

Статистический анализ низкотемпературного α -пика внутреннего трения в монокристаллах железа

В. Д. Нацик, П. П. Паль-Валь, Л. Н. Паль-Валь, Ю. А. Семеренко

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины,
Украина, 61164, г. Харьков, пр. Ленина, 47
E-mail: palval@ilt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 31 января 2000 г.

На монокристаллах чистого железа экспериментально изучено влияние изменения дислокационной структуры образцов и частоты ультразвука на параметры низкотемпературного α -пика внутреннего трения и соответствующего ему дефекта модуля Юнга. Предложена статистическая интерпретация температурной зависимости и структурной чувствительности характеристик динамической релаксации в окрестности α -пика, основанная на предположении о случайном разбросе значений энергии активации элементарных релаксаторов. Получены эмпирические оценки периода попыток, среднего значения и дисперсии энергии активации релаксационного процесса, ответственного за α -пик внутреннего трения в железе.

На монокристаллах чистого железа экспериментально вивчено вплив зміни дислокаційної структури зразків і частоти ультразвуку на параметри низкотемпературного α -піка внутрішнього тертя і відповідного йому дефекту модуля Юнга. Запропоновано статистичну інтерпретацію температурної залежності і структурної чутливості характеристик динамічної релаксації поблизу α -піка, котра ґрунтується на припущенні про випадковий розкид значень енергії активації елементарних релаксаторів. Отримано емпіричні оцінки періоду спроб, середнього значення і дисперсії енергії активації релаксаційного процесу, відповідального за α -пик внутрішнього тертя в залізі.

PACS: 61.70.Le, 62.40.+i, 62.80.+f

1. Введение

В опубликованных ранее работах [1–6] было показано, что предварительная пластическая деформация монокристаллов высокочистого железа приводит к появлению низкотемпературного пика акустического поглощения, имеющего свойства, типичные для α -пиков в ОЦК металлах. При частотах колебаний порядка 10^5 Гц этот пик наблюдается в области температур порядка 50 К. На температурной зависимости модуля упругости, соответствующего изучаемой колебательной моде образца, в той же температурной области зарегистрирована характерная «ступенька». В этих работах также были отмечены некоторые особенности поведения формы и параметров данного пика поглощения и «ступеньки» дефекта модуля, которые свидетельствовали о его чувствительности к деталям дефектной структуры изучаемых образцов и не могли быть исчерпывающе

объяснены в рамках существующей теории. В частности, отмечалось уширение пиков и размытие «ступеньки», а также сдвиг температуры локализации пика и точки перегиба «ступеньки» в область более высоких температур под воздействием пластической деформации и возврат этих параметров при длительном отжиге.

Следует отметить, что низкотемпературный пик поглощения наблюдался и при изучении внутреннего трения чистого железа низкочастотными методами: при частотах колебаний порядка 1 Гц такой пик зарегистрирован в температурном интервале 28–35 К [7–9]. В работе [4] было высказано предположение, что наблюдавшиеся в [1–3, 7–9] пики имеют единую физическую природу — резонансное взаимодействие упругих колебаний с термически активированным зарождением пар кинков на невинтовых дислокациях. Если считать, что температурная зависимость времени

релаксации $\tau(T)$ для этого процесса описывается стандартным соотношением Аррениуса

$$\tau(T) = \tau_0 \exp(U/kT), \quad (1)$$

то результаты работ [1–4, 7–9] приводят к следующим эмпирическим оценкам для энергии активации и периода попыток: $U \approx 0,071$ эВ, $\tau_0 \approx 2 \cdot 10^{-13}$ с.

Однако корректность такой интерпретации и количественные значения параметров релаксационного процесса могли вызывать сомнения, так как в различных работах использовались не только разные методы изучения внутреннего трения, но и образцы с различной и неконтролируемой дефектной структурой.

Пик внутреннего трения с аналогичными свойствами был зарегистрирован в ниобии: при частотах порядка 10^5 Гц этот пик локализован вблизи 200 К [10]. В отличие от железа, в случае ниобия α -пик наблюдается уже при изучении недеформированного образца, а предварительная пластическая деформация приводит только к изменениям его высоты, ширины и положения на оси температур. Детальное экспериментальное и теоретическое изучение α -пика в ниобии показало [10], что влияние пластической деформации на форму и параметры этого пика может быть объяснено статистическим характером параметров элементарных релаксаторов, ответственных за данный пик, и предположением о влиянии пластической деформации на дисперсию энергий активации и объемную плотность релаксаторов.

В настоящей работе эта теория получила дальнейшее развитие. В дополнение к результатам работы [10], в которой проанализировано влияние статистического распределения энергии активации релаксаторов на пик релаксационного поглощения упругих колебаний, здесь описано также статистическое размытие дефекта модуля упругости, соответствующего релаксационному резонансу. Выводы теории были использованы для анализа температурных зависимостей декремента и дефекта модуля упругости образцов пластически деформированного железа. Выполнены дополнительные эксперименты по изучению свойств α -пика, зарегистрированного в [1–6], и получены уточненные значения параметров элементарных релаксаторов, ответственных за этот пик.

2. Методика эксперимента

В качестве объекта исследования был выбран монокристалл железа высокой чистоты, выращен-

ный методом рекристаллизации [11]. Высокая чистота образца достигалась путем семикратной зонной очистки исходного коммерческого металла (фирма «Джонсон и Мэтью», Великобритания) и длительного (~ 7 суток) отжига выращенного монокристалла в атмосфере обезвоженного водорода с нагретым циркониевым поглотителем [12]. Окончательное содержание примесей внедрения (С, N и др.) было менее $1 \cdot 10^{-4}$ ат.%. Исходная плотность ростовых дислокаций составляла $\sim 10^5$ – 10^6 см $^{-2}$.

Образец имел форму цилиндрического стержня диаметром 4 мм и длиной 27 мм. Акустические измерения проводились методом двойного составного вибратора [13, 14]. В образце возбуждались продольные стоячие волны с частотой около 88 и 352 кГц (значения круговой частоты колебаний соответственно $\omega_1 \approx 5,5 \cdot 10^5$ с $^{-1}$ и $\omega_2 \approx 22,1 \cdot 10^5$ с $^{-1}$). Амплитуда ультразвуковой деформации в наших экспериментах имела величину $\epsilon_0 \sim 10^{-7}$, что соответствовало амплитудно независимой акустической релаксации.

Для установления связи акустических свойств изучаемого материала с дислокационными процессами в образец при комнатной температуре вводились свежие дислокации путем пластического деформирования методом четырехточечного изгиба без отклеивания образца от пьезоэлектрического преобразователя. Мерой пластической деформации служила величина остаточной деформации наружного волокна, которая составляла $\epsilon_{pl} \approx 3\%$.

Ориентация образца определялась при помощи лауэграммы. Продольная ось образца совпадала с вектором продольной звуковой волны и осью нагружения при пластическом деформировании и имела направление, близкое к $\langle 731 \rangle$, компланарное с направлениями $\langle 111 \rangle$ и $\langle 101 \rangle$ и составляющее с ними углы $\sim 45^\circ$. Избранная ориентация образца обеспечивала при деформировании на изгиб синглетное скольжение в плоскости $(\bar{1}01)$ с максимальным приведенным напряжением в направлении вектора Бюргерса [111] [15].

В области температур $6 \text{ К} < T < 150 \text{ К}$ измерялись температурные зависимости декремента колебаний образца δ и резонансной частоты составного вибратора, по которой рассчитывался динамический упругий модуль Юнга E [14].

Первые измерения на недеформированном и предварительно деформированном образцах указанной выше ориентации были выполнены в 1988 г. В дальнейшем деформированный образец выдерживался при комнатной температуре 11 лет и на нем опять были выполнены низкотемпера-

Таблица

Зависимость параметров акустической релаксации в железе от структурного состояния образца и эмпирические значения параметров теории

Параметры пика («ступеньки»)	Структурное состояние образцов			
	1	2	3	4
$T_p(\omega_2), \text{K}$	—	—	—	50,7
$T_p(\omega_1), \text{K}$	—	54,3	49,5	44,4
$A_1 \cdot 10^4$	1,4	3,2	3,0	2,8
$A_2 \cdot 10^3$	0,8	4,2	2,1	1,7
$U_{BG}, \text{эВ}$	0,01	0,01	0,01	0,01
$E_0, \text{ГПа}$	186,2	184,0	184,4	185,3
$B \cdot 10^7 \text{K}^{-2}$	6,91	9,19	8,33	7,87
$(C_r \Delta_0) \cdot 10^3$	—	4,72	2,71	1,80
d	—	7,55	6,10	5,80
$D, \text{эВ}$	—	0,0177	0,0143	0,0136
$U_0, \text{эВ}$	—	0,037	0,037	0,037
$\tau_0, \text{с}$	—	$2,5 \cdot 10^{-11}$	$2,5 \cdot 10^{-11}$	$2,5 \cdot 10^{-11}$

турные акустические эксперименты. Такая процедура позволила установить влияние на α -пик дислокационной акустической релаксации тех изменений дислокационной структуры, которые происходят в деформированных образцах в процессе длительного низкотемпературного отжига.

Измерения как на недеформированных, так и на деформированных образцах проводились в отсутствие магнитного поля. В работе [6] показано, что помещение образца в насыщающее магнитное поле не изменяет положение и форму изучаемого пика, но существенно повышает фон акустического поглощения.

3. Результаты измерений

На рис. 1 показаны температурные зависимости декремента $\delta(T)$, измеренные на частоте $\omega_1/2\pi = 88 \text{ кГц}$ в недеформированном образце, после пластической деформации, а также после кратковременного и длительного низкотемпературных (при комнатной температуре) отжигов. Предварительная деформация приводит к значительному увеличению декремента во всем изученном интервале температур и к появлению на зависимости $\delta(T)$ при $T \sim 54 \text{ К}$ так называемого α -пика акустической релаксации. Высота пика, как показано в [1–6], увеличивается с ростом ϵ_{pl} , а его положение на температурной оси зависит, вообще говоря, от структурного состояния образцов. Точные значения температуры пика $T_p(\omega_1)$ для различных типов структурного состояния образца приведены в таблице.

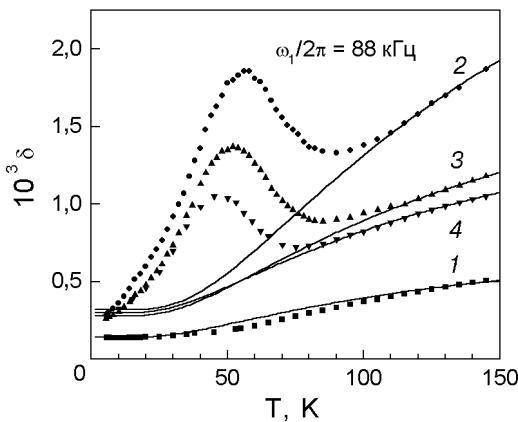


Рис. 1. Температурные зависимости декремента колебаний монокристаллического образца высокочистого железа: 1 — недеформированный образец; 2 — образец, деформированный при комнатной температуре до величины остаточной пластической деформации $\epsilon_{pl} \approx 3\%$, измерения проведены непосредственно после деформации; 3 — тот же образец через 3 дня после деформации; 4 — деформированный образец через 11 лет после деформации. Сплошные линии — фон поглощения, описываемый формулой (14) при значениях параметров, приведенных в таблице.

Увеличение частоты колебаний при сохранении структурного состояния образца приводит к смещению пика в сторону высоких температур. Рис. 2 иллюстрирует влияние частоты колебаний на температурную зависимость декремента образца, который испытал предварительную пластическую деформацию и длительную выдержку при комнатной температуре (структурное состояние 4 на рис. 1 и в таблице). При увеличении частоты

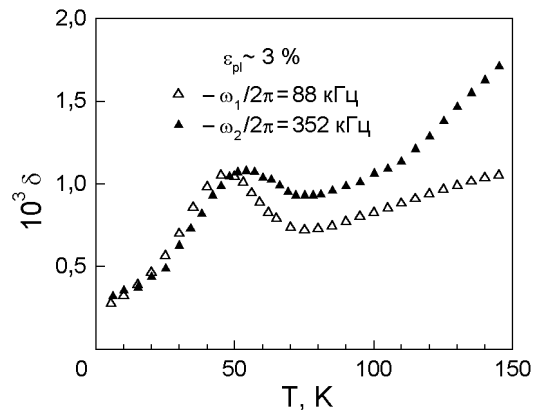


Рис. 2. Сдвиг пика поглощения ультразвука при изменении частоты колебаний в образце со структурным состоянием 4 на рис. 1 и в таблице.

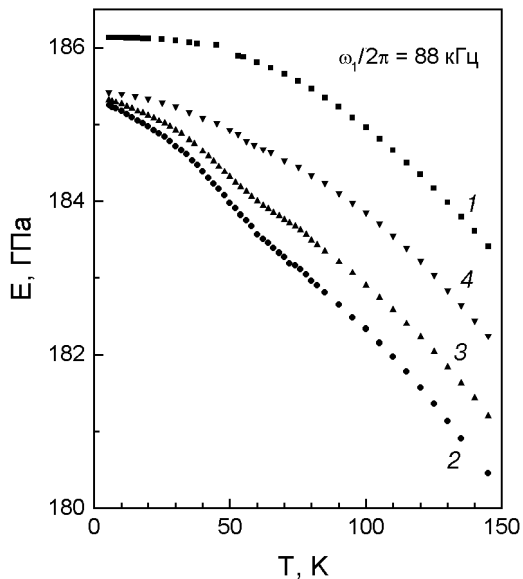


Рис. 3. Температурные зависимости динамического модуля Юнга монокристаллического образца высокочистого железа: 1 – недеформированный образец; 2 – образец, деформированный при комнатной температуре до величины остаточной пластической деформации $\epsilon_{pl} \approx 3\%$, измерения проведены непосредственно после деформации; 3 – тот же образец через 3 дня после деформации; 4 – деформированный образец через 11 лет после деформации.

ультразвука в 4 раза температура пика возрастает от $T_p(\omega_1) = 44,4$ К до $T_p(\omega_2) = 50,7$ К.

На рис. 3 показаны температурные зависимости динамического модуля Юнга $E(T)$ недеформированного и деформированного образца, измеренные на частоте $\omega_1/2\pi = 88$ кГц. Пластическая деформация приводит к значительному уменьшению модуля Юнга и появлению «ступеньки» на зависимости $E(T)$, центр которой совпадает с температурой α -пика T_p . Низкотемпературный отжиг (выдержка при комнатной температуре) приводит к заметному возврату свойств, изменившихся при деформировании: декремент уменьшается, а модуль увеличивается. При этом температура пика поглощения и точка перегиба «ступеньки» модуля сдвигаются в область более низких температур (рис. 1, 3).

4. Влияние статистического распределения энергии активации релаксаторов на температурные зависимости акустического поглощения и дефекта модуля

Эволюция температурных зависимостей декремента колебаний и динамического модуля упругости в результате пластической деформации и последующего низкотемпературного отжига обусловлена, по-видимому, введением в образец свежих дислокаций. Свежие дислокации, с одной

стороны, являются релаксаторами: на них флуктуационно зарождаются парные перегибы. Резонанс акустических колебаний с этим процессом приводит к появлению пика релаксации. С другой стороны, хаотическое расположение дислокаций приводит к статистическому распределению локальных значений полей внутренних напряжений и параметров парных перегибов в объеме образца. В процессе отжига происходит частичная релаксация дислокационной структуры и связанных с дислокациями далекодействующих полей внутренних напряжений. Как было показано в [10], различные воздействия на образец, вызывающие структурные изменения, могут менять параметры статистического распределения энергий активации U релаксационного процесса, ответственного за появление пика акустического поглощения. При этом увеличение дисперсии энергии активации приводит к увеличению асимметрии и уширению пика, а также сдвигу температуры пика в область более высоких температур. Очевидно, что уменьшение дисперсии (что происходит при отжиге образца) ведет к результату противоположного знака.

Соответствующие изменения должны происходить и с температурной зависимостью дефекта модуля, однако статистический анализ дефекта модуля в работе [10] не производился. Следуя подходу, предложенному в [10], проанализируем температурную зависимость дефекта модуля при наличии статистического распределения энергии активации релаксационного процесса U .

Рассмотрим изменения упругих и диссипативных свойств кристалла, обусловленные термически активированным релаксационным процессом, для которого температурная зависимость времени релаксации $\tau(T)$ описывается экспоненциальным выражением (1). В достаточно совершенном кристалле такому процессу можно сопоставить три параметра, величины которых в первом приближении определяются энергетическими и геометрическими параметрами бездефектного кристалла: энергию активации U_0 , период попыток τ_0 и характерный элементарный вклад отдельного релаксатора в декремент колебаний Δ_0 . Если обозначить символом C_r относительную объемную концентрацию таких релаксаторов, взаимодействующих с рассматриваемой колебательной модой образца, то выражения, определяющие температурную зависимость их суммарного вклада в приближении линейного отклика, имеют вид дебаевского пика для декремента колебаний $\delta(T, \omega)$ и «ступеньки» для дефекта модуля $\Delta M(T, \omega)/M_0$:

$$\delta(T, \omega) = 2\delta_p \frac{\omega\tau(u_0)}{1 + \omega^2\tau^2(u_0)}; \quad (2)$$

$$\frac{\Delta M(T, \omega)}{M_0} = \frac{2\delta_p}{\pi} \frac{1}{1 + \omega^2\tau^2(u_0)};$$

$$\delta_p = C_r \Delta_0, \quad u_0 = U_0/kT, \quad \tau(u) = \tau_0 e^u. \quad (3)$$

Координата максимума пика $T_p^{(0)}$ и точки перегиба на «ступеньке» определяются соотношениями

$$\omega\tau(u_0) = 1, \quad T_p^{(0)} = \frac{U_0}{k \ln(\omega\tau_0)}. \quad (4)$$

Высота пика δ_p и «ступеньки» $2\delta_p/\pi$ пропорциональны как вкладу отдельного релаксатора Δ_0 , так и концентрации релаксаторов C_r .

Если в кристалле существует сложная система локальных структурных неоднородностей и действующих полей внутренних напряжений, обусловленных случайным распределением различных дефектов, то параметры элементарного релаксатора приобретают в различных областях кристалла случайные добавки и вместо них следует рассматривать случайные величины и соответствующие им функции распределения. Декремент колебаний и дефект модуля макроскопического образца превращаются при этом в некоторые сложные функции $\delta(T, \omega)$ и $\Delta\bar{M}(T, \omega)/M_0$, получаемые статистическим усреднением выражений (2) [16].

Как было показано в [10], в предположении слабых воздействий на структуру кристалла (дисперсия D^2 энергии активации достаточно мала, $D \ll U_0$) в области достаточно низких температур ($kT \ll U_0$) при статистическом усреднении можно в первом приближении учитывать только статистическое распределение энергии активации и с экспоненциальной точностью пренебрегать дисперсией параметров Δ_0 и τ_0 . Таким образом, принимая во внимание сделанные выше замечания, будем считать единственным случайным параметром задачи энергию активации элементарного релаксатора U . В качестве статистической характеристики этой величины введем функцию $P(U)$ — плотность вероятности значений U , заданную на интервале $(0, \infty)$ и удовлетворяющую условию нормировки

$$\int_0^{\infty} P(U) dU = 1. \quad (5)$$

При наличии статистического распределения значений энергии активации $P(U)$ функции $\delta(T, \omega)$ и $\Delta\bar{M}(T, \omega)/M_0$ определяются выражениями

$$\bar{\delta}(T, \omega) = 2\Delta_0 C_r \int_0^{\infty} dU P(U) \frac{\omega\tau_0 \exp(U/kT)}{1 + \omega^2\tau_0^2 \exp(2U/kT)}, \quad (6)$$

$$\frac{\Delta\bar{M}(T, \omega)}{M_0} =$$

$$= \frac{2\Delta_0 C_r}{\pi} \int_0^{\infty} dU P(U) \frac{1}{1 + \omega^2\tau_0^2 \exp(2U/kT)}. \quad (7)$$

В качестве простейшего примера распределения $P(U)$, позволяющего удовлетворительно описать влияние случайных внутренних напряжений на низкотемпературные релаксационные резонансы, в работе [10] была предложена функция квазигауссовского типа:

$$P(U) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}D} \left(\frac{U}{U_0} \right) \exp \left[- \frac{(U - U_0)^2}{2D^2} \right], \quad (8)$$

$$D \ll U_0.$$

При $D \rightarrow 0$ распределение (8) переходит в дельта-функцию Дирака $P(U) = \delta(U - U_0)$, что обеспечивает переход функций $\bar{\delta}(T, \omega)$ и $\Delta\bar{M}(T, \omega)/M_0$ в функции (2) при малых значениях дисперсии. Увеличение параметра D уширяет распределение (8) и смещает его максимум в сторону высоких энергий. Это приводит к уширению пика и «ступеньки» на температурных зависимостях усредненных декремента $\bar{\delta}(T, \omega)$ и дефекта модуля $\Delta\bar{M}(T, \omega)/M_0$, а также к смещению температуры T_p в сторону высоких температур. Асимметрия распределения (8) относительно значения U_0 , обусловленная множителем U в предэкспоненте, приводит к дополнительной асимметрии температурных зависимостей $\bar{\delta}(T, \omega)$ и $\Delta\bar{M}(T, \omega)/M_0$ относительно T_p .

Интегралы (6) и (7) с функцией распределения (8) можно вычислить методами численного интегрирования. Чтобы привести интеграл к виду, удобному для численного интегрирования, перейдем к новой переменной интегрирования x и новому набору параметров задачи, определив их соотношениями

$$\ln x = \frac{U}{kT}, \quad \theta = \frac{T}{T_p^{(0)}}, \quad \Omega = \frac{1}{\omega\tau_0}, \quad (9)$$

$$U_0 = kT_p^{(0)} \ln \Omega, \quad d = \frac{\sqrt{2} D}{kT_p^{(0)}} = \frac{\sqrt{2} D}{U_0} \ln \Omega.$$

Здесь введены безразмерная температура θ , обратная безразмерная частота Ω и безразмерная характеристика дисперсии d . В результате таких замен формулы (6) и (7) приобретают вид

$$\bar{\delta} = C_r \Delta_0 F_1(\theta, \Omega, d),$$

$$F_1 = \frac{2\Omega\theta^2}{\sqrt{\pi} d \ln \Omega} \times \quad (10)$$

$$\times \int_1^{\infty} dx \frac{\ln x}{x^2 + \Omega^2} \exp \left[- \left(\frac{\theta \ln x - \ln \Omega}{d} \right)^2 \right],$$

$$\frac{\Delta \bar{M}(T, \omega)}{M_0} = \frac{C_r \Delta_0}{\pi} F_2(\theta, \Omega, d),$$

$$F_2 = \frac{2\Omega^2\theta^2}{\sqrt{\pi} d \ln \Omega} \times \quad (11)$$

$$\times \int_1^{\infty} \frac{dx}{x} \frac{\ln x}{x^2 + \Omega^2} \exp \left[- \left(\frac{\theta \ln x - \ln \Omega}{d} \right)^2 \right].$$

В реальных ситуациях $\ln \Omega = -\ln(\omega\tau_0) \geq 10$, поэтому наше исходное предположение о выполнении неравенства $D \ll U_0$ допускает рассмотрение неравенства $d > 1$ (отсутствие дисперсии отвечает пределу $d \rightarrow 0$, а относительно большая дисперсия задается неравенством $d \geq 1$).

Характер влияния статистического распределения энергии активации релаксаторов на температурные зависимости поглощения и дефекта модуля в окрестностях релаксационного резонанса иллюстрирует рис. 4. При малых значениях d температурная зависимость функции $F_1(\theta, \Omega, d)$ имеет максимум, а функция $F_2(\theta, \Omega, d)$ испытывает перегиб в точке $\theta \cong 1$, и эти функции практически совпадают с дебаевским пиком и классической «ступенькой» (кривые 1 на рис. 4). Увеличение параметра d приводит к смещению пика и «ступеньки» в сторону высоких температур, уширению и увеличению их асимметрии (кривые 2 и 3 на рис. 4).

Следует иметь в виду, что различные воздействия на кристалл, изменяющие статистические характеристики релаксаторов, могут также приво-

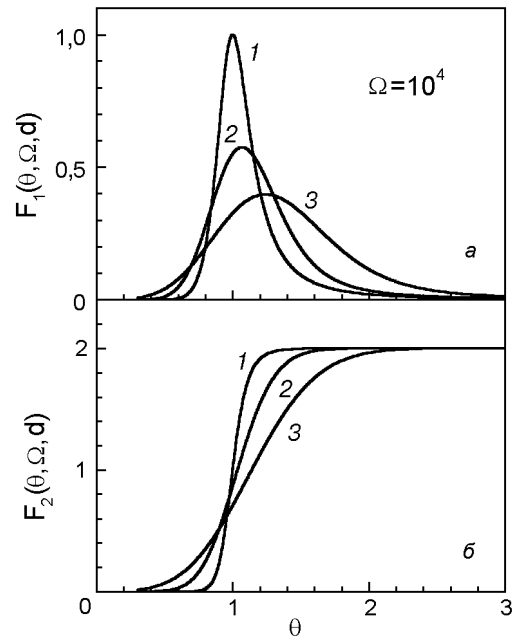


Рис. 4. Трансформация температурных зависимостей пика поглощения (а) и дефекта модуля упругости (б) в области релаксационного резонанса при возрастании дисперсии энергии активации релаксаторов. Показаны результаты численного интегрирования в формулах (10) и (11) при фиксированном значении частотного параметра $\Omega = 10^4$ и значениях параметра дисперсии $d = 0$ (1), 2,5 (2), 5 (3).

дить к изменению концентрации релаксаторов C_r . Следствием этого может быть появление дополнительных особенностей в поведении высоты пика поглощения и «ступеньки» дефекта модуля, отсутствующих на рис. 4. В частности, возможно увеличение (уменьшение) $\max \bar{\delta}$ и $\max \Delta \bar{M}/M_0$ вместе со смещением T_p в сторону высоких (низких) температур в тех случаях, когда изменение C_r оказывается более значительным, чем изменение $\max F_1$ и $\max F_2$. Это означает, что при интерпретации экспериментальных данных параметр $C_r \Delta_0$ необходимо рассматривать как один из феноменологических параметров теории, подлежащий экспериментальному определению.

5. Анализ экспериментальных результатов

Зарегистрированное в эксперименте смещение пика поглощения при относительно небольшом изменении частоты колебаний (рис. 2) дает возможность применить стандартные формулы теории динамической релаксации [16] и получить приблизительные оценки параметров релаксационного процесса — периода попыток τ_0 и эффективного значения энергии активации U_{eff} :

$$\tau_0^{-1} = \omega \exp \left[T_p \left(\frac{\partial T_p}{\partial \ln \omega} \right)^{-1} \right] \cong \omega_1 \exp \frac{T_p(\omega_2) \ln(\omega_2/\omega_1)}{T_p(\omega_2) - T_p(\omega_1)}, \quad (12)$$

$$U_{\text{eff}} = kT_p^2 \left(\frac{\partial T_p}{\partial \ln \omega} \right)^{-1} \cong \frac{kT_p(\omega_1)T_p(\omega_2) \ln(\omega_2/\omega_1)}{T_p(\omega_2) - T_p(\omega_1)}. \quad (13)$$

Используя приведенные в таблице значения $T_p(\omega)$ для образца со структурным состоянием 4, получаем $\tau_0 \approx 2,5 \cdot 10^{-11}$ с, $U_{\text{eff}} \approx 0,043$ эВ.

Так как статистическим распределением периода попыток мы пренебрегаем, то полученное значение τ_0 можно рассматривать как окончательную оценку для одного из главных параметров изучаемого релаксационного процесса. Но параметр U_{eff} , определяемый формулой (13), при наличии в кристалле случайных структурных неоднородностей лишь косвенно отражает величину второго из главных параметров релаксаторов U_0 . Значение U_{eff} зависит, вообще говоря, как от величины U_0 , так и от величины дисперсии энергии активации D^2 [10]. Получение эмпирических оценок для U_0 и D требует дополнительного более сложного и глубокого анализа экспериментальных данных.

Приступая к статистическому анализу экспериментальных данных, необходимо в первую очередь корректно вычистить фон поглощения для всех пиков на рис. 1, а на рис. 3 выделить фон температурной зависимости модуля Юнга, не связанный с изучаемым релаксационным процессом.

5.1. Фон температурной зависимости декремента колебаний

Принимая во внимание высокую температурную и структурную чувствительность фона поглощения, можно считать его частично обусловленным неконсервативным вязким движением дислокаций [17,18] с энергией активации процесса U_{BG} , величина которой не совпадает с величиной энергии активации процесса, ответственного за α -пик:

$$\delta_{BG} = A_1 + A_2 \exp \left(- \frac{U_{BG}}{kT} \right). \quad (14)$$

Коэффициенты A_1 , A_2 и параметр U_{BG} являются подгоночными параметрами, величины которых изменяются при изменениях дефектной

структуры образца; в частности, величина коэффициента A_1 может существенно изменяться при изменении магнитной структуры образцов [6]. При значениях параметров A_1 , A_2 и U_{BG} , приведенных в таблице, графики функции (14) для недеформированного и деформированного образцов показаны на рис. 1 сплошными линиями. Таким образом, речь будет идти о проверке возможности описать полученные в эксперименте зависимости $\delta^{(e)}(T)$ (рис. 1) соотношением

$$\delta^{(e)} = A_1 + A_2 \exp \left(- \frac{U_{BG}}{kT} \right) + C_r \Delta_0 F_1(\theta, d, \Omega) \quad (15)$$

при соответствующем подборе фигурирующих в нем констант.

5.2. Фон температурной зависимости модуля Юнга

Приступая к статистическому анализу температурных зависимостей модуля Юнга $E(T)$, необходимо в первую очередь корректно выделить ту его часть, которая обусловлена изучаемым релаксационным резонансом.

Хорошо известно, что суммарная деформация реального кристалла под действием механического нагружения складывается из упругой и неупругой компонент. Основное различие между ними состоит в том, что упругая деформация происходит мгновенно, а неупругая имеет некоторую временную зависимость, определяемую процессами релаксации. В связи с наличием релаксирующей компоненты принято различать два предельных значения упругих модулей: нерелаксированный модуль M_U , определяющий реакцию кристалла на нагрузку в отсутствие неупругого вклада, и релаксированный модуль M_R , измеренный по прошествии времени, значительно превышающего характерные времена релаксации для всех релаксационных процессов, существенных в изучаемом интервале температур. Если кристалл находится под воздействием периодической нагрузки с циклической частотой ω , то его механические свойства будут определяться динамическим модулем упругости $M(\omega, T)$, величина которого зависит как от частоты колебаний, так и от температуры. При этом $M_R < M(\omega, T) < M_U$, и существует некоторый дефект модуля $M_U - M(\omega, T)$.

В нашем случае вклад изучаемого релаксационного процесса в дефект модуля описывается формулой (11), в которой $M_0 = M(\omega, 0)$. Кроме того, определенный вклад в дефект модуля дает нерезонансное взаимодействие звука с дислока-

циями различных систем скольжения, с магнитной структурой образца, а также с тепловыми фононами и электронами проводимости [18–21]. Установить наиболее существенные механизмы, определяющие дефект модуля в изучаемом температурном интервале, можно только при наличии данных о частотной зависимости модуля в достаточно широком интервале частот колебаний. Для изучаемого монокристалла железа таких данных в настоящее время нет. Но в экспериментах при фиксированной частоте колебаний температурная зависимость измеренных значений модуля Юнга $E^{(e)}(T)$ для недеформированного образца (т.е. в отсутствие дислокационного резонанса) имеет достаточно простой и плавный вид (кривая 1 на рис. 3). Это позволяет предложить для температурной зависимости $E^{(e)}(T)$, описывающей результаты измерений на образце железа с различными структурными состояниями, единую аналитическую аппроксимацию:

$$E^{(e)}(T) = E_0 \left[1 - BT^2 - \frac{C_r \Delta_0}{\pi} F_2(\theta, \Omega, d) \right]. \quad (16)$$

Фигурирующие в этом выражении величины E_0 и B будем рассматривать как подгоночные параметры, подлежащие экспериментальному определению; в общем случае их значения должны зависеть как от частоты колебаний, так и от структурного состояния образца (в том числе, от состояния магнитной структуры [6]).

Эмпирические значения E_0 легко определить, экстраполируя показанные на рис. 3 зависимости к значению $T = 0$ К (см. таблицу). Последнее слагаемое в (16) описывает статистически усредненный вклад в дефект модуля изучаемого релаксационного резонанса и должно быть согласовано с последним слагаемым в выражении (15) для декремента колебаний.

5.3. Релаксационный резонанс

Вид температурных зависимостей декремента после вычитания фона поглощения представлен на рис. 5,а.

Чтобы получить параметры U_0 и D , а также убедиться в количественном соответствии экспериментальных данных формуле (15), можно использовать возможности численного компьютерного анализа. Отталкиваясь от грубых оценок U_{eff} и τ_0 , полученных в начале данного раздела, можно подобрать значения параметров U_0 , D и $C_r \Delta_0$, позволяющие с достаточно высокой точностью совместить экспериментальные точки на зависимостях $\delta(T)$ с графиками функции (15). Возможность такого совмещения иллюстрируют

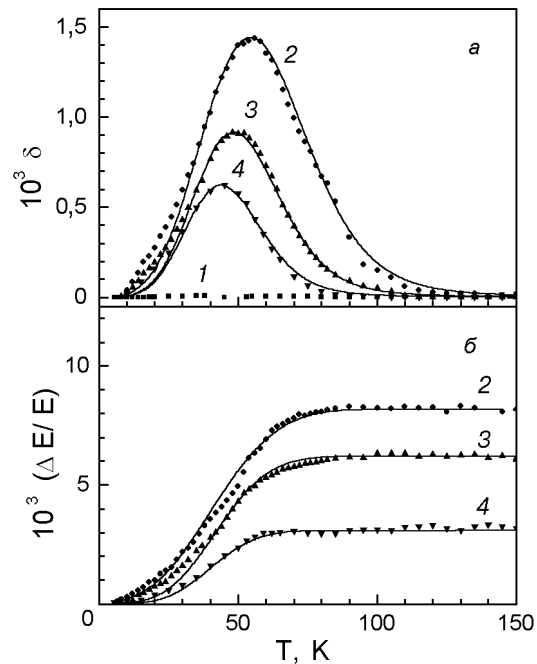


Рис. 5. Сопоставление экспериментальных данных по температурным зависимостям декремента колебаний (а) и дислокационной части дефекта динамического модуля Юнга (б) для различных структурных состояний образца (см. рис. 1, 3) с теоретическими зависимостями (15) и (16), построенными для совокупности параметров U_0 , D и $C_r \Delta_0$, подобранных методом численного компьютерного анализа и приведенных в таблице.

сплошные линии на рис. 5,а, а соответствующие подгоночные значения параметров теории приведены в нижних строчках таблицы. Значения U_0 , D и $C_r \Delta_0$ выбраны так, чтобы максимально приблизить к экспериментальным точкам теоретические графики в их центральных частях.

Возможность описания формулой (16) зарегистрированной в экспериментах температурной зависимости модуля Юнга железа иллюстрирует рис. 5,б. На этом рисунке сплошными линиями изображены теоретические температурные зависимости той части дефекта модуля, которая обусловлена изучаемым релаксационным процессом: это графики функции (11), построенные при значениях параметров U_0 , D и $C_r \Delta_0$, найденных в результате анализа пика поглощения (см. таблицу). Графики сравниваются с экспериментальными точками, полученными после вычитания из экспериментально измеренных значений модуля Юнга $E^{(e)}(T)$ фона $E_0(1 - BT^2)$ с численными значениями E_0 и B , приведенными в таблице.

Таким образом, после корректного вычитания нерезонансного фона из экспериментально измеренных значений декремента колебаний $\delta^{(e)}(T)$ и модуля Юнга $E^{(e)}(T)$ основные особенности этих

величин, которые обусловлены изучаемым дислокационным процессом, удовлетворительно описываются теорией статистически «размытого» релаксационного резонанса с функцией распределения энергии активации квазигауссовского типа (8). Статистический разброс значений энергии активации для релаксационного процесса, ответственного за появление α -пики в железе, оказался очень большим ($d \gg 1$). Поэтому уточненное в результате статистического анализа значение энергии активации для этого процесса $U_0 = 3,7 \cdot 10^{-2}$ эВ заметно отличается от оценки $U_{\text{eff}} = 4,3 \cdot 10^{-2}$ эВ, полученной традиционным способом с помощью формулы (13).

Уточненные в результате статистического анализа значения параметров релаксационного процесса, ответственного за изученный в данной работе α -пик внутреннего трения в железе ($\tau_0 = 2,4 \cdot 10^{-11}$ с и $U_0 = 3,7 \cdot 10^{-2}$ эВ), весьма сильно отличаются и от значений $\tau_0 = 2 \cdot 10^{-13}$ с и $U = 7,1 \cdot 10^{-2}$ эВ, полученных в работе [4] при сравнении этого пика с пиком низкочастотного внутреннего трения в области температур около 30 К [7–9]. Данное обстоятельство не дает оснований предполагать единую физическую природу этих пиков. Однако окончательный вывод по этому вопросу можно будет сделать только после того, как появится возможность проведения статистического анализа второго пика. К сожалению, полученный в работах [7–9] набор экспериментальных данных не является достаточно полным для проведения такого анализа.

6. Заключение

Основная цель данной работы — дальнейшее развитие предложенного ранее [10] метода статистического описания акустической релаксации в кристаллах со случайными неоднородностями структуры. Предполагается, что упругие колебания возбуждают в кристалле термически активированный релаксационный процесс, энергия активации которого является случайной величиной с функцией распределения квазигауссовского типа. В работе [10] проанализированы особенности температурной зависимости декремента колебаний, обусловленные статистическим «размытием» релаксационного резонанса. В данной работе проанализировано влияние статистического распределения энергии активации на температурную зависимость вклада релаксационного процесса в дефект модуля упругости.

В данной работе, как и в работе [10], результаты статистической теории релаксационного резонанса использованы для интерпретации экспери-

ментальных данных, полученных при исследовании конкретного физического объекта. В связи с этим выполнена серия экспериментов по изучению свойств низкотемпературного α -пики внутреннего трения, зарегистрированного в пластически деформированных образцах высокочистого железа [1–6]. Измерены смещения температуры пика при изменении частоты колебаний и в результате перестройки дефектной структуры образца железа. Изучены изменения формы соответствующей этому пику «ступеньки» на температурной зависимости дефекта модуля Юнга. Показано, что наблюдаемые в экспериментах закономерности акустической релаксации в железе в области α -пики находят удовлетворительную интерпретацию в терминах статистической теории релаксационного резонанса.

В результате статистического анализа получены эмпирические оценки для периода попыток, а также среднего значения и дисперсии энергии активации релаксационного процесса, ответственного за α -пик внутреннего трения в железе.

Авторы выражают благодарность С. Н. Смирнову за полезные дискуссии и советы по затронутым в данной работе проблемам.

1. M. Kakegawa and K. Sakamoto, *Jpn. J. Appl. Phys.* **9**, 1057 (1970); K. Takita and K. Sakamoto, *Scripta Metall.* **4**, 403 (1970).
2. P. P. Pal-Val and S. Kadečková, *Phys. Status Solidi* **A94**, K29 (1986).
3. P. P. Pal-Val, V. D. Natsik, and S. Kadečková, *Phys. Status Solidi* **A105**, K37 (1986).
4. P. P. Pal-Val, V. D. Natsik, and S. Kadečková, *Philos. Mag.* **A56**, 607 (1987).
5. П. П. Паль-Валь, *ФНТ* **23**, 1250 (1997).
6. П. П. Паль-Валь, *ФНТ* **25**, 83 (1999).
7. V. Hivert, P. Groh, P. Moser, and W. Frank, *Phys. Status Solidi* **A42**, 511 (1977).
8. I. G. Ritchie, J. F. Dufresne, and P. Moser, *Phys. Status Solidi* **A50**, 617 (1978).
9. J. San Juan, G. Fantozzi, C. Esnouf, F. Vanoni, and A. Bernalte, *J. Phys. (Paris)* **44**, C9-685 (1983).
10. В. Д. Нацик, П. П. Паль-Валь, Л. Н. Паль-Валь, Ю. А. Семеренко, *ФНТ* **25**, 748 (1999).
11. K. Z. Saleeb and S. Kadečková, *Kristall und Technik* **9**, 1265 (1974).
12. T. Hejnal, S. Kadečková, V. Novak, and B. Šestak, *Czech. J. Phys.* **B27**, 1263 (1977).
13. П. П. Паль-Валь, Х.-Й. Кауфманн, *ФНТ* **9**, 325 (1983).
14. В. Д. Нацик, П. П. Паль-Валь, С. Н. Смирнов, *Акустический журнал* **44**, 640 (1998).
15. B. Šestak and J. Blahovec, *Phys. Status Solidi* **40**, 595 (1970).
16. А. Новик, Б. Берри, *Релаксационные явления в кристаллах*, Атомиздат, Москва (1975).
17. G. Schoeck, E. Bisogni, and J. Shyne, *Acta Metall.* **12**, 1466 (1964).
18. В. С. Постников, *Внутреннее трение в металлах*, Металлургия, Москва (1974).

-
19. Г. Лейбфрид, *Микроскопическая теория механических и тепловых свойств кристаллов*, Физматгиз, Москва (1963).
 20. Дж. Алерс, в кн.: *Физическая акустика*, У. Мэзон (ред.), т. IV, ч. А, Мир, Москва (1969).
 21. Т. Bernstein, *Phys. Rev.* **132**, 50 (1963).

Statistical analysis of the low-temperature internal friction α -peak in iron single crystals

V. D. Natsik, P. P. Pal-Val, L. N. Pal-Val,
and Yu. A. Semerenko

The pure iron single crystals are studied to establish the influence of changes in sample dislocation structure and ultrasonic frequency on the pa-

rameters of the low-temperature α -peak of internal friction and the related Young's modulus defect. A statistical interpretation of the temperature dependences and the structure sensitivity of the dynamic relaxation characteristics in the vicinity of the α -peak is proposed. It is based on the assumption of random scatter of the activation energies of elementary relaxators. Empirical estimations for the attack period, average value and dispersion of the activation energy of the process responsible for the internal friction α -peak in iron are obtained.