

# Индукционные пластической деформацией низкотемпературные аномалии электрического сопротивления поликристаллов меди и алюминия

В. М. Дмитриев<sup>1,2</sup>, И. Л. Лебедева<sup>3</sup>, Н. Н. Пренцлау<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина

<sup>2</sup> International Laboratory of High Magnetic Fields and Low Temperatures  
95 Gajowicka Str., 53-421 Wrocław, Poland

<sup>3</sup> Харьковский государственный экономический университет, пр. Ленина, 9,а, Харьков, 61091, Украина  
E-mail: dmitrev@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 1 ноября 2000 г., после переработки 30 января 2001 г.

В интервале температур 4,2–300 К исследована температурная зависимость удельного электрического сопротивления  $\rho$  чистых поликристаллов алюминия и меди после их пластической деформации. Используя термообработку как инструмент для изменения размеров кристаллитов  $d$  и структурного совершенства образца, определена зависимость  $\rho$  от соотношения между средней длиной свободного пробега электронов  $l_e$  и  $d$ , а также степени деформации Cu и Al. При температурах ниже 10 К на зависимостях  $\rho(T)$  деформированных поликристаллов меди и алюминия обнаружены минимумы и максимумы. При повышении температуры наблюдается более сложная зависимость  $\rho(d/l_e)$ . Установлено, что в области аномального скрин-эффекта экспериментально определенное и рассчитанное значения поверхностного сопротивления  $R_s$  совпадают только в том случае, когда средняя длина свободного пробега электронов меньше размеров кристаллитов.

В інтервалі температур 4,2–300 К досліджено температурну залежність питомого електричного опору  $\rho$  чистих полікристалів алюмінію і міді після їх пластичної деформації. Використовуючи термообробку як засіб зміни розмірів кристалітів  $d$  та структурної досконалості зразка, визначено залежність  $\rho$  від співвідношення між середньою довжиною вільного пробігу електронів  $l_e$  і  $d$ , а також ступеня деформації Cu і Al. При температурах нижче 10 К на залежностях  $\rho(T)$  деформованих полікристалів міді і алюмінія виявлено мінімуми та максимуми. При підвищенні температури спостерігається більш складна залежність  $\rho(d/l_e)$ . Виявлено, що в області аномального скін-ефекту експериментально одержане та розраховане значення поверхневого опору  $R_s$  співпадають тільки в тому випадку, коли середня довжина вільного пробігу електронів менша ніж розміри кристалітів.

PACS: 72.15.Ev

## Введение

Уже ряд десятилетий не ослабевает интерес к исследованию процессов рассеяния носителей заряда в чистых металлах, а также после их деформации и внедрения примеси. На температурных зависимостях удельного сопротивления  $\rho$  различных металлов в области гелиевых температур обнаружены необычные минимумы [1–8], обусловленные, как правило, эффектом Кондо [6,9,10], т.е. рассеянием электронов проводимости на маг-

нитных примесях с переворотом спина. В сравнительно узком температурном интервале 20–50 К наблюдается резко увеличивающееся с повышением температуры добавочное электросопротивление, обусловленное дислокационным вкладом [11–15]. Дислокационный вклад в зависимость  $\rho(T)$  до сих пор не имеет однозначного объяснения. Правда, и минимум на зависимости  $\rho(T)$  не объяснен окончательно. Почему, например, примеси диамагнетиков (германий, свинец, золото, висмут, цинк) в меди также вызывают минимум

электросопротивления, или такой же эффект дают примеси меди и серебра в золоте [7,8]? Влияние пластической деформации на зависимость  $\rho(T)$  в области низких температур изучено недостаточно. При значительной пластической деформации возможно проявление различных аномалий, вызванных, например, размерами кристаллитов  $d$  в поликристаллах и сравнением  $d$  со средней длиной свободного пробега электронов  $l_e$ , межкристаллитными границами, сложной электронной структурой дислокационных ядер и их окружения, колебаниями дислокаций [16–21], захватом примесей дислокациями [22] и т. д. Представляет также интерес соотношение  $\rho(T)$  и активной части импеданса  $R_s(T)$  деформированного металла в области температур как классического, так и аномального скин-эффектов.

Существуют различные способы введения дислокаций в кристалл. В работах [23,24] отмечено, что дислокации, введенные изгибом, имеют большее сечение рассеяния, чем при других способах деформации металла, хотя и этому пока нет однозначного объяснения.

Известно [25], что при рекристаллизации деформированного металла изменяется количество, размер и форма кристаллитов, плотность дислокаций, внутренние напряжения и другие характеристики, влияющие на величину электросопротивления. Поэтому, если использовать рекристаллизационный отжиг в качестве метода для изменения структурного состояния исследуемого образца, то, многократно отжигая его при все более высокой температуре  $T_h$  и измеряя  $\rho(T)$  и поверхностное сопротивление  $R_s(T)$ , а также параметры кристаллитов после каждого цикла нагрев — охлаждение, можно получить информацию о температурной зависимости электросопротивления металла с разной степенью структурного совершенства. (Здесь и далее  $T_h$  — отношение температуры отжига к температуре плавления металла.)

В настоящей работе приведены результаты комплексных экспериментальных исследований влияния размеров кристаллитов и состояния структуры чистых поликристаллов меди и алюминия на температурные зависимости удельного сопротивления  $\rho$  и поверхностного сопротивления  $R_s$  в интервале температур 4,2–300 К. Способ деформации — изгиб при комнатной температуре, способ изменения структурного состояния — отжиг. Всего исследовано 60 медных и 20 алюминиевых образцов.

## Образцы и методика измерений

Исследованы образцы меди марок М00 и М06 (электротехническая) и алюминия марок А999 и А996. Поверхностное сопротивление измеряли резонаторным методом. Для этого из исследуемых материалов изготавливали спиральные резонаторы с разомкнутыми концами спиралей. Корпуса резонаторов механически обрабатывали. Внутренние проводники получали следующим образом. Из исходных заготовок диаметром 70 мм вырезали заготовки поперечным сечением 10×10 мм и длиной 12 мм, которые затем протягивали при 300 К через систему фильтров до получения прутков диаметром 2 мм и длиной 400 мм (относительное удлинение  $\delta = 32$ ). Для нескольких образцов алюминия  $\delta = 40$ . Такие прутки свивали в спирали диаметром 15 мм. Затем корпуса резонаторов и спирали многократно отжигали в вакууме  $\sim 10^{-5}$  мм рт. ст., с каждым циклом увеличивая  $T_h$ . Для уменьшения разброса экспериментальных данных на зависимостях  $\rho(T)$  и  $R_s(T)$  все образцы отжигали в течение четырех часов. После каждого цикла отжига четырехконтактным методом измеряли  $\rho(T)$  медных и алюминиевых спиралей, а также проводили металлографический анализ образцов. При этом после каждого отжига для металлографического анализа от спирального проводника отрезали образец длиной 2–3 мм, полировку и травление которого проводили стандартным методом [26]. Затем собирали спиральный резонатор и измеряли его добротность  $Q(T)$  на частоте 400 МГц в температурном интервале 4,2–300 К. По геометрическому фактору определяли  $R_s(T)$  исследуемых металлов. Система измерения и стабилизации температуры позволяла варьировать температуру образца в интервале 4,2–300 К с помощью паров гелия и стабилизировать ее с точностью  $\pm 0,25$  К в интервале температур 30–300 К и  $\pm 0,1$  К при  $T < 30$  К [27]. При измерении резистивных свойств погрешность составляла 1% во всем температурном интервале. Для снижения погрешности измерений температурную зависимость электросопротивления измеряли несколько раз, затем значения сопротивления, измеренные при одной температуре, усреднялись.

## Экспериментальные результаты

### Характеристики структурного состояния меди

Характеристики структурного состояния образца меди М00, деформированного протягиванием через фильтры, а затем изгибом в спираль и отожженного при различных температурах  $T_h$ ,

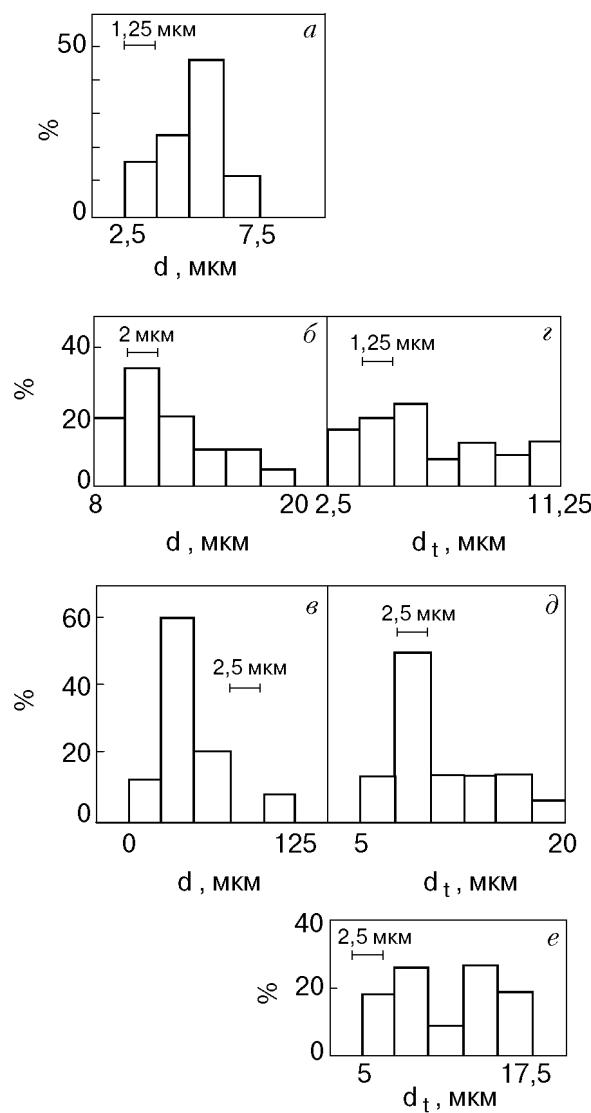


Рис. 1. Процентное распределение поперечных размеров кристаллитов  $d$  ( $a-e$ ) и двойников  $d_t$  ( $e$ ) в образце меди M00 после его отжига при различных  $T_h$ : 0,2 ( $a$ ), 0,5 ( $b, c$ ), 0,75 ( $c, d$ ) и 0,95 ( $e$ ).

представлены на рис. 1 и 2. На рис. 1 приведены гистограммы поперечных размеров кристаллитов  $d$  в образце меди при различных температурах отжига  $T_h$ : 0,2 (т.е. без отжига после деформации) ( $a$ ), 0,5 ( $b$ ) и 0,75 ( $c$ ). Металлографическими исследованиями установлено, что при температуре отжига  $T_h = 0,5$  в центре образцов появляются двойники, поперечные размеры которых с повышением  $T_h$  растут. Новые двойники образуются ближе к поверхности образца, но не наблюдаются в слое порядка 200 мкм от нее. На рис. 1 приведены также гистограммы поперечных размеров двойников  $d_t$  в образце меди M00, отожженном при различных температурах  $T_h$ : 0,5 ( $c$ ), 0,75 ( $d$ ) и 0,95 ( $e$ ). Отметим, что после

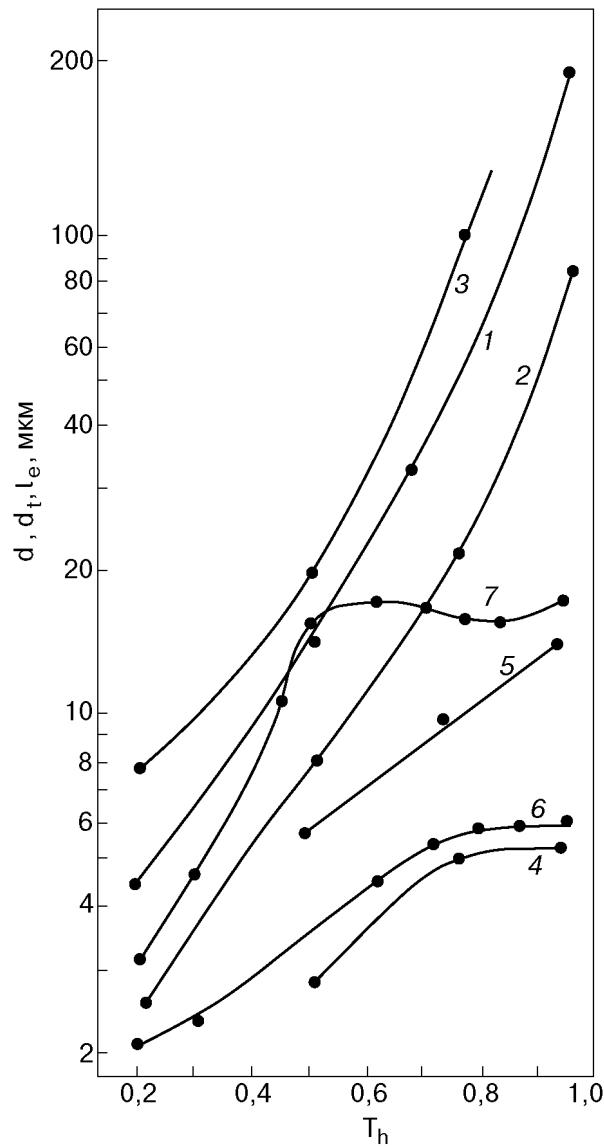


Рис. 2. Зависимости от  $T_h$  поперечных размеров кристаллитов  $d$  в образце меди M00: среднего (1), минимального (2) и максимального (3), а также размеров двойников  $d_t$ : минимального (4) и среднего (5). Зависимости средних длин свободных пробегов электронов  $l_e(T_h)$  при температурах 30 К (6) и 4,2 К (7).

отжига при  $T_h = 0,95$  средний поперечный размер кристаллита меди  $d \sim 200$  мкм (на рис. 1 не показан). В местах стыковки больших кристаллитов образуются и мелкие, возможно, двойниковой ориентации. Мелкие кристаллиты появляются также вблизи поверхности образца.

На рис. 2 приведены зависимости поперечных размеров кристаллитов  $d$  и размеров двойников  $d_t$  в образце меди M00 от  $T_h$ . Показаны также зависимости средних длин свободных пробегов электронов  $l_e$  от  $T_h$ , вычисленные из удельного электросопротивления  $\rho$  при температурах 30 и 4,2 К.

**Температурная зависимость  $\rho$  и  $R_s$  в  
интервале 10–300 К**

На рис. 3 приведены зависимости  $\rho(T)$ , измеренные в интервале температур 10–70 К, для образца меди M00, отожженного при различных температурах  $T_h$ : 0,2 (1), 0,5 (2), 0,75 (3), 0,84 (4) и 0,95 (5), а на вставке к рисунку — те же зависимости в температурном интервале 70–300 К.

В интервале температур 10–70 К измерены температурные зависимости  $\rho$  образца алюминия A999, деформированного при  $T_h = 0,32$  (1) и

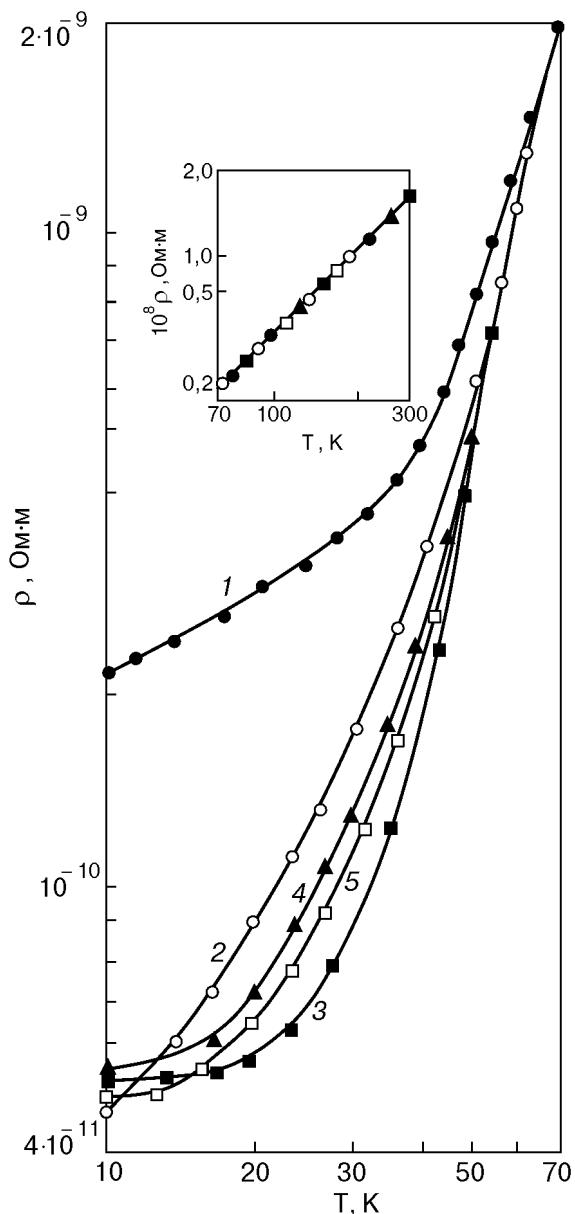


Рис. 3. Температурные зависимости  $\rho$  образца меди M00, отожженного при различных  $T_h$ : 0,2 (1), 0,5 (2), 0,75 (3), 0,84 (4) и 0,95 (5). На вставке: зависимость  $\rho(T)$  образца меди M00 в интервале температур 70–300 К после его отжига при  $T_h = 0,2\text{--}0,95$ .

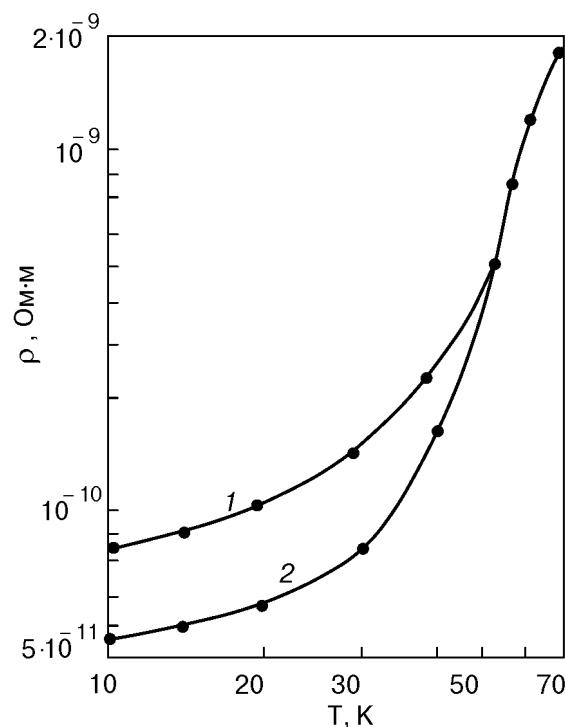


Рис. 4. Температурные зависимости  $\rho$  образца алюминия A999, деформированного при комнатной температуре (1) и отожженного при  $T_h = 0,75$  (2).

отожженного при  $T_h = 0,75$  (2), относительное удлинение  $\delta = 40$  (рис. 4). (Здесь и далее  $T_h = 0,2$  для меди и  $T_h = 0,32$  для алюминия соответствуют температуре деформации, т.е. 300 К.)

На рис. 5 представлены температурные зависимости поверхностного сопротивления  $R_s$ , отнесенного к  $R_s(300)$ , для деформированных образцов меди M00 (а) и алюминия A999 (б) после их отжига при различных температурах  $T_h$ : 0,2 (1), 0,3 (2), 0,5 (3), 0,65 (4), 0,75 (5) и 0,95 (6) для меди (рис. 5,а) и 0,41 (1), 0,75 (2) и 0,95 (3) для алюминия (рис. 5,б).

На рис. 6 показана зависимость отношения  $\rho(T^*)/\rho(300)$  от  $T_h$  для образцов меди M00 при  $T^* = 30$  К (1) и 10 К (2) и алюминия A999 при  $T^* = 10$  К (3). Приведены также зависимости  $R_s(T^*)/R_s(300)$  для этих же образцов меди и алюминия при  $T^* = 10$  К (кривые 4 и 5 соответственно). Представлено отношение поверхностного сопротивления  $R_s(e)$ , полученного экспериментально, к рассчитанному  $R_s(t)$  с помощью формул Чемберса [28] по измеренному  $\rho$  в зависимости от  $T_h$  для образцов меди (кривая 6) и алюминия (кривая 7).

На рис. 3 видно, что в температурном интервале 70–300 К отжиг практически не влияет на величину  $\rho$ . В области температур 12–70 К при повышении  $T_h$  удельное сопротивление  $\rho$  уменьшается, достигая минимального значения при

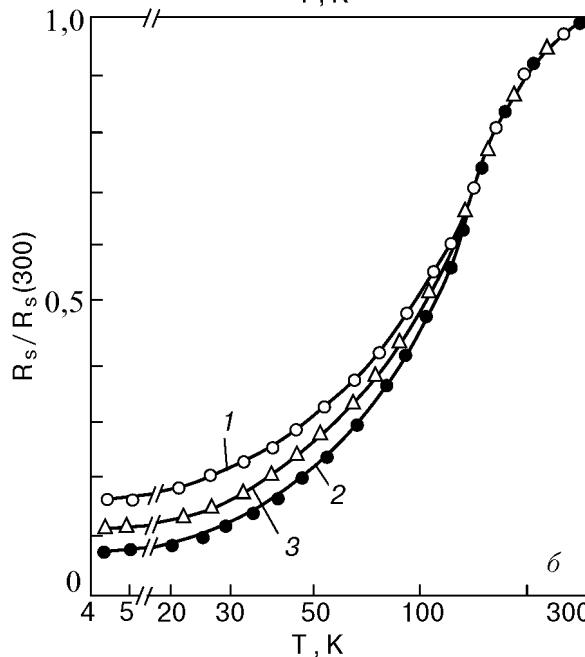
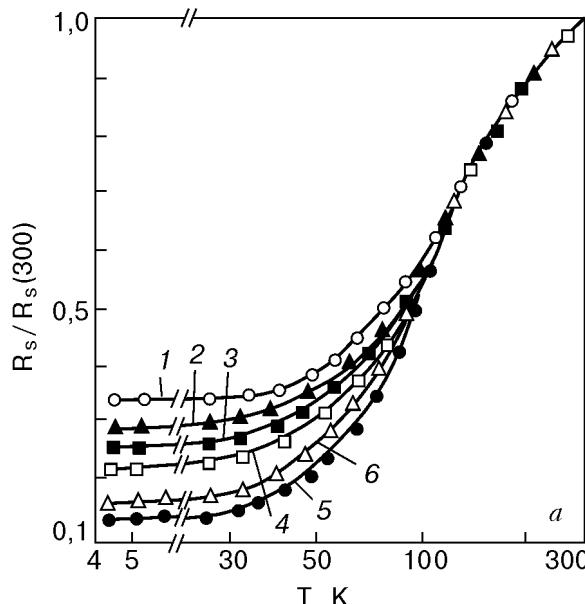


Рис. 5. Температурные зависимости отношения  $R_s/R_s(300)$  образцов меди М00 (а) и алюминия А999 (б), отожженных при различных  $T_h$ : 0,2 (1), 0,3 (2), 0,5 (3), 0,65 (4), 0,75 (5) и 0,95 (6) (а); 0,41 (1), 0,75 (2) и 0,95 (3) (б).

$T_h = 0,75$ . Удельное сопротивление образца Cu, прошедшего термообработку при  $T_h > 0,75$ , больше, чем отожженного при  $T_h = 0,75$ . При  $T < 12$  К наименьшее значение  $\rho$  имеют образцы, отожженные при  $T_h = 0,4-0,5$ , а удельное сопротивление образцов, прошедших термообработку при  $T_h > 0,75$ , растет. Таким образом, при определенной температуре отжига  $T_h$  удельное электросопротивление имеет минимальное значение  $\rho_{\min}$ .

На температурной зависимости поверхностного сопротивления  $R_s$  меди и алюминия эти особен-

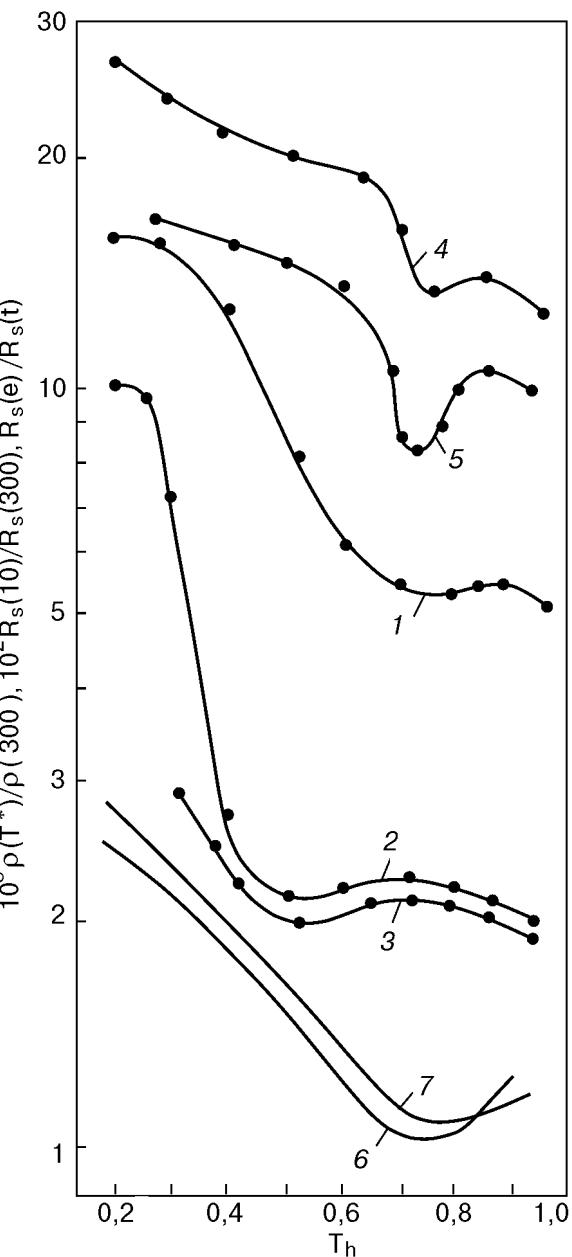


Рис. 6. Зависимость  $\rho(T^*)/\rho(300)$ ,  $10^2 R_s(10)/R_s(300)$ ,  $R_s(e)/R_s(t)$  от  $T_h$  для образца Cu M00 при  $T^* = 30$  К (1) и  $T^* = 10$  К (2); для образца Al A999 при  $T^* = 10$  К (3);  $R_s(10)/R_s(300)$  от  $T_h$  для Cu (4) и Al (5);  $R_s(e)/R_s(t)$  для Cu (6) и Al (7) при  $T = 4,2$  К.

ности не наблюдаются. Как видно на рис. 5, кривые  $R_s(T)$ , измеренные после отжига образцов при различных  $T_h$ , не пересекаются, в отличие от  $\rho(T)$ . С повышением  $T_h$  сопротивление  $R_s$  уменьшается, достигает минимального значения при  $T_h = 0,75$  и снова повышается для образцов, отожженных при  $T_h > 0,75$ .

## Электросопротивление меди и алюминия при температуре ниже 10 К

При понижении температуры ниже 10 К на температурной зависимости  $\rho$  различных образцов или одних и тех же, но по разному отожженных и деформированных, наблюдаются особенности в виде минимума, минимума с последующим максимумом, а также плато. При этом примерно для 80% всех исследованных образцов при  $T < 10$  К на зависимостях  $\rho(T)$  наблюдается минимум или минимум с последующим максимумом. Для остальных образцов, и деформированных, и отожженных в тех же условиях, наблюдается плато.

На рис. 7 представлены температурные зависимости  $\rho$  образца меди марки М00, измеренные в

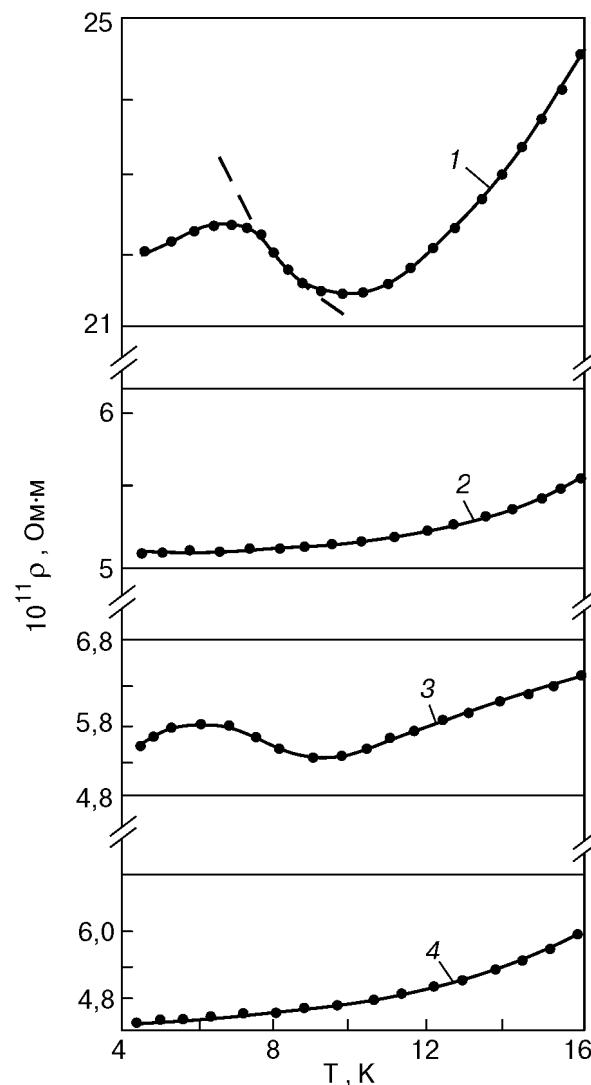


Рис. 7. Температурные зависимости  $\rho$  образца меди М00, предварительно деформированного при  $T = 300$  К, а затем отожженного при различных температурах  $T_h$ : 0,2 (1), 0,75 (2), 0,84 (3) и 0,95 (4). Пунктир — зависимость  $\rho(T) \propto \ln(1/T)$ .

интервале температур 4–16 К после отжига образца при следующих температурах  $T_h$ : 0,2 (неотожженный образец) (1), 0,75 (2), 0,84 (3) и 0,95 (4). Эти зависимости получены для того же образца меди, для которого на рис. 3 приведены кривые  $\rho(T)$  при  $T > 10$  К. Из рисунка следует, что для этого образца меди на температурной зависимости  $\rho$  при температуре  $T \approx 9,5$  К наблюдается минимум удельного электросопротивления  $\rho_{\min}$ , а при температуре  $T \approx 6,5$  К — максимум  $\rho_{\max}$ . Температурные зависимости  $\rho$  алюминия при  $T < 10$  К аналогичны зависимостям для меди. На рис. 8 приведены зависимости  $\rho(T)$  для того же образца алюминия марки А999, что и на рис. 4 ( $T > 10$  К), после его отжига при различных температурах  $T_h$ : 0,32 (1), 0,37 (2), 0,75 (3), 0,84 (4) и 0,95 (5). Видно, что для деформированного образца Al минимум на зависимости  $\rho(T)$  наблюдается при  $T \approx 6,7$  К, а максимум — при  $T \approx 5,9$  К.

Отметим, что отжиг металла по-разному влияет на поведение  $\rho(T)$ . В большинстве образцов меди и алюминия с повышением температуры отжига до  $T_h = 0,75$  отношение  $\rho_{\max}/\rho_{\min}$  монотонно снижается. На рис. 7 приведены зависимости  $\rho(T)$  именно такого образца меди. Однако для некоторых образцов, более сильно деформированных, отношение  $\rho_{\max}/\rho_{\min}$  с повышением  $T_h$  увеличивается, а затем, пройдя через максимум при  $T_h = 0,4$ –0,6, уменьшается. Такая зависимость для образца Al, относительное удлинение которого при протяжке достигало 40, видна на рис. 8.

Следует отметить группу деформированных образцов, для которых при  $T < 10$  К на зависимости  $\rho(T)$  наблюдаются не минимум и максимум, а «плато», т.е. в некотором интервале температур удельное электросопротивление практически не зависит от температуры. Эти образцы изготавливались так же и отжигались в тех же условиях, как и те, для которых наблюдается минимум и максимум на зависимости  $\rho(T)$ . На рис. 9 представлены температурные зависимости  $\rho$  образца меди М06, измеренные после его отжига при следующих температурах  $T_h$ : 0,2 (1), 0,5 (2), 0,75 (3) и 0,84 (4). Видно, что с повышением  $T_h$  ширина «плато» растет, а при  $T_h = 0,75$  зависимость  $\rho(T)$  приобретает монотонный характер. Таким образом, для одного и того же образца при различной степени его структурного совершенства на зависимости  $\rho(T)$  может наблюдаться и плато, и минимум.

Как следует из рис. 7–9, общим свойством всех образцов исследуемых металлов является то, что

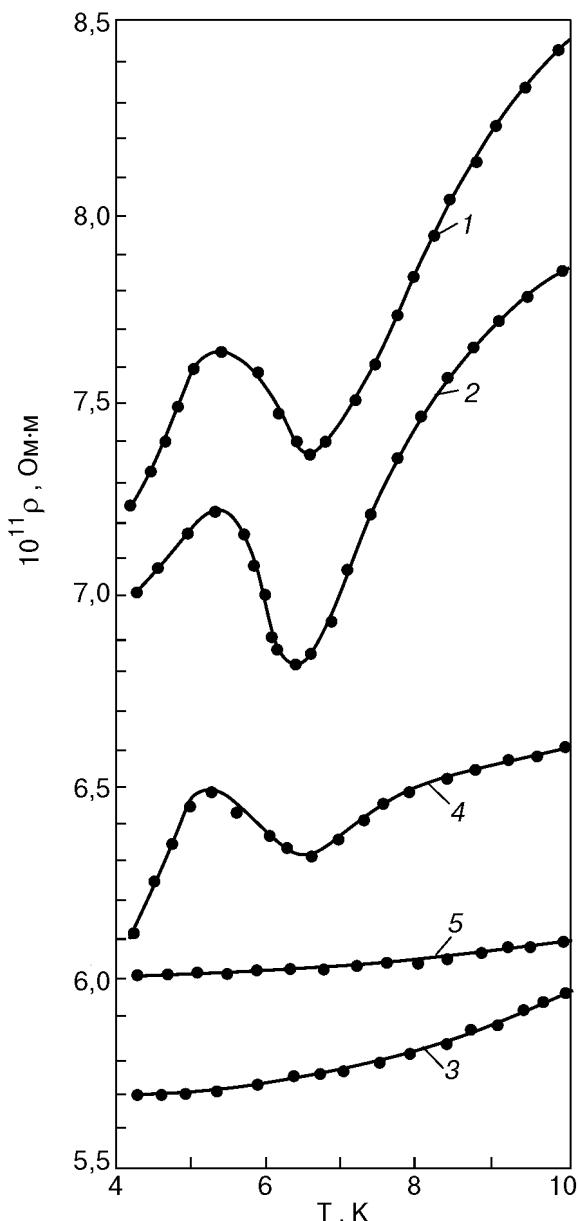


Рис. 8. Температурные зависимости  $\rho$  образца алюминия А999, предварительно деформированного при  $T = 300$  К, а затем отожженного при различных температурах  $T_h$ : 0,32 (1), 0,37 (2), 0,75 (3), 0,84 (4) и 0,95 (5).

после их отжига при  $T_h = 0,7\text{--}0,75$  аномалии не наблюдаются, а зависимость  $\rho(T)$  приобретает монотонный характер. После термообработки образцов при  $T_h > 0,75\text{--}0,85$  аномалии снова появляются (рис. 7, кривая 3, рис. 8, кривая 4, рис. 9, кривая 4), а для этих же образцов, отожженных при  $T_h > 0,85$ , они исчезают (рис. 7, кривая 4, рис. 8, кривая 5).

Если деформированный образец отжечь при оптимальной температуре ( $T_h = 0,7\text{--}0,75$ ), а затем повторно деформировать изгибом, то аномалии на зависимости  $\rho(T)$  восстанавливаются. На

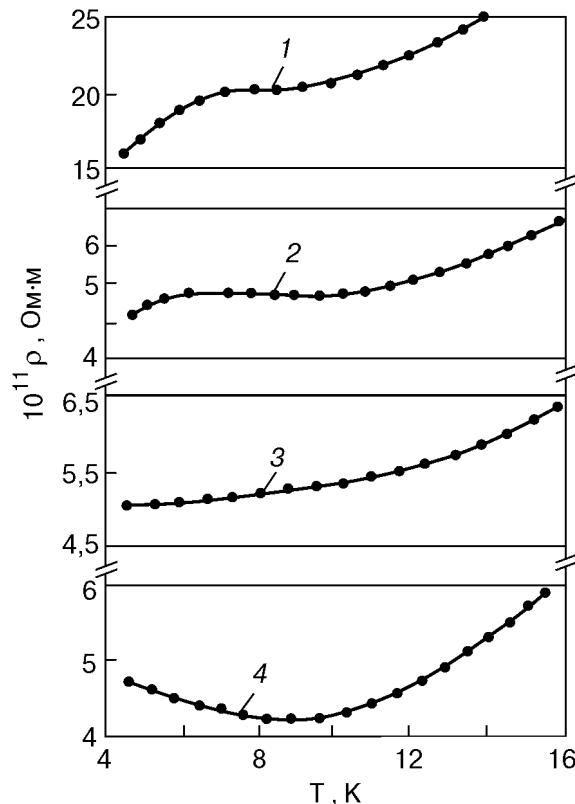


Рис. 9. Температурные зависимости  $\rho$  образца меди М06 после его отжига при различных  $T_h$ : 0,2 (1), 0,5 (2), 0,75 (3) и 0,84 (4).

рис. 10 приведена зависимость  $\rho(T)$  для образца меди марки М00, отожженного при  $T_h = 0,75$  (кривая 1) и дважды распрямленного из спиралей и снова свернутого в спираль при комнатной температуре (кривая 2). Укажем, что повторная деформация изгибом образца меди после его отжига при  $T_h = 0,75$  приводит к возникновению минимума на зависимости  $\rho(T)$  независимо от типа аномалий до отжига. На рис. 11 приведены температурные зависимости  $\rho$  образца меди марки М06. Видно, что для деформированного и неотожженного образца и отожженного при  $T_h = 0,5$  на зависимости  $\rho(T)$  наблюдается аномалия в виде плато (кривые 1, 2). Для образца, отожженного при  $T_h = 0,75$  (кривая 3), зависимость имеет монотонный характер. Повторная деформация образца изгибом после его отжига при  $T_h = 0,75$  приводит к появлению на зависимости  $\rho(T)$  минимума (кривая 4).

### Обсуждение результатов

На рис. 1–5 можно проследить, как изменяются температурные зависимости удельного  $\rho$  и поверхностного  $R_s$  сопротивлений образцов меди и алюминия при различных температурах отжига

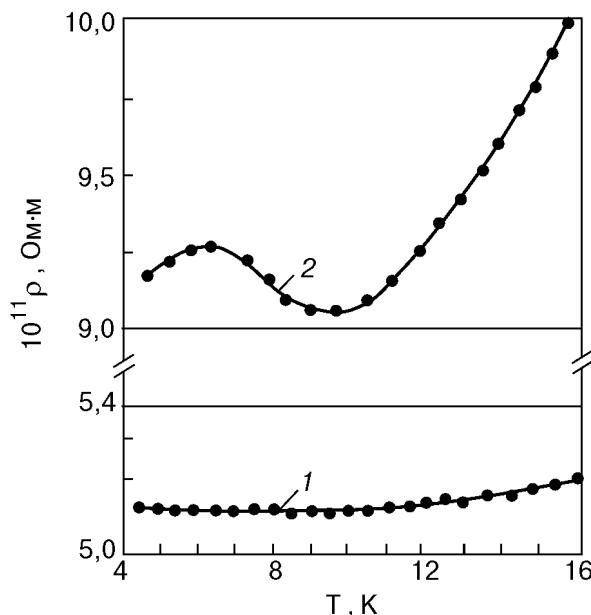


Рис. 10. Температурные зависимости  $\rho$  образца меди М00 после его отжига при  $T_h = 0,75$  (1) и последующей деформации изгибом (2).

$T_h$  при изменении размеров кристаллитов  $d$  и средней длины свободного пробега электронов  $l_e$ .

На рис. 2 видно, что при температурах выше 30 К средняя длина свободного пробега  $l_e$  (кривая 6) меньше минимального поперечного размера кристаллита (кривая 2) при всех температурах отжига  $T_h$ . Это означает, что каждый кристаллит, по сути, уже является массивным проводником, а следовательно, его удельное электросопротивление в основном обусловлено электрон-фононным взаимодействием. Поэтому при температурах  $T/\Theta > 0,5$  наблюдается линейная зависимость  $\rho(T)$  ( $\Theta$  — температура Дебая,  $\Theta_{\text{Cu}} = 343$  К,  $\Theta_{\text{Al}} = 420$  К). При  $T/\Theta = 0,5$  зависимость  $\rho(T) \propto \infty T^n$ , где  $n \leq 5$  [29]. Поскольку с повышением  $T_h$  увеличиваются размеры кристаллитов и улучшается структурное совершенство металла, в исследуемых образцах  $n$  увеличивается от 2,4 при  $T_h = 0,5$  до 3,5 при  $T_h = 0,75$ , что хорошо согласуется с результатами работ [29–31].

В области гелиевых температур обусловленное рассеянием на тепловых колебаниях решетки удельное электросопротивление  $\rho_{\text{ph}}$  мало. Кроме того, при отжиге «уходят» межузельные атомы и вакансии деформационного происхождения и часть дислокаций, влияющих на величину  $\rho$ . Поэтому в этой области температур  $\rho$  определяется факторами либо независящими, либо мало зависящими от температуры. В основном на сопротивление влияет количество примесей в металле и совершенство его структуры.

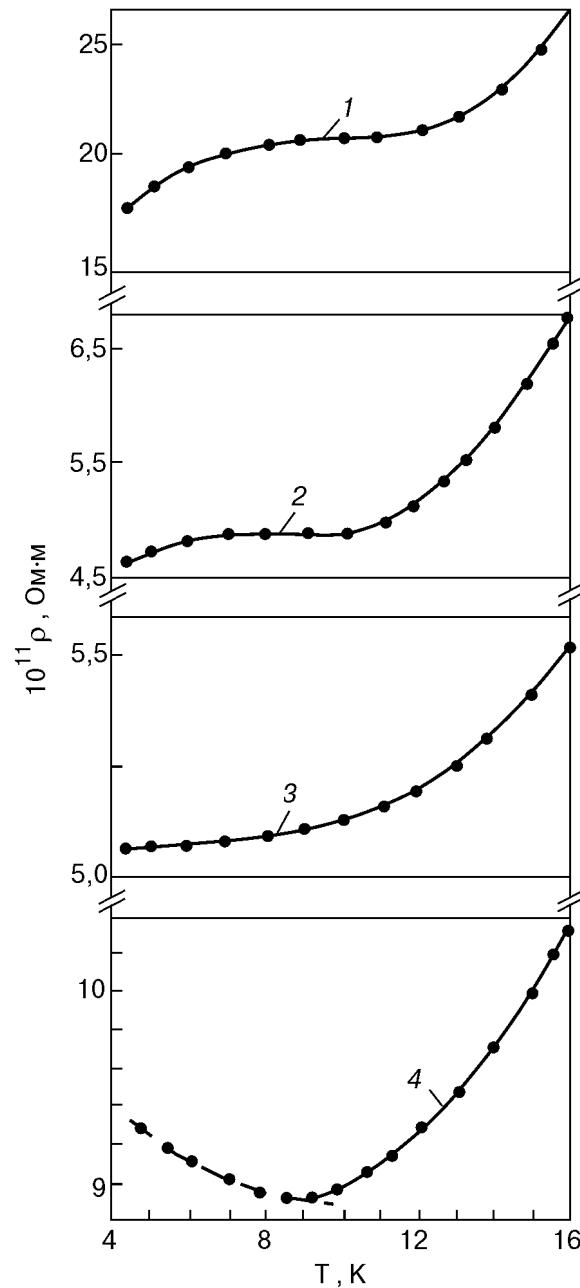


Рис. 11. Температурные зависимости  $\rho$  образца меди, отожженного при различных  $T_h$ : 0,2 (1), 0,5 (2) и 0,75 (3), а также деформированного изгибом после отжига при  $T_h = 0,75$  (4). Пунктир — зависимость  $\rho(T) \propto \ln(1/T)$ .

Расчеты показывают, что и при комнатной, и при азотной температурах на частоте 400 МГц глубина скин-слоя меньше размеров кристаллитов исследуемых образцов, отожженных при  $T_h < 0,95$ . Поскольку это диапазон классического скин-эффекта, здесь поверхностное сопротивление  $R_s(T) \propto \rho(T)^{0,5}$  и не зависит от размеров образца. При температурах ниже 130 К начинает сказываться влияние аномального скин-эффекта, при котором, как известно [28],  $R_s$  состоит из двух компонент: одна из них не зависит от  $\rho$ , а

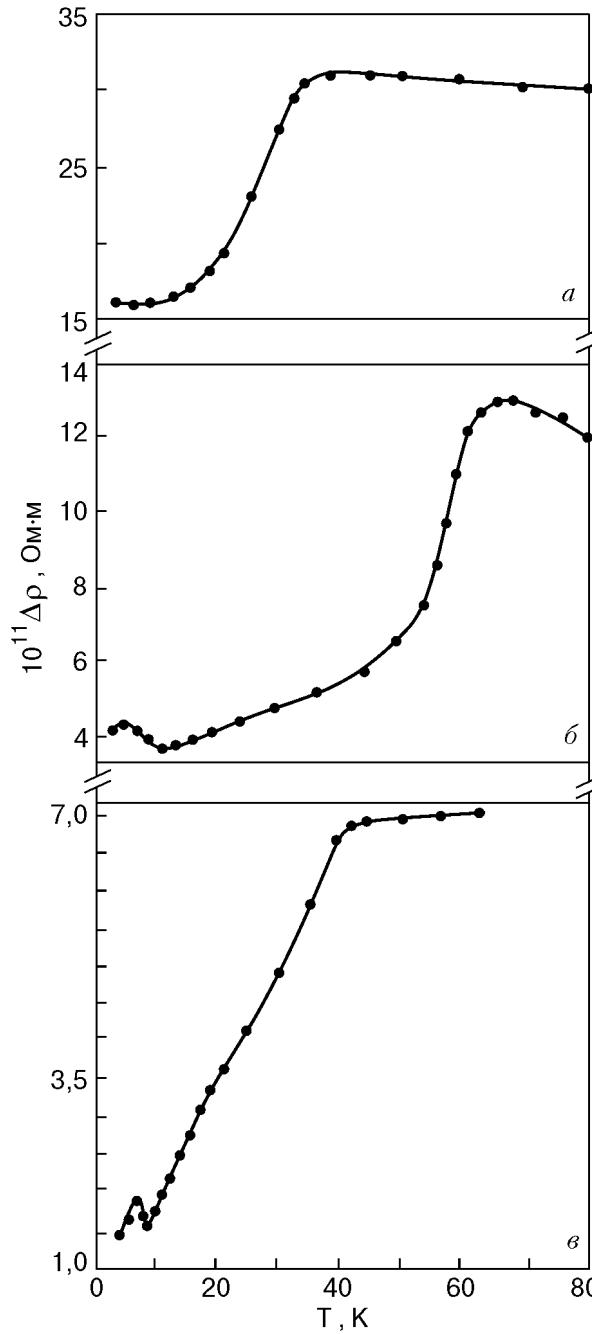


Рис. 12. Температурные зависимости деформационного вклада в удельное сопротивление образцов меди (а), (б) и алюминия (в).

другая зависит как  $\rho^l$  ( $l$  изменяется в пределах от 0,82 при зеркальном отражении до 1,1 при диффузном отражении).

Известно [25], что при пластической деформации металла приповерхностный слой наиболее деформирован (слой Бейльби). Реально это означает, что плотность постоянного тока по поперечному сечению образца неравномерна и минимальна в приповерхностном слое. Поэтому измеренное интегральное значение удельного электросопротивления металлического образца отличается от его значения

вблизи поверхности. Если учесть, что высокочастотный ток протекает по образцу только в пределах скин-слоя (т.е. наиболее деформированного слоя металла), то изменение  $\rho$  по поперечному сечению образца является причиной ошибки при определении расчетным путем  $R_s$  по измеренному  $\rho$  для деформированного образца. Термообработка улучшает структурное состояние приповерхностного слоя, что приводит к уменьшению ошибки при расчете  $R_s$  по  $\rho$ , а отжиг образцов Al и Cu при оптимальной температуре  $T_h$  позволяет получить близкие значения расчетного  $R_s(t)$  и экспериментального  $R_s(e)$  поверхностных сопротивлений (рис. 6, кривые 6,7).

Анализируя зависимости  $\rho(T)$  образцов меди (рис. 3, кривые 1, 3 и рис. 7, кривые 1, 2) и алюминия (рис. 4 и рис. 8, кривые 1, 3), можно сделать вывод, что при  $T > 10$  К наблюдается заметный деформационный вклад в удельное электросопротивление. Этот вклад может быть вызван дислокациями, межузельными атомами и вакансиями, возникающими при деформации. Так, на рис. 12,а,б для образца меди и рис. 12,в для образца алюминия представлена зависимость избыточного удельного электросопротивления  $\Delta\rho$ , полученная как разность значений  $\rho$  для деформированного и неотожженного образца и отожженного при оптимальной температуре  $T_h = 0,75$ . На рис. 12,а приведена температурная зависимость  $\Delta\rho$ , широко обсуждавшаяся в литературе [1,11–18, 21,32]. В указанных работах такая зависимость объясняется дислокационным вкладом, так как обусловленный межузельными атомами и вакансиями вклад исчезает при низких температурах отжига, а вклад, обусловленный дислокациями, сохраняется вплоть до оптимальной температуры отжига. На рис. 12,б,в представлены зависимости  $\Delta\rho(T)$ , на которых виден большой дислокационный вклад в  $\rho(T)$  при  $T > 10$  К, а также особенности на зависимости  $\rho(T)$  в виде минимума и максимума при  $T < 10$  К.

Эти особенности при  $T > 10$  К менее чувствительны к степени деформации образца и в том или ином виде наблюдаются для всех образцов, подвергнутых пластической деформации.

Причины появления особенностей на зависимости  $\rho(T)$  в виде минимумов, максимумов и плато при  $T < 10$  К не столь очевидны, хотя в литературе предложен ряд механизмов, объясняющих их. Так, в работе [33] предсказано, что в зависимости от соотношения поперечного размера образца  $d$  и электрон-фононной длины свободного пробега электрона на кривой  $\rho(T)$  могут наблюдаться минимум или плато.

Отметим, что минимум на зависимости  $\rho(T)$ , обусловленный размерным эффектом [33], должен наблюдаться лишь для массивных образцов. Для тонких образцов на температурной зависимости  $\rho$  должно существовать плато. Однако нами наблюдался минимум на зависимости  $\rho(T)$  лишь для тех образцов Al и Cu, в составе которых были кристаллиты малых размеров. В результате высокотемпературного отжига размеры кристаллитов увеличивались, при этом минимум на зависимости  $\rho(T)$  постепенно исчезал. Поэтому наблюдаемые нами особенности на зависимости  $\rho(T)$  не могут быть объяснены размерным эффектом [33].

На температурной зависимости удельного электросопротивления металлов и сплавов, находящихся в аморфном состоянии, также наблюдается минимум [34–37].

На наш взгляд, обнаруженные нами аномалии на зависимости  $\rho(T)$  не представляется возможным объяснить аморфным состоянием образцов Al и Cu, по крайней мере, по двум причинам. Во-первых, на зависимости  $\rho(T)$  аморфных материалов наблюдается только минимум, хотя, как и в эффекте Кондо, с понижением температуры после минимума  $\rho(T)$  увеличивается по логарифмическому закону [36,37]. Во-вторых, нами исследовались поликристаллические образцы меди и алюминия. В недеформированных образцах, а также в отожженных при  $T_h = 0,75$  минимум на зависимости  $\rho(T)$  для них не наблюдается. Это согласуется с данными работы [29], где утверждается, что для чистого монокристаллического образца алюминия минимум на зависимости  $\rho(T)$  отсутствует. Согласно [26], деформированные металлические образцы имеют мелкозернистую структуру с размерами кристаллитов до субмикронной величины. И, несмотря на то, что при деформации возникают многочисленные дефекты [38], металл по-прежнему сохраняет кристаллическую структуру. Нами не обнаружены признаки аморфизаций образцов Al и Cu в результате их деформации или отжига.

Можно предположить, что наблюдаемые особенности обусловлены проявлением эффекта Кондо [9,10]. Тем более, что с понижением температуры после минимума электросопротивление растет по логарифмическому закону  $\rho \propto \ln(1/T)$  (рис. 7, кривая 1 и рис. 11, кривая 4, пунктир). Однако наши результаты противоречат результатам работы [6], в которой показано, что минимум на зависимости  $\rho(T)$ , обусловленный рассеянием на магнитных примесях в золоте, появлялся как раз в результате тщательного отжига, понижающего остаточное электросопротивление. При

пластической деформации образцов минимум на зависимости  $\rho(T)$  не наблюдается. В наших экспериментах именно для деформированных образцов обнаружен минимум на зависимости  $\rho(T)$  (см. рис. 7 и 11). Особенно показателен рис. 11, видно, что минимум на зависимости  $\rho(T)$  (кривая 4) появляется как результат изгибной деформации образца, отожженного при оптимальной температуре (кривая 3).

Известно, что деформация изменяет свойства меди, и при определенной степени пластической деформации происходит переход из диамагнитного в парамагнитное состояние [39]. Последующий отжиг деформированного образца меди снова переводит его в диамагнитное состояние. Известно также, что некоторые диамагнетики могут приобрести парамагнитные свойства и при сильном измельчении их кристаллитов [39]. В работе [40] отмечено, что при переходе в парамагнитное состояние при пластической деформации 3d-оболочки меди из полностью заполненной в диамагнитном состоянии [38] переходит в частично заполненную, в силу чего медь ведет себя как переходный металл [40]. Таким образом, в деформированном образце меди могут создаваться условия, необходимые для возникновения эффекта Кондо. Возможно, это является причиной того, что примесь меди, например, в золоте, приводит к появлению минимума на зависимости  $\rho(T)$  [8]. Заметим, однако, что попытки зафиксировать дислокационный магнетизм меди пока оказались безуспешными [2,17]. Поскольку особенности в поведении  $\rho(T)$  обнаружены не только для меди, но и для алюминия, они не могут быть обусловлены дислокационным магнетизмом.

## Заключение

Сформулируем основные результаты. В чистых образцах меди и алюминия обнаружены индуцированные пластической деформацией аномалии на температурной зависимости удельного электросопротивления  $\rho$ . Наряду с наблюдавшимся ранее многими авторами увеличением электросопротивления, обусловленным дислокационным вкладом при  $T > 10$  К, при понижении температуры на зависимости  $\rho(T)$  обнаружены аномалии в виде минимума, плато или минимума с последующим максимумом. Особенности на зависимости  $\rho(T)$  при  $T < 10$  К более чувствительны к деформационному состоянию металлов, чем увеличение  $\rho$ , обусловленное дислокационным вкладом при  $T > 10$  К. Ни одна из известных нам теоретических моделей на сегодняшний день не предсказывает

вает аномалий на зависимости  $\rho(T)$ , вызываемых пластической деформацией при  $T < 10$  К.

Установлено, что при низких температурах удельное электросопротивление  $\rho$  сильно деформированных образцов меди и алюминия имеет сложную зависимость от размеров кристаллитов  $d$ . При этом характер зависимости  $\rho(d)$  различен в области температур, где удельное сопротивление определяется электрон-фононным взаимодействием, и в области остаточного электросопротивления.

Экспериментально показано, что значения поверхностных сопротивлений  $R_s$ , рассчитанного по измеренному  $\rho$  и полученного экспериментально в области аномального скин-эффекта, совпадают только в случае, когда средняя длина свободного пробега электронов меньше размеров кристаллита.

В заключение выражаем благодарность В. Д. Нацiku и С. В. Лубенцу за полезные обсуждения результатов работы.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Украины, Договор N2M/75-2000.

1. W. J. De Haas, J. de Boer, and G. J. van der Berg, *Physica* **1**, 1115 (1934).
2. T. H. Blewitt, R. R. J. Coltman, and J. K. Redman, *Phys. Rev.* **93**, 891 (1954).
3. R. W. Schmitt and V. D. Fiske, *Phys. Rev.* **96**, 1445 (1954).
4. R. W. Schmitt, *Phys. Rev.* **96**, 1446 (1954).
5. H. E. Алексеевский, Ю. П. Гайдуков, *ЖЭТФ* **31**, 947 (1956).
6. H. E. Алексеевский, Ю. П. Гайдуков, *ЖЭТФ*, **35**, 804 (1958).
7. *Физика низких температур*, Под ред. А. И. Шальникова, Изд-во Иностр. лит. (1959).
8. Б. Н. Александров, в кн.: *Физика конденсированного состояния*. ФТИНТ АН УССР, Харьков, Вып. VI, 52 (1970).
9. J. Kondo, *Progr. Theor. Phys.* **32**, 37 (1964).
10. А. А. Абрикосов, *Основы теории металлов*, Наука, Москва (1987).
11. Z. S. Basinski, J. S. Dugdale, and A. Howie, *Philos. Mag.* **8**, 1989 (1963).
12. Troy W. Barbee, R. A. Huggins Jr, and W. A. Little, *Philos. Mag.* **14**, 255 (1966).
13. Z. S. Basinski and S. Saimoto, *Can. J. Phys.* **45**, Part 3, 1161 (1967).
14. J. G. Rider and C. T. B. Foxon, *Philos. Mag.* **16**, 1133 (1967).
15. В. Ф. Гантмахер, Г. И. Кулеско, *ЖЭТФ*, **67**, 2335 (1974).
16. R. A. Brown, *Phys. Rev.* **156**, 889 (1967).
17. С. В. Божокин, Н. В. Душин, *ФТТ* **19**, 1826 (1977).
18. Г. И. Кулеско, *ЖЭТФ* **75**, 171 (1978).
19. В. Д. Нацik, Л. Г. Потемина, *ЖЭТФ* **79**, 2398 (1980).
20. А. Е. Кошелев, *ФТТ* **26**, 3190 (1984).
21. С. И. Мухин, *ЖЭТФ* **91**, 140 (1986).
22. А. Ю. Касумов, В. Н. Матвеев, *ФТТ* **18**, 3724 (1976).

23. А. Ю. Касумов, Ч. В. Копецкий, Л. С. Коханчик, В. Н. Матвеев, *ФТТ* **23**, 271 (1981).
24. А. О. Федотов, Л. П. Межов-Деглин, А. Ю. Касумов, *ФТТ* **23**, 31 (1981).
25. С. С. Горелик, *Рекристаллизация металлов и сплавов*, Металлургия, Москва (1978).
26. М. Беккерт, Х. Клемм, *Справочник по металлографическому травлению*, Металлургия, Москва (1979).
27. М. Н. Офицеров, Н. Н. Пренцлау, Н. А. Кучерявенко, А. П. Бескорый, Н. М. Левченко, *Система регулирования и стабилизации температуры с цифровым управлением*. Препринт ФТИНТ АН УССР. 47-88, Харьков (1988).
28. R. G. Chambers, *Proc. Roy. Soc. A* **215**, 481 (1952).
29. Б. Н. Александров, И. Г. Дьяков, *ЖЭТФ* **43**, 852 (1962).
30. И. Ф. Волошин, В. В. Лаврова, Л. М. Фишер, В. А. Юдич, в кн.: *Труды ВЭИ* **86**, 3 (1976).
31. И. Ф. Волошин, Л. М. Фишер, в кн.: *Криогенная электродинамика и энергетика*, Наукова думка, Киев (1977), с.50.
32. D. B. Poker and C. E. Klabunde, *Phys. Rev.* **B26**, 7012 (1982).
33. Р. Н. Гуржи, *ЖЭТФ* **47**, 1415 (1964).
34. И. В. Золотухин, *Физические свойства аморфных металлических материалов*, Металлургия, Москва (1986).
35. Р. Харрис, Дж. Стром-Ольсен, в кн.: *Металлические стекла*, Г. Бек, Г. Гюнтеродт (ред.), Мир, Москва (1986).
36. R. W. Cochrane, R. Harris, I. O Ström-Olson, and M. J. Zuckermann, *Phys. Rev. Lett.* **35**, 676 (1975).
37. J-E. Wegrowe, A. Comment, Y. Jaccard, and J-Ph. Ansermet, *Phys. Rev.* **B61**, 12216 (2000).
38. Ч. Уэрт, Р. Томсон, *Физика твердого тела*, Мир, Москва (1969).
39. Б. Г. Лившиц, *Физические основы металлов и сплавов*, Машгиз, Москва (1959).
40. Я. С. Уманский, Ю. А Саков, *Физика металлов. Атомное строение металлов и сплавов*, Атомиздат, Москва (1978).

### Low temperature anomalies of electric resistance of copper and aluminium polycrystals induced by plastic deformation

V. M. Dmitriev, I. L. Lebedeva,  
and N. N. Prentslau

The temperature dependence of electric resistivity  $\rho$  of pure Al and Cu polycrystals subjected to plastic deformation is studied at temperatures ranged from 4.2 to 300 K. Applying thermal treatment as a technique permitting to vary the grain size  $d$  and the structure of the metal sample, we could investigate the temperature dependence of  $\rho$  upon the relation between  $d$  and the mean free path  $l_e$  and upon the structure condition of Cu and Al. Below 10 K the dependences  $\rho(T)$  for the deformed Cu and Al polycrystals display minima and maxima. At higher temperatures one can observe a complex dependence  $\rho(d/l_e)$ . It is found that in the region of anomalous skin-effect, the theoretical and experimental values of surface resistance  $R_s$  coincide only if the electron mean free path of is shorter than the grain size.