно, физико-механических свойств материалов. В то же время широкое и полное изучение разных стадий возврата проведено в основном на ГЦК-металлах. Особенностью изучения структурной релаксации в металлах с объёмноцентрированной кубической решёткой является необходимость учёта взаимодействия деформационных дефектов с примесями внедрения из-за сильного искажения кристаллической решетки вокруг атомов внедрения [5]. Одним из методов изучения релаксации деформированной структуры является исследование внутреннего трения деформированных материалов в широкой области температур, так как этот метод является одним из наиболее структурночувствительных.

Представляет интерес изучение эволюции структурных параметров и механических свойств тантала различной чистоты в исходном и деформированном состояниях методом измерения внутреннего трения. В настоящем исследовании представлены результаты измерений модуля сдвига и декремента за-

тухания свободных крутильных колебаний моно- и поликристаллов тантала различной чистоты в температурной области 4,2...800 К.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА

Для исследования использовали монокристаллы тантала, полученные методом бестигельной зонной плавки [2] с величиной относительного остаточного сопротивления $R_{ост} = R_{300K} / R_{4,5K} = 140$, и поликристаллический тантал после отжига в вакууме $3 \cdot 10^{-4}$ Па при температуре 2500 К в течение 3 ч с величиной $R_{ост} = 60$ и $R_{ост} = 22$. Монокристаллы выращивались в направлении $\langle 011 \rangle$ при плавке со скоростью движения зоны 4,5 мм/мин и числом проходов равным 4. Размеры зёрен поликристаллов ~4 мм. Электроискровым способом вырезались образцы размерами 1,2x1,2x25 мм. Из сопоставления макроскопического размера зерен с геометрическими параметрами образцов следует, что протяженность высокоугловых границ раздела невелика. Поэтому с определенным приближением можно считать правомерным, что в данной работе влияние границ зерен на формирование физико-механических свойств незначительно, и в дальнейшем их роль при анализе причин изменения измеряемых параметров внутреннего трения учитываться не будет. Для удаления деформированного поверхностного слоя использовали механическую шлифовку с последующим электролитическим травлением на глубину 70...100 мкм в растворе, состоящем из $HNO_3 + HF + H_2SO_4 + H_2O$. Анализ примесного состава образцов осуществлялся масс-спектрометрическим методом. В табл.1 приведено суммарное содержание металлических элементов и концентрация атомов внедрения (С, О, N), содержащихся в исследуемых моно- и поликристаллических образцах тантала. Тантал является весьма активным геттером, способным адсорбировать газы, и

только отжиг при температурах выше 1900 К приводит к его дегазации [6].

Таблица 1

Характеристики чистоты и структурного состояния исследуемого тантала

| Относительное остаточное сопротивление $R_{ост} = R_{300K}/R_{4,5K}$ | Структурное состояние материала | | Суммарное содержание металлических элементов, мас. % | Содержание атомов внедрения, мас. % | | |
|---|--|--|--|-------------------------------------|---------------------|-------------------------|
| | Размер зерна d, мм | Плотность дислокаций, см ⁻² | | C | O | N |
| 22 | Поликристалл ~ 4 | $2 \cdot 10^7$ | $8 \cdot 10^{-3}$ | 0,015 | 0,02 | 0,015 |
| 60 | Поликристалл ~ 4 | $8 \cdot 10^6$ | $8 \cdot 10^{-3}$ | 0,01 | 0,01 | 0,01 |
| 140 | Монокристалл (011) плоскости кристаллизации | $5 \cdot 10^5$ | $2 \cdot 10^{-3}$ | $4 \cdot 10^{-3}$ | $< 3 \cdot 10^{-3}$ | $10^{-3} \dots 10^{-4}$ |

Измерения внутреннего трения и модуля сдвига проводились на установке типа обратного крутильного маятника [7] в диапазоне 4,2...800 К на частоте 0,5 Гц в области амплитудно-независимого внутреннего трения в режиме нагрева. Амплитуда деформации при этом составляла $1 \cdot 10^{-5}$, погрешность измерений декремента затухания не превышала 10%, точность измерения модуля сдвига – 0,1 %.

Определение внутреннего трения Q^{-1} (декремента затухания δ) осуществлялось по формуле:

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{1}{\pi N} \ln \frac{A_1}{A_N}, \quad (1)$$

где δ - декремент затухания свободных крутильных колебаний; N - число колебаний, соответствующее уменьшению амплитуд от A_1 до A_N . Модуль сдвига рассчитывался по формуле:

$$G = \frac{128\pi J l}{d^4} f^2, \quad (2)$$

где l и d – размеры образца; J - характеристика, определяющая жёсткость установки; f - измеряемая частота крутильных колебаний образца.

Деформация образцов кручением при 4,2 К осуществлялась на установке для измерения внутреннего трения без демонтажа образца. Угловая деформация кручением ϵ составляла 180 и 360°. После деформации образец без отогрева соединялся электро-

магнитной муфтой с коромыслом и освобождался от внешней нагрузки.

Скорость нагрева в области 4,2...50 К соответствовала 0,3...0,5 град/мин, а в области 50...800 К составляла 0,8...1,0 град/мин. При каждом измерении $\delta(T)$ и $G(T)$ температура стабилизировалась с точностью 0,5 К путём снижения тока на микронагревателе. Длительность измерения указанных параметров не превышала 80 с. Температура образца контролировалась дифференциальным манометром и двумя медь-константановыми термопарами.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис.1 приведены результаты измерений температурной зависимости декремента затухания образцов тантала различной чистоты в исходном состоянии. Из рисунка видно, что в области 4,2...300 К для тантала повышенной чистоты ($R_{ост}=140$) и технической чистоты ($R_{ост}=22$) нет ярко выраженных аномалий внутреннего трения. Для образцов тантала с $R_{ост}=60$ фиксируется широкий пик внутреннего трения с максимумом вблизи 180 К. В диапазоне 300...800 К для всех исследованных образцов различной чистоты наблюдается два острых, высоких пика внутреннего трения в областях 400...470 К (пик P_1) и 550...650 К (пик P_2). Параметры пиков внутреннего трения для трёх степеней чистоты тантала приведены в табл.2 и на рис. 2.

Таблица 2

Зависимость температуры максимумов, высоты пиков внутреннего трения и энергии активации процессов, ответственных за пики, от чистоты материала

| Относительное остаточное сопротивление $R_{ост} = R_{300K}/R_{4,5K}$ | T_{max}, K | | Высота пика внутреннего трения, $h_{max}, 10^{-3}$ | | Энергия активации процесса, эВ | |
|---|--------------|-----------|--|-----------|--------------------------------|-----------|
| | Пик P_1 | Пик P_2 | Пик P_1 | Пик P_2 | Пик P_1 | Пик P_2 |
| 22 | 445 | - | 37,3 | - | 1,16 | - |

| | | | | | | |
|-----|-----|-----|------|------|------|------|
| 60 | 420 | 610 | 23,0 | 21,5 | 1,13 | 1,63 |
| 140 | 420 | 600 | 9,0 | 6,5 | 1,13 | 1,61 |

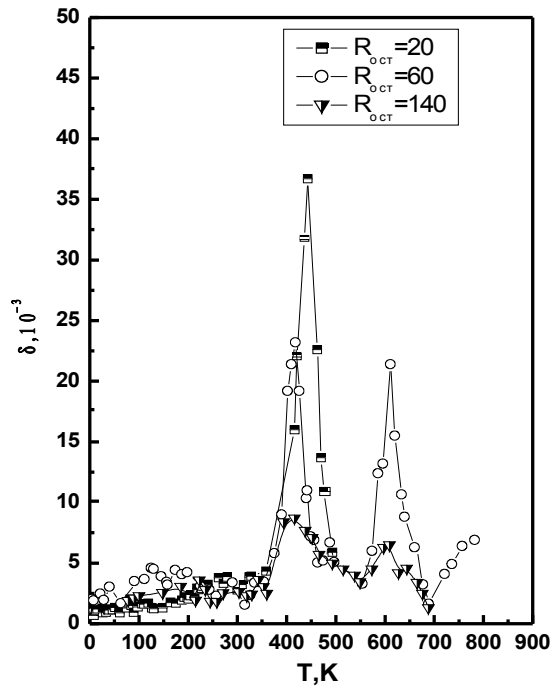


Рис.1. Температурная зависимость декремента затухания тантала разной степени чистоты в исходном состоянии

Рассмотрим влияние деформации на параметры наблюдаемых пиков внутреннего трения тантала разной чистоты (рис.3, 4, 5).

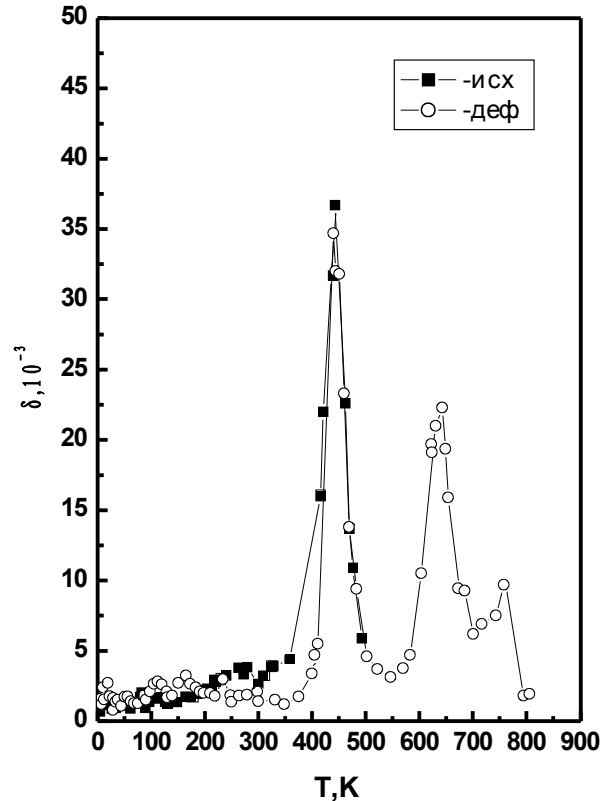


Рис.3. Влияние деформации кручением ($\epsilon = 180^\circ$, $T = 4,2 \text{ K}$) на температурную зависимость декремента затухания поликристаллического тантала технической чистоты ($R_{\text{ост}} = 22$)

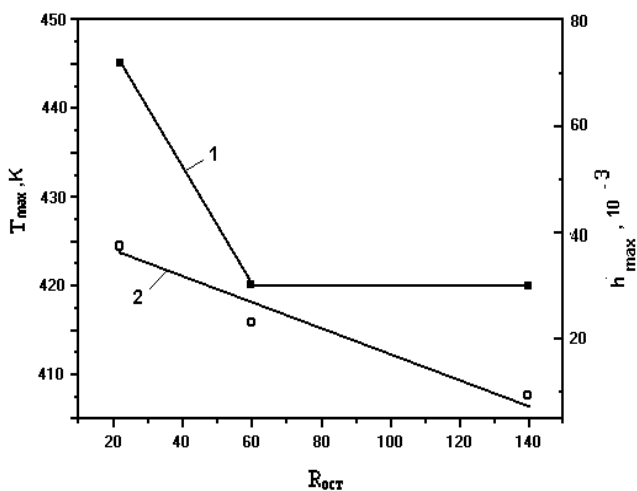


Рис.2. Зависимость температуры максимума (1) и высоты (2) пика P_1 от степени чистоты тантала

Из приведенных данных видно, что температура и высота пиков P_1 и P_2 зависят от чистоты материала. Однако температура пика P_1 внутреннего трения не зависит от чистоты тантала в области $60 \leq R_{\text{ост}} \leq 140$. Для тантала технической чистоты ($R_{\text{ост}}=22$) температура пика P_1 существенно выше (см. рис.2, кр.1). Высота пика P_1 линейно снижается с ростом чистоты во всём исследованном интервале значений $R_{\text{ост}}$ (см. рис.2, кр.2).

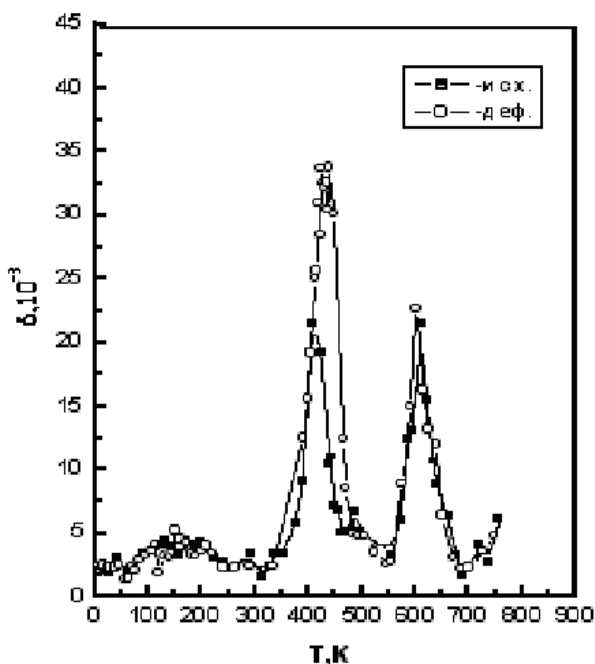


Рис.4. Влияние деформации кручением ($\epsilon = 180^\circ$, $T = 4,2$ К) на температурную зависимость декремента затухания поликристаллического тантала с $R_{ост} = 60$

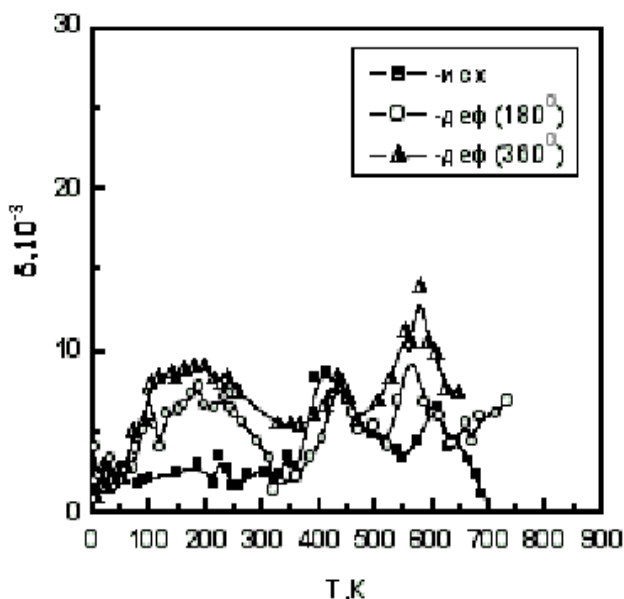


Рис.5 Влияние деформации кручением ($\epsilon = 180$ и 360° , $T = 4,2$ К) на температурную зависимость

декремента затухания монокристаллического тантала повышенной чистоты ($R_{ост} = 140$)

Из приведенных рисунков видно, что в области 4,2...300 К заметно изменились температурные зависимости внутреннего трения после деформации только для тантала повышенной чистоты: в интервале 50...250 К фиксируется широкий пик внутреннего трения, причём с ростом деформации этот пик, не меняя температурной области своего проявления, существенно увеличивается по высоте (см. рис.5).

В области 300...800 К обнаруживается заметное влияние деформации кручением на высоту и температурное положение пиков P_1 и P_2 для всех исследованных образцов тантала. Влияние деформации на параметры этих пиков приведены в табл.3.

Анализ результатов измерения $\delta(T)$ показывает, что деформация по-разному влияет на температурное положение максимумов P_1 и P_2 : пик P_1 после деформации смещается в область высоких температур, а пик P_2 в сторону низких температур.

Деформация также существенно влияет на высоту пиков P_1 и P_2 . Характер этих изменений зависит от типа пика и чистоты материала. На примере тантала повышенной чистоты ($R_{ост} = 140$) оценим влияние степени деформации на изменение высоты пиков P_1 и P_2 (рис.6). Видно, что пик P_1 практически не зависит от степени деформации тантала (см. рис.6, кр.1). Высота пика P_2 линейно растёт с увеличением степени деформации кручением при 4,2 К (см. рис.6, кр.2).

Рассмотрим, как меняется температурная зависимость модуля сдвига G тантала различной чистоты в области 4,2...800 К в исходном состоянии и после деформации. На рис.7, 8 и 9 показаны зависимости $G(T)$ образцов тантала с $R_{ост} = 22$ (см. рис.7), $R_{ост} = 60$ (см. рис.8) и $R_{ост} = 140$ (см. рис.9) для исходного (кривые 1) и деформированного (кривые 2) состояний. При сравнении всех кривых $G(T)$ видно, что снижение величины модуля сдвига с повышением температуры измерения происходит немонотонно. Характерно, что наличие дефектов модуля $\Delta G = G_{T1} - G_{T2}$ и их температурное положение зависят от чистоты материала и его структурного состояния. Можно сказать, что с увеличением чистоты тантала уменьшается количество проявляющихся дефектов модуля, особенно при $T < 300$ К.

Таблица 3

Зависимость параметров пиков P_1 и P_2 от низкотемпературной деформации тантала разной чистоты

| Относительное остаточное сопротивление $R_{ост} = R_{300K}/R_{4,5K}$ | Состояние материала | T_{max}, K | | Высота пика $h_{max}, \cdot 10^{-3}$ | | Энергия активации $H, эВ$ | |
|--|---------------------|--------------|-----------|--------------------------------------|-----------|---------------------------|-----------|
| | | Пик P_1 | Пик P_2 | Пик P_1 | Пик P_2 | Пик P_1 | Пик P_2 |
| | | | | | | | |

| | | | | | | | |
|-----|------------------------------|-----|-----|------|------|------|------|
| 22 | Исходный | 445 | – | 37,3 | – | 1,16 | – |
| | Деформация при 4,2 К на 180° | 445 | 645 | 34,5 | 22,5 | 1,16 | 1,68 |
| 60 | Исходный | 420 | 610 | 23,0 | 21,5 | 1,13 | 1,63 |
| | Деформация при 4,2 К на 180° | 435 | 600 | 33,5 | 23 | 1,14 | 1,61 |
| 140 | Исходный | 420 | 600 | 9,0 | 6,5 | 1,13 | 1,61 |
| | Деформация при 4,2 К на 180° | 445 | 565 | 8,0 | 11,5 | 1,16 | 1,54 |
| | Деформация при 4,2 К на 360° | 445 | 580 | 8,5 | 14,5 | 1,16 | 1,57 |

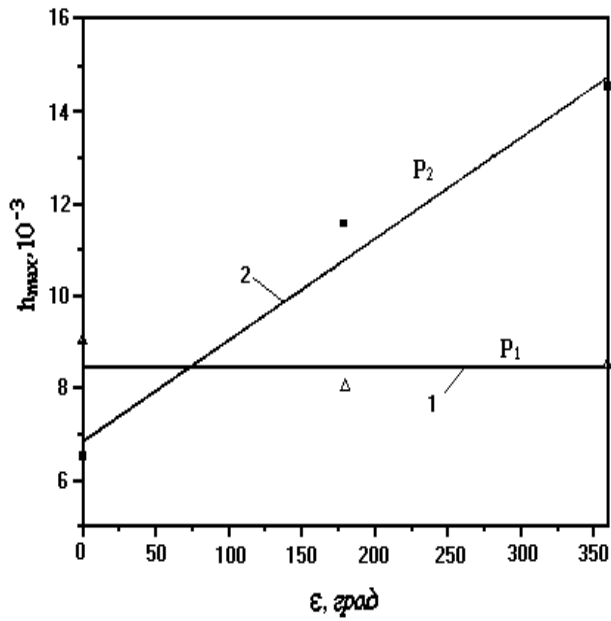


Рис.6. Зависимость высоты пиков P_1 и P_2 от степени деформации кручением ϵ при 4,2 К монокристаллического тантала повышенной чистоты ($R_{ост} = 140$)

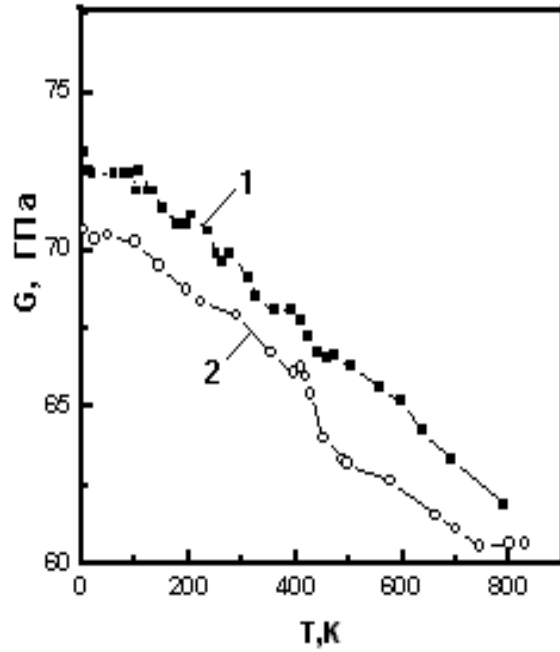


Рис.8. Температурная зависимость модуля сдвига поликристаллического тантала с $R_{ост}=60$: 1 - исходное состояние; 2 - после деформации ($\epsilon=180^\circ$) при 4,2 К

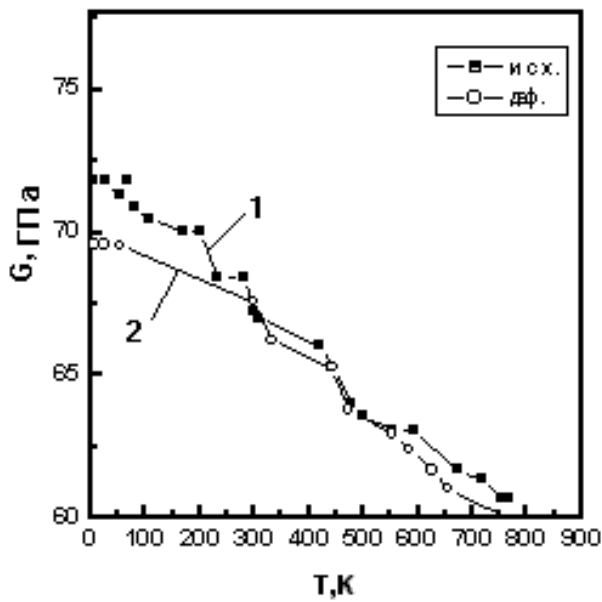


Рис.7. Температурная зависимость модуля сдвига поликристаллического тантала технической чистоты ($R_{ост}=22$): 1 - исходное состояние; 2 - после деформации ($\epsilon=180^\circ$) при 4,2 К

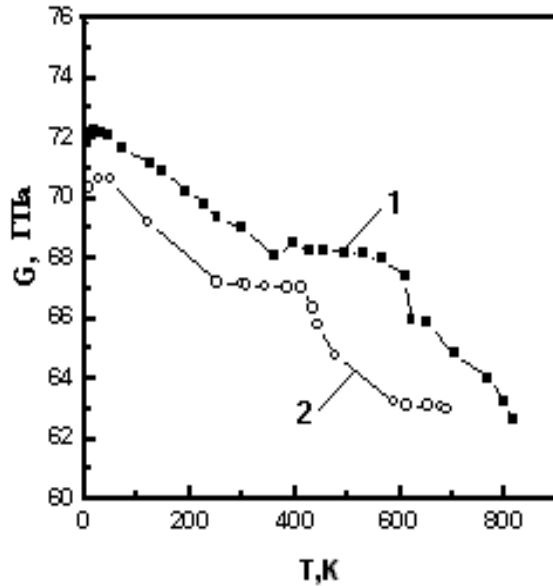


Рис.9. Температурная зависимость модуля сдвига монокристаллического тантала повышенной чистоты ($R_{ост}=140$): 1 - исходное состояние; 2 - после деформации ($\epsilon=180^\circ$) при 4,2 К

Важно отметить, что для исходного тантала в области высокотемпературных пиков внутреннего трения не всегда наблюдаются дефекты модуля сдвига в температурных интервалах, соответствующих пикам P_1 и P_2 . Так, для тантала с $R_{\text{очт}}=22$ и 60 обнаруживается резкий дефект модуля, соответствующий пику P_1 , а в области пика P_2 дефект модуля отсутствует (см. рис.7, 8, кр.1). Для тантала повышенной чистоты ($R_{\text{очт}}=140$), наоборот, в области пика P_1 наблюдается только изменение наклона кривой $G(T)$, а в области пика P_2 фиксируется резкое размягчение модуля сдвига (см. рис.9, кр.1).

Деформация тантала вызывает снижение величины модуля сдвига во всем исследованном интервале температур. Причём для тантала технической чистоты ($R_{\text{очт}}=22$) степень уменьшения модуля сдвига после деформации незначительна (см. рис.7). При увеличении чистоты тантала до $R_{\text{очт}}=60$ и $R_{\text{очт}}=140$ размягчение модуля сдвига после деформации становится существенным (см. рис.8, 9). Важно отметить, что характер зависимости $G(T)$ после деформации не всегда соответствует зависимости $G(T)$ тантала в исходном состоянии. Причём, чем чище материал, тем это различие больше. Так, для тантала повышенной чистоты ($R_{\text{очт}}=140$) после деформации появляется дефект модуля сдвига в области пика P_1 (до деформации этот дефект модуля не наблюдался), а в температурной области пика P_2 дефект модуля после деформации исчезает (см. рис.9, кр.2).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно [8-11], что при низкочастотных (~ 1 Гц) измерениях внутреннего трения на отожженных металлах с ОЦК-решеткой в области $300 \dots 800$ К наблюдаются пики на зависимостях $\delta(T)$, обусловленные неупругостью, связанной с преимущественным распределением атомов внедрения (C, O, N) под действием знакопеременных напряжений. Условием для появления создаваемого напряжением преимущественного распределения растворенных атомов внедрения, является введение в решётку несимметричного относительно положения внедрения возмущения. В ОЦК-решётке существует два вида положения внедрения для растворенных атомов. Один вид – октаэдрический - соответствует центрам граней или серединам рёбер элементарной ячейки с координатами $\{\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0\}$. Другой вид – тетраэдрический - соответствует центру тетраэдра, состоящего из двух угловых и двух центральных атомов, координаты тетраэдрического положения внедрения $\{\frac{1}{2} \frac{1}{4} 0\}$. Когда атомы внедрения занимают эти положения, в решётке происходит тетрагональная деформация с тетрагональной осью вдоль одного из трех направлений типа $\langle 100 \rangle$. Если вдоль одного из трех таких направлений приложить напряжение растяжения, то растворенный атом будет попадать в положение внедрения с тетрагональной осью вдоль этого направления. Установление этого преимущественного распределения растворенных атомов обуславливает релаксационные явления и проявляется как пик внутреннего трения. Механизм преимуще-

ственного распределения растворенных атомов, создаваемого напряжением, справедлив для обоих видов положений внедрения - октаэдрического и тетраэдрического.

Радиусы октаэдрических и тетраэдрических междоузлий в ОЦК-решетке, а также атомные радиусы тантала, углерода, кислорода и азота приведены в табл.4.

Вызываемая напряжением диффузия атомов внедрения между октаэдрическими положениями может осуществляться одной или двумя ступенями, имеющими различные энергии активации. В соответствии с этим процесс релаксации напряжений определяется либо одним временем релаксации, либо двумя и в последнем случае сильно усложняется, а пик внутреннего трения расширяется.

Для тантала установлено наличие трёх пиков внутреннего трения при 423 , 443 и 623 К (на частоте 1 Гц), обусловленных наличием C, O и N [8-12]. Подсчёт энергии активации процесса переориентации атомов внедрения в различные положения октаэдрических или тетраэдрических междоузлий показал, что атомы углерода располагаются только в октаэдрических положениях, так как процесс описывается одним временем релаксации с одной энергией активации ($H=1,09$ эВ) [8].

По поводу местоположения атомов кислорода однозначных суждений нет. Поскольку атомный радиус кислорода на 14% меньше атомного радиуса углерода (см. табл.4), кислород может занимать как октаэдрическое, так и тетраэдрическое положения, что подтверждается более широким пиком внутреннего трения, который нельзя описать одним временем релаксации. Энергия активации пика внутреннего трения, связанного с релаксацией кислорода, равна $1,26$ эВ [8]. Однако более поздние исследования позиций, занимаемых атомами кислорода, с помощью пучка каналированных протонов [13] показали, что основная доля атомов кислорода в твёрдом растворе $TaO_{0,2at\%}$ занимает октаэдрические междоузлия. Обычно при наличии в твёрдом растворе внедрения и атомов углерода, и атомов кислорода наблюдается один более широкий пик внутреннего трения, смещённый по сравнению с углеродным в сторону высоких температур на 20 К, который является комбинацией углеродного и кислородного максимумов.

Пик при 623 К (на частоте 1 Гц) связывают с переориентацией атомов азота [8]. Поскольку пик широкий и не может быть объяснён одним временем релаксации с единственной энергией активации ($H=1,91$ эВ), считается, что атомы азота могут занимать как октаэдрические, так и тетраэдрические положения внедрения в решётке тантала. Однако трудно понять, почему энергия активации, связанная с азотным пиком, настолько превосходит энергию активации для случаев углерода и кислорода. Вызывает удивление и тот факт, что азотный пик осуществляется при температуре на 200 К более высокой, чем пики, обусловленные наличием углерода и кислорода, в то время как температурное положение

пиков углерода и кислорода отличается лишь на 20К. Учитывая, что атомный радиус азота

Таблица 4

Параметры междоузлий и атомные радиусы Ta, C, O, N

| Радиусы междоузлий в ОЦК-решётке | | Атомные радиусы, Å | | | |
|----------------------------------|----------|--------------------|------|------|------|
| Октаэдр | Тетраэдр | Ta | C | O | N |
| 0,415R* | 0,225R* | 1,64 | 0,77 | 0,66 | 0,71 |

R*- радиус атомов основного металла, расположенных в узлах кристаллической решётки

только на 7% больше атомного радиуса кислорода (см. табл.4) кажется очевидным, что пик в области 600 К обусловлен не только переориентацией атомов азота. Это сомнение ещё больше усиливается, если учесть данные работы [14], где, используя ядерную реакцию, возбуждаемую протонами, показано, что атомы азота, образующие твёрдый раствор с танталом, расположены в октаэдрических междоузлиях. Другое возможное объяснение наблюдения более широкого и при более высоких температурах азотного пика (чем для углерода и кислорода) может заключаться в том, что этот пик связан с вязким поведением межфазных границ между нитридом тантала и основной матрицей, подобным вязкому поведению границ зёрен в металлах.

Сопоставляя результаты проведенного в настоящей работе исследования с литературными данными, можно утверждать, что зафиксированные на частоте 0,5 Гц пики внутреннего трения P₁ и P₂ в областях 400...470 К и 550...650 К в отожженном тантале являются пиками, которые проявляются на кривых δ(T) в результате релаксации атомов внедрения (C, O и N) при приложении к образцу знакопеременных напряжений. Подсчёт энергии активации процессов, обуславливающих появление пиков P₁ и P₂, по формуле [10]

$$H = RT_{\max} \ln \frac{kT_{\max}}{\int f_{\max}} \quad (3)$$

показал (см.табл.2,3), что энергия активации пика P₁ является суперпозицией углеродного и кислородного пиков внутреннего трения. Изменение температуры максимума пика P₁ и снижение энергии его активации при повышении чистоты тантала может быть обусловлено уменьшением концентрации кислорода и увеличением вклада атомов углерода в изменение параметров пика P₁. Действительно, согласно данным табл.1 максимальное отличие в содержании атомов внедрения относится к количеству кислорода.

Повышение температуры пика P₁, т.е. приближение пика к чисто кислородному, после низкотемпературной деформации может быть следствием оттока из позиций внедрения атомов углерода. Этот процесс может быть реализован путём образования комплекса атом углерода – вакансия. Резкое увеличение концентрации вакансий всегда наблюдается

после низкотемпературной деформации ОЦК-металлов [15,16], особенно учитывая, что деформация тантала при 4,2 К согласно [3] развивается двойникованием, которое сопровождается существенным повышением концентрации линейных и точечных дефектов [16]. Конфигурация атом внедрения – вакансия обладает большей подвижностью из-за дилатации упругих полей и, следовательно, такие комплексы могут с большей вероятностью попадать в упругое поле дислокаций, возникших при низкотемпературной деформации тантала. Таким образом, низкотемпературная деформация может приводить к очищению твёрдого раствора от атомов внедрения.

Рост высоты пика P₁ после деформации поликристаллических образцов тантала с R_{ост}=60 при одновременном росте температуры максимума может свидетельствовать о дополнительном насыщении образцов тантала атомами кислорода. Это возможно вследствие того, что тантал является активным геттером. Однако, поскольку существует линейный характер зависимости h_{max} для пика P₁ от степени чистоты тантала в исходном состоянии, следует считать, что величина внутреннего трения является чувствительным индикатором мгновенной концентрации растворённых атомов углерода и кислорода в твёрдом растворе, которую трудно определить другими методами.

Пик P₂, как отмечалось выше, не может быть объяснен только релаксацией атомов азота при наличии знакопеременных внешних напряжений. Однозначного мнения о природе этого пика внутреннего трения нет. Однако есть данные о возникновении игольчатых выделений нитрида тантала после отпуска при 623 К закаленных от 1173 К образцов тантала [8]. Исследование микроструктуры тантала в исходном состоянии показало, что для образцов с R_{ост}=60...120 характерно наличие включений по границам субзерен [2]. Существует мнение [17], что переходные металлы V группы образуют с азотом и углеродом упорядоченные фазы внедрения, в которых кристаллическая решётка представляет собой либо ОЦК-структуру (α-фаза TaN_{0,03}), либо ГПУ-структуру (β-фаза TaN_{0,45}). Обе эти фазы согласно [17] занимают октаэдрические междоузлия. Образование α- и β-фаз при введении атомов внедрения приводит к сильной локальной деформации вокруг

внедренных атомов. Кроме того, сильное деформационное взаимодействие металл-примесь может приводить к кластеризации внедренных атомов, что существенным образом сказывается на энергетическом положении примесной зоны [17].

Доказательствами неоднозначной связи природы пика P_2 с переориентацией атомов азота в позициях внедрения в решётке тантала могут быть следующие экспериментальные данные:

– высота пика, обусловленного наличием атомов внедрения в ОЦК-решетке, не должна зависеть от деформации, как это наблюдается для углеродо-кислородного пика P_1 (см. рис.6, кр.1). В случае пика P_2 в монокристалле повышенной чистоты обнаружен линейный рост высоты пика с ростом деформации (см. рис.6, кр.2);

– температурное положение пиков P_1 и P_2 по-разному реагирует на деформацию: максимум пика P_1 сдвигается в сторону высоких температур после деформации, а максимум пика P_2 – в сторону низких (см. табл.3);

– обнаружены неидентичные изменения температурной зависимости модуля сдвига для пиков P_1 и P_2 . На образцах технической чистоты в области 550...650 К, т.е. в области пика P_2 , фиксируется монотонное уменьшение $G(T)$, а в области пика P_1 – заметный дефект модуля. Причём деформация не меняет этих особенностей. Для монокристаллов повышенной чистоты, наоборот, в области пика P_2 обнаруживается заметный дефект модуля при отсутствии его в области пика P_1 . Деформация нивелирует дефект модуля в области пика P_2 , а в области пика P_1 приводит к чёткому выявлению дефекта модуля.

Учитывая последние литературные данные о возникновении новых фаз, т.е. новых границ раздела фаза-матрица, при введении в решётку тантала атомов азота и предполагая, что в результате деформации увеличивается концентрация α - и β -фаз TaN, полученные в данной работе результаты измерений $\delta(T)$ и $G(T)$ до и после деформации могут свидетельствовать о том, что основным механизмом пика P_2 является не релаксация атомов азота под действием внешних знакопеременных напряжений, а, скорее всего, диссипация энергии на межфазных границах TaN_{0,03} – металл и TaN_{0,45} – металл при их вязком поведении в силовом знакопеременном поле.

Для подтверждения высказанных предположений нужны дополнительные комплексные исследования структурных изменений тантала повышенной чистоты в условиях внешних температурно-силовых воздействий.

ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние низкотемпературной деформации на упругие и диссипативные свойства тантала различной чистоты в области 4,2...800 К.

2. Показано наличие пиков внутреннего трения в областях 400...470К и 550...650К, обусловленных присутствием атомов внедрения (C, O, N) в тантале. Установлена зависимость параметров наблюдаемых пиков от чистоты материала и деформации кручением при 4,2 К. Обнаружен различный характер изме-

нения высоты и температурного положения максимумов этих пиков от степени низкотемпературной деформации монокристаллов тантала повышенной чистоты.

3. Впервые экспериментально показано, что пик внутреннего трения в области 550...650 К в тантале обусловлен не только релаксацией атомов азота между различными положениями внедрения в решётке тантала с тетрагональной симметрией под действием внешних знакопеременных напряжений, но и другими причинами. Высказано предположение, что основным механизмом этого пика может быть вязкое течение по границам раздела между образовавшимися новыми α (TaN_{0,03})- и β -(TaN_{0,45}) фазами и основным металлом, концентрация которых увеличивается с ростом степени низкотемпературной деформации. Это определяет зависимость высоты пика от степени деформации и существенное смещение в сторону высоких температур азотного пика по сравнению с углеродным и кислородным пиками в металлах с ОЦК-решёткой.

4. Обнаруженное влияние деформации на модуль сдвига и диссипативные свойства тантала разной чистоты может иметь прикладной характер, так как изменения, вызванные дефектной структурой и образованием новых фаз под воздействием температурно-силовых полей могут заметно изменить физико-механические свойства тантала в широкой области температур.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г.С.Бурханов, Е.В.Оттенберг, А.Н. Мироничева. Структура и свойства монокристаллов тантала, полученных различными способами // *Высокочистые вещества*. 1993, №4, с.20-25
2. В.М.Ажажа, В.А.Еленский, З.Г.Карлина, Н.Н.Пилипенко. Особенности микроструктуры монокристаллов рения и тантала при выращивании их зонной перекристаллизацией // *ВАНТ. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*. 2000, №5, с 12-18.
3. В.М.Ажажа, Я.Д. Стародубов, Л.А.Чиркина, В.А.Еленский, Н.Н.Пилипенко, П.Н.Вьюгов, В.С.Оковит. Механические свойства и структурные параметры поли- и монокристаллического тантала разной чистоты в области температур 4,2-300 К // *ВАНТ. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники* (13). 2003, №5, с.35-40.
4. W.A.S. Wasserbäch, S. Sahling. Anomalous slip in high-purity niobium and tantalum single crystals // *J. Low Temp. Phys.* 2001, v.123, №5-6, p.251-274.
5. W.Wasserbach, S.Abens, S.Sahling. Low-temperature Thermal Conductivity and Specific Heat of Plastically Deformed High-Purity Tantalum Single Crystals // *J. of Low Temp.Physics*. 2001, v.123, N5/6, p.251-274.
6. В.М.Ажажа, Ю.П.Бобров, П.И.Вьюгов и др. Взаимодействие тантала с остаточными газами

- при нагреве в вакууме // *ВАНТ. Серия: «Ядерно-физические исследования» (теория и эксперимент)*. 1994, вып.1(27), с.3-6.
7. И.А. Гиндин, В.И. Коваленко, В.С.Оковит, Я.Д.Стародубов, Л.А.Чиркина. Установка для измерения низкочастотного внутреннего трения и модулей упругости в интервале температур 10-1100 К // *Заводская лаборатория*. 1970, т.38, с.1397-1399.
 8. Кэ Тин Суй. // *Упругость и неупругость металлов*. М.: ИЛ, 1954, с. 237-260, с.307-312.
 9. В.Е. Бахрушин, А.Ю. Чириков. Влияние термических обработок на внутреннее трение твёрдых растворов внедрения на основе ниобия // *Высокочистые металлические и полупроводниковые материалы: Сборник докладов 8 Международного симпозиума*. Харьков: ННЦ ХФТИ, 2002, с.176-182.
 10. В.С. Постников. *Внутреннее трение в металлах*. М.: «Металлургия». 1974, 351с.
 11. J.D.Fast, M.B.Verrijp // *J. Iron Steel Inst.* 1954, №163, p.24.
 12. Ван Бюрен, *Дефекты в кристаллах*. М.: ИЛ, 1962, с.316-321.
 13. Н.А.Скакун, П.А.Светашов, Г.К.Хомяков. Локализация атомов кислорода в тантале // *Изв. АН СССР. Сер. Физ.* 1995, т.59, №10, с.157-159.
 14. Н.А.Скакун, П.А.Светашов, В.А.Еленский, Г.К.Хомяков, В.М. Шершнёв. Локализация атомов азота в растворе $Ta^{15}N_{0,06at\%}$ // *Поверхность. Физика, химия, механика*. 1995, №5, с.111-112.
 15. В.И.Старцев, В.Я.Ильичёв, В.В.Пустовалов. *Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах*. М.: «Металлургия», 1975, 328 с.
 16. И.А.Гиндин, Л.А.Чиркина, В.С.Оковит, А.И.Сирота. Дефектная структура двойниковых прослоек в кремнистом железе // *ФТТ*. 1973, т.15, с. 2210-2212.
 17. С.И.Морозов, В.В.Казарников. Изучение примесных колебаний атомов азота в α - и β -фазах внедрения системы Та-N методом неупругого рассеяния медленных нейтронов // *ФТТ*. 1993, т.35, №11, с.3145-3154.

ВПЛИВ НИЗЬКОТЕМПЕРАТУРНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ НА ПРУЖНІ ТА ДИСИПАТИВНІ ВЛАСТИВОСТІ ТАНТАЛУ РІЗНОЇ ЧИСТОТИ В ОБЛАСТІ ТЕМПЕРАТУР 4,2...800 К

Л.А. Чиркіна, В.С. Оковіт, Я.Д. Стародубов, В.М. Ажажа, М.М. Пилипенко, В.В. Калиновський

Досліджено температурні залежності декремента згасання та модуля зсуву в області 4,2...800 К танталу різної чистоти до та після деформації крученням на 180 та 360° при 4,2 К. Виявлено піки внутрішнього тертя та дефекти модуля зсуву в областях 50...250 К, 400...470 К і 550...650 К. Встановлено, що температура максимуму та висота піка внутрішнього тертя в області 400...470 К визначаються співвідношенням концентрацій вуглецю та кисню у твердому розчині танталу. Висловлюється припущення, що пік в області 550...650 К обумовлений в основному в'язкою течією по границям розділу між основною матрицею та новими частинками, що утворилися, α - і β -фаз ТаN.

INFLUENCE OF LOW-TEMPERATURES DEFORMATION ON ELASTICITY AND DISSIPATIVE PROPERTIES OF DIFFERENT PURITY TANTALUM AT TEMPERATURES OF 4,2...800 K

L.A. Chirkina, V.S. Okovit, Ya.D. Starodubov, V.M. Azhazha, M.M. Pylypenko, V.V. Kalinovsky

Temperature dependences of decrement of attenuation and the module of shear are investigated in the range of 4,2...800 K tantalum of different cleanliness before and after deformation of torsion on 180 and 360° at 4,2 K. Internal friction peaks and defects of the module of shear in the range of 50...250 K, 400...470 K and 550...650 K was detected. It is established, that the temperature of a maximum and height of internal friction peak in the range of 400...470 K are determined by a parity of concentration of carbon and oxygen in a solid solution of tantalum. It is suppose, that the peak in the range of 550...650 K is caused, basically, tough flow on bondaries of the unit between the basic matrix and the formed new particles α - and β - phases Ta N.