Физика низких температур, 2002, т. 28, № 5, с. 522–531

Особенности низкотемпературной пластичности монокристаллов Pb–In

Н. В. Исаев, В. С. Фоменко, В. В. Пустовалов, И. С. Брауде

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

Статья поступила в редакцию 26 декабря 2001 г.

Исследованы температурные зависимости параметров пластичности монокристаллов Pb–In с концентрацией индия 1–20 ат.%, деформированных растяжением с постоянной скоростью в интервале температур 4,2–295 К. В результате анализа экспериментальных данных получены эмпирические оценки основных параметров дислокационно-примесного взаимодействия и коэффициента динамического трения дислокаций. Рассчитанные значения этих параметров соответствуют представлениям о последовательном переходе при охлаждении от термически активированного движения дислокаций через локальные примесные барьеры к термоинерционному. Вместе с тем при повышении концентрации индия (до 20 ат.%) существенное влияние на низкотемпературные механизмы движения дислокаций начинают оказывать области ближнего порядка (кластеры), наличие которых зарегистрировано методом рентгеновского диффузного рассеяния.

Досліджено температурні залежності параметрів пластичності монокристалів Pb–In з концентрацією індію 1–20 ат.%, деформованих розтягненням з постійною швидкістю в інтервалі температур 4,2–295 К. Внаслідок аналізу експериментальних даних отримано емпіричні оцінки основних параметрів дислокаційно-домішкової взаємодії і коефіцієнта динамічного тертя дислокацій. Розраховані значення цих параметрів відповідають уявленням про послідовний перехід при охолодженні від термічно активованого руху дислокацій через локальні домішкові бар'єри до термоінерційного. Разом з тим при підвищенні концентрації індію (до 20 ат %) істотний вплив на низькотемпературні механізми руху дислокацій починають надавати області ближнього порядку (кластери), наявність яких зареєстровано методом рентгенівського дифузного розсіяння.

PACS: 62.20.Fe, 74.25.Ld

1. Введение

Точечные дефекты кристаллической решетки, образованные примесными атомами, являются основными препятствиями для подвижных дислокаций при пластической деформации ГЦК твердых растворов. В области умеренно низких температур на процесс открепления дислокации от примесного препятствия существенное влияние оказывают термические флуктуации: чем ниже температура, тем больше время ожидания дислокацией благоприятной термической флуктуации, и тем больше напряжение, которое требуется приложить к кристаллу для поддержания заданной скорости деформации [1].

Проанализировав экспериментальные зависимости напряжения течения от температуры деформации и концентрации примеси, можно оценить основные параметры термически активированной пластичности, получить информацию о параметрах примесных барьеров и статистике их распределения вдоль линии дислокации. Методика такого анализа, развитая в [1,2], допускает надежные оценки соответствующих параметров только при соблюдении ряда экспериментальных условий. В случае ГЦК кристаллов к ним относятся: 1) широкий интервал температур деформа-

© Н. В. Исаев, В. С. Фоменко, В. В. Пустовалов, И. С. Брауде, 2002

ции, в котором она осуществляется путем скольжения дислокаций, а влияние диффузионных процессов несущественно; 2) измерение, кроме температурной зависимости критического напряжения сдвига $\tau_0(T)$, дифференциальных характеристик пластичности (чувствительности напряжения к скорости $\delta\tau/\delta \ln \dot{\varepsilon}$ и температуре $\delta\tau/\delta T$ деформации); 3) широкий интервал концентраций примесей и их гомогенное распределение в объеме кристалла. Последнее условие подразумевает, что концентрация локальных барьеров заранее известна и соответствует атомной концентрации примеси.

При соблюдении перечисленных выше условий ранее удалось показать, что пластичность ряда твердых растворов на основе свинца действительно определяется термически активированным открепленнем дислокаций от примесных атомов при температурах деформации ниже 140–170 К [3–5]. Вместе с тем, поскольку концентрация примесей в исследованных сплавах не превышала 6 ат.%, остается неясным, как дальнейшее повышение концентрации отразится на их механизмах низкотемпературной пластической деформации. Решению этой задачи посвящена настоящая работа.

2. Методика эксперимента

Удобным объектом для исследований является система Pb–In. Во-первых, ее элементы обладают высокой взаимной растворимостью [6]. Во-вторых, в сплавах с концентрацией индия 10–20 ат.% могут возникать области ближнего порядка, способные повлиять на пластичность. Наконец, благодаря заметной разнице коэффициентов атомного рассеяния свинца и индия такие области могут быть зарегистрированы, например методом диффузного рассеяния рентгеновских лучей [7].

В настоящей работе исследовались монокристаллы Pb–In с содержанием In: 1; 5; 10 и 20 ат.%. Чистота исходных материалов для приготовления сплавов составляла: Pb — 99,999%, In — 99,997%. Монокристаллы выращивали методом Бриджмена в разборной графитовой форме [8], позволяющей получать от одной затравки серию из 10 образцов заданной ориентации. Размеры рабочей части образца составляли 15×3×1 мм. Ориентация оси растяжения для всех образцов находилась вблизи направления [110].

Кривые деформационного упрочнения $\tau(\varepsilon)$ (τ — сдвиговое напряжение, ε — сдвиговая деформация) были рассчитаны по кривым «нагрузка — время», полученным при растяжении образца с постоянной скоростью $\dot{\varepsilon} = 1{,}1\cdot10^{-4}\text{с}^{-1}$ в температурном интервале $T =$ 4,2–295 К на низкотемпературной деформационной установке с криостатом ^{4}He. Контроль температуры образца осуществляли с помощью трех термометров сопротивления, прикрепленных к его различным точкам. Относительная погрешность измерения температуры образца не превышала 10^{-2}.

Значение критического напряжения сдвига τ_0 определяли по отклонению начального участка кривой $\tau(\varepsilon)$ от закона Гука. Пользуясь значительной протяженностью стадии легкого скольжения, в ряде случаев образец нагружали 3–4 раза до τ_0 при различных температурах. С учетом упрочнения при каждом нагружении, значения τ_0 соответствовали значениям, определяемым по кривой $\tau(\varepsilon)$ при фиксированной температуре.

При $T < T_c \cong$ 7 К (T_c — критическая температура сверхпроводящего перехода сплава) образец помещали в магнитное поле сверхпроводящего соленоида, что позволяло проводить измерения в нормальном и сверхпроводящем состояниях.

В процессе деформирования кроме τ_0 измеряли также приращение деформирующего напряжения $[\Delta\tau(\dot{\varepsilon})]_T$ при скачкообразном увеличении скорости деформирования в 10 и 100 раз по сравнению с $\dot{\varepsilon} = 1{,}1\cdot10^{-5}\text{с}^{-1}$. Чтобы уменьшить неконтролируемое влияние деформационных дефектов, величину $\Delta\tau$ определяли путем экстраполяции зависимости $\Delta\tau(\tau)$ в точку $\tau = \tau_0$. Погрешность измерения напряжения составляла ± 1 кПа.

Рентгеноструктурные исследования сплавов с различным содержанием примеси проводили на порошках, полученных из недеформированных монокристаллов. Съемку дифрактограмм производили на дифрактометре ДРОН-2.0 в излучении Cu–K_α анода (с Ni-фильтром) при комнатной температуре по схеме θ–2θ с использованием коллимационных щелей. Интенсивность рассеяния измеряли в интервале углов $10<2\theta<25°$ по точкам, суммируя число импульсов за 40 с через каждые $\Delta(2\theta) = 0{,}01°$.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

3.1. Температурные зависимости параметров пластичности

Экспериментальные температурные зависимости критического напряжения сдвига (КНС) $\tau_0(T)$ и скоростной чувствительности деформирующего напряжения $\Delta\tau(T)$ для монокристаллов Pb–In представлены на рис. 1, 2.

Для всех изученных сплавов на зависимостях $\tau_0(T)$ можно выделить три участка (рис. 1): при понижении температуры в интервале $T =$ 295–150 К величина τ_0 практически не изменяется,

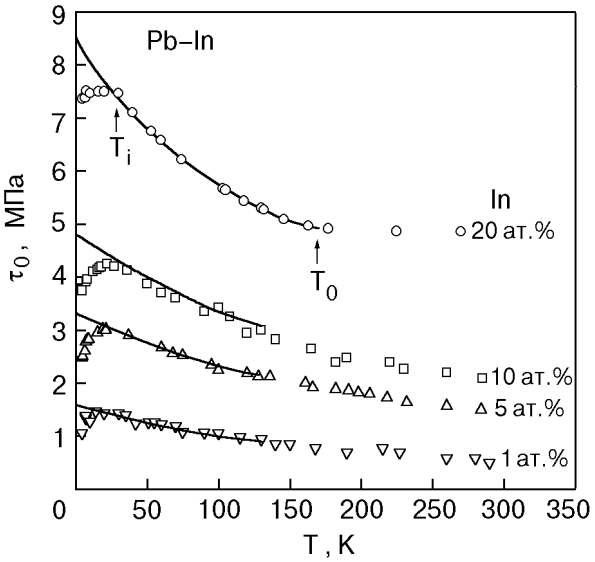

Рис. 1. Температурные зависимости критического напряжения сдвига τ_0 монокристаллов Pb–In (ориентация оси растяжения вблизи [110], ниже T_c данные получены в магнитном поле, переводящем образец в нормальное состояние. Сплошные линии соответствуют теоретическому выражению (3). T_0 и T_i — пороговые температуры.

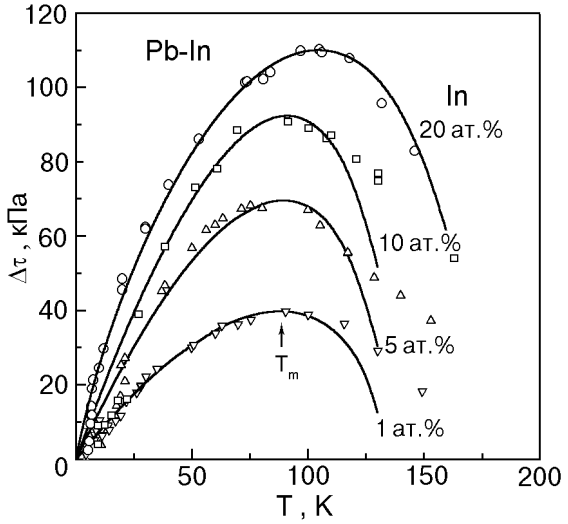

Рис. 2. Температурные зависимости чувствительности напряжения $\Delta\tau$ к изменению скорости деформирования $\dot{\varepsilon}_1/\dot{\varepsilon}_2 = 10$. Сплошные линии соответствуют теоретическому выражению (4). T_m — температура максимальной чувствительности.

при T = 150–30 К она возрастает, достигая максимального значения $\tau_0(T_i)$, а при $T < T_i$ падает. Температурные границы указанных интервалов и абсолютные значения $\tau_0(T)$ зависят от концентрации атомов примеси C.

Ниже критической температуры сверхпроводящего перехода T_c наблюдается известный эффект разупрочнения: переход образца из нормального в сверхпроводящее состояние сопровождается падением КНС приблизительно на 10%. Температурная зависимость этого эффекта оказалась подобной той, которая наблюдалась и обсуждалась ранее в [4,5] для других свинцовых сплавов, поэтому на рис. 1 она не приводится.

Температурная зависимость чувствительности напряжения $\Delta\tau(T)$ для всех исследованных сплавов представляет собой кривую с максимумом при $T_m \simeq$ 90–110 К (рис. 2). При росте концентрации примеси величина $\Delta\tau(T_m)$ существенно возрастает, но температура T_m меняется незначительно.

В области $T >$ 200 К величина $\Delta\tau(T)$ убывает и становится отрицательной, а на кривых $\tau(\varepsilon)$ наблюдаются признаки нестабильного (скачкообразного) пластического течения, которые свидетельствуют о влиянии диффузии на неупругую деформацию и деформационном старении при повышенных температурах.

Зарегистрированные в настоящей работе температурные зависимости параметров пластичности $\tau_0(T)$ и $\Delta\tau(T)$ для сплавов Pb–In с различным содержанием примеси качественно подобны тем, что наблюдались для Pb–Sn [3], Pb–Sb [4] и Pb–Bi [5].

3.2. Термически активированная пластичность

Во всем изученном интервале концентраций атомов примеси экспериментально наблюдаемые зависимости $\tau_0(T,C)$ и $\Delta\tau(T,C)$ для монокристаллов Pb–In, деформированных с постоянной скоростью при температурах 30 К < T < 150 К, характерны для дислокационной пластической деформации, происходящей вследствие термически активированного движения дислокаций через локальные барьеры, образованные примесными атомами. В таких случаях связь между скоростью пластической деформации $\dot{\varepsilon}$, деформирующим напряжением τ_0 и температурой T определяется классическим уравнением Аррениуса:

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

где $\tau^* = \tau_0 - \tau_i$ — эффективное напряжение, представляющее собой разность между деформирующим τ_0 и дальнодействующим (внутренним) τ_i напряжениями; $H(\tau^*)$ — эффективная энергия (энтальпия) активации, конкретный вид которой зависит от силового закона взаимодействия дис-

локации с центром закрепления и статистики распределения этих центров вдоль дислокационной линии.

Для различных моделей твердорастворного упрочнения зависимость энтальпии активации от напряжения хорошо аппроксимируется общим выражением [1]:

$$H(\tau^*) = H_0\left[1 - \left(\frac{\tau^*}{\tau_c}\right)^p\right]^q, \qquad (2)$$

где H_0 — энергетический параметр дислокационно-примесного взаимодействия, характерный для конкретной примеси, а τ_c — критическое напряжение безактивационного движения дислокации через примесные барьеры. Показатели степени p и q — численные параметры порядка единицы, конкретные значения которых зависят от формы барьеров и статистики их распределения вдоль линии дислокации.

Для анализа экспериментально изученных характеристик пластичности из соотношений (1) и (2) можно получить их явные выражения:

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

$$\left(\frac{\Delta\tau}{\Delta\ln\dot{\varepsilon}}\right)_T = \left(\frac{\tau_c}{pqA}\right)\left(\frac{T}{T_0}\right)^{1/q}\left[1 - \left(\frac{T}{T_0}\right)^{1/q}\right]^{\frac{1-p}{p}}. \qquad (4)$$

Здесь использованы обозначения $A = \ln(\dot{\varepsilon}_0/\dot{\varepsilon})$; $T_0 = H_0/kA$.

Воспользовавшись схемой термоактивационного анализа, предложенной в [1] и развитой в [2], сопоставим соотношения (3) и (4) с экспериментальными зависимостями, , представленными на рис. 1, 2, и рассчитаем оптимальные эмпирические значения параметров теории p, q, τ_i, τ_c, A, H_0.

Прежде всего проанализируем экспериментальную зависимость $\Delta\tau(T)$, для которой выражение (4) не содержит параметра τ_i. Это позволит избежать погрешностей, связанных с отсутствием надежных методов измерения $\tau_i(T)$ в области низких температур [9]. Как показали расчеты, для всех концентраций примеси выражение (4) (сплошные линии на рис. 2) удовлетворительно описывает экспериментальные данные, если принять указанные в таблице эмпирические значения соответствующих параметров. Из таблицы видно, что для сплавов Pb–1; 5; 10 ат.% In значения p, q одинаковы, а значения T_0 близки между собой. В то же время для сплава Pb– 20 ат.% In характерны свои оптимальные значения ряда параметров, в частности большая величина T_0.

Таблица

Эмпирические значения теоретических параметров

C, ат.%	T_0, К (4)	T_0, К (3)	p	q	A	τ_c, МПа (4)	τ_c, МПа (3)	τ_i МПа	H_0, эВ	T_i, К
1	132	132	0,67	1	21	0,6	0,6	0,8	0,22	14
5	134	138	0,67	1	25	1,05	0,95	2,14	0,25	25
10	135	137	0,67	1	25	1,4	1,4	3,10	0,26	27
20	165	170	0,62	1,2	36	3,4	3,5	4,92	0,50	26

Согласно выражению (4), из отношения τ_c/A можно вычислить τ_c, если независимым образом оценить параметр A. Для этого путем численного дифференцирования зависимостей $\tau_0(T)$, представленных на рис. 1, найдем эмпирические значения производной $d\tau_0/dT$. Поскольку зависимость $\tau_i(T)$ для свинцовых сплавов слабая, будем считать, что $d\tau_i/dT << d\tau_0/dT$ и воспользуемся соотношением

$$A = -T\left(\frac{\Delta\tau}{\Delta\ln\dot{\varepsilon}}\right)_T^{-1}\left(\frac{d\tau_0}{dT}\right)_{\dot{\varepsilon}}. \qquad (5)$$

Оценки параметра A с помощью выражения (5) при различных температурах показали, что в интервале 30–150 К величина A практически не зависит от температуры и слабо меняется при изменении концентрации примеси от 1 до 10 ат.%. Соответствующие этому интервалу средние по температуре значения A приведены в таблице. Значения $A \cong 20$–25 характерны для большинства ГЦК твердых растворов [1, 3–5], а отсутствие температурной и концентрационной зависимости параметра A является одним из критериев применимости уравнения (1) и соотношения (2) для описания процесса пластического течения. Напротив, рассчитанные значения A для сплава с 20 ат.% индия существенно превышают величины, характерные для ГЦК твердых растворов.

Средним по температуре значениям A соответствуют приведенные в таблице значения параметра τ_c — критического напряжения безактивационного открепления дислокации от препятствия и значения характерного энергетического параметра препятствия $H_0 = kT_0A$.

Для сопоставления экспериментальных данных с выражением (3) примем в качестве эмпири-

ческой величины внутренних напряжений значения $\tau_i = \tau_0(T_0)$ и вычислим для каждой концентрации эмпирические значения $\tau^*(T)$ и значения КНС $\tau_0(T) = \tau_i + \tau^*(T) = \tau_0(T_0) + \tau^*(T)$. Как показано на рис. 1, в интервале умеренно низких температур выражение (3) (сплошные линии) удовлетворительно описывает экспериментальные зависимости $\tau_0(T)$ при выбранных ранее значениях p, q. Значения параметров T_0 и H_0, а также $\tau_c = \tau^*(T = 0)$, вытекающие из выражения (3), хорошо согласуются со значениями этих параметров, полученными из выражения (4).

Как видно из таблицы, при концентрациях индия от 1 до 10 ат.% параметр H_0 существенно не меняется, а его величина коррелирует с оценками, сделанными ранее для других твердых растворов на основе свинца. Так, в сплавах Pb–Sn H_0 составляет 0,22–0,24 эВ [3], в Pb–Bi — 0,25 эВ [5], в Pb–Sb — 0,33 эВ [4]. Эти значения согласуются с оценками мощности примесных барьеров в твердых растворах свинца, сделанными на основе других методов расчета [10,11]. Наблюдаемая корреляция значений характерного энергетического параметра H_0 позволяет утверждать, что, как и в цитированных работах, в случае монокристаллов Pb–1–10 ат.% In эффективными барьерами для дислокаций являются атомы примеси. Вместе с тем высокое значение $H_0 =$ 0,50 эВ для твердого раствора Pb–20 ат.% In противоречит такому выводу. Как и приведенные выше значения параметров A и T_0, величина H_0 представляется нехарактерной для точечного препятствия, образованного атомом замещения. Согласно выражению (2), можно предположить, что для подвижных дислокаций в концентрированном сплаве характерным является иной тип препятствия.

Наконец, следует отметить, что табличные значения критического $\tau_c = \tau^*(T = 0)$ и внутреннего τ_i напряжений, полученные в результате совместного анализа выражений (3) и (4), существенно зависят от концентрации примеси.

Дополнительным тестом, позволяющим оценить корректность выбора численных значений p и q, служит корреляция между значениями температур T_m и T_0, которая вытекает из формулы (4). Исследование формулы (4) на максимум приводит к соотношению $T_m = p^q T_0$. Для приведенных в таблице значений p и q это соотношение выполняется с точностью 10%.

Как известно, значение параметра p и вид зависимости $\tau_c(C)$ дают возможность получить представление о статистике распределения барьеров вдоль линии дислокации. Значение $p = 2/3$ относится к ситуации, когда средняя длина дислокационных сегментов L зависит от действующего на дислокацию напряжения τ^* (статистика Фриделя). В первом приближении для L справедливо выражение [12]

$$L \approx \left(\frac{2E_L b}{\tau^* C}\right)^{1/3}, \qquad (6)$$

а напряжение безактивационного отрыва дислокации от барьера определяется выражением

$$\tau_c = \left(\frac{2E_L}{b^2}\right)\delta^{3/2}C^{1/2}, \qquad (7)$$

где E_L — сила линейного натяжения дислокации; b — вектор Бюргерса; $\delta = f_m/2E_L$ — безразмерная «прочность» барьера (f_m — максимальная сила, необходимая для преодоления барьера без помощи термоактивации). Прямая на рис. 3,*а* показывает, что эмпирическая зависимость $\tau_c(C)$ действительно удовлетворяет выражению (7) в интервале $C = 1$–10 ат.%. Угол наклона прямой позволяет оценить силу f_m :

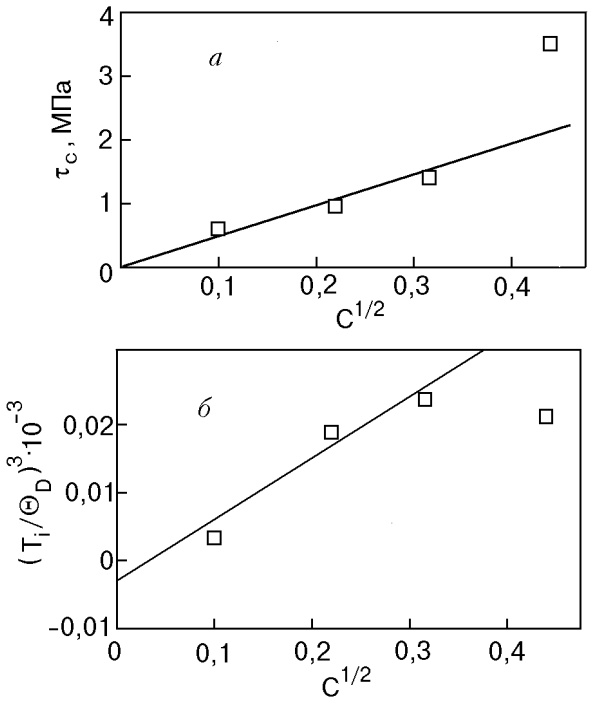

Рис. 3. Концентрационные зависимости критического напряжения безактивационного открепления дислокаций $\tau_c = \tau^*(T = 0)$, прямая соответствует теоретическому выражению (7) (*а*); пороговой температуры аномалии T_i, прямая соответствует выражению (12) при $\nu =$ 3) (*б*). Концентрация C приведена в абсолютных единицах.

$$\left(\frac{2E_L}{b^2}\right)\delta^{3/2} = \frac{f_m^{3/2}}{b^2(2E_L)^{1/2}} = 4{,}5\cdot 10^6 \text{ Па}. \qquad (8)$$

Используя соотношение (8), стандартную оценку $2E_L = Gb^2$, значения модуля сдвига $G = 10^{10}$ Па и вектора Бюргерса $b = 3{,}5\cdot 10^{-10}$ м для системы легкого скольжения в свинце, получаем значения $f_m = (0{,}9–1{,}2)\cdot 10^{-11}H$. Эти величины также хорошо согласуются с f_m в твердых растворах Pb–Bi, Pb–Sn, Pb – Sb [3–5].

Таким образом, оптимальное значение параметра p и вид концентрационной зависимости $\tau_c(C)$ для твердых растворов Pb–In свидетельствуют о том, что в интервале концентраций $C = 1–10$ ат.% распределение барьеров вдоль линии дислокации соответствует статистике Фриделя. Величина энергетического параметра H_0, максимальной силы f_m и предельной температуры T_0 характерны для барьеров, образованных атомами замещения в свинце. При $T > T_0$ эффективный вклад в деформирующее напряжение вносят дальнодействующие препятствия.

При увеличении концентрации примеси до 20 ат.% In общий вид экспериментальных зависимостей $\tau_0(T)$ и $\Delta\tau(T)$, а значит и термически активированный характер пластической деформации, сохраняются. Однако, как показал термоактивационный анализ, концентрированный сплав, видимо, содержит дополнительные препятствия, для которых характерны высокие значения параметров τ_c , T_0 , H_0. Их концентрация не соответствует исходной атомной концентрации примеси и требует независимой оценки, а распределение вдоль дислокации не описывается статистикой Фриделя.

3.3. Низкотемпературные аномалии пластичности

Описанные выше закономерности пластического течения сплавов Pb–In нарушаются в области низких температур. При $T <$ 30 К температурные зависимости измеренных характеристик пластичности $\tau_0(T)$ и $\Delta\tau(T)$ отклоняются от теоретических закономерностей (3) и (4), характерных для термически активированного процесса, описываемого уравнением (1) и соотношением (2) (см.рис.1, 4). Подобные отклонения получили название низкотемпературных аномалий пластичности.

Так, при деформации монокристалла Pb–In, охлажденного до температуры ниже некоторой характерной температуры T_i, вопреки выражению (3), меняется знак производной $(d\tau_0/dT)_{\dot{\varepsilon}}$, а зависимость чувствительности деформирующего напряжения $\Delta\tau(T)$ к изменению скорости деформации падает быстрее, чем предсказывает (4) (см. рис. 4). При этом пороговая температура T_i аномальной пластичности, определяемая по экспериментальным кривым, возрастает с ростом концентрации примесей (см. таблицу).

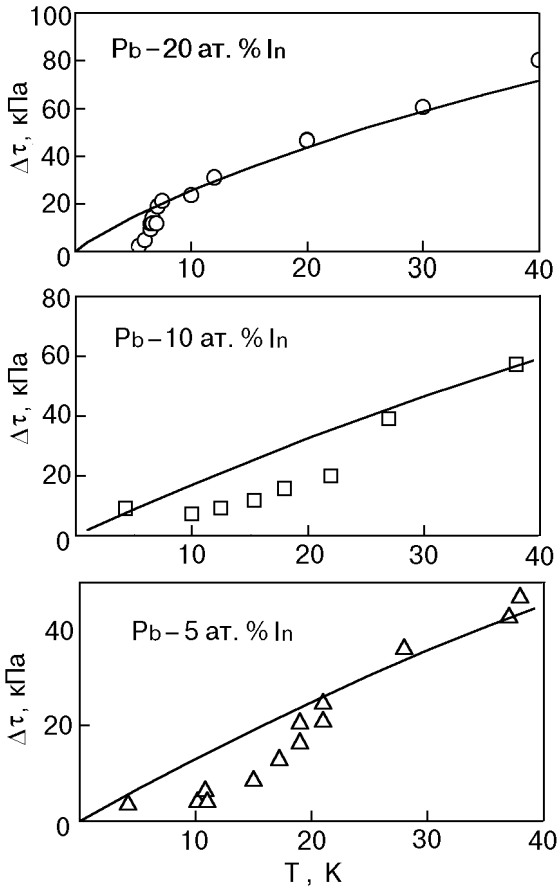

Рис. 4. Температурные зависимости чувствительности напряжения $\Delta\tau$ к изменению скорости деформирования в области аномальной пластичности. Сплошные линии соответствуют теоретическому выражению (4).

Физические механизмы, действием которых можно объяснить низкотемпературные аномалии пластичности, проанализированы в монографии [13]. Учитывая, что характер аномалий, наблюдаемых в настоящей работе, типичен для ГЦК твердых растворов на основе свинца, остановимся на гипотезах, которые в последнее время получили экспериментальное подтверждение.

Одной из основных причин низкотемпературных аномалий пластичности, наблюдаемых в интервале температур 20–40 К, являются инерционные свойства дислокаций [14,15]. Обладая собственной массой, дислокационный сегмент способен при понижении температуры перейти из задемпфированного в незадемпфированное состояние. Это происходит вследствие увеличения эф-

фективного напряжения $\tau^*(T)$ и убывания фононной компоненты $B_{ph}(T)$ коэффициента динамического трения дислокаций $B(T) = B_{ph}(T) + B_e$ (B_e — атермический вклад в торможение дислокаций электронами проводимости). В незадемпфированном состоянии время затухания собственных колебаний дислокационного сегмента составляет значительную часть времени ожидания благоприятной термической (или квантовой) флуктуации. В результате флуктуационный отрыв дислокации от отдельного барьера сопровождается безактивационным открепленением дислокации от нескольких соседних барьеров (анзиппинг). Условием незадемпфированности дислокационного сегмента длиной L является одновременное выполнение двух неравенств:

$$\tau_0 - \tau_i = \tau^* > 0{,}5\tau_c \ , \qquad (9)$$

$$BL < 2\pi(ME_L)^{1/2} \ , \qquad (10)$$

здесь M — линейная плотность массы дислокации.

Предположение о последовательном переходе при понижении температуры от термоактивационного к термоинерционному, а затем к квантовоинерционному механизму движения дислокаций через примесные барьеры позволило полностью описать низкотемпературные аномалии пластичности твердых растворов Pb–Sn, Pb–Sb и Pb–Bi [3–5].

Нетрудно убедиться, что при $T \approx T_i$ условия (9) и (10) выполняются для всех изученных в настоящей работе сплавов. Величина $\tau^* > 0{,}5\tau_c$ уже при $T \approx 50$ К. Для проверки условия (10) воспользуемся приближенными оценками $E_L \approx \approx 0{,}5\, b^2$, $M \approx 0{,}5\rho b^2$ (ρ — плотность кристалла). Приняв для коэффициента трения в области низких температур характерное для свинцовых сплавов значение $B = (3–4)\cdot 10^{-5}$нм$^{-2}$с [16], вновь полагая $G \approx 10^{10}$ Па, $b \approx 3{,}5\cdot 10^{-10}$ м, а $\rho \approx 10^4$ кг/м^3, получим, что условие (14) выполняется при $L < 10^{-7}$м. Согласно соотношению (7), при $\tau^* \approx 0{,}5\tau_c$ с учетом выражения (6) длина сегмента составляет величину $L \approx 10^{-7}$м уже при минимальной концентрации примеси $C = 0{,}1$ ат.%.

Совместное влияние инерционных эффектов и термических флуктуаций на движение дислокаций через препятствие наиболее последовательно рассмотрено с помощью методов машинного моделирования в работе [17]. Согласно построенной термоинерционной модели, признаками проявления инерционных свойств дислокации при понижении температуры являются: уменьшение до нуля и изменение знака производной $d\tau^*/dT$; резкое уменьшение скоростной чувствительности деформирующего напряжения (увеличение активационного объема) как следствие квазидинамического характера движения; возникновение аномалий только при наличии примесных барьеров; повышение пороговой температуры аномалии T_i с ростом концентрации примеси. Низкотемпературные особенности пластичности, наблюдаемые в настоящей работе для сплавов Pb–In, качественно согласуются с признаками термоинерционной модели. Единственное противоречие заключается в том, что с ростом концентрации индия до 20 ат.% пороговая температура T_i не возрастает, как предсказывает модель.

Таким образом, в области концентраций 1–10 ат.% низкотемпературные аномалии пластичности сплавов Pb–In определяются теми же физическими механизмами, которые привлекались для объяснения аномалий пластичности, наблюдавшихся при $T <$ 20–30 К в сплавах Pb–Sn, Pb–Sb и Pb–Bi [3–5], в частности термоинерционным механизмом движения дислокаций через локальные примесные барьеры. Противоречиво низкое значение T_i в случае концентрированного сплава может свидетельствовать о появлении в его структуре дополнительных препятствий, которые нарушают условия (9) и (10) перехода дислокации в незадемпфированное состояние.

3.4. Коэффициент динамического трения дислокаций

Модель термоинерционного движения дислокаций и экспериментальные данные о пороговой температуре аномальной пластичности $T_i(C)$ позволяют оценить величину и температурную зависимость коэффициента динамического торможения дислокации $B(T)$. Схема такой оценки, предложенная в [18], успешно применялась к ГЦК твердым растворам на основе свинца и алюминия в [19].

Согласно термоинерционной модели, пороговая температура T_i повышается с ростом концентрации примесных барьеров. При выполнении неравенства $\tau^* > 0{,}5\tau_c$ зависимость $T_i(C)$ должна удовлетворять условию

$$B(T)L(\tau^*, C) = 2\pi(ME_L)^{1/2},$$

в котором температурная зависимость $B(T)$ определяется фононной компонентой трения. При $T < \Theta_D$ (Θ_D– температура Дебая) фононный вклад в динамическое трение дислокаций доста-

точно хорошо аппроксимируется степенной функцией [20], поэтому для $B(T)$ можно воспользоваться выражением

$$B(T) = B_e + \eta\left(\frac{T}{\Theta_D}\right)^{\nu}, \qquad (11)$$

где $\eta = \text{const}$, а значение показателя ν зависит от конкретного механизма фононного трения. Учитывая, что в нашем случае $L(\tau^*,C)$ определяется выражением (6), полагая $\tau^* \approx \tau_c$ и принимая во внимание зависимость $\tau_c(C)$ (см. выражение (7)), можно ожидать выполнения соотношения

$$\eta\left(\frac{T}{\Theta_D}\right)^{\nu} = \alpha C^{1/2} - B_e, \qquad (12)$$

где $\alpha = 2\pi(ME_L\delta/b^2)^{1/2}$. Соответствующая прямая на рис. 3,*б* иллюстрирует выполнение соотношения (12) для всех T_i, кроме значения, характерного для сплава с 20 ат.% In, если принять $\Theta_D =$ 94–98 К [19], $\nu =$ 3, $\eta = 10\alpha$. Значение $\nu = 3$ соответствует случаю, когда торможение дислокаций определяется процессом неупругого рассеяния дислокационными линиями тепловых фононов (флаттер-эффект) [20]. Для коэффициента η в формуле (11) получаем эмпирическую оценку $\eta=10\alpha \cong 7\cdot10^{-3}$ Па·с. Экстраполируя прямую на рис. 3,б до пересечения с осью ординат, получаем эмпирическое значение коэффициента электронного трения $B_e = 2\cdot10^{-5}$ Па·с. Эта величина хорошо согласуется с экспериментальной оценкой коэффициента электронного трения в нормальном состоянии $B_{eN} = 3{,}6\cdot10^{-5}$ Па·с для сплава Pb–10 ат.% In [16].

3.5. Интенсивность диффузного рассеяния рентгеновских лучей

Анализ экспериментальных данных о низкотемпературной пластической деформации показал, что сплав Pb– 20 ат.% In отличается рядом особенностей, нехарактерных для свинцовых сплавов с меньшим содержанием примесей. Можно предположить, что эти особенности обусловлены появлением в структуре концентрированного сплава дополнительных препятствий, нарушающих низкотемпературные механизмы дислокационно-примесного взаимодействия в идеальном твердом растворе. Для выяснения природы таких препятствий проведены рентгеноструктурные исследования.

Распределение интенсивности диффузного рассеяния рентгеновских лучей твердыми растворами представлено на рис. 5. Благодаря существен-

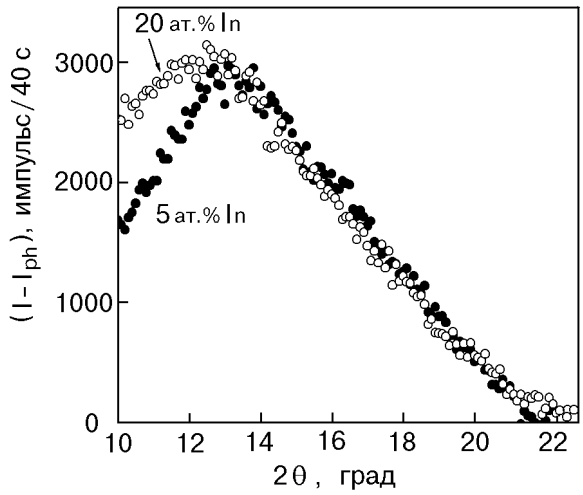

Рис. 5. Распределение интенсивности диффузного гало в сплавах Pb–5 и 20 ат.% In. I_{ph} — интенсивность фонового рассеяния.

ной разнице коэффициентов атомного рассеяния свинца и индия видно, что в области углов рассеяния $\theta < 25°$ для $C = 5$ ат.% и 20 ат.% индия наблюдается высокий уровень интенсивности диффузного гало. При малых углах рассеяния приведенная интенсивность диффузного гало — $I - I_{ph}$ (I_{ph}— фоновая интенсивность) для сплава $C = 20$ ат.% оказалась выше. Как следствие, значение интеграла распределения интенсивности рассеяния для Pb – 20 ат.% In на 7–10% больше, чем для Pb–5 ат.% In.

Наблюдаемое приращение интенсивности диффузного гало может быть обусловлено локальным упорядочением атомов, размерным, тепловым и комптоновским эффектами, а также статическими смещениями. Учитывая, что в нашем случае концентрация индия не превышает предел растворимости, а массы облученных образцов одинаковы, в первом приближении можно предположить, что при малых θ вклад теплового и комптоновского рассеяний не зависит от концентрации. Интенсивность диффузного рассеяния, связанного со статическим смещением, как правило, также мала при малых углах рассеяния. Роль размерного несоответствия атомов (соотношения атомных диаметров) зависит от того, насколько это соотношение в сплаве отличается от соотношения атомных диаметров в чистом металле. Проведенный в работе [7] анализ диффузного рассеяния рентгеновских лучей для системы Pb–In при концентрациях индия 20–60 ат.% показал, что вклад размерного эффекта наравне с тепловым, комптоновским и статическим эффектами незначителен. Интенсивность диффузного рассеяния при малых

углах обусловлена в этой системе главным образом локальным упорядочением атомов. Как показали расчеты, параметр ближнего порядка принимает отрицательные значения, что соответствует образованию в сплаве кластеров, количество которых в единице объема возрастает с ростом концентрации примеси.

Наблюдаемое нами в работе приращение интегральной интенсивности диффузного рассеяния для Pb–20 ат.% In также подтверждает возрастание роли кластеров в рассеянии рентгеновских лучей. Такие кластеры являются эффективными препятствиями для подвижных дислокаций и могут стать причиной обнаруженных в концентрированном сплаве особенностей низкотемпературной пластической деформации.

4. Заключение

1. Параметры низкотемпературной пластичности изученных монокристаллов Pb–In сложным образом зависят от температуры деформации. Анализ температурных зависимостей этих параметров показал, что в интервале температур $T_i < T < T_0$ взаимодействие дислокаций с примесными препятствиями носит термически активированный характер во всем изученном интервале концентраций индия.

2. В интервале концентраций $C = 1–10$ ат.% распределение препятствий, преодолеваемых с помощью термофлуктуаций, вдоль линии дислокации соответствует статистике Фриделя, а их энергетические параметры характерны для барьеров, образованных отдельными атомами замещения. В концентрированном сплаве (при концентрации примеси до 20 ат.% In) существенное влияние на движение дислокаций могут оказывать дополнительные препятствия типа кластеров, количество которых растет с концентрацией примеси.

3. При $T < T_i$ низкотемпературные аномалии пластичности сплавов Pb–In объясняются проявлением инерционных свойств дислокаций и согласуются с термоинерционной моделью их движения через примесные атомы. Аномалии пластичности в концентрированном сплаве, содержащем кластеры, не описываются в рамках термоинерционной теории, развитой для однотипных точечных препятствий.

Авторы выражают благодарность В. Д. Нацику и В. П. Солдатову за полезные дискуссии, а также Ю. Г. Казарову за приготовленные для исследований монокристаллы.

1. U. F. Kocks, A. S. Argon, and M. F. Ashby, *Progr. Mater. Sci. Oxford,* Pergamon Press. **19**, 288 (1975).
2. V. D. Natsik, H.-J. Kaufmann, *Phys. Status Solidi* **A65**, 571 (1981).
3. И. А. Шепель, Л. Н. Загоруйко, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, В. П. Солдатов, *ФНТ* **17**, 390 (1991).
4. Н. В. Исаев, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, И. А. Шепель, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **18,** 911 (1992).
5. Н. В. Исаев, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, В. С. Фоменко, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **24,** 786 (1998).
6. M. Hansen and K. Anderko, *Constitution of Binary Alloys*, McGraw-Hill Book Comp. Inc., New York (1958).
7. Y. Koike, *J. Phys. Soc. of Jpn.* **29,** 1235 (1970).
8. Ю. Г. Казаров, в кн.: *Физика конденсированнного состояния,* Харьков (1973) **11,** с. 100.
9. V. I. Dotsenko, *Phys. Status Solidi* **B54**, 99 (1979).
10. I. Van der Planken and A. Deruyttere, *J. Mat. Science* **4**, 499 (1969).
11. В. П. Солдатов, В. Д. Нацик, Л. Г. Иванченко, *ФНТ* **22,** 1087 (1996).
12. J. Friedel, *Dislocation,* Pergamon Press (1964).
13. В. И. Доценко, А. И. Ландау, В. В. Пустовалов, *Современные проблемы низкотемпературной пластичности материалов,* Наукова думка, Киев (1987).
14. A. V. Granato, *Phys. Rev.* **B4**, 2196 (1971).
15. Schwarz , R. D. Isaak, and A. V. Granato, *Phys. Rev. Lett.* **38,** 554 (1977).
16. V. R. Parameswaran and J. Weertman, *Met. Trans.* **2**, 1233 (1971).
17. A. I. Landau, *Phys. Status Solidi* **A61**, 555 (1980); *ibid* **65**, 119 (1981).
18. В. А. Москаленко, В. Н. Ковалева, В. Д. Нацик, В. В. Пустовалов, С. Э. Шумилин, *ФНТ* **22,** 1459 (1996).
19. Н. В. Исаев, В. Д. Нацик, В. С. Фоменко, *ФНТ* **25**, 987 (1999).
20. В. И. Альшиц, В. Л. Инденбом, *УФН* **115,** 1 (1975).

Peculiarities of low temperature plasticity of Pb–In single crystals

N. V. Isaev, V. S. Fomenko, V. V. Pustovalov, and I. S. Braude

The temperature dependences of plasticity parameters of Pb-In single crystals (indium content 1–20 at.%) tensile deformed at a constant strain rate in the temperature range 4.2–295 K were studied. Analysis of the experimental data permitted the empiric estimates of

the basic parameters of dislocation-impurity interaction and of the dynamic drag coefficient for dislocations to be obtained. The calculated values of the parameters correlate with the concepts of successive transition on cooling from the thermally activated motion of dislocations through local impurity barriers to a thermally inertial one. However, an increase of indium concentration (up to 20 ат.%) essentially affects the low temperature mechanisms of dislocation motion due to short-range order domains (clusters) registered by the x-ray diffuse scattering method.