Физика низких температур, 1996, т. 22, № 12, с. 1459–1469

Инерционные эффекты в пластичности α-титана при низких температурах до 0,5 К

В. А. Москаленко, В. Н. Ковалева, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, С. Э. Шумилин

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

Статья поступила в редакцию 25 апреля 1996 г.

Детально исследованы температурные зависимости предела текучести, скоростной чувствительности деформирующего напряжения и активационного объема образцов α-титана с различным содержанием примесных атомов кислорода (0,06–0,96 ат. %). Подтверждено наличие низкотемпературных аномалий указанных параметров. Используя предложенную нами ранее строгую процедуру термоактивационного анализа экспериментальных данных, определены эмпирические значения теоретических параметров низкотемпературной пластичности изученных твердых растворов внедрения Ti–O. Появление аномалии связывается с происходящей в окрестности пороговой температуры T_i, зависящей от концентрации кислорода, заменой механизма термически активированного преодоления дислокациями примесных барьеров термоинерционным. В результате анализа зависимости T_i от концентрации примесей получена простая эмпирическая формула для температурной зависимости коэффициента динамического трения дислокаций в области низких температур.

Детально досліджено температурні залежності границі плинності, швидкісної чутливості деформуючої напруги та активаційного об'єму зразків α-титану з різним вмістом домішкових атомів кисню (0,06–0,96%). Підтверджено наявність низькотемпературних аномалій зазначених параметрів. Використовуючи запропоновану нами раніше точну процедуру термоактиваційного аналізу експериментальних даних, одержано емпіричні значення теоретичних параметрів низькотемпературної пластичності вивчених твердих розчинів проникнення Ti–O. Поява аномалії пов'язується зі зміною механізму термічно активаного руху дислокацій через домішкові бар'єри на термоінерційний, що відбувається поблизу порогової температури T_i, котра залежить від концентрації кисню. Як результат аналізу залежности T_i від концентрації домішок одержано просту емпіричну формулу для залежності коефіцієнта динамічного тертя дислокацій в області низьких температур.

1. Введение

При понижении температуры вклад термических флуктуаций в преодоление дислокациями препятствий заметно уменьшается. Это приводит к тому, что представления о термически активированном характере движения дислокаций, используя которые обычно удается описать закономерности пластической деформации кристаллов при умеренно низких и комнатных температурах, не позволяют объяснить экспериментальные результаты в области водородно-гелиевых температур (при $T < 30$ К), где наблюдаются так называемые низкотемпературные аномалии пластичности [1]. В этом случае для интерпретации экспериментальных данных привлекаются теоретические гипотезы, которые учитывают влияние на подвижность дислокаций инерционных [2–4], квантовомеханических [5–8] либо комбинированных квантово-инерционных [9] эффектов.

Для ГЦК и ГПУ (с преимущественным базисным скольжением) металлов и сплавов на их основе, имеющих аналогичный характер аномалий в температурных и скоростных зависимостях предела текучести τ_0, получены экспериментальные доказательства определяющего влияния как инерционных [9–11], так и квантовомеханических [9,12–14] эффектов на движение дислокаций через примесные барьеры. Исследование кинетики пластической деформации твердых растворов на основе свинца [9,12] выявило новый специфический механизм движения дислокаций через примесные барьеры, названный квантово-инерционным: наблюдающиеся аномалии пластичности в области очень низких температур могут быть успешно объяснены исходя из представлений о последовательном включении с понижением температуры сначала термоинерционного, а затем квантово-инерционного механизмов.

© В. А. Москаленко, В. Н. Ковалева, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, С. Э. Шумилин, 1996

В случае чистых объемноцентрированных металлов с умеренно высоким рельефом Пайерлса для скользящих дислокаций возникновение низкотемпературной аномалии (атермической пластичности) связывается с квантовым туннелированием дислокаций сквозь барьеры Пайерлса [7,8,15]. Эти аномалии существенно отличаются от квантовых аномалий для ГЦК металлов [9,12].

В настоящее время меньше всего определенности имеется в понимании кинетики низкотемпературной пластической деформации переходных ГПУ металлов с преимущественным призматическим $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ скольжением (Ti, Zr, Hf, Y и др.). Это касается не только характера поведения основных характеристик пластичности в области их аномальных изменений, но и микромеханизмов движения дислокаций через потенциальные барьеры. Авторы [16,17], анализируя резкий рост предела текучести с понижением температуры и результаты электронномикроскопических исследований дислокационной структуры, по аналогии с ОЦК металлами делают заключение о значительной роли рельефа Пайерлса в низкотемпературной пластичности титана. Однако предлагаемая в этих работах модель асимметричного расщепления ядра винтовой дислокации и предположение о контролирующей роли барьеров Пайерлса не позволяют описать наблюдаемые особенности параметров пластической деформации титана промышленной чистоты, в котором неизбежно присутствуют примеси внедрения (кислород, азот и др.). Не исключено, что эта модель может оказаться полезной при анализе данных для титана высокой чистоты.

С другой стороны, как более ранние исследования [18,19], так и выполненный в недавно опубликованной работе [20] детальный термоактивационный анализ показали, что в области температур 20–550 K кинетика пластической деформации α-титана с концентрациями примеси кислорода в интервале 0,06–1,6 ат. % контролируется термоактивированным преодолением дислокациями примесных атомов, расположенных в октаэдрических пустотах кристаллической решетки.

Предварительные экспериментальные данные [20,21], полученные при более низких температурах $T < 20°$ K, указывают на то, что термоактивационный характер пластической деформации чистого титана сохраняется вплоть до 4,2 K. Однако для α-твердых растворов Ti—(0,2–0,96) ат. % O в этой области температур наблюдается ярко выраженная аномалия. В настоящей работе проведено более детальное исследование кинетики пластической деформации α-твердых растворов Ti–O в области низкотемпературной аномали. Расширив интервал температур эксперимента вплоть до 0,5 K и располагая возможностью изменять контролируемым образом длину дислокационного сегмента за счет изменения концентрации кислорода [20], мы получили возможность еще на одном интересном для физики пластичности металле выяснить роль специфических для низких температур динамических эффектов при движении дислокаций.

2. Методика эксперимента

Исследован поликристаллический α-титан с концентрациями примесей внедрения кислорода $C = 0{,}06;\ 0{,}2;\ 0{,}3;\ 0{,}6$ и $0{,}96$ ат %. Образцы с длиной рабочей части 20 мм и диаметром 2 мм отжигались в вакууме $7\cdot10^{-4}$ Па в течение одного часа при 1000 K и имели величину зерна 30–50 мкм; их рекристаллизационная текстура обусловливала угол между осью растяжения и направлением $\langle 10\bar{1}0\rangle$ около 20°. Температурные зависимости предела текучести τ_0 определялись при активном деформировании растяжением с базовой скоростью $2{,}7\cdot10^{-4}\,\text{с}^{-1}$ в интервале температур 0,5–200 K. Начальные участки диаграмм напряжение—деформация изучаемых образцов выше 25–30 K имеют параболический характер, что затрудняет однозначное определение τ_0. В качестве предела текучести для направления скольжения $\langle 11\bar{2}0\rangle$ выбиралось напряжение $\tau_0 = 0{,}5\sigma_{0,2}$, отвечающее относительной величине пластической деформации растяжением 0,2 %. Эта процедура, часто используемая при изучении поликристаллов, в данном случае также оправданна совпадением с достаточной точностью значений τ_0 для поликристаллических образцов Ti—0,2 ат. % O с критическим напряжением сдвига для призматического скольжения в монокристаллах с таким же содержанием примесей внедрения [22]. Ниже определенной температуры, значение которой зависит от чистоты материала, деформационные кривые приобретают пилообразный вид уже на начальной стадии пластического течения. В этом случае в качестве предела текучести выбиралось напряжение, отвечающее первому сбросу нагрузки (скачку).

Скоростную чувствительность предела текучести $(\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$ определяли двумя способами: в опытах по изменению скорости деформации в 10 раз (а в отдельных случаях в 100 раз) по отношению к базовой (как в сторону ее уменьшения, так и повышения) и из экспериментов по изучению релаксации напряжения как $\Delta\tau/\Delta\ln(-\dot{\tau})$. Полученные этими способами значения практически всегда совпадали.

Температуры 4,2 и 77 K были получены погружением образца в жидкие гелий и азот соответственно. Промежуточные температуры в области 4,2–200 K достигались охлаждением образца парами гелия либо азота. Эксперименты в интервале 4,2–0,5 K выполнены на установке, содержавшей рефрижератор испарения ^{3}He [23]. Понижением давления над поверхностью ^{4}He образцы охлаждали до 4,2–2 K, тогда как откачка паров ^{3}He позволяла проводить эксперименты в интервале 2,0–0,5 K. Использовались преимущественно полупроводниковые термометры сопротивления.

3. Результаты измерений

Результаты измерений предела текучести τ_0 исследованных сплавов в интервале 0,5–280 K приведены на рис. 1. Видно, что с ростом концентрации кислорода температурная зависимость предела текучести существенно трансформируется, что свидетельствует о значительном влиянии примесных атомов на характер движения дислокаций. На зависимостях $\tau_0(T)$ можно отметить ряд особенностей, проявлению которых способствуют как понижение температуры, так и увеличение содержания кислорода. Характерное для области умеренно низких температур увеличение чувствительности предела текучести к изменению температуры резко ослабевает в области водородно-гелиевых температур, и зависимость $\tau_0(T)$ становится атермической, а при высоких концентрациях примесей на ней намечается появление максимума. Значение

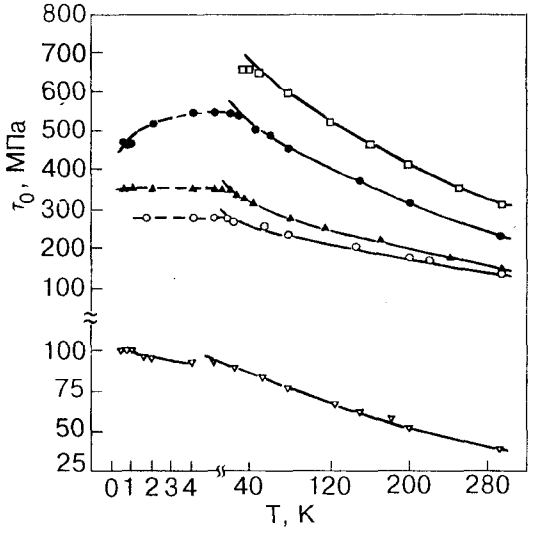

Рис. 1. Температурные зависимости предела текучести $\tau_0 = 0{,}5\sigma_{0,2}$ поликристаллического α-титана с различной концентрацией примеси кислорода C, ат. %: 0,06 (▽); 0,2 (○); 0,3 (▲); 0,6 (●) и 0,96 (□). Сплошные линии — теоретические зависимости (10).

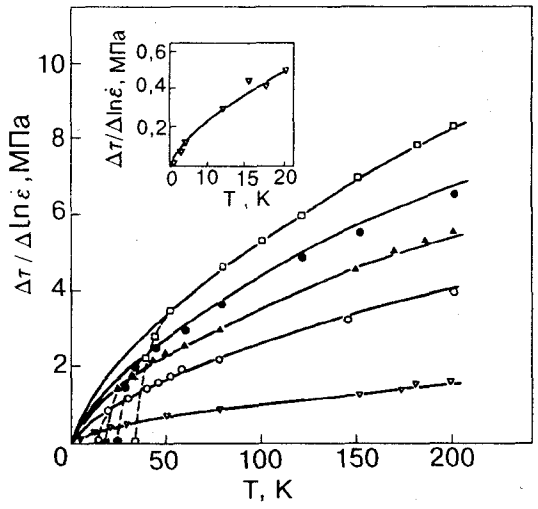

Рис. 2. Температурные зависимости скоростных чувствительностей предела текучести $[\Delta\tau/\Delta(\ln\dot{\varepsilon})]_T$ разбавленных сплавов Ti–O. Обозначения те же, что и на рис. 1. Сплошные линии — теоретические зависимости (11).

пороговой температуры начала атермической пластичности T_a существенно зависит от чистоты материала ($T_a = T_a(C)$) и повышается приблизительно от 1 до 35 K при увеличении концентрации кислорода от 0,06 до 0,96 ат. %. Для титана с высоким содержанием кислорода ($C = 0{,}6$ ат. %) после протяженного атермического участка (25–4 K) происходит заметное (приблизительно на 15%) уменьшение величины τ_0, в температурном интервале от 4 до 0,5 K производная $d\tau_0/dT$ становится положительной. Отметим, что из-за малой пластичности сплав Ti—0,96 ат. % O мог быть исследован при понижении температуры только до 30 K.

На рис. 2 представлены температурные зависимости чувствительности предела текучести к изменению скорости деформации. При температурах $T > T_a$ увеличение концентрации кислорода приводит к значительному росту величины $(\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$, но в области атермичности предела текучести ее значения быстро убывают практически до нуля при всех концентрациях. Из рис. 2 видно, что для скоростной чувствительности предела текучести, как и для самого предела текучести, область аномалии расширяется при увеличении концентрации примесей.

С помощью приведенных на рис. 2 экспериментальных данных можно построить температурные зависимости активационного объема $V^* = kT(\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\varepsilon})^{-1}$ процесса деформации (рис. 3). На рис. 3 низкотемпературная аномалия видна особенно отчетливо. При понижении температуры для каждого значения концентрации примесей в окрестности $T_a(C)$ начинается резкий рост актива-

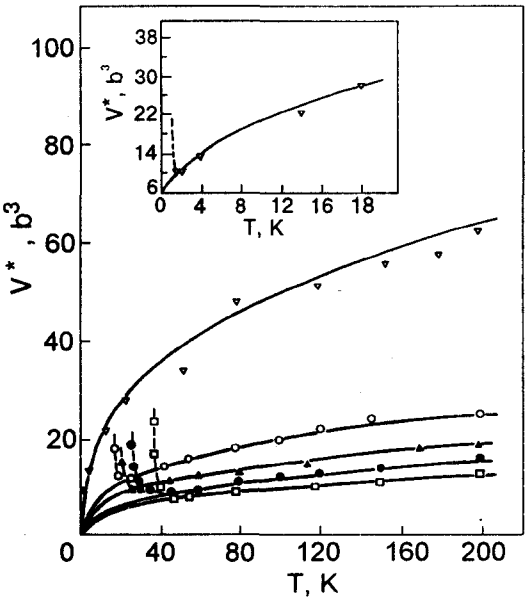

Рис. 3. Температурные зависимости активационного объема V^* α-титана при различной концентрации примеси кислорода. Обозначения те же, что и на рис. 1.

ционного объема. Это не согласуется с представлениями о термоактивированной пластичности, для которой, как правило, V^* монотонно уменьшается до нуля при $T \to 0$ K.

Отметим также, что в окрестности температур $T_a(C)$ возникает еще одна низкотемпературная особенность механического поведения сплавов — скачкообразное пластическое течение. В области аномалии плавные кривые на диаграмме растяжения становятся сначала немонотонными, а затем пилообразными. Это позволяет предположить, что физическая природа наблюдаемых низкотемпературных особенностей пластической деформации исследованных сплавов может быть одинаковой и обусловливаться проявлением специфических свойств в динамике дислокаций.

4. Обсуждение результатов

Выполненный ранее [20] детальный термоактивационный анализ данных по пластичности твердых растворов Ti—O в области умеренно низких и повышенных температур показал, что кинетика их пластической деформации, по крайней мере при температурах выше 50 K, контролируется термически активированным преодолением дислокациями локальных барьеров, обусловленных примесными атомами кислорода. Приведенные выше экспериментальные результаты дают основания полагать, что при более низких температурах $T < T_a(C)$ пластическая деформация α-титана с примесью кислорода не может быть описана исходя только из обычных термофлуктуационных представлений. Для того чтобы установить природу микроскопических механизмов, ответственных за появление низкотемпературной аномалии твердорастворного упрочнения, вначале, следуя рекомендациям работы [8], целесообразно рассмотреть область повышенных температур, используя достаточно строгую процедуру термоактивационного анализа, предложенную в работе [20].

4.1. Термически активированная пластичность

Описание пластической деформации как термически активированного процесса основывается на применении теории абсолютных скоростей реакций. В соответствии с этой теорией соотношение между скоростью пластического течения $\dot{\varepsilon}$, эффективным напряжением τ^* и температурой T может быть представлено в виде классического уравнения Аррениуса

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left[-H(\tau^*)/kT\right], \quad \tau^* = \tau_0 - \tau_i. \qquad (1)$$

Здесь $H(\tau^*)$ — эффективная энергия (энтальпия) активации, конкретный вид которой определяется параметрами барьера и статистикой распределения барьеров вдоль дислокации; τ_i — характерное значение внутренних напряжений, $\dot{\varepsilon}_0$ — предэкспоненциальный множитель, слабой зависимостью которого от напряжения и температуры обычно пренебрегают.

Многочисленные теоретические исследования различных моделей твердорастворного упрочнения и численное моделирование термически активированного движения дислокаций через систему примесных барьеров показали, что достаточно хорошей аналитической аппроксимацией функции $H(\tau^*)$ является выражение [24,25]

$$H(\tau^*) = H_0\left[1 - (\tau^*/\tau_c)^p\right]^q. \qquad (2)$$

Здесь H_0 — энергетический параметр дислокационно-примесного взаимодействия; τ_c — критическое напряжение безактивационного движения дислокаций через сетку примесных барьеров; p и q - показатели степени, имеющие величину порядка единицы. Точное значение параметра q зависит от формы барьера. Значения критического напряжения τ_c и параметра p определяются как свойствами барьера, так и статистикой распределения барьеров вдоль дислокационной линии.

Соответствие экспериментальных результатов термофлуктуационному характеру пластической деформации устанавливается путем сравнения их

температурных зависимостей со следующими выражениями, вытекающими из соотношений (1) и (2):

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

$$\left(\frac{\Delta\tau}{\Delta \ln \dot{\varepsilon}}\right)_T = \frac{\tau_c}{pqA(T/T_0)^{1/q}}\left[1-(T/T_0)^{1/q}\right]^{(1-p)/p}, \qquad (3б)$$

где

$$A = \ln \dot{\varepsilon}_0/\dot{\varepsilon}\,, \quad T_0 = H_0/kA\,. \qquad (3в)$$

Согласование теоретических и экспериментальных зависимостей обычно достигается простым нахождением эмпирических значений параметров p, q, τ_i, τ_c, A и H_0. Однако из общих положений теории дислокаций [26, 27] следует, что параметры τ_i, τ_c и H_0, характеризующие взаимодействие дислокаций с примесями и внутренними напряжениями, пропорциональны модулю сдвига G и должны зависеть от температуры в меру зависимости $G(T)$. Пренебрежение зависимостью $G(T)$ будет приводить к значительным ошибкам при вычислении указанных выше теоретических параметров в случае достаточно широкого интервала исследованных температур (как, например, в [20]). В настоящей работе изучен сравнительно узкий температурный интервал, и можно было бы не придавать серьезного значения зависимости $G(T)$, ограничившись при термоактивационном анализе только температурными зависимостями, фигурирующими в формулах (3). Однако необходимость сопоставления результатов анализа экспериментальных данных, относящихся к низкотемпературной области, с результатами работы [20] требует единого подхода, а следовательно, и учета $G(T)$.

Представив чувствительность модуля к изменению температуры в виде безразмерной функции $g(T) = G(T)/G(0)$, введем следующие обозначения:

$$\tilde{\tau}_i = g^{-1}(T)\,\tau_i(T)\,, \tau_{c0} = g^{-1}(T)\,\tau_c(T)\,,$$

$$H_{00} = g^{-1}(T)\,H_0(T)\,. \qquad (4а)$$

$$\tilde{\tau}_0(T) = g^{-1}(T)\,\tau_0(T)\,, (\Delta\tilde{\tau}/\Delta \ln \dot{\varepsilon})_T =$$

$$= g^{-1}(T)\,(\Delta\tau/\Delta\ln \dot{\varepsilon})_T\,,$$

$$\tilde{T} = g^{-1}(T)\,T\,, \quad H_{00}/kA\,. \qquad (4б)$$

Тогда более строгая процедура термоактивационного анализа [20], учитывающая температурную зависимость модулей упругости, позволяет представить формулы (3) в следующем виде:

$$\tilde{\tau}_0(T) = \tilde{\tau}_i(T) + \tau_{c0}[1 - (\tilde{T}/T_{00})^{1/q}]^{1/p}, \qquad (5а)$$

$$\left[\frac{\Delta\tilde{\tau}}{\Delta \ln \dot{\varepsilon}}\right] = \left(\frac{\tau_{c0}}{pqA}\right)\left(\frac{\tilde{T}}{T_{00}}\right)^{1/q}\left[1 - (\tilde{T}/T_{00})^{1/q}\right]^{1/(p-1)}. \qquad (5б)$$

Параметры $G(0)$, H_{00} и τ_{c0} являются характеристиками упругих свойств кристалла и дислокационно-примесных взаимодействий при температуре абсолютного нуля.

При обсуждении экспериментальных результатов могут возникнуть серьезные трудности в связи с необходимостью корректного учета температурной зависимости внутренних напряжений $\tilde{\tau}_i(T)$, не связанной с температурной зависимостью модуля сдвига $G(T)$. Эти трудности обусловлены отсутствием прямых и надежных методов измерения $\tau_i(T)$, особенно при низких температурах. В связи с этим термоактивационный анализ полученных данных следует начинать с анализа температурной зависимости скоростной чувствительности деформирующих напряжений $(\Delta\tilde{\tau}/\Delta\ln \dot{\varepsilon})_T$, для которой теоретическое выражение (5б) не содержит параметра $\tilde{\tau}_i$. Однако с помощью этой зависимости можно получить только эмпирические значения показателей степени p и q, параметра T_{00} и отношения (τ_{c0}/A). Поэтому для определения критического напряжения τ_{c0} необходимо прежде отдельно найти параметр A. Если зависимость $G(T)$ аппроксимировать линейной функцией $G(T) = G(0)\,(1 - \lambda T)$, то, согласно [20], получаем

$$A = -T[\Delta\tau/\Delta\ln \dot{\varepsilon}]_T^{-1}\,[(1-\lambda T)d\tau_0/dT +$$

$$+ \lambda\tau_0(T) - (1-\lambda T)^2 d\tilde{\tau}_i/dT]\,. \qquad (6а)$$

Видно, что в формулу (6а) явно входит трудно измеряемая производная $d\tilde{\tau}_i/dT$. Указанную трудность можно преодолеть в тех случаях, когда существует достаточно протяженный интервал температур, в котором внутреннее напряжение $\tilde{\tau}_i$ или совсем не зависит от температуры, или производная $d\tilde{\tau}_i/dT$ мала по сравнению с производной $d\tau_0/dT$. Это позволяет в первом приближении определить значение A по формуле

$$A = -T\left[\frac{\Delta\tau}{\Delta\ln \dot{\varepsilon}}\right]_T^{-1}\frac{(1-\lambda T)d\tau_o}{dT + \lambda\tau_o}. \qquad (6б)$$

Температурная зависимость модуля сдвига титана для интересующей нас системы скольжения

$G = C_{66}$ изучена в работе [28]. В широкой области температур для функции $G(T)$ справедлива аппроксимация

$$G(T) = G(0)\,(1 - \lambda T)\,,\ G(T) = 44{,}6\ \text{ГПА}\,,$$
$$\lambda = 8 \cdot 10^{-4}\ \text{K}^{-1}\,. \qquad (7)$$

Если полученные с помощью (6б) значения A окажутся постоянными в достаточно широком интервале температур, хотя при этом измеренные в экспериментах величины $\tau_0(T)$ и $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\varepsilon})_T$ существенно зависят от температуры, то предположение о слабой температурной зависимости $\tilde{\tau}_i$ при этих температурах действительно выполняется и кинетика деформации будет описываться уравнением (1), в котором $\dot{\varepsilon}_0 = \text{const}$. В случае возникновения зависимости $A(T)$ можно говорить либо о смене микромеханизма, контролирующего подвижность дислокаций, либо о неприменимости уравнения Аррениуса в целом.

В [20] значения параметра A были определены для температур выше 30 K. Дополнив число исследованных сплавов концентрацией 0,6 ат. % и значительно расширив температурный интервал в субкельвиновую область до 0,5 K, мы получили возможность проверить справедливость сформулированных выше предположений при более низких температурах (в области аномалии). На рис. 4 приведены результаты вычислений параметра A с использованием формул (6б) и (7), а также значений $(\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\varepsilon})_T$ (рис. 2) и производных $d\tau_0/dT$, полученных численным дифференцированием сглаженных зависимостей $\tau_0(T)$ (рис. 1). В интервале перекрывающихся температур значения A, полученные в настоящей работе, достаточно хорошо воспроизводят результаты [20]. Для всех концентраций примесей кислорода значения A практически не зависят от температуры в достаточно

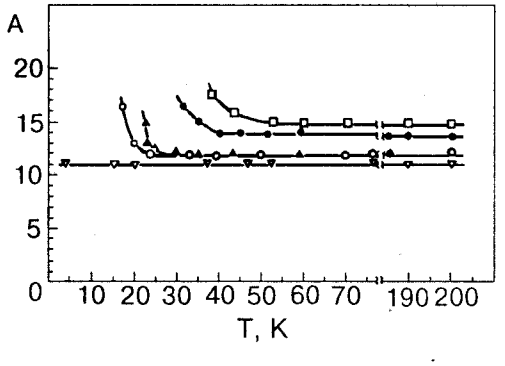

Рис. 4. Температурная зависимость параметра $A = \ln(\dot{\varepsilon}_0/\dot{\varepsilon})$ для сплавов Ti–O, вычисленного с использованием формулы (6б). Обозначения те же, что и на рис. 1.

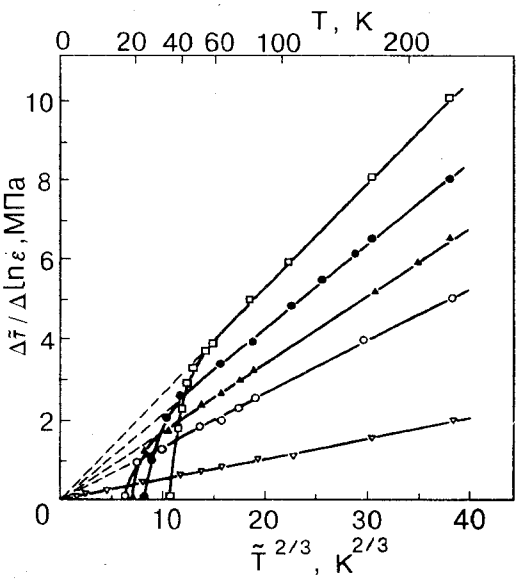

Рис. 5. Температурные зависимости скоростных чувствительностей предела текучести (см. рис. 2) в координатах $[\Delta\tilde{\tau}/\Delta(\ln\dot{\varepsilon})]_T$ от $\tilde{T}^{2/3}$. Обозначения те же, что и на рис. 1.

широком интервале выше некоторой пороговой температуры, что дает основание считать возможную зависимость внутренних напряжений $\tilde{\tau}_i(T)$ в данном температурном интервале достаточно слабой. Отметим также, что в связи с большой величиной τ_0 в области низких температур пренебрежение слагаемым $\lambda\tau_0$ в формуле (6б) могло бы привести к заметной ошибке при определении параметра A.

Сопоставление температурных зависимостей чувствительности напряжения к скорости деформации $(\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$, приведенных на рис. 2, с формулой (5б) дает возможность найти значения показателей степени p и q. Выполненный анализ показал, что максимальное соответствие экспериментальных результатов в области $T_a < T < 250$ K формуле (5б) достигается при $q = 3/2$ и $p = 1$. При таких значениях q и p кривая температурной зависимости $(\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$ должна спрямляться в координатах $[(\Delta\tilde{\tau}/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T - \tilde{T}^{2/3}]$. Значение $p = 1$ отвечает статистике распределения тормозящих центров вдоль дислокации, для которой средняя длина дислокационного сегмента не зависит от эффективного напряжения.

На рис. 5 показано соответствие экспериментальных данных формуле (5б) с указанными выше значениями p и q. Измеряя величины углов наклона прямых на рис. 5, вычисляем параметр τ_{c0}/A, а воспользовавшись значениями A, можем опреде-

лить эмпирические величины τ_{c0} . Эмпирические значения теоретических параметров термически активированной пластичности исследованных сплавов Ti—O приведены в [20]. Используя их, можно получить следующие аналитические аппроксимации для концентрационных зависимостей средней длины дислокационного сегмента $L(C)$, критического напряжения τ_{c0} и характеристической температуры дислокационно-примесного взаимодействия $T_{00}(C)$:

$$L(C) = \beta b C^{-1/2}\,,\ \tau_{c0} = \kappa C^{1/2}\,,$$

$$T_{00}(C) = T_{00}(0)\,(1 + \xi C^{1/4})\,;$$

$$\beta = 3\,,\ \kappa = 5\cdot 10^3\ \text{МПа},\ T_{00}(0) = 600\ \text{K}\,,\ \xi = 2\,. \quad (8)$$

Найденные указанным выше способом эмпирические значения параметра τ_{c0} , позволяют использовать формулы (3а) или (5а) вместе с экспериментальной зависимостью $\tau_0(T)$ для оценки эмпирических значений внутренних напряжений τ_i^e:

$$\tau_i^e(T) = g(T)\,\tilde{\tau}_i(T) =$$

$$= \tau_0(T) - \tau_{c0}\,g(T)\,[1 - (T/T_{00})^{1/q}]^{1/p}\,. \quad (9)$$

Эмпирические значения внутренних напряжений $\tau_i^e(T)$, полученые с помощью формулы (9) в области ее применимости $T_i(C) < T < 250$ K, приведены на рис. 6.

Из рис. 5 можно определить пороговые температуры T_i , ограничивающие область применимости уравнения (1) со стороны низких температур. Видно, что экспериментально измеренная чувствительность деформирующего напряжения к скорости деформации ниже T_i уменьшается с понижением температуры гораздо быстрее, чем это следует из теоретической зависимости (5б), справедливой для термофлуктуационной пластичности. С ростом концентрации кислорода от 0,06 до 0,96 ат. % тенденция к такому расхождению увеличивается, значения температуры T_i , зависящие от концентрации, повышаются приблизительно от 1,7 до 50 K (рис. 7). Значения $T_i(C)$ и характер их концентрационной зависимости коррелируют с температурами начала атермической пластичности $T_a(C)$.

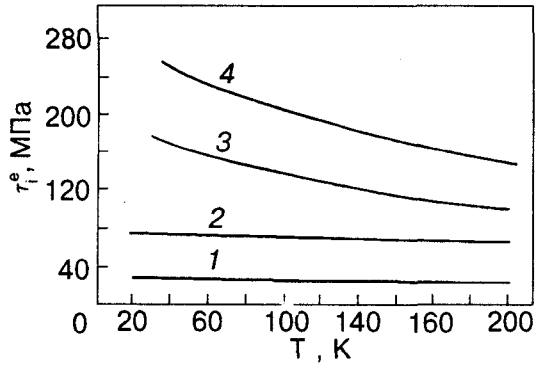

Рис. 6. Тепературные зависимости эмпирических значений внутренних напряжений τ_i^e , полученных с помощью формулы (9), для титана со следующими концентрациями кислорода C, ат. %: 0,06 (*1*); 0,2; 0,3 (*2*); 0,6 (*3*) 0,96 (*4*).

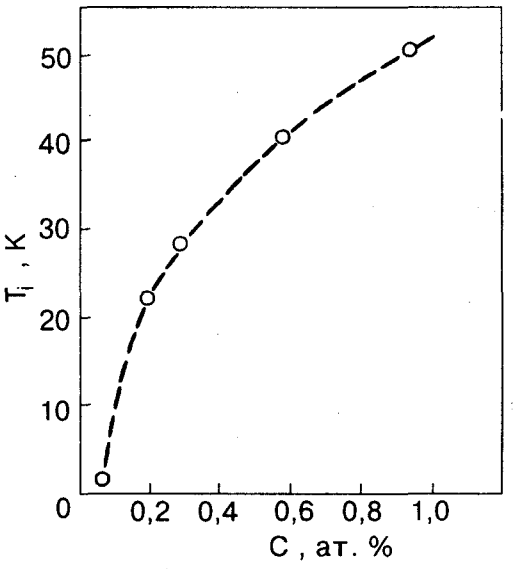

Рис. 7. Концентрационная зависимость температуры T_i «включения» влияния инерционных свойств дислокаций.

Окончательные выражения, описывающие температурную и концентрационную зависимости параметров низкотемпературной пластичности разбавленных твердых растворов Ti—O в активационной области, приобретают вид

$$\tau_0(T\,,\,C) = \tau_i^e(T) +$$

$$+ \frac{\kappa C^{1/2}(1-\lambda T)^{1/3}}{(1+\xi C^{1/4})^{2/3}}\left\{\left[(1+\xi C^{1/4})(1-\lambda T)\right]^{2/3} - \right.$$

$$\left. - \left[T/T_{00}(0)\right]^{2/3}\right\}, \quad (10)$$

$$\left(\frac{\Delta\tau}{\Delta\ln\dot{\varepsilon}}\right)_{T,C} = \frac{2\kappa C^{1/2}(1-\lambda T)^{1/3}}{3A(1+\xi C^{1/4})^{2/3}}\left[\frac{T}{T_{00}(0)}\right]^{2/3}. \quad (11)$$

Использование этих формул подразумевает знание зависимостей $\tau_i^e(T)$ (рис. 6) и значений A (рис. 4) при каждом фиксированном значении концентрации; численные значения параметров λ, ξ, κ и $T_{00}(0)$ приведены в формулах (7) и (8). Соответствие между экспериментальными данными и формулами (10) и (11) иллюстрируется на рис. 1 и 2.

4. 2. Инерционные эффекты

Приведенные выше экспериментальные данные и их анализ показывают, что в области температур ниже T_i температурные зависимости параметров пластичности существенно отклоняются от закономерностей, характерных для сугубо активационного процесса. На рис. 4 ниже T_i начинается резкий рост значений параметра A, указывающий на появление зависимости предэкспоненты в уравнении (1) от напряжения и температуры. Дифференциальная характеристика $(\Delta\tau_0/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$ в этой области температур начинает быстро уменьшаться и при пороговой температуре T_a, совпадающей с появлением плато на зависимости $\tau_0(T)$, становится равной нулю (в пределах точности измерений). Резкое убывание величины температурной $(d\tau_0/dT)_{\dot{\varepsilon}}$ и скоростной $(\Delta\tau_0/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$ чувствительностей деформирующего напряжения указывает на действие наряду с термической активацией другого механизма, способствующего движению дислокаций через примесные барьеры.

Как отмечалось выше, значения T_a и T_i зависят от концентрации кислорода. Для заданного значения концентрации существует достаточно узкий интервал температур $\Delta T = T_i - T_a$, в котором происходит резкий переход от строго термофлуктуационной пластичности к полностью атермической. Его ширина увеличивается с ростом концентрации и для сплавов Ti—(0,2–0,96) ат. % O и достигает 6–17 K.

Среди известных в настоящее время физических механизмов, действием которых можно было бы объяснить наблюдаемые низкотемпературные особенности, обсудим наиболее вероятные: переход от флуктуационного режима движения дислокаций к динамическому (надбарьерному) [29] и влияние инерционных свойств дислокаций на процесс их активационного движения через примесные барьеры [2–4,30].

При низких температурах вследствие больших эффективных напряжений скорости дислокаций становятся достаточно высокими и возможен переход к надбарьерному режиму их движения. В условиях надбарьерного движения дислокаций должны выполняться соотношения

$$\tau^* = \theta\dot{\varepsilon}\,, \quad \partial\tau/\partial\ln\dot{\varepsilon} = \theta\dot{\varepsilon}\,, \tag{12}$$

где θ — параметр, пропорциональный коэффициенту динамического торможения дислокаций. Варьирование скорости деформирования в интервале $2{,}7\cdot10^{-5}$–$2{,}7\cdot10^{-3}$ c^{-1} при измерении предела текучести τ_0 и ступенчатое ее изменение в 5, 10 и 100 раз при определении дифференциальной характеристики $(\Delta\tau/\Delta\ln\dot{\varepsilon})_T$ не подтвердило пропорциональности этих параметров величине $\dot{\varepsilon}$. Значения скоростной чувствительности деформирующего напряжения не зависели от скачка скорости деформации в указанных пределах и, кроме того, совпадали со значениями, найденными в опытах по релаксации напряжений, когда скорости пластической деформации значительно ниже, чем при активном деформировании. Выполненный анализ позволяет заключить, что в наших экспериментах аномальный характер поведения параметров пластичности не может быть объяснен переходом от термоактивированного движения дислокаций к надбарьерному.

В качестве одной из основных причин появления низкотемпературных аномалий пластичности часто обсуждается также повышение роли инерционных эффектов при движении дислокаций через примесные барьеры [2–4,30]. Инерционные эффекты начинают играть существенную роль при одновременном выполнении двух условий:

$$\tau^* = \tau_0 - \tau_i > 0{,}5\tau_c\,, \tag{13а}$$

$$BL < 2\pi(ME_L)^{1/2}\,. \tag{13б}$$

Здесь E_L, M и B — соответственно линейная плотность собственной энергии, массы и коэффициент динамического трения дислокации. Оценки, сделанные с помощью формулы (10), показывают, что условие (13а) для наших сплавов хорошо выполняется при $T < 100$ K. Для параметров E_L и M воспользуемся стандартными оценками континуальной теории дислокаций $E_L \simeq 0{,}5Gb^2$, $M \simeq 0{,}5\rho b^2$ (ρ — плотность кристалла; b — величина вектора Бюргерса дислокации), а для коэффициента трения примем характерные для области низких температур значения $B < 10^{-4}$ н·м$^{-2}$·с. Подставляя в (13б) значения параметров титана $G = 45$ ГПа и $\rho = 45\cdot10^2$ кг/м^3, $b = 2{,}95\cdot10^{-10}$ м и $L = 3bC^{-1/2}$, легко видеть, что это неравенство хорошо выполняется для значений $C > 0{,}05$ ат. %. Таким образом, можно ожидать проявления инерционных

эффектов для всех исследованных в настоящей работе сплавов.

Выполнение неравенства (13б) означает переход дислокационных сегментов из задемпфированного в незадемпфированное состояние, при этом характерное время затухания собственных колебаний дислокационного сегмента составляет значительную долю времени термоактивационного преодоления барьера. Такой переход происходит при достаточно низких температурах вследствие монотонного увеличения активационной компоненты эффективного напряжения τ^* и убывания фононной компоненты коэффициента динамического трения $B = B_e + B_{ph}(T)$ (B_e — атермический вклад в торможение дислокаций электронов проводимости [31], $B_{ph}(T)$ — фононная компонента трения [32]). Одновременное выполнение условий (13а) и (13б) приводит к переходу от термофлуктуационного движения дислокаций к активационно-динамическому: активационный отрыв дислокационного сегмента от отдельного примесного атома сопровождается динамическим лавинообразным продвижением дислокации через большое количество соседних примесных барьеров (эффект анзипинга). Наиболее последовательный способ учета совместного влияния инерционных свойств и термических флуктуаций на движение дислокаций, основанный на статистическом рассмотрении их движения через хаотическую сетку точечных препятствий, предложен в работе [4]. Перечислим характерные признаки проявления инерционных свойств дислокаций, вытекающие из термоинерционной теории.

1. Исчезновение чувствительности деформирующего напряжения к скорости деформации при квазидинамическом режиме движения дислокаций ($T = T_a$), т.е. $d\tau/d\ln\dot{\varepsilon} \approx 0$ (одновременно с этим наблюдается бесконечно большая чувствительность скорости деформации к изменению напряжения $d\ln\dot{\varepsilon}/d\tau \approx \infty$).

2. Резкое увеличение активационного объема V^* по мере понижения температуры $T < T_i$ в области, примыкающей к температуре T_a, которая отвечает квазидинамическому характеру движения дислокаций.

3. Аномалия предела текучести отсутствует в случае чистых металлов и возникает при наличии примесных барьеров, тормозящих движение дислокаций. По мере увеличения концентрации примесей пороговая температура аномалии смещается в сторону более высоких температур.

Установленные в настоящей работе закономерности проявления низкотемпературных особенностей в поведении параметров пластичности качественно согласуются с перечисленными выше теоретическими результатами, полученными в рамках термоинерционных представлений. Это проявляется прежде всего в ходе температурной зависимости скоростной чувствительности деформирующего напряжения (рис. 5), где при температурах ниже T_i наблюдается сильное отклонение экспериментальных данных от теоретических зависимостей, следующих из чисто термофлуктуационных представлений. Как указание на нарушение постоянства предэкспоненциального множителя в уравнении Аррениуса (1) может также рассматриваться поведение параметра A ниже пороговых температур T_i (рис. 4). Температурная зависимость активационного объема V^* (рис. 3) также качественно совпадает с теоретической кривой $V^*(T)$, основанной на расчетах в рамках термоинерционной теории [4].

Типичный вид аномальной температурной зависимости предела текучести при низких температурах, который может быть получен расчетным путем в рамках термоинерционной теории с учетом статистики барьеров и инерционных свойств дислокаций, характеризуется наличием максимума на графике зависимости $\tau_0(T)$. Такое поведение наблюдается для сплава Ti–0,6 ат. % O (рис. 1). Другие виды аномальных зависимостей $\tau_0(T)$, в частности появление плато (рис. 1), также могут быть объяснены в рамках термоинерционной теории, но при специальных предположениях. Если считать, что при достижении температуры T_a предел текучести принимает значение $\tau_0 = \gamma^{-3/2}\tau_c$ (γ — специальный параметр инерционной теории), тогда движение дислокаций становится квазидинамическим и при дальнейшем понижении температуры $\tau_0(T)$ перестает изменяться и кривая выходит на плато. Одновременно с этим требуется постоянство коэффициента динамического трения B и средней длины дислокационного сегмента L при понижении температуры. Первое из этих требований удовлетворяется благодаря определяющей роли электронной компоненты при достаточно низких температурах $T \le 10$ K [31, 32]. Второе требование для наших сплавов также выполняется при $T \le 250$ K: величина L подчиняется предельной статистике со средней длиной дислокационного сегмента $L = 3bC^{-1/2}$ [20].

В [4] также высказаны соображения об условиях появления атермического участка на температурной зависимости предела текучести. В случае сильных препятствий, когда критический угол атаки

дислокацией локального барьера $\alpha_c \geq \pi/2$, а эффективное напряжение при понижении температуры достигает критического значения $\tau^* = \tau_c$, сетка препятствий будет практически отключаться, и при дальнейшем понижении температуры предел текучести должен иметь плато на уровне τ_c, а движение дислокаций в этой области отвечать квазидинамическому режиму.

Заметим, что переход процесса пластической деформации от термически активированного режима к квазидинамическому при «включении» инерционных свойств дислокаций отражается также на динамике развития полос скольжения. В монокристаллах α-титана на промежуточных этапах деформирования сжатием [33] при 77 K среди множества полос скольжения наблюдается достаточно большое количество незавершенных полос клиновидной формы, которые при дальнейшем деформировании полностью пересекают наблюдаемую поверхность образца (грань параллельная плоскости $\{11\bar{2}0\}$). В то же время в экспериментах при 4,2 K строго кристаллографичные полосы скольжения (даже самые тонкие) всегда полностью пересекают поверхность образца и никогда не удавалось наблюдать незавершенных следов скольжения.

4. 3. Температурная зависимость коэффициента динамического трения дислокаций

Как отмечалось выше, значения пороговой температуры T_i начала заметного влияния инерционных эффектов на кинетику пластической деформации α-титана повышаются с увеличением концентрации примесей кислорода (рис. 7). Согласно теории инерционных эффектов, зависимость $T_i(C)$ при выполнении неравенства $\tau^* > 0{,}5\,\tau_c$ должна определяться решением уравнения

$$B(T)\,L(C) = 2\pi(ME_L)^{1/2}. \qquad (14)$$

В нашем случае $L(C) = \beta b C^{-1/2}$, а температурная зависимость коэффициента трения определяется его фононной компонентой $B(T) = B_e + B_{\rm ph}(T)$. Температурную зависимость коэффициента фононного трения дислокации удобно представить в виде [32] $B_{\rm ph}(T) \propto f(T/\Theta_D)$, где Θ_D — температура Дебая кристалла. В области температур $T < \Theta_D$ можно выделить несколько интервалов, в которых функция $f(x)$ представляет собой степенную функцию $f(x) \propto x^{\nu}$ + const, однако значения показателя степени ν существенно различаются при переходе от одного интервала к другому: для каждого отдельного процесса взаимодействия дислокаций с

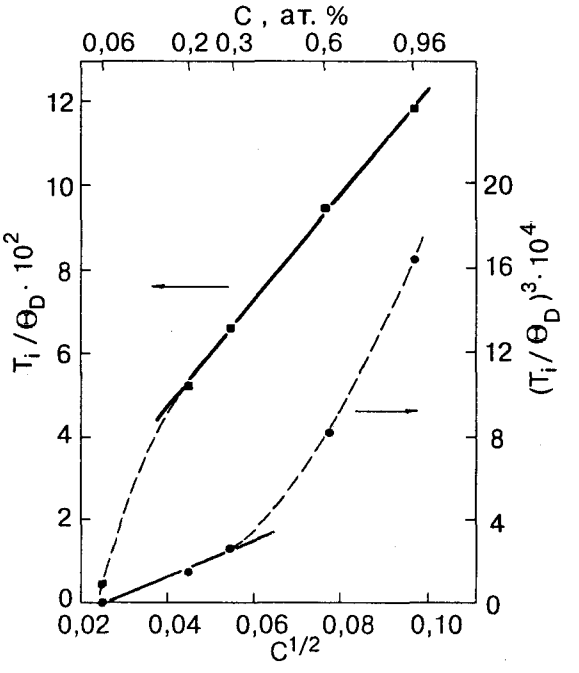

Рис. 8. Концентрационная зависимость пороговой температуры T_i начала действия инерционных эффектов в координатах $T_i/\Theta_D - C^{1/2}$ (левая шкала); $(T_i/\Theta_D)^3 - C^{1/2}$ (правая шкала).

фононами (термоупругие эффекты, флаттер-эффект, упругое рассеяние акустических или оптических фононов и т.п.) характерно свое значение ν. Следовательно, можно ожидать, что в отдельных температурных интервалах зависимость $T_i(C)$ описывается соотношением

$$\eta\left(T_i/\Theta_D\right)^{\nu} = \alpha C^{1/2} - B_e + \text{const}, \qquad \alpha = (2\pi/\beta b)(ME_L)^{1/2}. \qquad (15)$$

Данные, представленные на рис. 8, подтверждают такое предположение: малым значениям T_i соответствует соотношение $\eta(T_i/\Theta_D)^3 = \alpha C^{1/2} - B_e$, а более высоким значениям — соотношение $\eta_i(T_i/\Theta_D) = \alpha C^{1/2} - B_e + \text{const}$. Эмпирические значения коэффициентов η и η_i соответственно равны 110α и $0{,}8\alpha$, а значение температуры, разъединяющей эти интервалы, имеет величину порядка $0{,}1\Theta_D$. Значение $\Theta_D = 425$ K для α-титана взято из работы [28]. Все это позволяет предложить для зависимости $B(T)$ следующую простую эмпирическую формулу:

$$B(T) = \begin{cases} B_e + \eta(T/\Theta_D)^3, & T < T_0; \\ B_e + \eta(T_0/\Theta_D)^2(T/\Theta_D), & T > T_0, \end{cases} \qquad \eta = 110\alpha, \quad T_0 = 0{,}08\Theta_D. \qquad (16)$$

Фононная компонента в этой формуле качественно соответствует двум асимптотикам вклада в торможение дислокаций процессов неупругого рассеяния дислокационными линиями тепловых фононов (флатер-эффект) [32].

Используя рис. 8 и формулы (14) и (16), можно также получить эмпирическое соотношение между коэффициентом электронного трения B_e и параметрами дислокации b, M и E_L, которое должно выполняться для изученных здесь сплавов титана:

$$B_e = 0{,}025\alpha \approx 0{,}05(ME_L/b^2)^{1/2}. \qquad (17)$$

Использование оценок континуальной теории дислокаций в изотропной среде $M \approx 0{,}5\rho b^2$ и $E_L \approx$ $\approx 0{,}5Gb^2$ приводит к значению $B_e \approx 10^{-4}$ н·с·м$^{-2}$, которое по крайней мере на порядок выше теоретической оценки этой величины [31]. Отметим, что аналогичный результат получен и для β-Sn [34]. Причины таких расхождений между эмпирическими значениями B_e и теоретическими оценками для M и E_L в настоящее время до конца не понятны. Можно только предположить [34], что оценки континуальной теории в рамках изотропной модели кристалла не применимы к сложным сильно анизотропным кристаллическим структурам типа β-Sn и α-Ti.

Исследования, представленные в данной работе, были выполнены при поддержке Международным научным фондом (гранты U 25000 и U2P000) и Государственным комитетом Украины по вопросам науки, техники и промышленной политики (проект 2. 3/574 «Бион»).

1. V. I. Startsev, in: *Dislocations in Solids*, F. R. N. Nabarro (ed.), Amsterdam (1983), v. 6, p. 143.
2. A. V. Granato, *Phys. Rev.* **B4**, 2196 (1971).
3. R. B. Schwarz and R. Labusch, *J. Appl. Phys.* **49**, 5174 (1978).
4. A. I. Landau, *Phys. Status Solidi* **A61**, 355, 415 (1980). *ibid.* **65**, 119 (1981).
5. В. Д. Нацик, *ФНТ* **5**, 400 (1979).
6. R. Labusch, *Cryst. Res. Technology* **19**, 315 (1984).
7. Б. П. Петухов, В. Л. Покровский, *ЖЭТФ* **63**, 634 (1972).
8. V. D. Natsik and H. -J. Kaufmann, *Phys. Status Solidi* **65**, 571 (1981).
9. И. А. Шепель, Л. Н. Загоруйко, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, В. П. Солдатов, *ФНТ* **17**, 390 (1991).
10. R. B. Schwarz, R. D. Isaak, and A. V. Granato, *Phys. Rev. Lett.* **38**, 554 (1977).
11. Th. Wille, W. Gieseke, and Ch. Schwink, *Acta Metall.* **35**, 2679 (1987).
12. Н. В. Исаев, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, И. А. Шепель, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **18**, 911 (1992).
13. V. D. Natsik, A. I. Osetskii, V. P. Soldatov, and V. I. Startsev. *Phys. Status Solidi* **B54**, 99 (1972).
14. Л. Н. Загоруйко, В. Д. Нацик, В. П. Солдатов, *ФНТ* **12**, 1073 (1986).
15. Г. И. Кириченко, В. В. Пустовалов, В. П. Солдатов, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **11**, 1206 (1985).
16. D. H. Sastry and K. I. Vasu, *Acta Metall.* **20**, 399 (1972).
17. S. Naka, A. Lasalmonie, P. Costa, and L. P. Kubin, *Philos. Mag.* **A57**, 717 (1988).
18. V. A. Moskalenko V. N. Puptsova, *Mater. Sci. Engng.* **16**, 269 (1974).
19. H. Conrad, *Cryogenics* **24**, 293 (1984).
20. V. N. Kovaleva, V. A. Moskalenko, and V. D. Natsik, *Philos. Mag.* **A70**, 423 (1994).
21. V. A. Moskalenko, V. I. Startsev, and V. N. Kovaleva, *Cryogenics* **20**, 503 (1980).
22. В. А. Москаленко, В. Н. Пупцова, *ФММ* **34**, 1264 (1972).
23. И. Н. Кузьменко, В. В. Пустовалов, С. Э. Шумилин, *ПТЭ* **1**, 196 (1988).
24. U. F. Kocks, A. S. Argon, and M. F. Ashby, *Progr. Mater. Sci.*, **19**, 288 (1975).
25. P. Haasen, in: *Physical Metallurgy*, R. W. Cahn and P. Haasen (eds.), Amsterdam, North-Holland (1983), v. 2, p. 1341; [П. Хаазен, в кн: *Физическое материаловедение*. Металлургия Москва, 1987, т. 3, с. 187].
26. Z. Basinski, *Philos. Mag.* **4**, 393 (1959).
27. J. Friedel, *Dislocations*, Pergamon Press, London (1964).
28. E. S. Fisher and C. J. Renken, *Phys. Rev.* **135A**, 482 (1964).
29. Т. Сузуки, Т. Иши, в кн.: *Физика прочности и пластичности*, Металлургия, Москва,1972, с. 133; [*Physics of Strength and Plasticity*, A. S. Argon (ed.), Mass. (UK), MIT Press (1970).
30. R. Isaak and A. Granato, in: *Proc. 5th Int. Conf. Strength Metals and Alloys*, Pergamon Press, Aachen, Toronto (1979), v. 1, p. 493.
31. М. И. Каганов, В. Я. Кравченко, В. Д. Нацик, *УФН* **111**, 655 (1973).
32. В. И. Альшиц, В. Л. Инденбом, *УФН* **115**, 1 (1975).
33. В. Н. Ковалева, В. А. Москаленко, В. И. Старцев, *ФММ* **52**, 391 (1981).
34. В. Д. Нацик, Г. И. Кириченко, В. В. Пустовалов, В. П. Солдатов, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **22**, 865 (1996).

Inertial effects in plasticity of α-titanium at low temperatures up to 0.5 K

V. A. Moskalenko, V. N. Kovaleva, V. D. Natsik, V. V. Pustovalov, and S. E. Shumilin

Detailed studies of the temperature dependences of yield strength, strain rate sensitivity of deformation stress and activation volume have been carried out on α-titanium samples with oxygen content varying from 0.06 to 0.96 at. %. The presence of low temperature anomalies in the above parameters was confirmed. Using a strict procedure of the thermoactivation analysis applied earlier to experimental data the theoretical parameters of low-temperature plasticity were estimated empirically for Ti–O interstitial solid solutions. The above anomalies are thought to be associated with a change from the thermoactivation mechanism of overcoming impurity barriers by dislocations to the thermoinertial one in the vicinity the of threshold temperature T_i dependent on oxygen concentration. From the analysis of the dependence of T_i upon the impurity concentration, a simple empirical expression has been derived for the temperature dependence of the dynamic drag coefficient of dislocations in the low-temperature range.