

## Статистический анализ низкотемпературного дислокационного пика внутреннего трения (пик Бордони) в наноструктурной меди

Е.Н. Ватажук<sup>1</sup>, В.Д. Нацик<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. Ленина, 47, г. Харьков, 61103, Украина  
E-mail: vatazhuk@ilt.kharkov.ua

<sup>2</sup>Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина  
пл. Свободы, г. Харьков, 461077, Украина

Статья поступила в редакцию 25 февраля 2011 г.

Проанализирована частотно-температурная зависимость внутреннего трения в наноструктурных образцах Cu и волокнистого композита Cu–32 об.%Nb с размерами фрагментов структуры ~200 нм. Для такого анализа использованы результаты выполненных ранее экспериментов, в которых на температурной зависимости декремента колебаний (частота 73–350 кГц) зарегистрирован характерный для сильно деформированной меди пик Бордони, локализованный вблизи температуры 90 К. Этот пик обусловлен резонансным взаимодействием звука с системой термически активированных релаксаторов, но его ширина существенно больше ширины стандартного пика внутреннего трения с единственным временем релаксации. Выполнен статистический анализ пика на основе предположения, что причиной уширения является случайный разброс энергии активации релаксаторов вследствие сильного искажения кристаллической структуры меди. Установлено хорошее согласие экспериментальных данных с теорией Зегера, которая рассматривает в качестве релаксаторов для пика Бордони термически активированные парные кинки на прямолинейных отрезках дислокационных линий, расположенных в долинах потенциального рельефа Пайерлса. Показано, что зарегистрированная в эксперименте высота пика соответствует присутствию в среднем одного дислокационного сегмента внутри кристаллита меди размером 200 нм. Получены эмпирические оценки для критического напряжения Пайерлса  $\sigma_p \approx 2 \cdot 10^7$  Па и интегральной плотности внутривольных дислокаций  $\rho_d \approx 10^{13} \text{ м}^{-2}$ . Волокна Nb в композите Cu–Nb способствуют образованию наноструктурной меди, но заметного влияния на пик Бордони не оказывают.

Проанализовано частотно-температурну залежність внутрішнього тертя в наноструктурних зразках Cu і волокнистого композиту Cu–32 об.%Nb з розміром фрагментів структури ~200 нм. Для такого аналізу використано результати виконаних раніше експериментів, у яких на температурній залежності декремента коливань (частота 73–350 кГц) зареєстровано характерний для сильно деформованої міді пік Бордоні, який локалізований поблизу температури 90 К. Цей пік є наслідком резонансної взаємодії звуку з системою термічно активованих релаксаторів, але його ширина істотно перевищує ширину стандартного піка внутрішнього тертя з єдиним часом релаксації. Виконано статистичний аналіз піка на основі допущення, що причиною його розширення є випадковий розкид енергії активації релаксаторів внаслідок сильного спотворення кристалічної структури міді. Встановлено, що експериментальні дані узгоджуються з теорією Зегера, яка розглядає в якості релаксаторів для піка Бордоні термічно активовані парні кінки на прямолінійних відрізках дислокаційних ліній, які розміщені у долинах потенціального рельєфу Пайерлса. Показано, що зареєстрована у експериментах висота піка відповідає наявності у середньому одного дислокаційного сегмента в середині кристаліта міді розміром 200 нм. Одержано емпіричні оцінки для критичної напруги Пайерлса  $\sigma_p \approx 2 \cdot 10^7$  Па та інтегральної густини дислокацій у зернах  $\rho_d \approx 10^{13} \text{ м}^{-2}$ . Волокна Nb у композиті Cu–Nb сприяють утворенню наноструктурної міді, але не впливають помітно на пік Бордоні.

PACS: 75.50.Tt Мелкодисперсные системы; нанокристаллические материалы;

62.40.+i Неупругость, внутреннее трение, релаксация напряжений и механические резонансы.

Ключевые слова: наноструктурные металлы, низкие температуры, акустические колебания, внутреннее трение, пик Бордони, дислокации.

## 1. Введение

Одной из характерных особенностей акустической релаксации в ГЦК металлах (медь, алюминий, серебро, золото и т.д.) в области умеренно низких температур является пик Бордони [1,2] на температурной зависимости декремента колебаний  $\delta(T)$ . Этот пик имеет дислокационную природу: он возникает только после пластической деформации, т.е. при введении в образцы металла достаточно большого количества дислокаций [3]. Физическая интерпретация пика Бордони базируется на предположении Зегера [4] о резонансном взаимодействии упругих колебаний образца с термически активированным зарождением парных перегибов (кинков) на дислокационных линиях, расположенных в долинах потенциального рельефа Пайерлса. Регистрация и анализ пика Бордони дает информацию о дислокационной структуре изучаемых образцов и о микроскопических процессах, определяющих движение дислокаций.

Пик Бордони обнаружен и детально проанализирован при исследовании низкотемпературного внутреннего трения монокристаллов или крупнозернистых поликристаллов (размер зерен  $d \sim 1$  мм) ГЦК металлов. В настоящее время в физике металлов большое внимание уделяется новому классу объектов изучения — так называемым наноструктурным (ультрамелкозернистым) металлическим материалам, которые представляют собой поликристаллы с субмикронным размером зерна  $d \leq 500$  нм, полученные путем интенсивной пластической деформации. Для изучения дислокационной структуры таких материалов и дислокационных процессов в них также широко привлекаются различные методы акустической спектроскопии и циклического низкочастотного деформирования, позволяющие регистрировать характеристики динамической упругости и внутреннего трения в широкой области температур, в том числе и при низких температурах [5–8]. Один из интересных аспектов этой проблемы — регистрация и анализ пика Бордони или его аналогов в наноструктурных ГЦК металлах.

Ранее в работах [5–7] изучены низкотемпературные акустические свойства ультрамелкозернистых Cu и композита Cu–Nb, в которых методами интенсивной пластической деформации (ИПД) получена структура с размером зерна порядка 200 нм. В серии экспериментов при частотах звука  $(0,6–3) \cdot 10^5$  Гц на температурной за-

висимости декремента колебаний этих материалов зарегистрирован пик, локализованный в области температур порядка 90–100 К. Анализ показал, что основные свойства этого пика позволяют отождествить его с пиком Бордони и считать, что он обусловлен резонансным взаимодействием звука с дислокациями в зернах наноструктурной меди. Наше исследование является продолжением анализа экспериментальных данных, полученных в работах [5–7]. Основные цели настоящей работы — уточнение представлений о физической природе релаксационного механизма, ответственного за появление пика Бордони, а также выяснение возможности использования акустических методов для диагностики дислокационной структуры и динамических свойств дислокаций в наноструктурных материалах.

## 2. Основные результаты экспериментального изучения низкотемпературного внутреннего трения в наноструктурной Cu и композите Cu–Nb

В этом разделе приведена краткая характеристика экспериментальных данных, которые являются предметом нашего анализа.

В экспериментах изучали две серии образцов: приготовленных из наноструктурной меди с размером зерен  $d \approx 200$  нм и из волокнистого композита Cu–32 об.%Nb, в котором ниобиевые волокна и прослойки меди имели толщину  $d \approx 200–500$  нм. Часть образцов была изготовлена из исходного наноструктурного материала, вторая часть — после его длительного отдыха или отжига (см. табл. 1).

Акустические измерения в [5–7] проведены методом составного вибратора с пьезоэлектрическим возбуждением. В образцах возбуждались продольные стоячие волны на основной частоте  $f \sim 70$  кГц, а также на 3-й и 5-й гармониках вибратора (табл. 1). В интервале температур 2,5–340 К регистрировали логарифмический декремент колебаний  $\delta(T)$  при малой амплитуде ультразвуковой деформации, что обеспечивало независимость поглощения от амплитуды.

При изучении наноструктурной меди [7] на температурной зависимости декремента колебаний  $\delta(T)$  наблюдался пик внутреннего трения в области температур порядка 90 К. Для исходных образцов при частоте колебаний  $f \approx 65,9$  кГц зарегистрирована температура

Таблица 1. Параметры фона и пиков поглощения образцов

Образец	$f_1$ , кГц	$f_2$ , кГц	$f_3$ , кГц	$T_{p1}$ , К	$T_{p2}$ , К	$T_{p3}$ , К	$10^4 A_1$	$10^3 A_2$	$T_{BG}$ , К
Cu (исх.)	65,9	197	328	91	100	105	5,3	182	1349
Cu (отдых)	66,1	–	–	88	–	–	4,0	73,8	1155
Cu–Nb (исх.)	68,3	204	340	88	97	102	2,6	10,1	837
Cu–Nb (отожжен.)	74,1	221	363	93	100	107	2,3	3,69	368

Примечание:  $f_1, f_2, f_3$  и  $T_{p1}, T_{p2}, T_{p3}$  — резонансные частоты вибратора и соответствующие им температуры пиков внутреннего трения;  $A_1, A_2$  и  $T_{BG}$  — оптимальные значения параметров аналитической аппроксимации (2) фона внутреннего трения.

пика  $T_p \approx 91$  К (рис. 1, табл. 1). Высота пика сравнима с высотой пика Бордони в работе [1]. После того как образец подвергся низкотемпературному отжигу (находился при комнатной температуре в течение 8 месяцев), зарегистрировано значение  $T_p \approx 88$  К при частоте колебаний  $f \approx 66,1$  кГц, высота пика несколько уменьшилась, а ширина почти не изменилась.

На температурной зависимости декремента колебаний  $\delta(T)$  исходных образцов наноструктурного композита Cu–Nb при  $f \approx 68,3$  кГц наблюдается [5,6] пик внутреннего трения  $T_p \approx 88$  К (рис. 1, табл. 1). После отжига образцов при температуре 750 К в течение 1 часа в высоком вакууме, цикл измерений был проведен повторно и при  $f \approx 74,1$  кГц наблюдался пик  $T_p \approx 93$  К. Данный пик был несколько шире за счет смещения в сторону более высоких температур его правого склона.

На рис. 1 видно, что пики поглощения в композите Cu–Nb приблизительно в два раза ниже, чем в наноструктурной меди, и более стабильны, так как их высота сохраняется после отжига.

Переход от основной колебательной моды составного вибратора к кратным гармоникам с более высокими значениями частоты всегда приводит к заметно увеличению значений  $T_p$  (рис. 1,б, табл. 1).

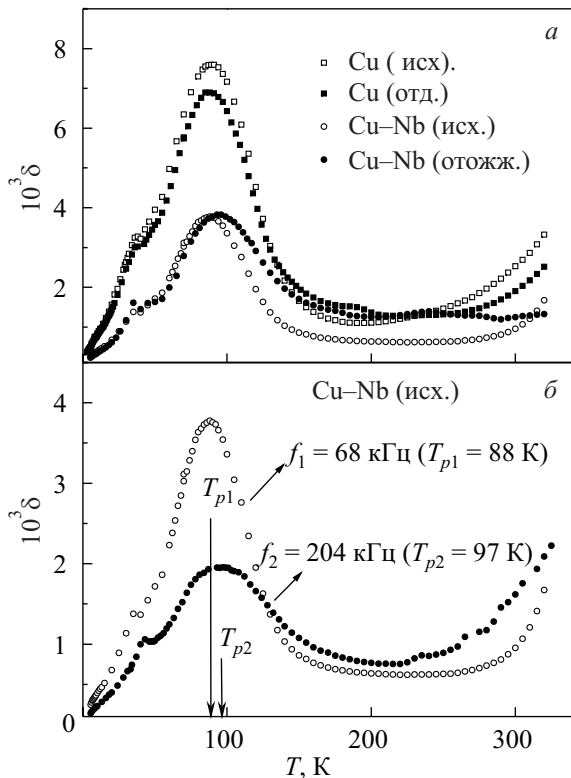


Рис. 1. Температурные зависимости декремента колебаний  $\delta(T)$  исходной и подверженной отдыху наноструктурной меди [7], а также исходного и отожженного наноструктурного композита Cu–Nb [6] (а). Смещение одного из пиков поглощения в результате изменения частоты колебаний [5] (б).

Показанные на рис. 1 пики аналогичны пику, зарегистрированному Бордони при изучении крупнозернистых поликристаллов химически чистой меди после их пластической деформации:

- при значениях частоты колебаний порядка  $10^2$  кГц эти пики локализованы вблизи температуры 90 К, а их высота достигает значений  $\delta_{\max} \leq 5 \cdot 10^{-3}$  и заметно уменьшается вследствие отжига;

- характерная особенность пика Бордони — наличие на его низкотемпературном склоне слабо выраженного сателлита, эта особенность наблюдается и при изучении наноструктурных Cu и Cu–Nb;

- при увеличении частоты колебаний пик Бордони всегда смещается в область более высоких температур.

Зарегистрированные в эксперименте свойства обусловленного пика свидетельствуют о том, что он обусловлен внутренним трением в наноструктурной меди. Волокна Nb в композите Cu–Nb способствуют измельчению зерен в медной матрице и стабильности структуры при отжиге, но заметного влияния на пик Бордони не оказывают.

### 3. Грубые оценки для активационных параметров пика Бордони

Корректный анализ пиков внутреннего трения должен начинаться с процедуры вычитания фона поглощения [10–12]. Наблюдаемую в экспериментах зависимость  $\delta(T)$  можно представить в виде суммы резонансного  $\delta_r(T)$  и фонового  $\delta_{BG}(T)$  поглощения и выделить в чистом виде резонансный вклад в декремент колебаний отдельной системы релаксаторов:

$$\delta_r(T) = \delta(T) - \delta_{BG}(T). \quad (1)$$

Сравнительно слабая монотонная зависимость  $\delta_{BG}(T)$  в окрестности отдельного пика допускает простую и достаточно универсальную аналитическую аппроксимацию [10]:

$$\delta_{BG}(T) = A_1 + A_2 \exp\left(-\frac{T_{BG}}{T}\right). \quad (2)$$

Подбирая оптимальные значения параметров аппроксимации  $A_1$ ,  $A_2$  и  $T_{BG}$  (табл. 1), получаем экспериментальные значения  $\delta_r(T)$ , показанные точками на рис. 2 и 3.

Изменение температуры пика  $T_p$  при изменении частоты колебаний  $f$  (рис. 1,б, табл. 1) позволяет заключить, что он обусловлен термически активированным релаксационным процессом. Для простого релаксационного процесса дебаевского типа с единственным временем релаксации  $\tau$  декремент колебаний  $\delta_r$  описывается формулой

$$\delta_r(T, \omega) = \delta_{\max} \frac{2\omega\tau(T)}{1 + [\omega\tau(T)]^2}, \quad (3)$$

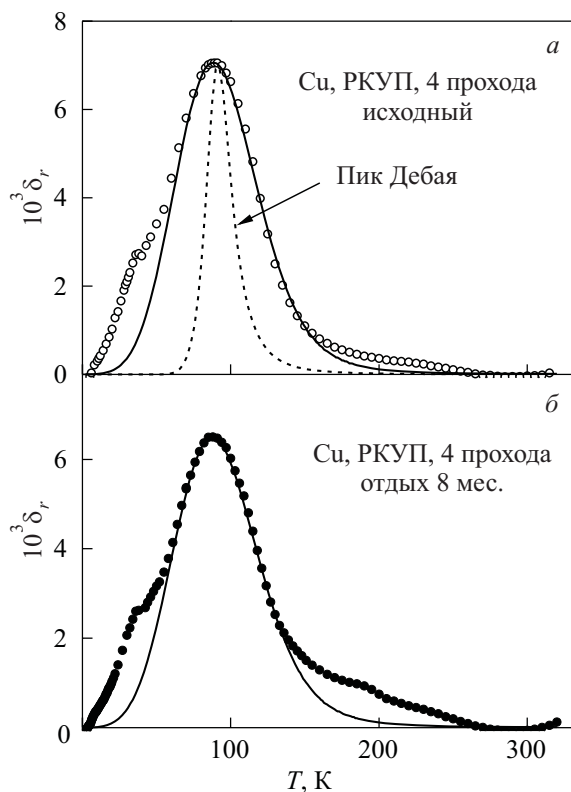


Рис. 2. Температурные зависимости декремента колебаний наноструктурной меди без фона внутреннего трения: сплошные линии — теоретические зависимости  $\bar{\delta}(T, \omega)$ , соответствующие значениям параметров из табл. 2; пунктирной линией нанесен релаксационный пик Дебая.

где  $\omega = 2\pi f$  — круговая частота. Температурная зависимость времени релаксации  $\tau(T)$  для термоактивированного процесса с энергией активации  $U_0$  и периодом попыток  $\tau_0$  определяется выражением

$$\tau(T) = \tau_0 \exp(U_0/kT), \quad (4)$$

где  $k$  — постоянная Больцмана. Из экспериментально наблюдаемого смещения  $T_p$  с изменением частоты можно определить активационные параметры процесса. Для этого следует принять во внимание, что  $\delta$  достигает максимального значения  $\delta_{\max}$  при  $\omega\tau(T_p) = 1$  и зарегистрировать значения  $T_p(\omega_1)$  и  $T_p(\omega_2)$  при двух значениях частоты колебаний  $\omega_1$  и  $\omega_2$ . Из формул (3) и (4) следуют следующие соотношения:

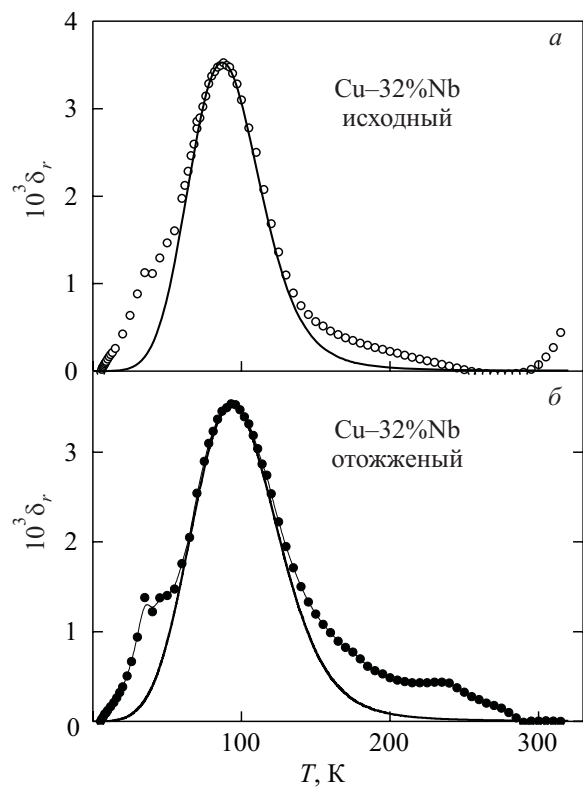


Рис. 3. Температурные зависимости декремента колебаний Cu-Nb без фона внутреннего трения и сплошные линии — теоретические зависимости  $\bar{\delta}(T, \omega)$ , соответствующие значениям параметров из табл. 2.

$$U_0 = \frac{kT_p(\omega_1)T_p(\omega_2)}{T_p(\omega_2) - T_p(\omega_1)} \ln \frac{\omega_2}{\omega_1}, \quad (5)$$

$$\tau_0^{-1} = \omega_1 \exp \frac{T_p(\omega_2) \ln \left( \frac{\omega_2}{\omega_1} \right)}{T_p(\omega_2) - T_p(\omega_1)}.$$

Значения параметров  $\delta_{\max}$ ,  $U_0^*$  и  $\tau_0^*$ , вычисленные с помощью экспериментальных данных (табл. 1) и формул (3)–(5), приведены в табл. 2.

Отметим, что верификация этого способа обработки экспериментальных данных приводит к определенному противоречию. Если найденные значения  $\delta_{\max}$ ,  $U_0^*$  и

Таблица 2. Зависимость параметров пика Бордони от структурного состояния образцов

Образец	$10^3 \delta_{\max}$	$U_0^*$ , эВ	$10^{11} \tau_0^*$ , с	$10^3 C_r \Delta_0$	$T_p^0$ , К	$d$	$U_0$ , эВ	$D$ , эВ	$10^{11} \tau_0$ , с
Cu (исх.)	7,05	0,095	1,4	22,68	71	6,6	0,074	0,029	1,3
Cu (отдых)	6,50	–	–	21,45	69	7,0	0,072	0,029	1,4
Cu-Nb (исх.)	3,52	0,093	1,0	9,60	75	5,0	0,076	0,023	1,8
Cu-Nb (отожжен.)	3,53	0,099	0,9	11,15	76	6,4	0,080	0,030	1,2

Примечание: значения параметров  $\delta_{\max}$ ,  $U_0^*$ ,  $\tau_0^*$ ,  $C_r \Delta_0$ , получены в результате грубых оценок, остальные — в результате статистического анализа.

$\tau_0^*$ , подставить в формулы (3) и (4), то получим график зависимости  $\delta_r(T)$ , показанный на рис. 2,а пунктиром. Этот дебаевский пик имеет форму, которая существенно отличается от формы пиков Бордони, зарегистрированных в эксперименте.

Пики Бордони всегда оказываются значительно шире, чем дебаевский пик (3), а анализ результатов экспериментов с использованием формул (3)–(5) дает значения энергии активации  $U_0$  и периода попыток  $\tau_0$  с весьма большим разбросом, например, для меди разброс  $0,05 \text{ эВ} < U_0 < 0,15 \text{ эВ}$  и  $10^{-13} \text{ с} < \tau_0 < 10^{-9} \text{ с}$  [3]. Уширение пиков Бордони может быть интерпретировано на основе предположения о существовании в изучаемых образцах системы релаксаторов со значительным статистическим разбросом параметров релаксаторов  $\tau_0$  и  $U_0$ , который обусловлен случайным распределением в них дислокаций и полей внутренних напряжений, создаваемых различными структурными дефектами. В области низких температур наиболее существенным является учет статистического разброса энергии активации  $U_0$  [9,10].

Кроме того, следует отметить, что весьма вероятной причиной большого разброса эмпирических оценок для  $U_0$  и  $\tau_0$  является использование при их получении значений  $T_p(\omega)$ , зарегистрированных существенно различными экспериментальными методами (крутильный маятник, изгибные колебания пластины, составной вибратор, эхо-импульсный эксперимент). Каждому методу присущи свои специфические погрешности в регистрации  $T_p(\omega)$  и фона поглощения, а также особенности структуры образцов, возникающие при их подготовке для эксперимента. В экспериментах [5–7] такие погрешности минимизированы путем использования различных колебательных мод вибратора при регистрации зависимости  $T_p(\omega)$  для одного образца.

#### 4. Статистический анализ пика Бордони

Ранее, как правило, при анализе экспериментальных данных предполагалось, что ответственные за появление пика Бордони термически активированные релаксаторы обладают единым временем релаксации (4), которому соответствует дебаевский пик на температурно-частотной зависимости декремента колебаний (3). В разд. 3 показано, что такой подход нельзя признать точным. Для корректной оценки количественных характеристик дислокационной структуры поликристаллов и микроскопических процессов, определяющих взаимодействие дислокаций с упругими колебаниями, необходимо использовать методы статистического анализа пика [9,10].

В работе [9] показано, что при описании низкотемпературной релаксации статистическим разбросом для периода попыток  $\tau_0$  можно пренебречь. В качестве

функции распределения энергий активации рассмотрена квазигауссова функция с дисперсией  $D^2$ :

$$P(U) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}D} \left( \frac{U}{U_0} \right) \exp \left[ -\frac{(U-U_0)^2}{2D^2} \right], \quad D \ll U_0. \quad (6)$$

После усреднения выражение для  $\delta_r(T, \omega)$  (3) превращается в более сложную функцию  $\bar{\delta}_r(T, \omega)$ :

$$\bar{\delta}_r(T, \omega) = C_r \Delta_0 F(\theta, \Omega, d),$$

$$F(\theta, \Omega, d) = \frac{2\Omega\theta^2}{\sqrt{\pi}d \ln \Omega} \int_1^\infty dx \frac{\ln x}{x^2 + \Omega^2} \exp \left[ -\left( \frac{\theta \ln x - \ln \Omega}{d} \right)^2 \right], \quad (7)$$

где

$$\ln x = \frac{U}{kT}, \quad \theta = \frac{T}{T_p^{(0)}}, \quad d = \frac{\sqrt{2}D}{kT_p^{(0)}} = \frac{\sqrt{2}D}{U_0} \ln \Omega,$$

$$T_p^{(0)} = \frac{U_0}{k \ln \Omega}, \quad \Omega = \frac{1}{\omega\tau_0}.$$

Здесь  $\theta$  — безразмерная температура,  $\Omega$  — обратная безразмерная частота,  $d$  — безразмерная характеристика дисперсии,  $C_r$  — концентрация релаксаторов,  $\Delta_0$  — вклад отдельного релаксатора. При достаточно малых значениях  $d$  температурная зависимость функции  $F(\theta, \Omega, d)$  имеет хорошо выраженный максимум, а при  $d \rightarrow 0$  совпадает с дебаевским пиком (3).

Интеграл, входящий в выражение для функции  $F(\theta, \Omega, d)$ , не может быть вычислен аналитически, поэтому дальнейший анализ был выполнен численными методами с помощью ПК.

Будем рассматривать величины  $T_p^{(0)}$ ,  $d$ ,  $\tau_0$  и  $C_r \Delta_0$  в формуле (7) как подгоночные параметры. Их оптимальные значения, которые позволяют совместить графики функции  $\bar{\delta}_r(T, \omega)$  с экспериментальными точками  $\delta_r(T)$  в верхней части пиков на рис. 2, приведены в табл. 2. В этой таблице приведены также оценки для параметров  $U_0$  и  $D$ , полученные с помощью формул:

$$U_0 = -kT_p^{(0)} \ln(\omega\tau_0), \quad D = \frac{d}{\sqrt{2}} kT_p^{(0)}. \quad (8)$$

При анализе пиков внутреннего трения, показанных на рис. 1, мы предполагали, что они являются следствием резонансного взаимодействия акустических колебаний с системой однотипных термически активированных релаксаторов со случайным квазигауссовым распределением энергии активации. Полученные результаты позволяют отметить несколько важных аспектов влияния статистического разброса энергии активации релаксаторов на обусловленные ими пики внутреннего трения. Возрастание дисперсии разброса значений энергии активации приводит к следующим эффектам:

- пики смещаются в сторону высоких температур;
- ширина пиков существенно возрастает;
- при сохранении объемной концентрации релаксаторов высота пиков существенно уменьшается.

Для изученных нами наноструктурных материалов  $D \sim 0,3U_0$  — такая довольно большая дисперсия энергии активации приводит к смещению температуры пика  $\Delta T_p \sim 20$  К, а также к уменьшению высоты и увеличению ширины приблизительно в три раза.

Отметим, что предположение о статистическом разбросе энергии активации релаксаторов позволяет объяснить уширение зарегистрированных в экспериментах пиков и описать форму только их верхних частей. Тонкие особенности формы пиков вблизи их основания, очевидно, обусловлены релаксаторами иных типов, которые характеризуются своим набором параметров  $U_0, \tau_0, d$  и  $C_r\Delta_0$ . Вклад таких релаксаторов во внутреннее трение требует дополнительного анализа; это замечание относится, в первую очередь, к спутнику пика Бордони, всегда присутствующему на его низкотемпературном склоне. Проведение такого анализа выходит за рамки настоящей работы, однако мы считаем целесообразным привести здесь температурную зависимость той части декремента колебаний  $\tilde{\delta}_r(T) = \delta(T) - \delta_{BG}(T) - \bar{\delta}(T)$ , которую можно интерпретировать как вклад других систем релаксаторов (рис. 4).

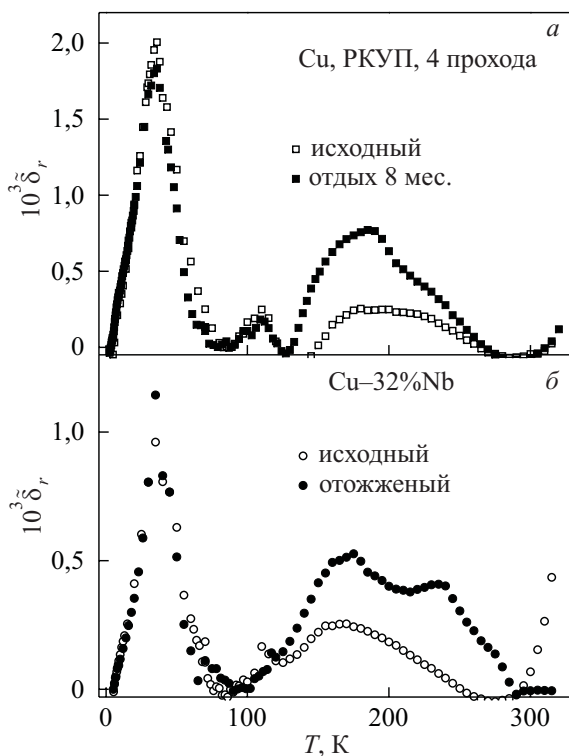


Рис. 4. Спутники пика Бордони — температурные зависимости декремента колебаний после вычета фона  $\delta_{BG}(T)$  и основного пика  $\bar{\delta}(T)$ .

### 5. Сопоставление результатов с теорией Зегера

Зегер предположил [3,4], что пик Бордони обусловлен термически активированным релаксационным процессом на прямолинейных отрезках дислокационных линий, ориентированных вдоль направлений плотной упаковки атомов в кристаллической структуре. Потенциальная энергия такой дислокации является периодической функцией смещения в направлении, перпендикулярном ее линии (потенциальный рельеф Пайерлса). Роль элементарного релаксатора играет сегмент дислокационной линии длиной  $L$ , который может перемещаться через барьер между соседними долинами рельефа Пайерлса благодаря термически активированному зарождению и расширению парных кинков. Простейший вариант теории приводит к выражению для времени релаксации  $\tau(T)$  вида (4), в котором энергия активации  $U_0 = 2W_k$ , где  $W_k$  — энергия одиночного кинка, а частота попыток  $\nu_0 = \tau_0^{-1}$  имеет величину порядка основной частоты гармонических колебаний дислокационной линии в отдельной долине потенциального рельефа. Если  $\Gamma$  и  $M$  — соответственно линейная плотность собственной энергии и эффективной массы дислокации, то для синусоидального рельефа Пайерлса имеем [3,13]:

$$U_0 = 2W_k = \left(\frac{2}{\pi}\right)^{3/2} (4\Gamma a^3 b \sigma_P)^{1/2}, \quad (9)$$

$$\tau_0^{-1} = \nu_0 = \left(\frac{\sigma_P}{2\pi M}\right)^{1/2}. \quad (10)$$

Здесь  $\sigma_P$  — напряжение Пайерлса,  $b$  — величина вектора Бюргерса,  $a$  — период потенциального рельефа. В отсутствие статистического разброса параметров этих релаксаторов их вклад в поглощение звука описывается формулой (3), а для высоты пика получена оценка сверху

$$\delta_{\max} = C_r \Delta_0 \approx \frac{\pi}{24} L^3 N_L, \quad (11)$$

где  $N_L$  — число рассматриваемых сегментов  $L$  (релаксаторов) в единице объема.

Одним из критериев применимости теории Зегера для описания пика Бордони является количественное соответствие величины произведения  $U_0\tau_0$ , определяемого формулами (9) и (10), эмпирической оценке этого произведения, которую можно получить из табл. 2. Согласно формулам (9) и (10), имеем:

$$U_0\tau_0 = \frac{8}{\pi} (ba^3 \Gamma M)^{1/2}. \quad (12)$$

Воспользуемся стандартными оценками  $\Gamma \approx 0,5Gb_2$  и  $M = 0,5\rho b_2$ , где  $G$  — модуль сдвига,  $\rho$  — плотность кристалла. Для дислокаций в плоскости легкого скольжения в ГЦК кристалле меди  $b = a = 2,56 \cdot 10^{-10}$  м, а



плотность и модуль сдвига для меди имеют значения  $\rho = 8,9 \cdot 10^3 \text{ кг/м}^3$  и  $G = 75 \text{ ГПа}$ . В результате из формулы (12) и табл. 2 получаем оценки

$$\begin{aligned} (U_0 \tau_0)_{\text{th}} &\cong 1,4 \cdot 10^{-31} \text{ Дж}\cdot\text{с}, \\ (U_0 \tau_0)_{\text{exp}} &\cong (1,4 - 2,1) \cdot 10^{-31} \text{ Дж}\cdot\text{с}. \end{aligned} \quad (13)$$

Мы рассматриваем здесь весьма упрощенный вариант теории пика Бордони, поэтому полученное количественное соответствие теоретических и эмпирических оценок для произведения  $U_0 \tau_0$  можно считать даже слишком хорошим.

Из соотношений (9) или (10) легко получить эмпирическую оценку для напряжения Пайерлса  $\sigma_P$ , если воспользоваться приведенным в табл. 2 значениями  $U_0$  или  $\tau_0$ :

$$\sigma_P \approx 3 \cdot 10^{-4} G \approx 2 \cdot 10^7 \text{ Па}. \quad (14)$$

Отметим, что ранее в работе Зегера [14] для меди была получена оценка  $\sigma_P \approx 4 \cdot 10^{-4} G$ .

Важную информацию о дислокационной структуре изучаемых наноструктурных материалов можно получить, если сравнить теоретическое выражение (11) для высоты пика Бордони с оценками величины  $C_r \Delta_0$ , полученными на основе анализа экспериментальных данных (табл. 2). При этом естественно предполагать, что в случае ультрамелкозернистого поликристалла дислокационный сегмент, который мы рассматриваем в качестве релаксатора, ограничен размерами зерна (рис. 5). Пусть характерная длина прямолинейного участка  $L$  этого сегмента, на которой зарождаются парные кинки, сопоставима с диаметром зерна  $d$ , например,  $L \approx 0,5d$ . Тогда для наноструктурных меди и композита Cu–Nb приведенным в табл. 2 значениям  $C_r \Delta_0$  соответствует (с точностью до коэффициента порядка единицы) объемная плотность релаксаторов  $N_L$ , совпадающая со средним числом зерен в единице объема:

$$N_L \sim \frac{\alpha}{d^3}, \quad (15)$$

где  $\alpha$  — относительная часть объема образца, заполненная медью ( $\alpha = 1$  для наноструктурной меди,  $\alpha = 0,68$  для композита Cu–32%Nb).

Дислокационной структуре ультрамелкозернистого поликристалла (рис. 5) соответствует большая интегральная плотность полных (скользящих) дислокаций  $\rho_d - d^{-2}$  ( $\rho_d$  — суммарная длина дислокационных линий в единице объема). При характерном для наноструктурной меди размере зерна  $d \sim (2-3) \cdot 10^{-7} \text{ м}$  получаем оценку  $\rho_d \sim 10^{13} \text{ м}^{-2}$ . Кроме таких дислокаций в наноструктурном материале всегда существует система зернограничных дислокаций, но их релаксационные свойства и вклад во внутреннее трение наблюдаются только в высокотемпературных экспериментах [8].

#### 4. Заключение

Проанализированы низкотемпературные акустические свойства наноструктурных образцов чистой Cu и волокнистого композита Cu–Nb — ультрамелкозернистых поликристаллов с размером зерна порядка 200 нм. При экспериментальном изучении этих материалов [5–7] наблюдался хорошо выраженный широкий пик внутреннего трения, локализованный вблизи температуры 90 К, который аналогичен пику Бордони [1], зарегистрированному в свое время при изучении пластически деформированных монокристаллов и крупнозернистых поликристаллов химически чистой меди. Детальное исследование и анализ температурно-частотной зависимости декремента колебаний образцов позволил сформулировать следующие выводы.

1. Обсуждаемый пик обусловлен резонансным взаимодействием упругих колебаний с системой термически активированных релаксаторов, но его ширина существенно больше ширины стандартного дебаевского пика с единственным временем релаксации.

2. Уширение пика является результатом случайного разброса энергии активации релаксаторов вследствие сильного искажения кристаллической структуры меди в наноструктурном состоянии.

3. Надежно установить физическую природу релаксаторов и получить оценку значений их параметров можно только после корректного вычитания фона внутреннего трения в области пика и статистического анализа его формы, если воспользоваться процедурой анализа ранее описанной в статьях [9,10].

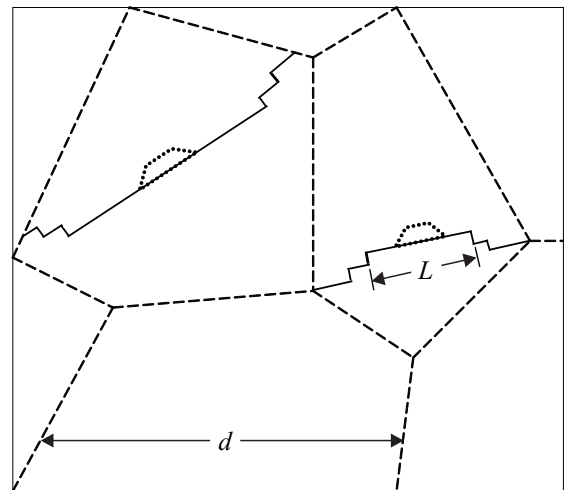


Рис. 5. Схематическое изображение дислокационной структуры ультрамелкозернистого поликристалла: прерывистые линии — границы зерен,  $d$  — диаметр зерна; сплошные линии — дислокационные сегменты внутри зерен,  $L$  — прямолинейные отрезки дислокационных линий, ориентированные вдоль направлений плотной упаковки; пунктиром намечены парные кинки. Конфигурации дислокационных сегментов определяются рельефом Пайерлса и случайными полями внутренних напряжений.

4. Статистический анализ пика позволил получить эмпирические оценки для уточненных значений энергии активации  $U_0 \approx 0,075$  эВ и периода попыток релаксаторов  $\tau_0 \approx 1,5 \cdot 10^{-11}$  с, а также для параметра дисперсии энергии активации  $D \approx 0,3 \cdot U_0$ .

5. Свойства пика и найденные значения параметров релаксаторов находятся в хорошем количественном соответствии с теорией Зегера [4], согласно которой роль релаксаторов для пика Бордони играют термически активированные парные кинки на прямолинейных отрезках дислокационных линий, расположенных в долинах потенциального рельефа Пайерлса. Критическое напряжение для этого рельефа имеет величину  $\sigma_P \approx 3 \cdot 10^{-4} G$ , где  $G$  — модуль сдвига для системы легкого скольжения в меди.

6. Зарегистрированная в эксперименте высота пика соответствует присутствию в среднем одного дислокационного сегмента внутри кристаллита меди размером 200 нм, а интегральная плотность внутризеренных дислокаций в наноструктурной меди имеет величину  $\rho_d \sim 10^{13} \text{ м}^{-2}$ .

7. Волокна Nb в композите Cu–Nb способствуют формированию и структурной стабильности ультрамелкозернистой меди, но заметного влияния на пик Бордони не оказывают.

8. Низкотемпературные акустические эксперименты и адекватный теоретический анализ их результатов открывают новые возможности в изучении дислокационной структуры и динамических дислокационных процессов в наноструктурных материалах.

Авторы искренне признательны П. Паль-Валю, Л. Паль-Валь за плодотворное сотрудничество при проведении совместных экспериментов, а также Ю. Семеренко за помощь в вычислениях.

1. P.G. Bordoni, *Ric. Sci.* **19**, 851 (1949).
2. P.G. Bordoni, *J. Acoust. Soc. Am.* **26**, 495 (1954).
3. Д. Ниблетт, *Пик Бордони в гранецентрированных кубических металлах*, в кн.: *Физическая акустика*, У. Мэзон (ред.), Мир, Москва (1969), т. III, ч. А.
4. A. Seeger, *Philos. Mag.* **1**, 651 (1956).
5. P.P. Pal-Val, M.A. Tikhonovsky, V.D. Natsik, L.N. Pal-Val, E.N. Vatazhuk, and A.A. Kupriyanov, *15th Int. Conf. on Int. Friction and Mech. Spectr. Perugia, Italy. Abstr.* **99** (2008).
6. Е.Н. Ватажук, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, В.Д. Нацик, М.А. Тихоновский, А.А. Куприянов, *ФНТ* **35**, 528 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 417 (2009)].
7. P.P. Pal-Val, L.N. Pal-Val, E.N. Vatazhuk, V.D. Natsik, M.A. Tikhonovsky, and Yu.Z. Estrin, *Структурна релаксація у твердих тілах, Збірник наукових праць*, Вінниця (2009).
8. И.С. Головин, *ФММ* **110**, № 2, 1 (2010).
9. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **25**, 748 (1999) [*Low Temp. Phys.* **25**, 558 (1999)].

10. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **26**, 711 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 522 (2000)].
11. G. Schoeck, E. Bisogni, and J. Shyne, *Acta Metall.* **12**, 1466 (1964).
12. В.С. Постников, *Внутреннее трение в металлах*, Металлургия, Москва (1974).
13. А. Зегер, П. Шиллер, *Перегибы на дислокациях и их влияние на внутреннее трение в кристаллах*, в кн.: *Физическая акустика*, У. Мэзон (ред.), Мир, Москва (1969), т. III, ч. А., с. 428.
14. A. Seeger, H. Donth, and F. Pfaff, *Discus. Faraday Soc.* **23**, 19 (1957).

## Statistical analysis of the low-temperature dislocation peak of internal friction (Bordoni peak) in nanostructured copper

E.N. Vatazhuk and V.D. Natsik

The temperature-frequency dependence of internal friction in the nanostructured samples of Cu and fibred composite C–32 vol.%Nb with the sizes of structure fragments  $\sim 200$  nm is analyzed. Experiments are used as initial information for such analysis. The characteristic for the heavily deformed copper Bordoni peak, located nearby a temperature 90 K, was recorded on temperature dependence of vibration decrement (frequencies 73–350 kHz) in previous experiments. The peak is due to the resonance interaction of sound with the system of thermal activated relaxators, and its width considerably greater in comparison with the width of standard internal friction peak with the single relaxation time. Statistical analysis of the peak is made in terms of assumption that the reason of broadening is random activation energy dispersion of relaxators as a result of intense distortion of copper crystal structure. Good agreement of experimental data and Seeger's theory considers thermal activated paired kinks at linear segments of dislocation lines, placed in potential Peierls relief valley, as relaxators of Bordoni peak, was established. It is shown that the registered peak height in experiment correspond to presence at the average one dislocation segment in the interior of crystalline grain with size of 200 nm. Empirical estimates for the critical Peierls stress  $\sigma_P \approx 2 \cdot 10^7$  Pa and integrated density of the interior grain dislocations  $\rho_d \approx 10^{13} \text{ м}^{-2}$  are made. Nb fibers in the composite Cu–Nb facilitate to formation of nanostructured copper, but do not influence evidently on the Bordoni peak.

PACS: 75.50.Tt Fine-particle systems; nanocrystalline materials;

**62.40.+i** Anelasticity, internal friction, stress relaxation, and mechanical resonances.

Keywords: nanostructured metals, low temperatures, acoustic vibrations, internal friction, Bordoni peak, dislocations.