

## Низкотемпературное деформационное старение в сплавах In–Pb в условиях релаксации напряжений

Л. С. Фоменко

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

Статья поступила в редакцию 26 апреля 2000 г., после переработки 27 июня 2000 г.

В режиме релаксации напряжений изучено динамическое деформационное старение (ДДС) в монокристаллах твердых растворов замещения In–Pb с 6 и 8 ат. % Pb при температурах 77–205 К. Получены зависимости величины послерелаксационного упрочнения, обусловленного ДДС, от длительности релаксации напряжений, скорости изменения напряжения в конце релаксации, температуры, концентрации сплава, деформирующего напряжения, степени деформации. Показано, что кинетика ДДС описывается уравнением типа уравнения Харпера с показателем степени  $1/3$  и низким значением энергии активации процесса (0,3–0,34 эВ), что обеспечивает низкую температуру начала проявления ДДС ( $\sim 0,17 T_m$ , где  $T_m$  — температура плавления) и свидетельствует о канальном характере диффузии. Предполагается, что препятствиями для движения дислокаций в изученных кристаллах являются примесные комплексы, мощность которых увеличивается в процессе ДДС в результате канальной диффузии примесных атомов вдоль дислокаций.

В режимі релаксації напружень вивчено динамічне деформаційне старіння (ДДС) в монокристаллах твердих розчинів заміщення In–Pb з 6 та 8 ат. % Pb при температурах 77–205 К. Одержано залежності величини післярелаксаційного зміцнення, обумовленого ДДС, від тривалості релаксації напружень, швидкості змінювання напруження в кінці релаксації, температури, концентрації сплаву, деформуючого напруження, ступеня деформації. Показано, що кінетика ДДС описується рівнянням типу рівняння Харпера з показником степеня  $1/3$  і низьким значенням енергії активації процесу (0,3–0,34 еВ), що забезпечує низьку температуру початку виявлення ДДС ( $\sim 0,17 T_m$ , де  $T_m$  — температура плавлення) та свідчить про каналний характер дифузії. Припускається, що перешкодами для руху дислокацій у вивчених кристалах є домішкові комплекси, потужність яких збільшується в процесі ДДС в результаті канальної дифузії домішкових атомів уздовж дислокацій.

PACS: 62.40.+i, 83.50.Vy, 61.72.Yx

### Введение

При достаточно низких температурах диффузия примесей в твердом растворе затруднена, и отдельные примесные атомы создают локальные статические потенциальные барьеры для движения дислокаций [1,2]. По мере повышения температуры важную роль в развитии пластической деформации начинают играть процессы, связанные с диффузионной подвижностью примесей [1–4]. Диффузия растворенных атомов к движущимся дислокациям повышает эффективное сопротивление их скольжению. Этот эффект, получивший название «динамическое деформационное старение» (ДДС) [5–8], приводит к такой специфической особенности в кинетике пластического течения сплавов в режиме активной деформации, как

эффект Портевена–Ле Шателье (неустойчивое или прерывистое пластическое течение) [2].

Одним из макроскопических проявлений ДДС является послерелаксационный эффект, который будет предметом данного исследования. Этот эффект состоит в повышении деформирующего напряжения при повторном нагружении образца после релаксации напряжений и фиксируется в виде зуба текучести [7,9–13].

Обратим внимание на то, что ДДС, непосредственно связанное с диффузионными процессами в сплаве, может наблюдаться при достаточно низких температурах  $T \approx (0,1–0,2)T_m$  ( $T_m$  — температура плавления сплава) [9,13], в то время как объемная диффузия активизируется только при

$T \geq (0,4-0,5)T_m$ . Причины низкотемпературного проявления ДДС обсуждаются ниже.

Для выяснения конкретного механизма ДДС и понимания природы пластической деформации сплавов важным является изучение кинетики и определение параметров процесса. В данной работе изучена кинетика ДДС, протекающего в условиях релаксации напряжений в монокристаллах твердых растворов In–Pb, а также влияние величины деформирующего напряжения, степени деформации, температуры и концентрации примеси на параметры ДДС. Закономерности кинетики ДДС в сплавах In–Pb существенно отличаются от тех, которые предсказываются теорией сегрегации на отдельных дислокациях примесных атомов, диффундирующих из объема кристалла [1,2]. Полученные результаты свидетельствуют в пользу механизма канальной диффузии примесных атомов.

### 1. Методика эксперимента

Исследовали монокристаллы твердых растворов замещения In–Pb с 6 и 8 ат. % Pb (предельная растворимость Pb в In ~ 12 ат. %). Методика выращивания кристаллов и приготовления образцов подробно описана в [14]. Монокристаллы, имевшие после выращивания ось [001]\*, были двойникованием переведены в ориентацию с осью, близкой к [100] (двойникование происходило при напряжении в 20 раз ниже предела текучести при скольжении).

Образцы размерами 5×5×15 мм деформировали сжатием вдоль направления [100] со скоростью  $\sim 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  в интервале 77–205 К (в этом температурном интервале послерелаксационный эффект особенно хорошо выражен). Пластическое течение осуществлялось скольжением, двойникование было геометрически запрещено. Эксперименты по старению проводили при фиксированной температуре в режиме релаксации напряжений (схема статического деформационного старения [7]). В этих условиях дислокации осуществляют лишь небольшие перемещения с убывающей скоростью, обеспечивая незначительную деформацию образца ~ 0,1%. После выдержки образца в режиме релаксации напряжений в течение заданного интервала времени вновь включали деформирующее устройство и продолжали дефор-

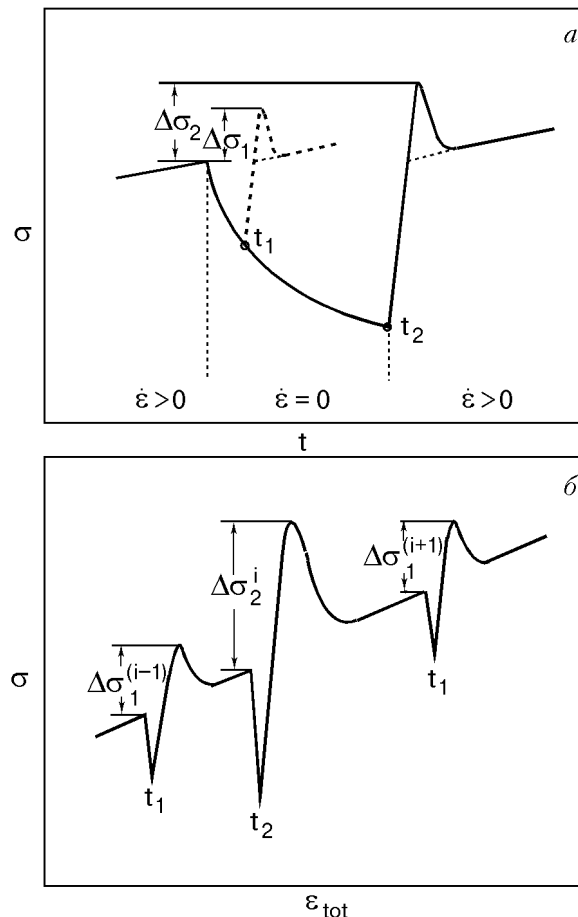


Рис. 1. Схематическое изображение участков деформационных кривых (режим активной деформации с постоянной скоростью  $\dot{\epsilon} > 0$  и кривых релаксации ( $\dot{\epsilon} = 0$ ) в координатах напряжение  $\sigma$ –время  $t$  (а) и напряжение  $\sigma$ –общая деформация системы образец–машина  $\epsilon_{tot}$  (б).  $\Delta\sigma_1$ ,  $\Delta\sigma_2$ ,  $\Delta\sigma_1^{i-1}$ ,  $\Delta\sigma_2^i$  – величины послерелаксационного упрочнения (нижний индекс показывает длительность релаксации напряжений  $t_1$  или  $t_2$ , верхний индекс – номер релаксации напряжений).

мировать образец с прежней скоростью. Начиная с деформации ~ 1–2% при повторном нагружении образца после релаксации напряжений наблюдали площадку или зуб текучести, после чего деформация продолжалась с исходным коэффициентом упрочнения, как показано на рис. 1. Наблюдаемый эффект характеризовали величиной послерелаксационного упрочнения  $\Delta\sigma$ . Эта величина равна разности между напряжением, отвечающим вершине зуба текучести или площадке текучести, и напряжением начала релаксации. Послерелаксационное упрочнение тем больше,

\* Вырастить монокристаллы высококонцентрированных сплавов In–Pb с осью вдоль направления [100] методом Бриджмена в разборных графитовых формах не удается. В результате двойникования сплава в перешейке между затравкой и образцом происходит переориентация оси затравки [100] на ось образца [001].

чем продолжительнее выдержка образца в режиме релаксации напряжений (длительность релаксации напряжений):  $\Delta\sigma_2 > \Delta\sigma_1$ , если  $t_2 > t_1$  (см. схему на рис. 1,а). В работе получены зависимости величины  $\Delta\sigma$  от длительности релаксации напряжений  $t$ , скорости изменения напряжения в конце релаксации напряжений ( $-\dot{\sigma}_r$ ), температуры  $T$ , величины деформирующего напряжения  $\sigma$ , степени пластической деформации образца  $\epsilon$ .

Чтобы избежать разбросов, связанных с конкретной дефектной структурой разных образцов, всю зависимость  $\Delta\sigma(t)$  получали на одном образце. При этом выполняли не менее 15–20 экспериментов по релаксации напряжений разной длительности. Вследствие деформационного упрочнения величина деформирующего напряжения не оставалась постоянной. Чтобы свести к минимуму вызванные этими фактами искажения зависимости  $\Delta\sigma(t)$ , измерения проводили в интервале деформаций, в котором влияние деформирующего напряжения (степени деформации) на величину послерелаксационного упрочнения было незначительным. Этот интервал составлял примерно 5% и начинался с деформации, соответствующей выходу деформационной кривой на минимальный коэффициент упрочнения (подробно см. разд. 2.4).

Для определения зависимости параметров ДДС от величины деформирующего напряжения (степени деформации) была использована следующая процедура. Вдоль всей деформационной кривой измеряли величину послерелаксационного упрочнения попеременно при двух заданных длительностях релаксации  $t_1$  и  $t_2$  (см. рис. 1,б). Длительности  $t_1$  и  $t_2$  выбирали таким образом, чтобы  $t_2$  соответствовала переходу к области насыщения эффекта, а  $t_1$  была в 8 раз меньше, чем  $t_2$ . Каждому деформирующему напряжению  $\sigma_i$  (степени деформации  $\epsilon_i$ ), при котором проводили  $i$ -ю релаксацию напряжений, ставили в соответствие два значения послерелаксационного упрочнения. Одно из этих значений, например  $\Delta\sigma_1^i$  (верхний индекс показывает номер релаксации напряжений, нижний — длительность релаксации  $t_1$  или  $t_2$ ), реально соответствовало данному напряжению (степени деформации), другое значение  $\Delta\sigma_2^i$  брали как среднее арифметическое между предыдущим  $\Delta\sigma_2^{i-1}$  и последующим  $\Delta\sigma_2^{i+1}$  значениями. Тогда для каждого выбранного деформирующего напряжения  $\sigma_i$  (степени деформации  $\epsilon_i$ ) имели две пары точек:  $(\Delta\sigma_1^i, t_1)$  и  $(\Delta\sigma_2^i, t_2)$ . Решая систему из двух уравнений типа уравнения (1) (см. ниже), находили параметры  $\Delta\sigma_{\max}$  и  $t_c$ ,

соответствующие заданному деформирующему напряжению  $\sigma_i$  (степени деформации  $\epsilon_i$ ).

## 2. Результаты эксперимента

### 2.1. Влияние длительности релаксации напряжений

Полученные зависимости величины послерелаксационного упрочнения  $\Delta\sigma$  от длительности релаксации напряжений  $t$  хорошо описываются уравнением

$$\Delta\sigma = \Delta\sigma_{\max} \{1 - \exp[-(t/t_c)^{1/3}]\}, \quad (1)$$

а на ранних стадиях процесса, при  $t \ll t_c$ , степенной функцией

$$\Delta\sigma = At^{1/3}, \quad (2)$$

где  $\Delta\sigma_{\max}$  — величина упрочнения при  $t \rightarrow \infty$ ;  $A = \Delta\sigma_{\max}/t_c^{1/3}$ ;  $t_c$  — характеристическое время. На рис. 2 приведены данные  $\Delta\sigma(t)$  для сплава In–6 ат. % Pb, полученные при  $T = 120$  К, и показано их соответствие уравнениям (1) и (2). Каждая точка на зависимости  $\Delta\sigma(t)$  соответствует отдельному эксперименту по релаксации напряжений длительностью  $t$  и конечной глубиной  $\Delta\sigma_r(t) = \sigma_r(0) - \sigma_r(t)$ , где  $\sigma_r(0)$  и  $\sigma_r(t)$  — значения напряжения в момент начала и конца релаксации. Из показанной на рис. 2 зависимости  $\Delta\sigma_r(t)$  видно, что глубина релаксации остается практически постоянной ( $\Delta\sigma_r \lesssim 0,4$  МПа) при  $t \geq 30$  с. Это свидетельствует о том, что наблю-

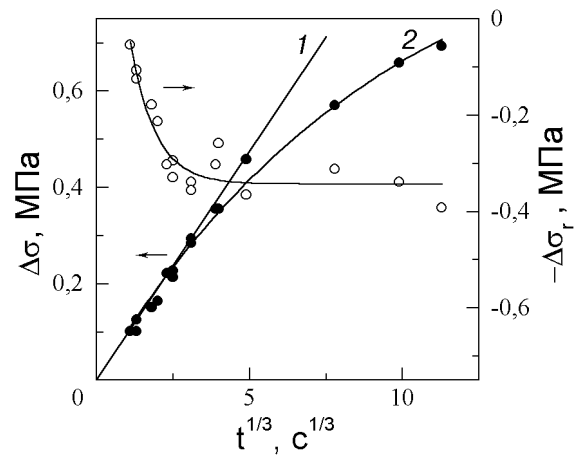


Рис. 2. Влияние длительности релаксации напряжений  $t$  на величину послерелаксационного упрочнения  $\Delta\sigma$  (●) и на глубину релаксации  $\Delta\sigma_r$  (○). Кристалл In–6 ат. % Pb,  $T = 120$  К. Прямая 1 соответствует уравнению  $\Delta\sigma = At^{1/3}$ ; кривая 2 —  $\Delta\sigma = \Delta\sigma_{\max} \{1 - \exp[-(t/t_c)^{1/3}]\}$  при следующих значениях параметров:  $\Delta\sigma_{\max} = 1,02$  МПа;  $t_c = 864$  с;  $A = 0,1$  МПа·с<sup>1/3</sup>.

давшийся послерелаксационный эффект не может быть объяснен деформационным упрочнением в ходе релаксации напряжений [15]. Действительно, при выходе релаксационных кривых на насыщение дислокации в кристалле практически неподвижны и деформационное упрочнение отсутствует. В то же время величина послерелаксационного упрочнения продолжает нарастать по закону, описываемому уравнением (1), что согласуется с предположением о связи наблюдаемого эффекта с процессом ДДС.

### 2.2. Влияние скорости изменения напряжения в конце релаксации

Согласно общепринятым представлениям, старение дислокации происходит во время остановки ее перед препятствием. Время старения равно времени ожидания  $t_w$  дислокацией термической активации, которая способствует преодолению препятствия [3–8]. Время ожидания увеличивается с уменьшением скорости релаксации напряжений по закону [9]

$$t_w = N/(-\dot{\sigma}_r), \quad (3)$$

где  $N$  пропорционально плотности подвижных дислокаций. Если плотность подвижных дислокаций остается постоянной в процессе релаксации, то более корректным кажется анализ зависимости послерелаксационного упрочнения не от длительности релаксации напряжений, а от скорости изменения деформирующего напряжения в конце релаксации ( $-\dot{\sigma}_r$ ) [9]. Измеряемая в наших опытах область скоростей ( $-\dot{\sigma}_r$ ) соответствовала, как правило, диапазону малых времен  $t \ll t_c$ , так что справедливым оказалось уравнение, описывающее начальную стадию ДДС:

$$\Delta\sigma = B(-\dot{\sigma}_r)^{-1/3}, \quad (4)$$

где  $B$  — величина, зависящая от температуры, концентрации примеси и деформирующего напряжения (степени деформации).

Получить зависимость  $\Delta\sigma(-\dot{\sigma}_r)$  в широком интервале скоростей изменения напряжений сложно, поскольку измерение ( $-\dot{\sigma}_r$ ), меньших  $10^{-4}$  МПа/с, затруднительно. Лишь при  $T \geq 150$  К на зависимостях  $\Delta\sigma(-\dot{\sigma}_r)$  наблюдалось отклонение экспериментальных данных от зависимости (4) в области малых ( $-\dot{\sigma}_r$ ) (см. рис. 3). Из сопоставления уравнений (2) и (4) и на основании (3) следует, что в имевших место частных условиях эксперимента на сплавах In–Pb время ожидания  $t_w$  дислокаций, остановленных на препятствиях, пропорционально длитель-

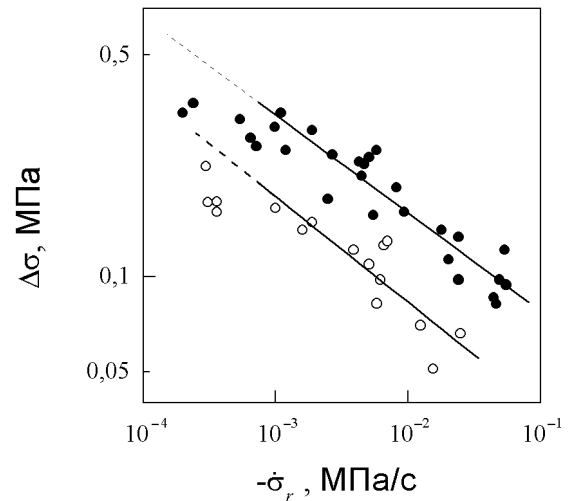


Рис. 3. Зависимость величины послерелаксационного упрочнения  $\Delta\sigma$  от скорости изменения деформирующего напряжения в момент конца релаксации ( $-\dot{\sigma}_r$ ). Кристалл сплава In–6 ат. % Pb,  $T = 150$  К (●) и 170 К (○). Наклон прямых (аппроксимация данных методом наименьших квадратов) соответствует показателю степени  $n$  в уравнении  $\Delta\sigma = B(-\dot{\sigma}_r)^n$ , равному 0,31 (●) и 0,33 (○).

ности релаксации напряжений  $t$ , а именно:  $t_w \approx (A/B)^3 N t$ . Отсюда кажется допустимым анализ зависимостей послерелаксационного упрочнения от длительности релаксации напряжений. Следует только иметь в виду, что определяемое из этих зависимостей характеристическое время превышает реальное в  $(B/A)^3/N$  раз.

### 2.3. Влияние температуры

Исходя из зависимостей  $\Delta\sigma(t)$ , полученных при разных температурах, с использованием уравнений (1) и (2) были определены зависимости от температуры параметров ДДС, а именно  $t_c(T)$ ,  $\Delta\sigma_{\max}(T)$ ,  $A(T)$ .

Характеристическое время  $t_c$  и предельное упрочнение  $\Delta\sigma_{\max}$  увеличиваются при понижении температуры (рис. 4 и 5). Параметр  $A$ , найденный по начальному наклону кривых  $\Delta\sigma(t)$ , меняется с ростом температуры немонотонно, обнаруживая максимум при  $T \approx 130$ – $140$  К (рис. 6).

В интервале температур 115–130 К (область 1 на рис. 4) зависимость  $t_c(T)$  для обоих сплавов может быть приближенно описана единым выражением

$$t_c = t_{c0} \exp(\Delta H/kT), \quad (5)$$

где энергия активации  $\Delta H \approx 0,3$  эВ. При температурах  $T \geq 140$  К (область 2 на рис. 4) наблюдается сильное ослабление зависимости характеристического времени от температуры и большая

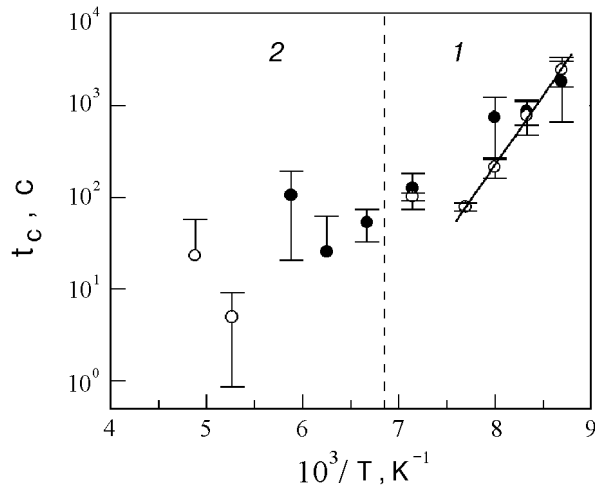


Рис. 4. Температурная зависимость характеристического времени  $t_c$  в кристаллах In-6 ат. % Pb (●) и In-8 ат. % Pb (○). В области 1 кривые деформации плавные, а в области 2 — прерывистые.

погрешность при определении  $t_c$ . Для этого же интервала температур (150–205 К) характерным становится скачкообразный характер деформационных кривых (эффект Портевена—Ле Шателье).

В отличие от характеристического времени предельное упрочнение пропорционально концентрации примеси, так что единая температурная зависимость для обоих сплавов была получена для величины предельного упрочнения, отнесенного к концентрации примеси,  $\Delta\sigma_{\max}/c$  (рис. 5). На рисунке видно, что при понижении температуры от 205 до 115 К предельное упрочнение возрастает более чем на порядок. Полученная зависимость  $\Delta\sigma_{\max}(T)/c$  хорошо описывается экс-

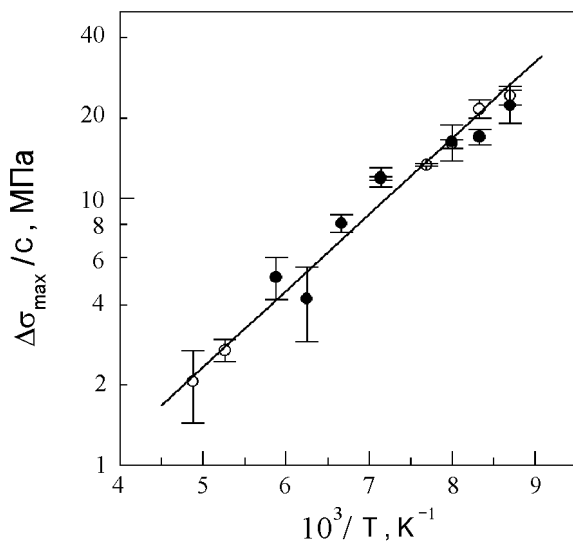


Рис. 5. Температурная зависимость предельного упрочнения  $\Delta\sigma_{\max}$ , отнесенного к концентрации примесей  $c$ , в кристаллах In-6 ат. % Pb (●) и In-8 ат. % Pb (○).

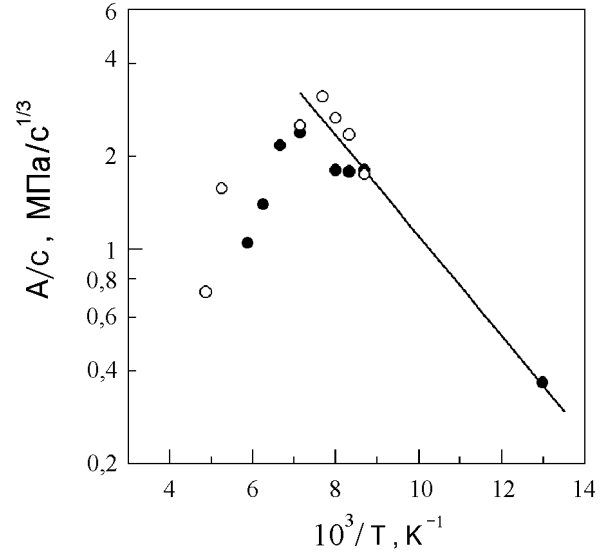


Рис. 6. Температурная зависимость коэффициента  $A$  в уравнении (2), отнесенного к концентрации свинца  $c$ , в кристаллах In-6 ат. % Pb (●) и In-8 ат. % Pb (○).

поненциальной функцией с величиной энергии активации  $W = 0,057$  эВ. Этой величине может быть приписан смысл энергии связи дислокации с примесным атомом (см. ниже).

#### 2.4. Влияние деформирующего напряжения (степени деформации)

Величина послерелаксационного упрочнения, соответствующего одному и тому же времени релаксации, существенно изменяется вдоль деформационной кривой. В связи с этим при двух температурах 115 и 125 К были получены и проанализированы зависимости  $\Delta\sigma$  от деформирующего напряжения  $\sigma$  и деформации  $\epsilon$ . При этом были выбраны следующие длительности релаксаций напряжения:  $t_1 = 180$  с,  $t_2 = 1440$  с при  $T = 115$  К;  $t_1 = 60$  с,  $t_2 = 480$  с при  $T = 125$  К. На рис. 7 показаны зависимости  $\Delta\sigma(\sigma)$ , полученные при  $T = 125$  К для сплава In-6 ат. % Pb. Здесь также приведена соответствующая деформационная кривая. Типичным является резкое повышение  $\Delta\sigma$  на начальной стадии деформации (до начала установившегося пластического течения с почти постоянным коэффициентом деформационного упрочнения), которое по мере развития деформации сменяется спадом  $\Delta\sigma$  примерно до начального уровня. При  $T = 115$  К для сплава с 6 ат. % Pb зависимость  $\Delta\sigma(\sigma)$  подобная. Для сплава с 8 ат. % Pb уменьшение  $\Delta\sigma$  не такое сильное, так что достигнутое максимальное значение впоследствии уменьшается на 20–25% по сравнению с 40–45% для сплава с 6 ат. % Pb.

Оцененные по описанной выше процедуре значения параметров деформационного старения  $t_c$  и

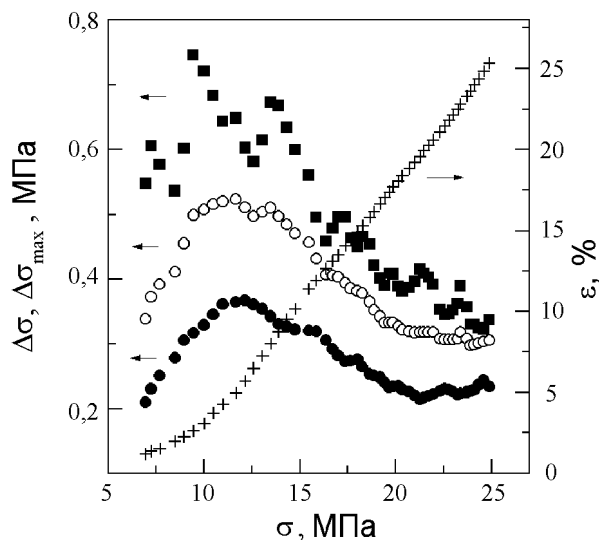


Рис. 7. Влияние деформирующего напряжения  $\sigma$  на величину послерелаксационного упрочнения  $\Delta\sigma$  при длительности релаксации  $t_1 = 60$  с (●) и  $t_2 = 480$  с (○) и на предельное упрочнение  $\Delta\sigma_{\max}$  (■). Кристалл In-6 ат. % Pb; + – деформационная кривая  $\sigma(\epsilon)$ ;  $T = 125$  К.

$\Delta\sigma_{\max}$  также существенно изменяются вдоль деформационной кривой. Поведение  $\Delta\sigma_{\max}$  качественно повторяет поведение  $\Delta\sigma$ : рост на участке кривой  $\sigma(\epsilon)$  до начала установившегося пластического течения и спад по мере дальнейшего деформирования образца (рис. 8). В интервале деформаций от 5 до 10%  $\Delta\sigma_{\max}$  практически не зависит от деформации (см. рис. 8,б). Характеристическое время сложным образом ведет себя на начальном участке деформационной кривой и при больших степенях деформации (рис. 9). Однако можно выделить значительный интервал деформаций (от 5 до 15% при 115 К и от 5 до 23% при 125 К), в котором  $t_c$  остается практически постоянным. В этой области деформаций характеристическое время не зависит от концентрации сплава, но существенно изменяется с температурой. Энергия активации, вычисленная по формуле (5) для области независимости характеристического времени от степени деформации, равна примерно 0,34 эВ, что близко к ранее приведенному значению.

### 3. Обсуждение

Установленные зависимости величины послерелаксационного упрочнения от длительности релаксации напряжений и температуры (уравнения (1), (2), (4) и (5)) свидетельствуют о диффузионном характере протекающего процесса. Послерелаксационный эффект не наблюдается в чистом индии, его величина возрастает с ростом концентрации примеси, так что есть все основания пола-

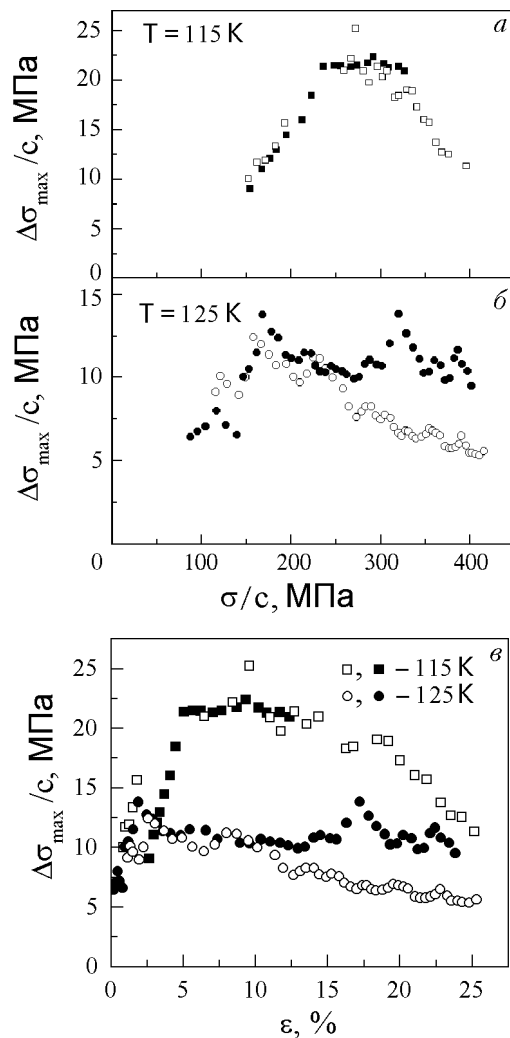


Рис. 8. Зависимость предельного упрочнения  $\Delta\sigma_{\max}$ , отнесенного к концентрации свинца  $c$ , от деформирующего напряжения  $\sigma$ , отнесенного к концентрации свинца  $c$ , (а, б) и от деформации  $\epsilon$  (в). Светлые символы – кристаллы In-6 ат. % Pb, темные – In-8 ат. % Pb.

гать, что он связан с процессом ДДС. На это указывает также эффект Портевена–Ле Шателле, проявляющийся в интервале температур 150–205 К в режиме активной деформации. Полученные результаты будут проанализированы на основании известных моделей ДДС.

В первой количественной модели ДДС, предложенной Коттреллом [1] (модель увлечения примесей), рассмотрено взаимодействие подвижных примесей с непрерывно движущимися дислокациями. В рамках этой модели: 1) показано, что дислокации, скорость которых не превышает критическую, окружены примесными атмосферами, которые увлекаются дислокациями; 2) проанализирована зависимость силы торможения, действующей на дислокацию со стороны примесной

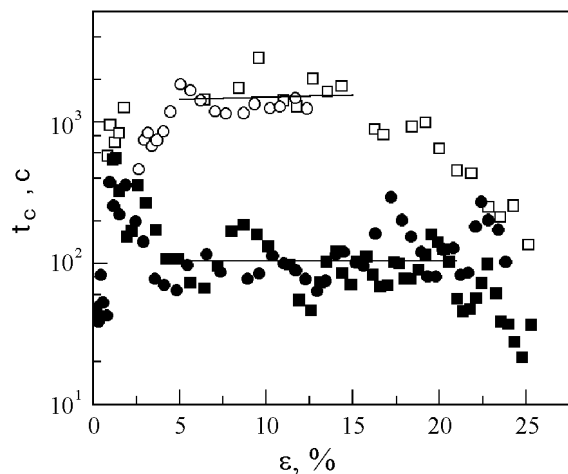


Рис. 9. Влияние степени деформации  $\epsilon$  на величину характеристического времени  $t_c$  в сплавах с 6 ат. % Pb ( $\square$ ,  $\blacksquare$ ) и 8 ат. % Pb ( $\circ$ ,  $\bullet$ ) при температурах 115 К ( $\square$ ,  $\circ$ ) и 125 К ( $\blacksquare$ ,  $\bullet$ ). Прямые — линейная аппроксимация экспериментальных точек для соответствующих интервалов деформаций.

атмосферы, от температуры и скорости движения дислокации; 3) выявлен интервал скоростей, в котором имеет место отрицательная скоростная чувствительность силы торможения, обусловленная уменьшением размера примесной атмосферы при увеличении скорости движения дислокации. Нестабильное движение дислокаций в этом интервале скоростей может быть причиной неустойчивости пластического течения кристалла (эффект Портевена—Ле Шателье). Модель Коттрелла смогла качественно объяснить экспериментальные температурные и скоростные зависимости критической деформации  $\epsilon_c$ , начиная с которой пластическое течение становится прерывистым. Модель, однако, не предсказывает влияние концентрации сплава на  $\epsilon_c$  и вообще на ДДС, а вычисленные величины  $\epsilon_c$  на много порядков превышают экспериментально наблюдаемые [4].

В связи с этим для объяснения эффектов, обусловленных ДДС и протекающих в области температур, низких по сравнению с характерными для объемных диффузионных процессов, был предложен ряд других моделей. В них, однако, были использованы некоторые положения, развитые Коттреллом. Прежде всего это касается учета роли неравновесных вакансий, образующихся в результате пластической деформации кристалла и способствующих росту коэффициента объемной диффузии  $D$ :

$$D \propto C_v \exp(-Q_m/kT), \quad (6)$$

где  $C_v$  — концентрация неравновесных вакансий;  $Q_m$  — энергия активации миграции атомов примеси. Кроме того, Коттреллом и Билби была решена задача о сегрегации точечных дефектов на прямолинейную краевую дислокацию и получено выражение для прироста линейной концентрации примесных атомов на дислокации в течение времени старения  $t_a$  [1]:

$$\Delta C \propto c(Dt_a)^{2/3}. \quad (7)$$

При решении данной задачи Коттрелл и Билби учли только дрейфовый поток примесных атомов; игнорирование потока, связанного с градиентами концентрации, а также использованные граничные условия, рассматривающие дислокацию как идеальный сток для примесных атомов, явились причиной того, что уравнение (7) описывает только ранние стадии процесса сегрегации растворенных атомов на дислокациях. Более поздние стадии процесса хорошо описываются полуэмпирическим уравнением Харпера [16]:

$$\Delta C = \Delta C_{\max} \{1 - \exp[-(t_a/t_c)^{2/3}]\}, \quad (8)$$

которое при временах старения  $t_a \ll t_c$  переходит в уравнение Коттрелла—Билби. Отметим, что выражение (7), полученное Коттреллом и Билби, широко используется до настоящего времени.

Современные модели ДДС [3–9,17–21] (для удобства сравнения они сведены в таблицу) исходят из представлений о прерывистом (скачкообразном) движении дислокаций в процессе деформации, что характерно для термически активированной пластической деформации. При этом предполагается, что ДДС протекает не во время реального движения дислокаций (с высокой скоростью между препятствиями), а в течение времени ожидания  $t_w$  термической активации у локальных препятствий. По этой причине данные модели часто называют статическими [4] в отличие от динамической модели Коттрелла. Согласно этим моделям, процесс старения состоит либо в уменьшении расстояния между препятствиями (вдоль дислокационной линии) при неизменной их мощности (модели 1.1 и 1.2, см. таблицу) [4,5,8,17], либо в увеличении мощности препятствий, перед которыми остановились дислокации, при неизменном расстоянии между ними (модели 1.3; 1.4; 2.1 и 2.2) [3,6–9,18–21]. В качестве препятствий для движущихся дислокаций рассматривают одиночные примесные атомы или их комплексы [4,5,8,9,17,18] (модели 1.1–1.4), а также дислокации леса (модели 2.1 и 2.2) [3,6,7,19–21].

Модели динамического деформационного старения

№ п/п	Авторы	Тип препятствий	Модель ДДС	Кинетический закон $\Delta\sigma(t)$	Зависимость $\Delta\sigma(\epsilon)$ или $\Delta\sigma(\sigma)$
1.1	McCormick (1972) [4]; Beukel (1975) [5], (1982) [8]	Примесные атомы	Уменьшение среднего расстояния между примесными атомами вдоль дислокационной линии при неизменной мощности препятствия	Исходные положения: 1. $\Delta\sigma \equiv \Delta\sigma_f \propto \Delta C$ , 2. $\Delta C \propto c(Dt_w)^{2/3}$ (уравнение Коттрелла – Билби). В результате $\Delta\sigma \propto c(Dt_w)^{2/3}$	Определяется зависимостью от $\epsilon$ коэффициента объемной диффузии $D \propto \epsilon^m$ . В результате $\Delta\sigma \propto \epsilon^{2m/3}$
1.2	Malygin (1982) [17]	Примесные атомы	См. модель 1.1 (рассмотрена кинетика процесса при больших временах старения)	Исходные положения: 1. $\Delta\sigma \equiv \Delta\sigma_f \propto \Delta C$ , 2. $\Delta C = \Delta C_{\max} \{1 - \exp[-(t_w/t_c)^{2/3}]\}$ (уравнение Харпера), где $\Delta C_{\max} = c \exp(W/kT)$ , $t_c \propto (\Delta C_{\max}/c)^{3/2}/D$ . В результате $\Delta\sigma = \Delta\sigma_{\max} \{1 - \exp[-(t_w/t_c)^{2/3}]\}$ , где $\Delta\sigma_{\max} \approx \Delta C_{\max} W/b^3$	Определяется зависимостью от $\epsilon$ коэффициента объемной диффузии $D \propto \epsilon^m$ . В результате $t_c \propto \epsilon^{-m}$ , $\Delta\sigma_{\max}$ не зависит от $\epsilon$
1.3	Neuhäuser, Flor (1978) [9]	Кластеры из нескольких (~ 10) примесных атомов	Увеличение эффективной мощности препятствий вследствие их атомной перестройки вблизи дислокационного ядра	Исходные положения: 1. $\delta\Delta G_0 \propto \Delta C^\alpha$ , 2. $\Delta\sigma \propto \delta\Delta G_{0r} - \delta\Delta G_{0a}$ , 3. $\Delta C \propto c(D_d t_w)^\beta$ . В результате $\Delta\sigma \propto cD_d^\gamma [(\dot{\sigma}_{\text{dyn}}/\dot{\sigma})^\gamma - 1]$	Определяется зависимостью от $\epsilon$ коэффициента канальной диффузии
1.4	Schwarz (1982) [18]	Одиночные примесные атомы или их группы	Увеличение мощности препятствий при неизменном расстоянии между ними	Эмпирическое выражение, следующее из измерений внутреннего трения: $\Delta\sigma = \Delta\sigma_{\max} [1 - \exp(-t_w/t_c)]$ , где $t_c = v_S \exp(-\Delta H/kT)$	$t_c$ не зависит от $\epsilon$ (в случае канальной диффузии), $\Delta\sigma_{\max}$ не зависит от $\epsilon$
2.1	Sleeswyk (1958) [3]; Mulford, Kocks (1979) [6]; Wycliffe, Kocks, Embury (1980) [7]	Дислокации леса	Увеличение мощности препятствий вследствие перераспределения (путем канальной диффузии) примесей вблизи точек пересечения подвижных дислокаций с дислокациями леса	Исходные положения: 1. $\Delta \ln K_d \propto \Delta C$ , 2. $\Delta\sigma \equiv \Delta\sigma_d \propto \sigma_d \Delta C$ , 3. $\Delta C \propto c(D_d t_w)^{2/3}$ (уравнение Коттрелла – Билби). В результате $\Delta\sigma \propto \sigma_d c(D_d t_w)^{2/3}$	$\Delta\sigma \propto \sigma_d \propto \sigma$ Соотношение является следствием зависимости дислокационного напряжения течения $\sigma_d$ от плотности дислокаций леса: $\sigma_d \propto \rho^{1/2}$
2.2	Springer, Schwink (1991) [19]; Kalk, Schwink (1995) [20]; Schwink, Nortmann (1997) [21]	Дислокации леса	См. модель 2.1 (учтен тот факт, что канальная диффузия является одномерной)	Исходные положения: 1. $\Delta \ln K_d \propto \Delta C$ , 2. $\Delta\sigma \equiv \Delta\sigma_d \propto \sigma_d \Delta C$ , 3. $\Delta C \propto c(D_d t_w)^{1/3}$ (уравнение для одномерной диффузии). В результате $\Delta\sigma \propto \sigma_d c(D_d t_w)^{1/3}$	$\Delta\sigma \propto \sigma_d \propto \sigma$ Соотношение является следствием зависимости дислокационного напряжения течения $\sigma_d$ от плотности дислокаций леса: $\sigma_d \propto \rho^{1/2}$

П р и м е ч а н и е.  $\sigma$  – деформирующее напряжение;  $\Delta\sigma$  – вклад в напряжение течения, обусловленный ДДС;  $\sigma_f$  – напряжение трения (вклад в напряжение течения, связанный с взаимодействием дислокаций с примесными атомами);  $\Delta\sigma_f$  – вклад в напряжение трения, обусловленный ДДС;  $\sigma_d$  – дислокационное напряжение течения (вклад в напряжение течения, связанный с взаимодействием подвижных и лесных дислокаций);  $\Delta\sigma_d$  – вклад в дислокационное напряжение течения, обусловленный ДДС;  $t_w$  – время ожидания дислокацией термической активации у препятствия;  $\Delta C$  – изменение концентрации примесных атомов вдоль дислокационной линии;  $c$  – атомная концентрация раствора;  $D$  – коэффициент объемной диффузии;  $D_d$  – коэффициент канальной диффузии;  $\epsilon$  – деформация;  $m$  – показатель степени, имеющий значение между 1 и 2 для сплавов замещения;  $b$  – вектор Бюргера дислокации;  $W$  – энергия связи дислокации и примесного атома;  $\delta\Delta G_0$  – изменение свободной энтальпии активации, связанное с ДДС;  $\delta\Delta G_{0r}$ ,  $\delta\Delta G_{0a}$  – изменение свободной энтальпии активации, связанное с ДДС и имеющее место в режиме релаксации напряжений и в режиме активной деформации соответственно;  $(-\dot{\sigma}_{\text{dyn}})$  и  $(-\dot{\sigma}_r)$  – скорости изменения деформирующего напряжения в момент начала и конца релаксации напряжений;  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  – постоянные,  $\gamma = \alpha\beta \approx 0,5$ , согласно данным работы [9];  $\Delta H$  – энергия активации канальной диффузии;  $v_S$  – частота попыток;  $K_d$  – эффективная мощность препятствия.



Как следует из анализа колонки 6 таблицы, решающим фактором в выборе конкретной модели ДДС (точнее, конкретного типа препятствия) могут служить экспериментальные зависимости параметров ДДС от величины деформирующего напряжения (степени деформации). Действительно, согласно [6,7] (модели 2.1 и 2.2),  $\Delta\sigma$  (а также  $\Delta\sigma_{\max}$  при выполнении уравнения Харпера) линейно возрастает с ростом деформирующего напряжения, если основными препятствиями, изменяющими свою мощность в процессе ДДС, являются дислокации леса. Такая зависимость является следствием роста с деформацией количества препятствий, т.е. дислокаций леса. Если же препятствиями служат примесные атомы, концентрация которых остается постоянной в процессе деформации, то  $\Delta\sigma_{\max}$  не должно зависеть от величины деформирующего напряжения (степени деформации). В этом случае, однако, влияние степени деформации может проявляться через зависимость характеристического времени  $t_c$  от коэффициента диффузии, который пропорционален неравновесной концентрации вакансий, образующихся в процессе пластической деформации (см. уравнение (6)) [5,8]. Отсюда принципиально важным при выборе конкретной модели ДДС является экспериментальное получение и анализ зависимостей от деформирующего напряжения (степени деформации) отдельно каждого параметра  $\Delta\sigma_{\max}$  и  $t_c$ , а не общей величины  $\Delta\sigma$ . Отметим, что такие зависимости ранее были получены только на сплавах In–Sn в одной из наших работ [13].

В сплавах In–Pb предельная величина послерелаксационного упрочнения увеличивается на начальном этапе деформации (до ~3–5%) при переходе от упругого участка к стадии установившегося течения. При этих деформациях послерелаксационный зуб выражен не очень четко, а сильное изменение коэффициента упрочнения свидетельствует о резком изменении скорости пластической деформации, что затрудняет трактовку результатов. При деформациях от 5% и выше  $\Delta\sigma_{\max}$  либо слабо меняется, либо уменьшается (рис. 8,б), что не соответствует модельным представлениям [6–8]. Такое поведение  $\Delta\sigma_{\max}$  позволяет отказаться от дислокаций леса как возможного вида препятствий, мощность которых изменяется в процессе ДДС, и отдать предпочтение примесным атомам. В пользу этого свидетельствует также оценка плотности препятствий, термоактивационно преодолеваемых дислокациями, исходя из величины активационного объема  $\gamma$ . Например, для сплава с 8 ат. % Pb при  $T = 115$  К  $\gamma \approx 10^{-20}$  см<sup>3</sup>, отсюда плотность препятствий рав-

на примерно  $10^{10}$  см<sup>-2</sup>, что слишком велико для плотности дислокаций леса на пределе текучести. Данная величина активационного объема позволяет также предположить, что препятствиями, изменяющими свои характеристики в процессе ДДС, являются не отдельные примесные атомы, а их комплексы, что характерно для высококонцентрированных сплавов. Если бы основными препятствиями были отдельные примесные атомы, то величина активационного объема при данных концентрациях свинца была бы на несколько порядков меньше.

Величина характеристического времени остается постоянной в широком интервале деформаций от 5 до 15%, как видно на рис. 9, что указывает на несущественную роль неравновесных вакансий в процессе ДДС при этих деформациях.

Анализ колонки 5 таблицы показывает, что кинетический закон ДДС определяется кинетикой миграции примесных атомов к дислокациям (зависимостью от времени старения величины  $\Delta C$ ). Кинетика процесса ДДС в сплавах In–Pb описывается уравнением типа уравнения Харпера (1), которое при малых временах переходит в уравнение типа уравнения Коттрелла–Билби (2). Особенность полученных результатов состоит в том, что показатель степени в уравнениях (1) и (2) равен не 2/3, как следует из решения задачи Коттрелла–Билби о сегрегации примесных атомов из объема кристалла (см. уравнение (7)), а в два раза меньше. Такая же особенность наблюдалась нами ранее на сплавах In–Sn [13], а также в работах других авторов на медных [19–21] и алюминиевых [22,23] сплавах в экспериментах по изучению зависимости скоростной чувствительности деформирующего напряжения от его величины. Двумерная задача Коттрелла–Билби сводится к одномерной задаче, если реализуется не объемная, а канальная диффузия примесных атомов [13]. В этом случае кинетика процесса может быть описана уравнениями (1) и (2) с  $n = 1/3$ . Полученный в данной работе кинетический закон для величины послерелаксационного упрочнения может указывать на то, что в сплавах In–Pb реализуется канальная диффузия примесных атомов.

Основным параметром, определяющим температурную область проявления ДДС и скорость его протекания, является энергия активации процесса. Для изученных сплавов экспериментально определенная энергия активации (0,3–0,34 эВ) оказалась примерно в 2 раза ниже энергии активации диффузии примесных атомов Pb в In (~0,59 эВ) [24], что связано, по-видимому, с

протеканием ДДС в области ядра дислокации. Такое предположение согласуется с установленной кинетикой послерелаксационного упрочнения. Двукратное снижение энергии активации, а также связанное с канальной диффузией снижение в 2 раза показателя степени в выражении (1) обуславливают низкую температуру начала проявления ДДС в сплавах In–Pb ( $\sim 0,17 T_m$ ).

Анализ закономерностей ДДС на базе современных моделей, представленных в таблице, показывает, что наиболее вероятным механизмом ДДС в сплавах In–Pb является локальная перестройка структуры препятствий в поле напряжения дислокаций, остановленных перед ними. Препятствиями для движущихся дислокаций являются, по-видимому, комплексы примесных атомов. Перестройка структуры примесных комплексов, приводящая к увеличению их мощности, облегчается за счет канальной диффузии вдоль дислокаций. Таким представлениям отвечают модели 1.3 и 1.4 таблицы. Имеются, однако, существенные несоответствия наших результатов указанным моделям. Так, кинетика ДДС в сплавах In–Pb отличается от кинетики первого порядка, использованной в модели 1.4. Она также отличается от кинетики ДДС, наблюдавшейся в кристаллах латуни [9], для которых показатель степени в уравнении типа (2) оказался близким к 0,5; кинетика в области больших времен релаксации в работе [9] не изучалась.

В рамках существующих теоретических представлений не удастся также объяснить полученные в настоящей работе зависимости предельного упрочнения от температуры. Зависимость  $\Delta\sigma_{\max}(T)$  лишь качественно описывается уравнениями [17]

$$\Delta\sigma_{\max} = (W/b^3)\Delta C_{\max}, \quad (9)$$

$$\Delta C_{\max} = c \exp(W/kT), \quad (10)$$

где  $W$  — энергия связи дислокация–примесный атом, а  $\Delta C_{\max}$  — предельная концентрация примесей на дислокации. Количественная неувязка состоит в том, что при подстановке значения концентрации свинца в исследованном сплаве (например,  $c = 0,08$ ) и экспериментально определенного значения энергии связи дислокации с примесным атомом ( $W = 0,057$  эВ) в (10), мы получаем  $\Delta C_{\max} \gg 1$ , что абсурдно. Если решить обратную задачу, т.е. определить концентрацию примесных атомов исходя из экспериментальной зависимости  $\Delta\sigma_{\max}(T)$  и уравнений (8) и (9), то она оказывается равной  $2,6 \cdot 10^{-5}$ , что примерно на

три порядка ниже концентрации примесей в изученных сплавах.

Неясным остается поведение характеристического времени в области малых и больших степеней деформаций, а также в области температур выше 140 К (рис. 4). Возможно, отклонение экспериментальных данных от зависимости (5) связано с интенсификацией ДДС уже в ходе деформации с постоянной скоростью. Не исключено влияние отжига неравновесных вакансий, в результате чего их концентрация окажется меньше, чем должна быть при достигнутой степени деформации [11]. По мере повышения температуры может возрастать вклад в ДДС объемной диффузии, которая вследствие более высокого значения энергии активации протекает с гораздо меньшей скоростью, чем канальная диффузия. В целом в условиях суперпозиции двух механизмов ДДС, один из которых контролируется канальной, а другой объемной диффузией [5,18] (см. также таблицу, модели 1.1 и 1.4), кинетика ДДС будет определяться более медленным процессом, если, во-первых, оба процесса дают аддитивный вклад в упрочнение кристалла [18], во-вторых, быстрый процесс сравнительно быстро исчерпывается.

Наконец, важным является вопрос о физическом смысле, который может быть приписан энергии активации  $\Delta H$ , определенной по зависимости  $t_c(T)$  (см. уравнение (5)). Согласно модели 1.4, а также нашим представлениям, изложенным выше и в работе [13], характеристическое время однозначно определяется коэффициентом диффузии, так что  $\Delta H$  имеет смысл энергии активации канальной диффузии. В то же время, согласно другим моделям (см. модель 1.2), характеристическое время зависит не только от коэффициента диффузии, но и от максимальной концентрации примесей на дислокации. В этом случае для вычисления энергии активации диффузии следует использовать зависимость  $A(T)$ . Для сплавов In–Pb определенная таким способом энергия активации приблизительно равна 0,1 эВ для интервала температур 115–130 К, что слишком мало для энергии миграции примесных атомов. Для окончательного выяснения всех затронутых вопросов необходимы дальнейшие исследования. По-видимому, нуждаются в развитии также современные теоретические представления и модели ДДС.

## Выводы

1. Для сплавов In–Pb с 6 и 8 ат. % Pb в интервале температур 77–205 К получены зависимости величины послерелаксационного упрочнения от длительности релаксации напряжений, скорости

изменения напряжения в конце релаксации, температуры, концентрации примесей, степени деформации и величины деформирующего напряжения.

2. Показано, что зависимость послерелаксационного упрочнения от длительности релаксации напряжений описывается уравнением типа уравнения Харпера, которое при малых временах релаксации переходит в уравнение типа уравнения Коттрелла—Билби. Показатель степени в этих уравнениях равен  $1/3$ , что указывает на каналный характер диффузии примесных атомов вдоль дислокаций.

3. При  $T = 115\text{--}125$  К и деформациях в интервале 5–15% характеристическое время не зависит от степени деформации и концентрации свинца. Определена энергия активации процесса ДДС, которая оказалась равной 0,34 эВ. Ей может быть приписан смысл энергии активации каналной диффузии.

4. Предельное послерелаксационное упрочнение пропорционально концентрации сплава и возрастает примерно на порядок при понижении температуры от 205 до 115 К.

5. Сопоставление с современными теориями ДДС позволяет предположить, что основными препятствиями для движения дислокаций, взаимодействие с которыми изменяется в процессе ДДС, в сплавах In–Pb являются комплексы примесных атомов, а сам процесс ДДС сводится к локальной перестройке структуры препятствий в поле напряжения дислокаций, остановленных перед ними.

Автор признателен С. В. Лубенцу, В. Д. Нацки, С. Н. Смирнову и Л. В. Скибиной за обсуждение результатов работы и полезные критические замечания. Работа выполнена при частичной поддержке Швейцарского Национального Научного Фонда.

1. А. Х. Коттрелл, *Дислокации и пластическое течение в кристаллах*, Металлургия, Москва (1958).
2. Ж. Фридель, *Дислокации*, Мир, Москва (1967).
3. А. W. Sleeswyk, *Acta Metall.* **6**, 598 (1958).
4. P. G. McCormick, *Acta Metall.* **20**, 351 (1972).
5. A. van den Beukel, *Phys. Status Solidi* **30**, 197 (1975).
6. R. A. Mulford and U. F. Kocks, *Acta Metall.* **27**, 1125 (1979).
7. P. Wycliffe, U. F. Kocks, and J. D. Embury, *Scripta Metall.* **14**, 1349 (1980).

8. A. van den Beukel and U. F. Kocks, *Acta Metall.* **30**, 1027 (1982).
9. H. Neuhäuser and H. Flor, *Scripta Metall.* **12**, 443 (1978); *Acta Metall.* **28**, 939 (1980).
10. N. Zarubova, *Czech. J. Phys.* **B31**, 157 (1981).
11. A. van den Beukel, J. Blonk, and G. H. van Haastert, *Acta Metall.* **31**, 69 (1983).
12. С. В. Лубенец, Л. С. Фоменко, *ФММ* **61**, 971 (1986).
13. С. В. Лубенец, Л. С. Фоменко, *ФММ* **62**, 377 (1986).
14. С. В. Лубенец, В. И. Старцев, Л. С. Фоменко, *ФММ* **39**, 410 (1975).
15. V. Z. Bengus and S. N. Smirnov, *Mater. Sci. Eng.* **27**, 73 (1977).
16. Р. Баллоу, Р. Ньюмен, в кн.: *Термически активированные процессы в кристаллах*, Мир, Москва (1973), с. 75.
17. G. A. Malygin, *Phys. Status Solidi* **A72**, 493 (1982).
18. R. B. Schwarz, *Scripta Metall.* **16**, 385 (1982).
19. F. Springer and Ch. Schwink, *Scripta Metall. Mater.* **25**, 2739 (1991).
20. A. Kalk and Ch. Schwink, *Philos. Mag.* **A72**, 315 (1995).
21. Ch. Schwink and A. Nortmann, *Mater. Sci. Eng.* **A234–236**, 1 (1997).
22. C. P. Ling and P. G. McCormick, *Acta Metall. Mater.* **41**, 3127 (1993).
23. S.-Y. Lee, *Thesis*, RWTH, Aachen (1993).
24. L. S. Fomenko, S. V. Lubenets, and V. I. Startsev, *Scripta Metall.* **18**, 535 (1984).

## Low-temperature strain ageing in In–Pb alloys under stress relaxation conditions

L. S. Fomenko

The dynamic strain ageing (DSA) of In–Pb (6 and 8 at. % Pb) substitutional solid solution single crystals is studied at temperatures 77–205 K under stress relaxation conditions. The dependences of the stress increment after relaxation connected with DSA on stress relaxation time, stress relaxation rate at the end of the relaxation, temperature, alloy content, flow stress, and strain are determined. It is shown that the DSA kinetics is described by a Harper-type equation with the exponent equal to  $1/3$  and a low activation energy value (0.3–0.34 eV). This provides a low temperature of the DSA onset ( $\sim 0.17 T_m$ , where  $T_m$  is the melt temperature) and is evidence of a pipe-mode diffusion. It is supposed that the obstacles to dislocation motion in the crystals studied consist of the groups of solutes, and the strength of the obstacles increases during the DSA due to the pipe diffusion of the solute atoms along the dislocations.