Ползучесть монокристаллов β-олова в субкельвиновой области температур

В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Л.Г. Иванченко, Г.И. Кириченко

Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина E-mail: natsik@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 18 августа 2003 г.

В температурном интервале 0,45-4,2 К изучена ползучесть монокристаллов β-олова, ориентированных для скольжения в системе (100) <010>. Как выше, так и ниже 1 К зарегистрирована нестационарная ползучесть, затухающая со временем по логарифмическому закону. Детально изучена температурная зависимость коэффициента логарифмической ползучести и установлено существование на ней двух качественно различных областей: в интервале 4,2-1,2 К коэффициент линейно уменьшается при понижении температуры; ниже 1 К ползучесть приобретает атермический характер и коэффициент остается постоянным. Показано, что наблюдаемые в эксперименте закономерности соответствуют представлениям, согласно которым кинетика ползучести чистого β-олова определяется движением дислокаций в потенциальном рельефе Пайерлса по механизму зарождения на дислокационных линиях парных кинков. Этот процесс сопряжен с преодолением эффективного потенциального барьера малой величины порядка 0,001 эВ: в области температур T < 1 К зарождение парных кинков происходит благодаря эффекту квантового туннелирования и ползучесть имеет чисто квантовый характер; при более высоких температурах главную роль играют тепловые флуктуации и кинетика деформации соответствует классическим представлениям о термически активированной ползучести. Получены эмпирические оценки для плотности подвижных дислокаций и коэффициента деформационного упрочнения.

У температурному інтервалі 0,45-4,2 К вивчено повзучість монокристаллів β-олова, орієнтованих для ковзання у системі (100) <010>. Як вище, так и нижче 1 К зареєстрована нестаціонарна повзучість, котра затухає з часом відповідно до логарифмічного закону. Детально вивчено температурну залежність коефіцієнта логарифмічної повзучости і встановлено існування на ній двох якісно відмінних областей: в інтервалі 4,2-1,2 К коефіцієнт лінійно зменшується при зменшенні температури; нижче 1 К повзучість має атермічний характер і коефіцієнт залишається постійним. Показано, що спостережені в експерименті закономірності відповідають уявленням, згідно яким кінетика повзучості чистого β-олова визначається рухом дислокацій у потенціальному рельєфі Пайєрлса завдяки дії механізму зародження на дислокаційних лініях парних кінків. Цей процес супроваджується подоланням ефективного потенціального бар'єра малої величини порядка 0,001 еВ: в області температур T < 1 К зародження парних кінків відбувається завдяки ефекту квантового тунелювання і повзучість має чисто квантовий характер; при більш високих температурах головну роль відіграють теплові флуктуації і кінетика деформації відповідає класичним уявленням про термічно активовану повзучість. Одержано емпіричні оцінки для густини рухомих дислокацій і коефіцієнта деформаційного зміцнення.

PACS: 62.20.Hg, 61.70.Le, 67.90.+z

Введение

В физике пластичности и прочности кристаллических материалов уже на протяжении многих лет особый интерес вызывает так называемая низкотемпературная аномалия — существенное ослабление или полное исчезновение влияния температуры на пластическое течение кристаллов ниже некоторой пороговой температуры [1]. Впервые яркое проявление такой аномалии зарегистрировано при изучении низкотемпературной ползучести металлических кристаллов в области температур жидкого гелия [2-5]. До обнаружения этой аномалии общепринятыми считались представления, согласно которым низкотемпературная ползучесть кристаллов обусловлена термически активированным движением дислокаций. В современных теориях низкотемпературной пластичности возможность существования ползучести в условиях глубокого охлаждения, когда интенсивность теплового движения атомов весьма мала, рассматривается как результат проявления квантовых свойств носителей пластической деформации — дислокаций и влияния этих свойств на их подвижность [6-8].

В зависимости от типа преодолеваемых дислокациями барьеров проявление квантовых эффектов в кинетике пластической деформации может наблюдаться в достаточно широком диапазоне низких температур – $(10^{-2} - 10^{-1})T_D$ (T_D – температура Дебая) [8,9]. Однако при изучении квантовых механизмов пластичности наибольший интерес представляют экспериментальные данные, полученные в области экстремально низких температур (ниже 1 К), когда влияние термической активации на подвижность дислокаций предельно ослаблено, а их квантовые свойства проявляются в чистом виде. В то же время такие данные до сих пор являются уникальными: существование ползучести при температурах ниже 1 К установлено пока только в двух работах, выполненных на монокристаллах β-CuZn [10] и Zn [11]. В связи с этим возникает необходимость существенного расширения круга кристаллов для изучения пластичности при сверхнизких температурах, получения новых экспериментальных данных о проявлениях атермических эффектов в этой области и установления их связи с квантовыми механизмами пластической деформации.

Цель настоящей работы — изучение кинетики ползучести монокристаллов чистого β-олова в интервале температур 0,5-4,2 К. Олово относится к группе тетрагональных объемно-центрированных кристаллов, обладающих большим набором разнообразных систем скольжения и двойникования. Ранее нами было установлено, что низкотемпературная пластическая деформация монокристаллов β-олова высокой чистоты, ориентированных для преимущественного скольжения ПО системе (100) < 010 >, контролируется движением дислокаций в рельефе Пайерлса [12]. В отличие от других кристаллов пайерлсовского типа (ОЦК-металлы, ионные и щелочно-галлоидные кристаллы, полупроводники) монокристаллы чистого β-олова выделяются своей уникальной способностью сохранять высокую пластичность вплоть до самых низких температур, благодаря чему они являются идеальными объектами для изучения движения дислокаций в рельефе Пайерлса в широком диапазоне низких температур, включая субкельвиновую область.

Согласно данным работ [13,14], предел текучести монокристаллов чистого β-олова, измеренный при растяжении их с постоянной скоростью (активная деформация), начиная с температур порядка 1 К перестает зависеть от температуры, т.е. проявляет признаки, характерные для квантовой пластичности. В работе [14] такое поведение было объяснено переходом от термоактивированного скольжения дислокаций в рельефе Пайерлса к туннелированию их через потенциальные барьеры этого рельефа. Сопоставление результатов, полученных в условиях активного нагружения и ползучести, а также выяснение корреляции между этими результатами является второй целью данной работы.

И, наконец, отметим еще одно важное обстоятельство. Дислокационная ползучесть кристаллов β-олова с очень малыми скоростями деформации $(10^{-6} - 10^{-5} \text{ c}^{-1})$ при температурах порядка и ниже 1 К сводится к последовательности элементарных коррелированных перестроек атомной структуры туннельному зарождению на дислокационных линиях парных кинков. Эти процессы сопровождаются преодолением эффективных потенциальных барьеров очень малой величины порядка 10⁻³ эВ [15] и представляют собой один из конкретных примеров проявления так называемых эффектов макроскопического квантового туннелирования (об этом подробнее см. в [14]). Эффекты такого типа обсуждаются и изучаются в физике слабой сверхпроводимости, в физике низкотемпературных решеточных и магнитных фазовых превращений и т.д. Поэтому исследование атермической (квантовой) ползучести β-олова в субкельвиновой области температур открывает новые возможности в изучении одной из актуальных проблем современной квантовой физики твердого тела.

Методика эксперимента

Монокристаллы для исследования выращивали из сырья чистотой 99,9995% партиями по 10 штук от одной затравки модифицированным методом Бриджмена [16]. Они имели форму двойных лопаток (под захваты деформационной машины) с рабочей частью прямоугольного сечения размерами 25×5×1,5 мм. Продольная ось образцов совпадала с направлением < 110 >, что обеспечивало максимально благоприятные условия для скольжения в системе (100) < 010 >.

Опыты проводили в интервале температур 0,45–4,2 К на установке, описанной в [11]. Использование в качестве охлаждающей среды жидкого ⁴ Не позволяло получать температуры 1,8–4,2 К, а температуры 0,45–2 К получали в рефрижераторе испарения ³ Не. Температуру измеряли полупроводниковым (GaAs) термометром и параллельно — по давлению насыщенных паров ³ Не или ⁴ Не. Относительная погрешность при измерении температуры была не больше 10^{-2} .

Исследуемые образцы располагались внутри сверхпроводящего соленоида и растягивались в режиме ползучести в нормальном состоянии, для чего в соленоиде создавалось продольное магнитное поле напряженностью $H > H_c = 309$ Гс, разрушающее сверхпроводимость β -Sn при $T < T_c = 3,7$ К.

Деформирующее напряжение на образце увеличивали ступенчатым образом небольшими порциями $\Delta \tau = 0,2-0,4$ МПа (см. рис. 1). Удлинение образца, отвечавшее каждому приросту напряжения, измеря-



Рис. 1. Схема ступенчатого нагружения (*a*) и деформирования (*б*) образцов в режиме ползучести: τ — приложенное напряжение, ε — относительная деформация, $\Delta\varepsilon(t)$ — изменяющееся со временем приращение деформации в пределах отдельной кривой ползучести.

ли индуктивным датчиком, выходной сигнал которого через цифровой вольтметр Щ302 подавался на компьютер и воспроизводился на экране монитора. При этом точность измерения относительной деформации образца составляла 5 · 10⁻⁵ при быстродействии измерительной системы около 0,15 с. До достижения предела текучести τ_0 ($\Sigma \Delta \tau < \tau_0$) приросты деформации, отвечавшие приложенным порциям нагрузки, приводили к упругой деформации образца, а соответствовавшие им кривые $\Delta \varepsilon(t)$ имели характерный Г-образный вид. После достижения предела текучести ($\Sigma \Delta \tau > \tau_0$) на кривых ползучести Δε(t) появлялась хорошо выраженная стадия пластического течения с затухающей скоростью (нестационарная ползучесть). Серии таких кривых, полученных при разных температурах, обрабатывались и анализировались с точки зрения влияния полной деформации образца и его температуры на поведение основных кинетических параметров низкотемпературной ползучести.

Отметим ряд тонких методических деталей, игравших важную роль в проведении экспериментов. Во-первых, каждое приращение внешней нагрузки на образце осуществлялось при близких (примерно одинаковых) значениях скорости ползучести непосредственно перед догрузкой $\dot{\epsilon}_{\rm st} \simeq 10^{-5}$ с⁻¹ (рис. 1, δ). Тем самым обеспечивался примерно одинаковый стартовый уровень эффективного напряжения для всех регистрировавшихся кривых ползучести.

Во-вторых, образцы, предназначенные для испытания при T < 1,8 K, сначала были продеформированы при температуре 1,8 К на 3-4%, а затем температуру понижали до желаемой и продолжали нагружение. Такой прием обусловлен тем, что при T < 1,4 К вблизи предела текучести очередная догрузка очень часто вызывает резкий, трудно контролируемый и очень большой прирост деформации $(\Delta \epsilon \sim 6-7\%)$, а при более высоких температурах неконтролируемые скачки деформации не возникают. Эта своеобразная «нестабильность» ползучести связана с тем, что образцы чистого β-Sn при деформировании по системе скольжения (100) < 010 > в условиях предельно низких температур имеют стадию легкого скольжения с очень малым коэффициентом упрочнения, а в отдельных случаях — даже зуб текучести. Благодаря процедуре предварительного деформирования удавалось получить плавные кривые ползучести вплоть до 0,45 К. Для некоторых образцов скачкообразное развитие деформации отсутствовало и вблизи предела текучести, что позволяло получать информацию об изучаемых параметрах также и при малых степенях полной деформации.

Результаты экспериментов

2.1. Зависимость ползучести от времени

На рис. 2 показаны «машинные» кривые ползучести $\Delta \varepsilon(t)$ монокристаллов β -олова, полученные при нескольких значениях температуры в изученном интервале 0,5-4,2 К и фиксированном значении полной деформации образца є = 0,07. В целях наглядности эти кривые сдвинуты друг относительно друга вдоль оси времени. Видно, что после догрузки $\Delta \mathbf{t}$ в момент времени $t_{\rm st}$ все кривые начинаются с кратковременных стадий ускоренной ползучести, а после достижения максимальной скорости (этот момент времени обозначен t_m) процесс ползучести переходит в режим затухания. Предполагается, что за промежуток времени $t_m - t_{\rm st}$ в кристалле устанавливается новый режим движения дислокаций, вызванный приростом деформирующего напряжения. В данной работе мы не акцентировали внимание на фрагментах кривых ползучести, отвечавших ускоренной деформации. Подробное обсуждение этой стадии проведено в работе [17].

Дальнейшая обработка и анализ кривых ползучести $\Delta \varepsilon(t)$, зарегистрированных в экспериментах, выполнялись с учетом следующих соображений. Уже давно установлено [1,18], что затухающая (нестационарная) ползучесть кристаллических материалов в условиях низких температур чаще всего описывается логарифмическим временным законом

$$\Delta \varepsilon(t) = \alpha \ln \left(\beta t + 1\right), \tag{1}$$

где а и β — параметры, величины которых зависят от температуры и структурных характеристик образцов. Логарифмический характер нестационарной ползучести β-олова при низких температурах 1,6-78 К ранее был подтвержден в нашей работе [19]. Вместе с тем в более поздних наших исследованиях [15,17] было показано, что возможны ситуации, когда временная зависимость затухающей ползучести имеет более сложный характер: логарифмической стадии ползучести в ряде случаев предшествует кратковременная экспоненциальная стадия. Такая стадийность связана с возможностью реализации двух режимов движения дислокаций в процессе ползучести: логарифмической стадии соответствует флуктуационный (термически активированный или туннельный) режим, а экспоненциальной — динамический (надбарьерный) режим. В данной работе нас будет интересовать, в первую очередь, возможность реализации в условиях субкельвиновых температур флуктуационного движения дислокаций и установление элементарных физических механизмов, определяющих такое движение. Поэтому при обработке зарегистрированных



Рис. 2. Характерный вид экспериментальных кривых ползучести монокристаллов β -олова в нормальном состояний, отвечающих одинаковой степени полной деформации образцов $\varepsilon \simeq 0,07$. Обозначения: $t_{\rm st}$ — момент приложения догрузки; точки M на кривых ползучести отвечают моменту времени t_m , в который достигается максимальная скорость ползучести; F — момент времени t_f начала флуктуационного режима.

в экспериментах кривых ползучести основная задача сводилась к выделению и анализу логарифмической стадии.

Решение указанной задачи можно получить, перестроив «машинные» кривые ползучести $\Delta\varepsilon(t)$ в координатах $\ln \dot{\varepsilon} - \Delta\varepsilon$, где $\dot{\varepsilon} = d[\Delta\varepsilon(t)]/dt$. Легко видеть, что логарифмическая зависимость (1) эквивалентна соотношению

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln \dot{\varepsilon}(t_f) - \alpha^{-1} [\Delta \varepsilon - \Delta \varepsilon(t_f)].$$
 (2)

Здесь t_f — момент времени, начиная с которого нестационарная ползучесть приобретает логарифмический (флуктуационный) характер, а $\dot{\varepsilon}(t_f) = \alpha\beta$ стартовая скорость логарифмической ползучести. На рис. 3 показаны кривые ползучести в координатах ln $\dot{\varepsilon}$ — $\Delta\varepsilon$, соответствующие «машинным» кривым $\Delta\varepsilon(t)$ на рис. 2. На рис. 3 видно, что при переходе от температуры жидкого ⁴ Не (рис. 3,*a*) в субкельвиновую область температур (рис. 3,*b*) характер временной зависимости затухания ползучести качественно сохраняется: кривые ползучести при $t > t_m$ состоят из двух стадий, при этом вторая из этих стадий достаточно хорошо описывается соотношением (2).

Рисунок 3 позволяет для фиксированного значения температуры определить значение деформации ползучести $\Delta\varepsilon(t_f)$, начиная с которого ползучесть приобретает флуктуационный характер, а при сопоставлении рис. 3 с рис. 2 можно определить значения моментов времени t_f начала этой стадии. Вы-



Рис. 3. Кривые ползучести из рис. 2 в координатах $\ln \dot{\epsilon} - \Delta \epsilon$ при различных температурах.

деленные таким способом логарифмические стадии «машинных» кривых ползучести при различных значениях температуры эксперимента, но при фиксированном значении полной деформации образца, показаны на рис. 4,*a*. Определяя геометрические параметры прямых, которые аппроксимируют данную стадию ползучести на рис. 3, можно получить численные значения параметров флуктуационной



Рис. 4. Зависимость прироста деформации ползучести от времени для флуктуационной стадии в прямых (*a*) и полулогарифмических (*б*) координатах.

ползучести α и β при различных значениях температуры (таблица).

Таблица

Значения параметров логарифмической ползучести монокристаллов β -олова при различных температурах и полной деформации образцов $\varepsilon = 0,07$

<i>Т</i> , К	$\alpha \cdot 10^4$	β , c ⁻¹
4,2	8,0	1,35
2,8	4,5	3,7
1,4	3,5	5,45
0,8	2,4	5,60
0,55	2,0	9,35

Данные, приведенные в таблице, позволили построить фрагменты «машинных» кривых ползучести для моментов времени $t > t_f$ в форме, которая явным образом иллюстрирует логарифмический характер этой стадии (рис. 4,6).

При разработке физической интерпретации нестационарной ползучести наиболее информативным является параметр α, поэтому одна из важных промежуточных задач исследования — получение в экспериментах зависимостей этого параметра от температуры T, степени деформации ε , деформирующего напряжения τ и т.д. Для установления связей α с каждым из этих параметров в отдельности соответствующие кривые ползучести должны быть получены при фиксированных значениях всех остальных параметров, влияющих на поведение α .

2.2. Зависимость коэффициента логарифмической ползучести от деформации и температуры

В данной работе нас, прежде всего, интересовала температурная зависимость $\alpha(T)$. Для ее определения сначала были получены деформационные зависимости этого параметра $\alpha(\varepsilon)_T$ при фиксированных значениях температуры, на основе которых определяли температурный ход коэффициента $\alpha(T)_{\varepsilon}$, отвечавший заданной величине предварительной деформации ε .

Характер зависимости параметра α от деформации и температуры показан на рис. 5. Отметим, что приведенные на рис. 5 значения $\alpha(\varepsilon, T)$ получены



при обработке кривых ползучести, которые вызывались примерно одинаковыми приростами деформирующего напряжения Δτ ~ 0,2-0,4 МПа при достижении примерно одинакового стартового значения скорости ползучести $\dot{\epsilon}_{st} \simeq 10^{-5} \text{ c}^{-1}$. На рис. 5 видно, что с понижением температуры характер деформационной зависимости $\alpha(\epsilon)_T$ меняется. Для кривых $\alpha(\varepsilon)_T$, полученных при T > 1,2 К, характерно достаточно резкое понижение α с деформацией при небольших ее степенях (до 5%), затем эта зависимость ослабевает, а иногда и полностью исчезает (рис. 5,a). В интервале температур 0,5-1,2 К величина коэффициента α нечувствительна к температуре, а при 0,5 К – и к степени деформации (рис. 5,б).

Набор кривых $\alpha(\varepsilon)_T$ позволяет получить температурную зависимость коэффициента $\alpha(T)_{\varepsilon}$ для



Рис. 5. Зависимость коэффициента α от величины пластической деформации ε при температурах от 0,8 до 4,2 К (*a*) и от 0,5 до 1 К (*б*). Разные символы при одной температуре соответствуют данным для разных образцов.

Рис. 6. Температурные зависимости параметров пластичности чистого β-олова: коэффициента логарифмической ползучести α при значении полной деформации $\varepsilon \simeq 0,07$ (*a*) и критического напряжения сдвига τ_0 при деформировании образцов с постоянной скоростью $\dot{\varepsilon} = 7 \cdot 10^{-5}$ с⁻¹ [15] (*б*). T_g — граничная температура между областями квантовой ($T < T_g$) и термически активированной ($T > T_g$) пластичности.

фиксированных степеней деформации. Соответствующие значения α, необходимые для построения этих зависимостей, можно определить по точкам пересечения кривых на рис. 5 с прямыми ε = const. На рис. 6,*a* показана зависимость $\alpha(T)_{\varepsilon}$ для $\varepsilon = 0,07$. Наиболее важная деталь этой зависимости - пороговая температура T_q , разделяющая области с ярко выраженной чувствительностью коэффициента α к температуре и атермическим поведением. В первой области коэффициент α линейно уменьшается при понижении температуры, устремляясь к нулю при экстраполяции зависимости $\alpha(T)$ к 0 К, во второй остается константой при всех температурах. Для выбранного нами значения относительной деформации є = 0,07 пороговая температура находится в области 1,2-1,5 К, а полная атермичность наступает вблизи 1 К. Аналогичный характер имеет зависимость коэффициента α от температуры и для других сечений кривых $\alpha(\varepsilon)_T$ — как справа, так и слева от значения $\varepsilon = 0,07$. Это означает, что с ростом деформации остается неизменным тип барьеров, контролирующих движение дислокаций в действующей системе скольжения β-олова, а следовательно, не меняется и тип дислокационных процессов, определяющих характер температурной зависимости коэффициента α.

3. Обсуждение результатов

Прежде всего отметим наиболее важный качественный результат нашего исследования — экспериментальное наблюдение нестационарной ползучести β -Sn в субкельвиновой области температур и регистрация фрагментов кривых ползучести, имеющих флуктуационную природу. Этот результат вместе с результатами работ [10,11] заставляет критически отнестись к классическим представлениям о ползучести при экстремально низких температурах как термически активированном процессе, согласно которым при $T \rightarrow 0$ К затухающая ползучесть должна исчезать [18].

Как уже отмечалось во Введении, чистые монокристаллы β -олова, ориентированные для преимущественного скольжения по системе (100) < 010 >, относятся к металлам с высоким потенциальным рельефом Пайерлса. Пластическая деформация таких кристаллов происходит благодаря процессам зарождения, динамического расширения и аннигиляции парных кинков на дислокациях. Кинковый механизм обеспечивает перемещение дислокаций из одной ложбины пайерлсовского рельефа в другую под действием эффективного напряжения τ^* . При сравнительно малых значениях эффективного напряжения $\tau^* = \tau - \tau_i(\varepsilon) < \tau_P$ (τ — приложенное к

кристаллу внешнее напряжение, т_i – внутреннее напряжения, τ_P — напряжение Пайерлса) и низких температурах зарождение кинков обеспечивается тепловыми или квантовыми флуктуациями. В этом случае реализуется флуктуационный режим движения дислокаций, а затухание ползучести обусловлено деформационным упрочнением, т.е. ростом внутренних напряжений. При $\tau^* > \tau_P$ движение дислокаций становится надбарьерным, пластическая деформация приобретает динамический характер, а затухание ползучести происходит в результате уменьшения плотности быстрых дислокаций. Теория стадийной нестационарной ползучести, связанной с названными выше режимами движения дислокаций, построена в работе [15]. В данной работе нас будет интересовать возможность протекания, закономерности и механизмы флуктуационной ползучести при температурах порядка и ниже 1 К.

Согласно [15], скорость нестационарной ползучести $\dot{\varepsilon}(t)$, определяемая движением макроскопического потока дислокаций плотностью ρ в рельефе Пайерлса, описывается выражением

$$\dot{\varepsilon}(t) = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left[\frac{E(\tau^*)}{2kT^*(\delta_{\tau}, T, B)}\right], \quad (3)$$
$$E(\tau^*) = H_c \delta_{\tau}^{5/4}, \ \delta_{\tau} = \left(1 - \frac{\tau^*}{\tau_P}\right),$$
$$\dot{\varepsilon}_0 = \rho(a^2 b v_0 v_k)^{1/2}.$$

Здесь *а* и *b* — соответственно период рельефа Пайерлса и величина вектора Бюргерса дислокаций; v_0 — характерная частота колебаний дислокации в долине рельефа Пайерлса; v_k — скорость движения дислокационного кинка вдоль линии дислокации; H_c — характерная энергия критического парного перегиба; T^* — эффективная температура, характеризующая интенсивность квантового движения дислокационной струны в рельефе Пайерлса при $T \ll \Theta_P$ (классический предел). Для эффективной температуры T^* справедливы следующие асимптотические выражения:

$$T^*(\delta_{\tau}, T, B) \simeq s_0(\Theta_P \delta_{\tau}^{1/4} - \Theta_B), \quad T \ll \Theta_P; \quad (4)$$

$$T^{*}(\delta_{\tau}, T, B) \simeq T \left(1 + \frac{s_{1}}{Q_{0}\delta_{\tau}} \ln \frac{\Theta_{S}}{T} \right) - \frac{s_{1}\Theta_{B}}{Q_{0}\delta_{\tau}}, \quad T \ge \Theta_{P} .$$
(5)

При записи формул (4), (5) использованы обозначения: Θ_P и Θ_B — соответственно характеристические температуры, связанные с нулевыми колебаниями дислокации в долине Пайерлса и демпфированием таких колебаний электронной вязкостью $B; Q_0 = H_c / k \Theta_P$ — параметр квазиклассичности для процесса туннельного зарождения парного кинка; Θ_S — характеристическая температура свободной дислокационной струны; s_0 и s_1 — численные параметры. Эмпирические значения параметров рельефа Пайерлса и дислокаций в рассматриваемой системе скольжения β -олова, фигурирующих в выражениях (3)–(5), получены в работе [14] на основе исследования активной деформации:

$$\begin{split} \tau_P &= 1.2 \cdot 10^7 \text{ Ina, } H_c = 2 \cdot 10^{-20} \text{ Дж, } \nu_0 \simeq 5 \cdot 10^{11} \text{ c}^{-1}, \\ B_n &= 2 \cdot 10^{-5} \text{ Ina·c}, \ Q_0 &= 5 \cdot 10^2, \ \Theta_P &= 3.3 \text{ K}, \\ \Theta_B &= 0.4 \text{ K}, \ \Theta_S &= 100 \text{ K}, \ a &= 3.2 \cdot 10^{-10} \text{ M}, \\ b &= 5.8 \cdot 10^{-10} \text{ M}, \ s_0 &= 0.9 \text{ , } s_1 = 5.4. \end{split}$$

Отметим, что $\Theta_B << \Theta_P$, поэтому поправка к эффективной температуре в формулах (4), (5), обусловленная электронным торможением дислокаций, достаточно мала и ею можно пренебречь при описании ползучести только в нормальном или только в сверхпроводящем состоянии металла. Вместе с тем эта поправка в значительной мере определяет эффект влияния сверхпроводящего перехода на пластичность металла и ее учет необходим для описания такого влияния [14,15].

Из формул (3)–(5) можно получить следующие соотношения, связывающие эффективное напряжение τ^* и скорость ползучести $\dot{\varepsilon}$ в квантовом и классическом пределах:

$$\delta_{\tau} = \frac{2s_0}{Q_0} \ln \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}, \ T << \Theta_P; \tag{6}$$

$$\delta_{\tau}^{5/4} = \frac{2T}{Q_0 \Theta_P} \ln \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}, \ T >> \Theta_P \ . \tag{7}$$

В теории нестационарной низкотемпературной ползучести обычно предполагается, что в пределах отдельной кривой ползучести выполняется закон линейного упрочнения: $\Delta \tau_i(t) = \kappa \Delta \varepsilon(t)$, где $\kappa = \kappa(\varepsilon)$ — коэффициент упрочнения, отвечающий полной деформации ε перед началом отдельной кривой ползучести. При таком предположении использование уравнения (3) для описания кинетики ползучести приводит к логарифмическому временному закону (1), в котором коэффициент α описывается выражениями [15]:

в классическом пределе $T >> \Theta_P$

$$\alpha = \frac{8\tau_P}{5\kappa Q_0} \left(\frac{T}{\Theta_P}\right) \delta_{\tau f}^{-1/4}; \tag{8}$$

в квантовом пределе
$$T << \Theta_{\mu}$$

$$\alpha = \frac{2s_0 \tau_P}{\kappa Q_0}.$$
 (9)

В формуле (8) символ $\delta_{\tau f}$ обозначает значение величины δ_{τ} в момент времени t_f начала флуктуационной стадии кривой ползучести.

Таким образом, в теории [15] предсказывается существование двух температурных областей с характерным для каждой поведением коэффициента α. Первая из них, «высокотемпературная» классическая область, характеризуется доминирующей ролью тепловых флуктуаций в преодолении дислокациями барьеров пайерлсовского рельефа и приблизительно линейной зависимостью коэффициента α от температуры. Вторая область соответствует квантовому пределу, где пластическая деформация осуществляется путем туннельного движения дислокаций через барьеры Пайерлса, а коэффициент α нечувствителен к температуре. Сравнивая полученный на основе экспериментальных данных график $\alpha(T)_{\epsilon}$ (рис. 6) с формулами (8), (9), приходим к заключению об удовлетворительном качественном согласии теории и эксперимента.

Специального обсуждения заслуживает переходная область на температурной зависимости коэффициента $\alpha(T)$ и граничная температура T_g , разделяющая области термически активированной и квантовой ползучести. Согласно полученной в [14] оценке, эта температура имеет величину порядка

$$T_g \simeq \Theta_P \delta_{\tau f}^{1/4}.$$
 (10)

Следовательно, локализация переходной области на температурной оси определяется не только характеристической температурой Θ_P , которая является фундаментальным квантовым параметром кристалла [14], но и силовым параметром $\delta_{\tau f}$, величина которого зависит от значения $\tau^*(t_f)$ эффективного напряжения в момент начала логарифмической стадии кривой ползучести. Так как т* определяется соотношением между приложенным к кристаллу деформирующим напряжением τ и характерной величиной внутренних напряжений τ_i (є), то граничная температура T_a , строго говоря, зависит в определенной мере от случайных факторов, изменяющихся в процессе эксперимента. Вместе с тем такая зависимость является довольно слабой в силу малой величины показателя степени в формуле (10). Оценив на основании экспериментальных данных о зависимости $\alpha(T)_{\varepsilon}$ (рис. 6,*a*) величину $T_q \simeq 1,3$ К, можно с помощью формулы (10) получить оценку параметра $\delta_{\tau f}$ для данного конкретного эксперимента:

$$\delta_{\tau f} \simeq (T_q / \Theta_P)^4 \simeq 0.025$$
.

Согласно формуле (6), в момент t_f начала логарифмической стадии квантовой ползучести выполняется соотношение

$$\dot{\varepsilon}_0 = \dot{\varepsilon}(t_f) \exp\left(\frac{Q_0 \delta_{\tau f}}{2s_0}\right). \tag{11}$$

Эмпирическая оценка $\delta_{\tau f}\simeq 0{,}025$ и оценка
 $\dot{\epsilon}(t_f)=4\cdot 10^{-4}~{\rm c}^{-1}$ из рис. З позволяют получить эмпирическую оценку параметра $\dot{\epsilon}_0$ для данного конкретного эксперимента: $\dot{\epsilon}_0 = 0.5 \text{ c}^{-1}$. Это значение получено на основе анализа ползучести образцов, предварительно деформированных до $\varepsilon = 0.07$. Оно на несколько порядков меньше значения $\dot{\epsilon}_0 \simeq 10^4 \text{ c}^{-1}$, найденного ранее при анализе предела текучести в условиях активного растяжения со скоростью $\dot{\epsilon}=7\cdot 10^{-5}~c^{-1}$ другой серии образцов [14]. Исходя из выражения для $\dot{\epsilon}_0$ (см. формулу (3)) можно заключить, что такое различие связано с различием на несколько порядков плотности подвижных дислокаций р, определяющих пластическое течение кристаллов в том и другом случае. Используя результаты работ [14,15], получим оценки для $v_0 \simeq 5 \cdot 10^{11} \text{ c}^{-1}$ и $v_k \simeq 3 \cdot 10^2 \text{ м/с*}$. Найденному выше значению $\dot{\varepsilon}_0 \simeq 0.5 \text{ c}^{-1}$ соответствует плотность подвижных дислокаций, определяющих квантовую ползучесть в данном эксперименте, порядка $\rho \simeq 5 \cdot 10^6 \text{ m}^{-2}$.

Еще одна важная кинетическая характеристика процесса флуктуационной ползучести — коэффициент деформационного упрочнения к(є). Эмпирическую оценку этого параметра при температурах порядка 1 К можно получить, используя формулу (9) и среднее значение коэффициента $\alpha \simeq 2,4 \cdot 10^{-4}$ в области квантовой ползучести при значении $\varepsilon =$ = 0,07 (см. рис. 5 и 6,*a*): к($\varepsilon = 0,07$; T < 1,3 K) \simeq $\simeq 1,8 \cdot 10^8$ Па. Это значение близко к оценке к($\varepsilon = 0,07$; T = 1,6 K) $\simeq 1,6 \cdot 10^8$ Па в работе [15] из макроскопической диаграммы деформирования β -олова при T = 1,6 К в нормальном состоянии, но примерно в два раза меньше величины, определенной при анализе кривых ползучести в сверхпроводящем состоянии.

Отметим, что вывод о различии скоростей деформационного упрочнения металлов-сверхпроводников при их деформировании в нормальном и сверхпроводящем состояниях ранее был сделан при анализе процессов активной деформации [20,21]. Однозначная физическая интерпретация этого эффекта отсутствует, и нам представляется, что изучение нестационарной ползучести таких металлов в нормальном и сверхпроводящем состояниях может дать дополнительную полезную информацию, необходимую для выяснения его физической природы. Изучению этого эффекта на образцах β-олова будет посвящена отдельная работа.

Выше было показано, что измерения коэффициента α в области квантовой ползучести и использование формулы (9) дает возможность непосредственно получать величину коэффициента деформационного упрочнения, если для изучаемого кристалла известны значения напряжения Пайерлса τ_P и параметра квазиклассичности Q_0 . Однако в области термически активированной ползучести такая возможность отсутствует. В этой области в экспериментах можно найти значения α при различных температурах (рис. 6, а). После этого, измеряя наклон прямой на графике зависимости $\alpha(T)_{s}$ при T > T_a и воспользовавшись формулой (9), можно получить эмпирическую оценку произведения $\kappa \delta_{\tau f}^{1/4}$. Следовательно, для определения величины силового параметра $\delta_{\tau f}$ необходимо выполнить независимые измерения коэффициента упрочнения к. Из макроскопической диаграммы деформирования, зарегистрированной в процессе активной деформации чистых монокристаллов β -олова при T = 4,2 К [14], находим значение к($\varepsilon = 0,07$; T = 4,2 К) \simeq $\simeq 1,2 \cdot 10^8$ Па. Близкое по величине значение получено в работе [15] методом ползучести при температуре 3,2 К. Используя приведенное значение к и данные на рис. 6,*a*, получаем оценку $\delta_{\tau f} \simeq 0,078$, соответствующую условиям термически активированной ползучести при $\varepsilon = 0,07$ и T = 4,2 К.

Согласно формуле (6), в момент начала термически активированной ползучести выполняется соотношение

$$\dot{\varepsilon}_0 = \dot{\varepsilon}(t_f) \exp\left(\frac{Q_0 \Theta_P \delta_{\tau f}^{5/4}}{2T}\right).$$
(12)

Полученные выше оценки $\delta_{\tau f} \simeq 0,078$ и $\dot{\epsilon}(t_f) \simeq \simeq 7 \cdot 10^{-4}$ с⁻¹ (рис. 3,*в*) позволяют оценить параметры $\dot{\epsilon}_0$ и р для условий эксперимента при $\epsilon = 0,07$ и T = 4,2 К:

$$\dot{\epsilon}_0 \simeq 2 \ c^{-1} \text{,} \ \rho \simeq 2 \cdot 10^7 \, \text{m}^{-2}$$
 .

Обсудим еще один важный для физики низкотемпературной ползучести вопрос о величине эф-

* В работе [15] ошибочно приведено завышенное (примерно на порядок) значение v_k .

фективного потенциального барьера $E(\tau^*)$, преодоление которого контролирует подвижность дислокаций и скорость пластической деформации (см. формулу (3)). Величина этого барьера $E(\tau^*) = H_c \delta_{\tau}^{5/4}$ определяется как фундаментальным параметром кристалла H_c , так и силовым множителем $\delta_{\tau} = \delta_{\tau f}$, зависящим от условий эксперимента и состояния дефектной структуры образца в конкретной экспериментальной ситуации. Для описанного в данной работе эксперимента при значении полной деформации $\varepsilon = 0,07$ получаем следующие оценки:

в квантовой области при $T < 1,3~{\rm K}$

$$E(\tau_f^*) \simeq 2 \cdot 10^{-22}$$
Дж $\simeq 1, 2 \cdot 10^{-3}$ эВ;

в классической области при *T* = 4,2 К

$$E(\tau_f^*) \simeq 8 \cdot 10^{-22}$$
 Дж $\simeq 5 \cdot 10^{-3}$ эВ.

Выполненный в данном разделе анализ дает основания полагать, что наблюдаемая в чистых монокристаллах β -олова при $T \leq 1$ К атермическая ползучесть обусловлена туннельным движением дислокаций в рельефе Пайерлса. Элементарный процесс, определяющий такую ползучесть, - туннельное проникновение небольших участков дислокационной линии через отдельный барьер рельефа Пайерлса, т.е. зарождение парных кинков. Зарождение парного кинка сопряжено с преодолением эффективного потенциального барьера $E(\tau^*)$. Квантовый характер этого процесса обусловлен очень малой величиной барьера порядка 10⁻³ эВ и малой интенсивностью тепловых флуктуаций в условиях предельно низких температур. Но уже при температурах жидкого гелия 4,2 К ползучесть с приблизительно теми же скоростями сопровождается преодолением в несколько раз большего потенциального барьера и элементарный процесс приобретает термически активированный характер.

Аналогичный вывод о квантовой природе пластической деформации β -олова в указанном температурном интервале был сделан и в работе [14]. На рис. 6, δ приведена температурная зависимость критического скалывающего напряжения $\tau_0(T)$ монокристаллов β -олова в интервале 4,2–0,5 К из работы [14], полученная в условиях растяжения образцов с постоянной скоростью (режим активной деформации). Легко видеть, что температурный ход этой зависимости повторяет характерные особенности кривой $\alpha(T)$. Это обстоятельство указывает на возможность изучения закономерностей и механизмов пластического течения кристаллов в условиях глубокого охлаждения различными методами механических испытаний. Вместе с тем следует принимать

во внимание то, что точные значения ряда параметров, характеризующих пластическое течение, существенно зависят от конкретных условий эксперимента и их эмпирические оценки могут иметь значительный разброс: например, силовой параметр δ_{τ} , величина эффективного барьера $E(\tau^*)$, граничная температура T_g квантовой пластичности, плотность подвижных дислокаций ρ , коэффициент деформационного упрочнения к.

Заключение

1. В интервале температур 0,45-4,2 К изучена ползучесть монокристаллических образцов чистого β -олова, ориентированных для благоприятного скольжения в системе (100) < 010 >. Кристаллы деформировались путем одноосного растяжения в нормальном состоянии в закритическом продольном магнитном поле сверхпроводящего соленоида.

2. При всех температурах исследованного температурного диапазона зарегистрирована нестационарная ползучесть, затухавшая со временем по логарифмическому закону.

3. Получены зависимости коэффициента логарифмической ползучести от степени предварительной деформации кристалла и температуры образцов. Установлено существование двух температурных областей с различной чувствительностью этого коэффициента к температуре: в первой, «высокотемпературной» области (1,5 K < T < 4,2 K), коэффициент линейно уменьшается при понижении температуры; ниже 1 К ползучесть приобретает атермический характер и при 0,45 K < T < 1 K коэффициент остается постоянным.

4. В рамках современной теории низкотемпературной ползучести проведен детальный анализ результатов экспериментов. Установленные в эксперименте закономерности соответствуют представлениям, согласно которым низкотемпературная ползучесть β -олова определяется движением дислокаций в потенциальном рельефе Пайерлса. Элементарный процесс такого движения — зарождение на дислокационных линиях парных кинков, которое сопряжено с преодолением эффективного потенциального барьера малой величины порядка 10⁻³ эВ.

5. В области температур $T \leq 1$ К зарождение парных кинков происходит путем квантовомеханического туннелирования и ползучесть имеет чисто квантовый характер, а при более высоких температурах эти процессы приобретают термически активированный характер.

Работа выполнена в рамках целевой программы ОФА НАН Украины, тема 1.4.10.1.8.

- В.И. Старцев, В.Я. Ильичев, В.В. Пустовалов, Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах, Металлургия, Москва (1975).
- 2. W. Meisner, M. Polany, and E. Shmid, Z. Phys. B66, 477, (1930).
- 3. I.M. Glen, Philos. Mag. 1, 400 (1956).
- 4. A.G. Arco and J. Weertman, J. Metals. 17, 676 (1969).
- 5. V.D. Natsik, A.I. Osetskii, V.P. Soldatov, and V.I. Startsev, *Phys. Status Solidi* **B55**, 99 (1972).
- 6. N.F. Mott, Philos. Mag. 1, 568 (1956).
- 7. Б.В. Петухов, В.Л. Покровский, *Письма ЖЭТФ* **15**, вып.1, 63 (1972).
- 8. В.Д. Нацик, ФНТ 5, 400 (1979).
- V.D. Natsik and H.-J. Kaufman, *Phys. Status Solidi* A65, 571 (1981).
- S. Takeuchi, T. Hashimoto, and K. Maeda, *Cryst. Res. Technol.* 19, 341 (1984).
- М.М. Калугин, В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, И.А. Шепель, ФНТ 19, 713 (1993).
- Г.И. Кириченко, В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, ФММ 63, 386 (1987).
- Г.И. Кириченко, В.В. Пустовалов, В.П. Солдатов, С.Э. Шумилин, ФНТ 11, 1206 (1985).
- 14. В.Д. Нацик, Г.И. Кириченко, В.В. Пустовалов, В.П. Солдатов, С.Э. Шумилин, *ФНТ* **22**, 965 (1996).
- В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко, ФНТ 29, 451 (2003).
- Ю.Г. Казаров, в кн.: Физика конденсированного состояния, Харьков (1973), вып. 11, с. 100.
- В.П. Солдатов, В.Д. Нацик, Г.И. Кириченко, ФНТ 27, 1421 (2001).
- 18. Ф. Гарофало, Законы ползучести и длительной прочности металлов, Металлургия, Москва (1968).
- Г.И. Кириченко, В.П. Солдатов, ФММ 54, 560 (1982).
- 20. В.В. Пустовалов, И.Н. Кузьменко, Н.В. Исаев, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин *ФНТ* **30**, 109 (2004).
- 21. И.Н. Кузьменко, *Автореф. канд. дисс.*, ФТИНТ АН УССР, Харьков (1984).

Creep of β -Sn single crystals in a sub-Kelvin temperature range

V.D. Natsik, V.S. Soldatov, L.G. Ivanchenko, and G.I. Kirichenko

The β -Sn single crystals oriented to creep favourably in the (100) <010> system are studied in a 0.45-4.2 K range. A transient creep is recorded above and below 1 K, the creep being damped with time by the logarithmic law. The temperature dependence of the logarithmic creep coefficient is studied comprehensively. It is found that there are two qualitatively different regions in the curve: in a 4.2-1.2 K range the coefficient decreases linearly with temperature; and below 1 K the creep becomes athermic and the coefficient remains unchanged. The experimental behaviors are shown to fit in with the concepts according to which the creep kinetics of pure β -Sn is determined by the dislocation motion within the potential Peierls relief by the mechanism of nucleating paired kinks in the dislocation lines. The process entails overcoming the effective potential barrier of order of 0.001 eV: at T < 1 K the paired kink nucleation occurs due to the quantum tunneling and the creep is of pure quantum behavior; for higher temperatures the thermal fluctuations are dominant and the creep kinetics corresponds to the classical views of thermally activated creep. Empirical estimates of mobile dislocation density and work-hardening coefficient are obtained.