

# Влияние динамической пластической деформации на флуктуационную стадию ползучести монокристаллов $\beta$ -олова при 1,6 К

Г.И. Кириченко, В.П. Солдатов

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

Статья поступила в редакцию 15 января 2014 г., опубликована онлайн 23 июня 2014 г.

При температуре 1,6 К исследована пластическая деформация монокристаллов  $\beta$ -олова, ориентированных для пластического скольжения в системе (100)  $\langle 010 \rangle$ . Рассмотрены случаи, когда логарифмическим кривым низкотемпературной ползучести предшествовало динамическое движение дислокаций. Для выполнения этой задачи была разработана приставка к деформационной машине, которая позволяла изменять внешнюю нагрузку стандартным образом за одинаковое время порядка 0,1 с, а также использована компьютерная запись процесса ползучести с разрешением по времени 0,04 с. Показано, что коэффициент логарифмической ползучести  $\alpha$  резко уменьшается с ростом предшествующей динамической составляющей приращения деформации. Поэтому для корректного изучения закономерностей и механизмов низкотемпературной логарифмической ползучести необходим правильный выбор условий экспериментов, по возможности исключающих динамическую стадию.

При температурі 1,6 К досліджено пластичну деформацію монокристалів  $\beta$ -олова, орієнтованих для пластичного ковзання у системі (100)  $\langle 010 \rangle$ . Розглянуто випадки, коли логарифмічним кривим низькотемпературної повзучості передував динамічний рух дислокацій. Для виконання цього завдання була розроблена приставка до деформаційної машини, що дозволяла змінювати зовнішнє навантаження стандартним чином за однаковий час порядку 0,1 с, а також використано комп'ютерний запис процесу повзучості із розрізненням за часом 0,04 с. Показано, що коефіцієнт логарифмічної повзучості  $\alpha$  різко зменшується із ростом попередньої динамічної частини прирощування деформації. Тому для коректного вивчення закономірностей і механізмів низькотемпературної логарифмічної повзучості необхідно правильно вибрати умови експериментів, які по можливості виключають динамічну стадію.

PACS: 62.20.Ng Ползучесть.

Ключевые слова: олово, ползучесть, динамическая деформация.

## 1. Введение

Ползучесть — сложный многостадийный процесс пластической деформации, развивающийся во времени под действием постоянной нагрузки или напряжения. Первоначальные сведения об этом процессе сосредоточены в зависимостях деформации от времени, называемых кривыми ползучести. Общепринято выделять на этих кривых отдельные стадии: мгновенную, неустановившуюся, установившуюся и ускоренную [1,2]. При низких температурах преимущественно наблюдаются только первые две стадии. Многочисленные исследования показали, что при низких температурах неустано-

вившаяся ползучесть металлов чаще всего описывается логарифмическим временным законом [3]

$$\varepsilon = \alpha \ln(\beta t + 1), \quad (1)$$

где  $\alpha$  и  $\beta$  — параметры, величины которых зависят от температуры и структурных характеристик образцов.

На многих металлах с различной кристаллической структурой изучалась зависимость коэффициента логарифмической ползучести  $\alpha$  от деформации, температуры, концентрации примеси и т.д. с целью получения информации о микроскопических механизмах ползучести [3]. При этом основное внимание уделялось завершающей стадии кривой ползучести — ее логариф-

мическому участку, а начальный участок продолжительностью менее одной секунды (так называемая «мгновенная деформация») отбрасывался, и его кинетика не обсуждалась. Предполагалось только, что пластическая деформация на этом участке развивается, скорее всего, в режиме динамического движения дислокаций [1–3].

Исследования, проведенные на монокристаллах  $\beta$ -олова [4], подтвердили логарифмический характер нестационарной ползучести в этом металле при низких температурах, а в работе [5] было показано, что пластическое течение монокристаллов  $\beta$ -олова, развивающееся при низких температурах по системе скольжения (100)  $\langle 010 \rangle$ , контролируется движением дислокаций в потенциальном рельефе Пайерлса этой системы. В зависимости от соотношения между напряжением Пайерлса  $\tau_p$  и эффективным напряжением деформирования  $\tau^* = \tau - \tau_i$  ( $\tau$  — приложенное напряжение,  $\tau_i$  — внутреннее напряжение) движение дислокаций имеет либо флуктуационный ( $\tau^* < \tau_p$ ), либо динамический ( $\tau^* > \tau_p$ ) характер.

Использование в наших исследованиях для регистрации кривых ползучести монокристаллов  $\beta$ -олова высокоскоростного самописца, а затем внедрение компьютерной записи сигнала, поступающего с индуктивного датчика деформации, позволило получить надежные, с высоким разрешением по времени, экспериментальные данные о кинетике ползучести на участке динамического движения дислокаций. В серии работ [6–9] была экспериментально изучена и теоретически проанализирована ползучесть монокристаллов  $\beta$ -олова, вызванная переходом этого металла из нормального в сверхпроводящее состояние (NS переходом). Эти исследования показали, что кривые ползучести, стимулированные NS переходом, имеют сложную стадийную структуру: на них наблюдаются как кратковременные динамические участки, на которых деформация ползучести изменяется со временем по экспоненциальному закону, так и продолжительные участки, соответствующие флуктуационному движению дислокаций в кристалле с логарифмической временной зависимостью ползучести. Причем при понижении температуры деформация на логарифмической стадии составляет малую долю общего приращения, а основная ее часть приходится на динамическую стадию. Таким образом, в этих наблюдениях проявлялась возрастающая роль динамического движения дислокаций в процессах низкотемпературной ползучести и ее возможное влияние на флуктуационную пластичность. Однако в литературе наличие «мгновенной» стадии на кривых ползучести чаще всего просто игнорируется.

В данной работе проведено изучение пластической деформации монокристаллов олова в тех случаях, когда низкотемпературная ползучесть вызывалась догрузками разной величины, стимулировавшими различный уро-

вень динамической пластичности. Особое внимание уделялось экспериментам, в которых приложенное напряжение было настолько большим, что переход к динамическому движению дислокаций становился совершенно очевидным. Поскольку этому переходу способствует понижение температуры, исследования проводили при максимально низкой температуре, которую мы могли достичь — 1,6 К.

Целью работы было определение влияния динамического движения дислокаций на последующее развитие флуктуационной ползучести в монокристаллах  $\beta$ -олова. Поскольку, как это уже отмечалось ранее, основным параметром логарифмической ползучести является коэффициент  $\alpha$ , то сформулированная задача сводится к ответу на вопрос: каким образом наличие динамических участков на кривых ползучести отражается на величине и поведении коэффициента  $\alpha$ ?

Решение этой задачи стало возможным благодаря компьютерному мониторингу всего процесса ползучести, который позволял достигнуть разрешение по времени 0,04 с. Вторым фактором, также влияющим на точность эксперимента, является процесс приложения нагрузки. Традиционно используемое приложение груза вручную трудно стандартизировать, оно может быть как излишне медленным, так и практически импульсным. Поэтому основной методической задачей данной работы была отработка такого режима нагружения образцов, который позволял бы изменять внешнюю нагрузку стандартным образом, достаточно быстро, но не в импульсном режиме.

## 2. Методика эксперимента

### 2.1 Образцы и способ их деформирования

Монокристаллы для исследований выращивали из сырья чистотой 99,9995% партиями по 10 штук от одной заправки модифицированным методом Бриджмена [10]. Они имели форму двойных лопаток с рабочей частью прямоугольного сечения размерами  $25 \times 5 \times 1,5$  мм. Продольная ось образцов совпадала с направлением  $\langle 110 \rangle$ , что благоприятствовало скольжению по системе (100)  $\langle 010 \rangle$ . Эксперименты проводили при температуре 1,6 К, которую получали с помощью откачки паров гелия и измеряли полупроводниковым (GaAs) термометром с относительной погрешностью не более 0,01 К.

Исследуемые образцы всегда находились в нормальном состоянии, которое достигалось помещением их в продольное магнитное поле сверхпроводящего соленоида напряженностью выше критического,  $H_c = 309$  Гс.

Образцы деформировали в режиме ползучести, приложение внешней нагрузки проводили последовательно как вручную, так и механически с помощью разработанной нами приставки. В первом случае деформирующее напряжение на образце увеличивали ступенчатым

образом небольшими порциями  $\Delta\tau = 0,2\text{--}0,4$  МПа, а во втором — приростами напряжения в пределах  $\Delta\tau = 0,15\text{--}1,2$  МПа. Удлинение образца, отвечавшее каждому приросту напряжения, регистрировали высокочувствительным индуктивным датчиком, выходной сигнал которого подавался на компьютер и воспроизводился на экране монитора. При этом точность измерения относительной деформации образца составляла  $5 \cdot 10^{-5}$ , а разрешение по времени — 0,04 с.

На рис.1 показана схема низкотемпературной деформационной установки вместе с приставкой, которая позволяла увеличивать нагрузку на образец за одинаково короткий промежуток времени  $\sim 0,1$  с.

Сила, вызывавшая деформацию образца, создавалась основным грузом  $P$  (8). Груз  $P_1$  (12), связанный с основным грузом с помощью троса и блока, частично уменьшает эту силу. Поэтому при пережигании нити 10 и падении гири  $P_1$  сила, приложенная к образцу 1, возрастала на величину веса этой гири. В отличие от приложения нагрузки вручную, процесс этот происходит за стандартно малое время  $\sim 0,1$  с. Пережигание нити производилось с помощью импульсного включения нихромового нагревателя 13 в момент достижения на кривой ползучести заданной стартовой скорости.

Чтобы понять, как развивается нагрузка во времени при пережигании нити, были проведены следующие методические эксперименты. На место образца был установлен динамометр, сигнал от которого подавался на вход компьютера. Пережигание нити проводилось при различных температурах нихромового нагревателя и различных нитях, которые выдерживали нагрузку до 1,5–2 кг. В результате были подобраны оптимальные условия, при которых зависимость силы от времени

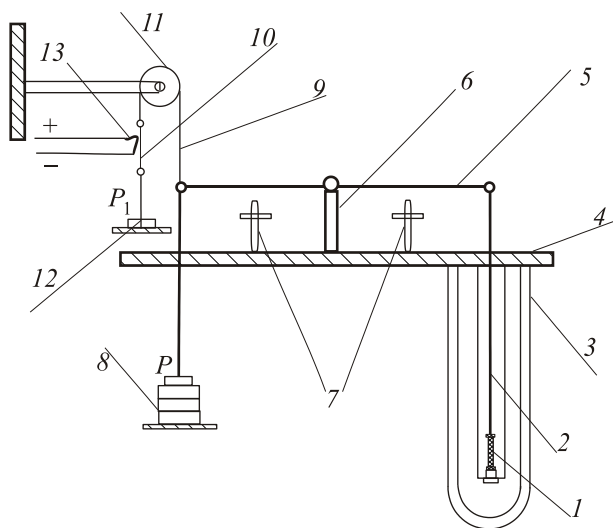


Рис. 1. Схема установки с приставкой для механического приложения нагрузки. 1 — образец, 2 — тяга, 3 — дювар, 4 — опорная плита, 5 — равноплечий рычаг, 6 — опора рычага, 7 — арретиры, 8 — гири, 9 — трос, 10 — нить, 11 — блок, 12 — подвес и догрузка, 13 — нихромовый нагреватель.

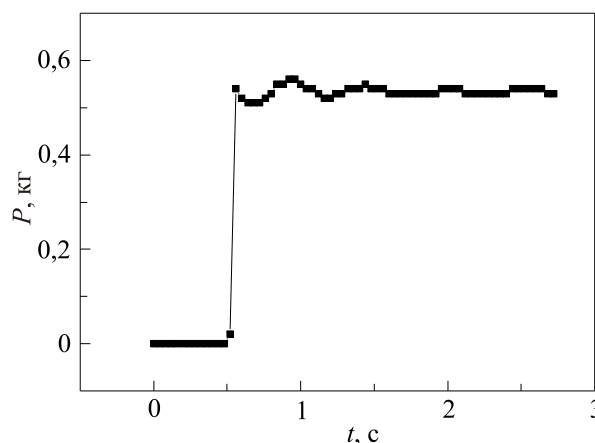


Рис. 2. Зависимость силы от времени при механическом приложении нагрузки.

имеет вид, представленный на рис. 2. Высокое разрешение по времени позволило установить, что при пережигании нити рост нагрузки происходит за время порядка 0,1 с, после чего величина силы остается постоянной. Это означало, что через 0,1 с после приложения догрузки  $P_1$  деформация проходила в режиме ползучести.

## 2.2 Параметры и зависимости

Характерный вид кривых ползучести схематически показан на рис. 3, где использованы следующие обозначения:  $t_d$  — момент приложения пробной догрузки,  $t_f$  — время, соответствующее началу логарифмической ползучести,  $t_e$  — время, соответствующее достижению стартовой скорости ползучести,  $\Delta\epsilon$  — полное приращение деформации ползучести,  $\Delta\epsilon_d$  и  $\Delta\epsilon_f$  — величины деформации, отвечающие участкам динамической и логарифмической ползучести соответственно,  $\dot{\epsilon}_{st}$  — скорость деформации перед приложением догрузки (стартовая скорость),  $\dot{\epsilon}_m$  — скорость деформации, отвечающая началу динамической стадии на кривой ползучести.

Выделение стадий на регистрируемых кривых ползучести проводилось согласно процедуре, предложенной и примененной в работах [6–9].

Было изучено поведение следующих параметров: полного приращения деформации  $\Delta\epsilon$ , его флуктуационной  $\Delta\epsilon_f$  и динамической  $\Delta\epsilon_d$  долей; максимальной скорости ползучести  $\dot{\epsilon}_m$  на динамической стадии; коэффициента логарифмической ползучести  $\alpha$ .

Методические измерения показали, что исследование влияния величины нагрузки на характер кривых ползучести необходимо проводить на одном образце, чтобы минимизировать влияние разброса экспериментальных данных, вызванного структурными различиями образцов. Кроме того, в наших работах на монокристаллах олова [4,7] показано, что приращение деформации ползучести и коэффициент  $\alpha$  зависят от степени деформации образца, что мы также учитывали при проведении измерений.

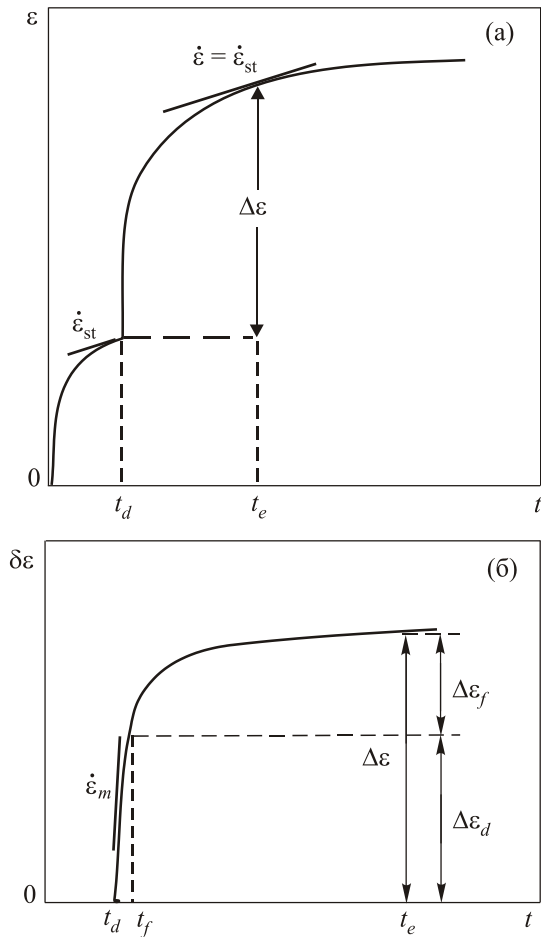


Рис. 3. Схематическое изображение кривой ползучести, вызванной приложенным напряжением: при медленной (а), при быстрой (б) записи деформации.

Следует отметить еще одну особенность, которая вносила некоторые ограничения в эксперименты: за пределом текучести монокристаллов олова, деформируемых при температурах ниже гелиевой, наблюдается небольшая (2–3%) площадка легкого течения, на которой кривые ползучести имеют сложную временную зависимость, включающую участок ускоренной ползучести. Чтобы избежать связанных с этим осложнений, мы проводили эксперименты за пределами указанной области.

Эксперименты проводились следующим образом. Образец нагружали вручную до деформации 3–4%. В момент, когда на кривой ползучести достигалась стартовая скорость, нить, удерживающая груз  $P_1$ , пережигали и напряжение, приложенное к образцу, возрастало. Это вызывало резкий рост скорости деформации и приращение величины деформации ползучести. Далее на подвес помещали груз  $P_1$  другой величины, и процесс повторялся. Аналогичные измерения проводили на многих образцах, меняя величину и последовательность приложения догрузок, в результате чего были получены надежные данные.

### 3. Результаты и обсуждение

На рис. 4 приведены все типы кривых приращения деформации со временем, вызванные различными приростами внешнего напряжения. Видно, что при малых догрузках практически вся деформация сосредоточена на логарифмической стадии (рис. 4(а)), а при больших догрузках логарифмическая стадия составляет лишь некоторую часть от общей деформации, которая уменьшается с ростом величины догрузки (рис. 4(б)). При очень больших приростах напряжения вся деформация протекает в динамическом режиме и кривая ползучести принимает Г-образный вид (рис. 4(в)). Иными словами,

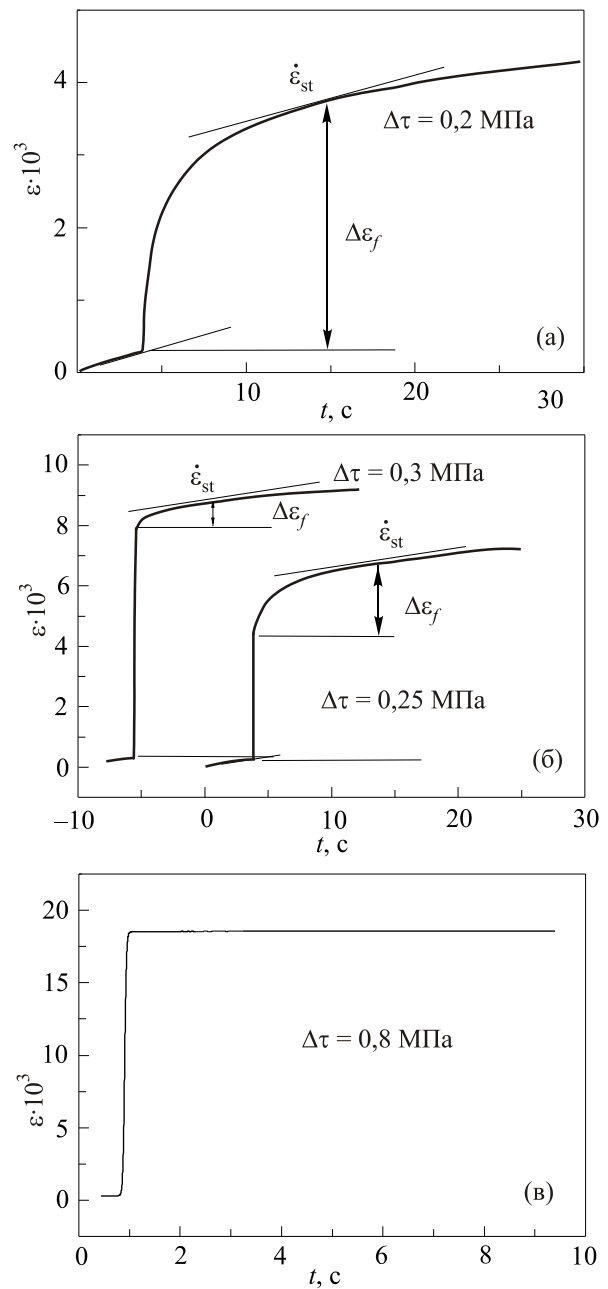


Рис. 4. Влияние величины приложенного напряжения на вид кривой ползучести.

с ростом догрузки отношение флуктуационной части кривой ползучести  $\Delta\epsilon_f$  к общему приращению  $\Delta\epsilon$  уменьшается от 1 до 0.

Отметим, что продолжительность динамического участка на кривой ползучести составляла величину  $\sim 0,1$  с, т.е. была сравнима со временем приложения догрузки. Следовательно, строго говоря, режим ползучести в деформируемых образцах наступает только через 0,1 с после приложения догрузки. Поэтому, когда все приращение деформации, вызванное приростом внешнего напряжения, традиционно называют кривой ползучести, поступают не вполне корректно.

Меняя величину догрузки, мы изменяем величину динамической составляющей приращения деформации, что влияет на характер последующей флуктуационной стадии.

В качестве характеристик динамического участка были выбраны следующие параметры: относительная доля динамической составляющей приращения деформации  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$  и максимальная скорость деформации после приложения догрузки  $\dot{\epsilon}_m$ . Однако, чтобы правильно определить их связь с коэффициентом логарифмической ползучести  $\alpha$ , необходимо было вначале изучить влияние степени деформации на эти параметры.

На рис. 5 приведены результаты одного из экспериментов, в котором к образцу циклическим образом прикладывали догрузки разной величины, обозначенные на рисунке соответственно цифрами «1», «2» и «3». По полученным кривым ползучести определяли относительный вклад динамического участка  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$ , максимальную скорость ползучести на динамической стадии  $\dot{\epsilon}_m$  и коэффициент логарифмической ползучести  $\alpha$  на флуктуационной стадии и строили их зависимости от степени деформации. Видно, что все параметры зависят как от величины догрузки (что проявляется в их пилообразном характере), так и от степени предварительной деформации образца. Поэтому при изучении влияния динамической составляющей приращения деформации на характер флуктуационной стадии, а именно на коэффициент логарифмической ползучести  $\alpha$ , надо рассматривать небольшие участки деформационной кривой.

Используя данные, представленные на рис. 5, были построены зависимости коэффициента  $\alpha$  от относительной величины динамической составляющей приращения деформации  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$  и максимальной скорости деформации  $\dot{\epsilon}_m$ , относящиеся к небольшим интервалам деформации. Результат такого построения для нескольких участков деформационной кривой представлен на рис. 6. Цифрами, как и на рис. 5, обозначены приросты внешнего напряжения, отвечающие разным догрузкам деформируемого образца.

Видно, что при всех деформациях характер поведения коэффициента  $\alpha$  подобен: с ростом параметра  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$  он уменьшается вначале медленно, затем быстрее, а когда  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon \rightarrow 1$ , все точки практически совпа-

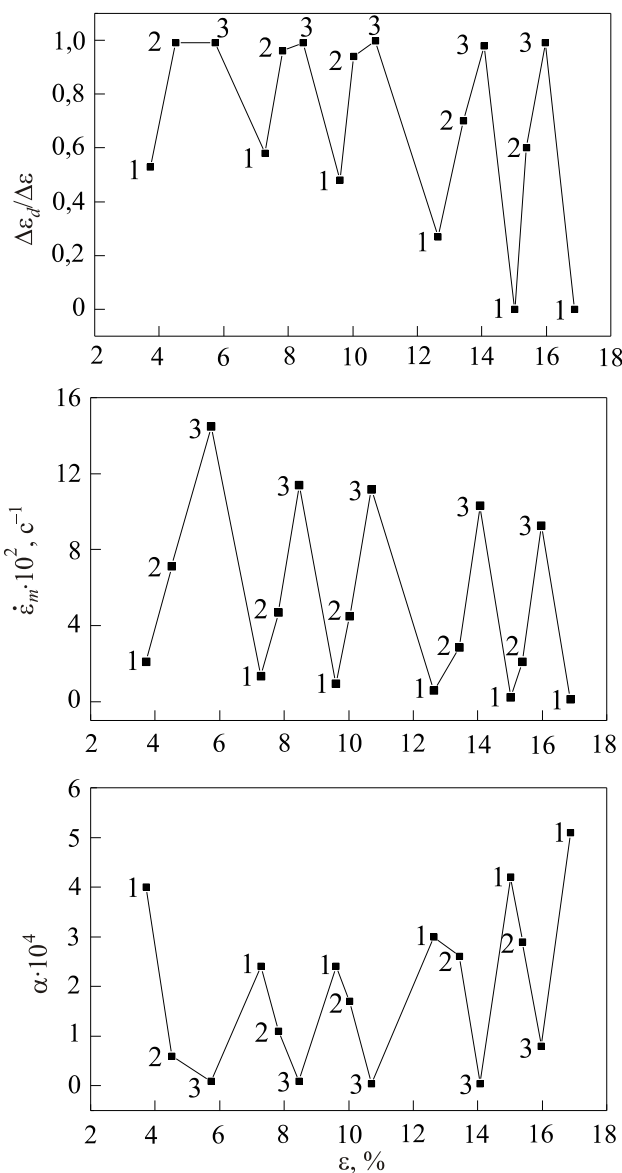


Рис. 5. Зависимость относительной величины динамического участка  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$ , максимальной скорости деформации ползучести  $\dot{\epsilon}_m$  и коэффициента  $\alpha$  от степени полной деформации образца при циклическом приложении различных напряжений  $\Delta\tau$ , МПа: 0,25 (1), 0,45 (2), 0,85 (3).

дают. Скоростная зависимость  $\alpha$  носит убывающий линейный характер, а при очень больших скоростях коэффициент  $\alpha$  понижается до минимума и в дальнейшем остается постоянным.

Отдельно рассмотрен случай, когда вся деформация кривой ползучести была сосредоточена на флуктуационной стадии, тогда параметр  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$  равен нулю, а начальная скорость ползучести намного меньше, чем в случае динамического режима. В этом случае, как видно на рис. 7, величина  $\alpha$  перестает зависеть от начальной скорости.

Проведенные исследования показывают, насколько сильно динамическая деформация, предшествующая логарифмической ползучести, влияет на флуктуацион-

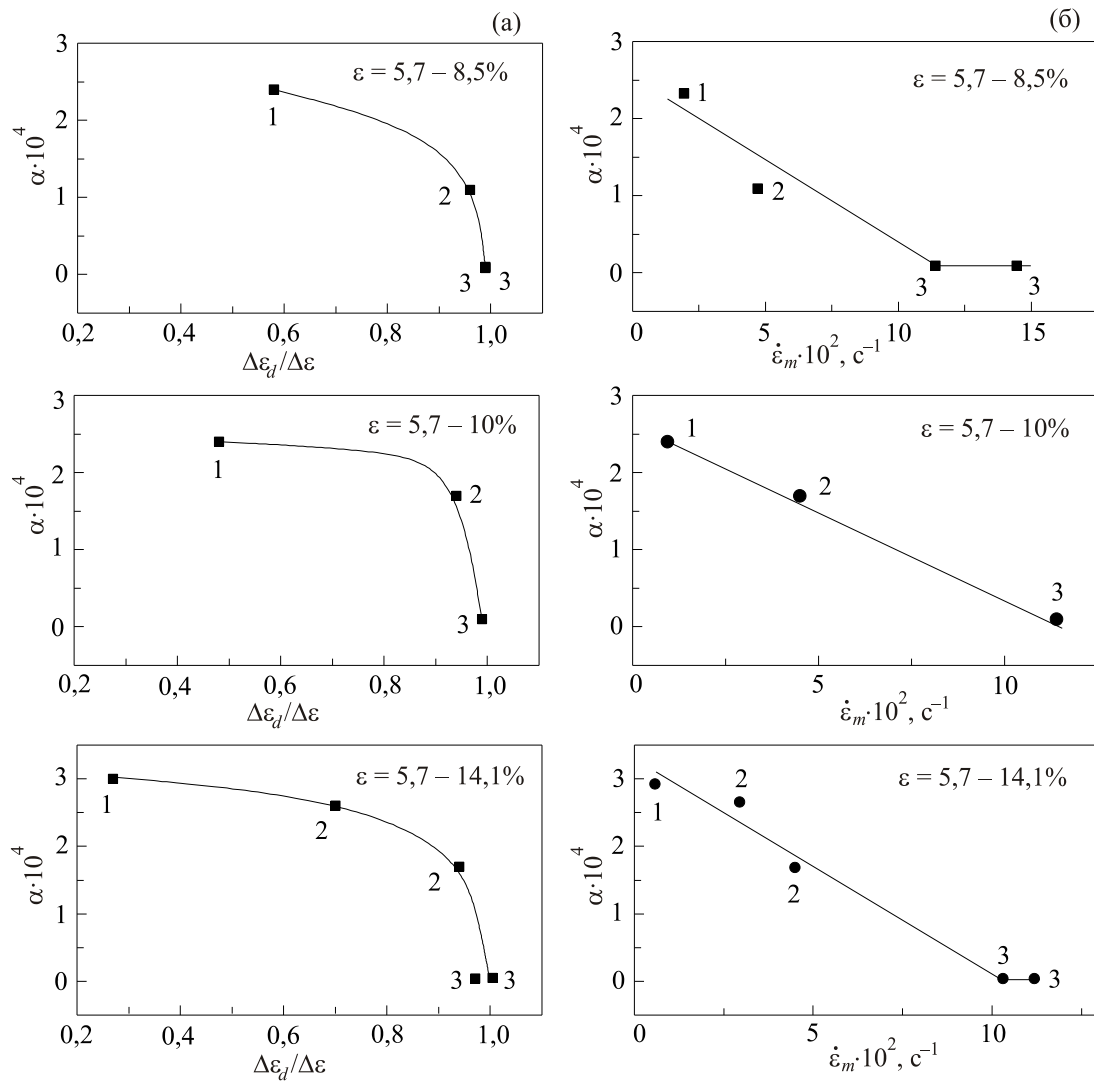


Рис. 6. Зависимости коэффициента  $\alpha$  от относительной величины динамического участка  $\Delta\epsilon_d/\Delta\epsilon$  (а) и от максимальной скорости ползучести  $\dot{\epsilon}_m$  (б) в узких интервалах степени деформации.

ную стадию процесса. Поэтому при изучении закономерностей низкотемпературной ползучести необходимо делать правильный выбор уровня деформирующих нагрузок, исключающих указанное влияние.

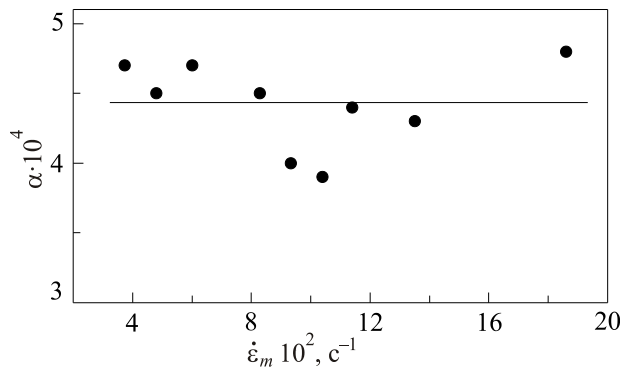


Рис. 7. Зависимость коэффициента  $\alpha$  от начальной скорости ползучести  $\dot{\epsilon}_m$  в отсутствие динамической стадии.

Полученные результаты позволяют предположить, что при наличии динамической стадии, в течение которой дислокации движутся с высокими скоростями, происходит структурная перестройка в их полосе скольжения, что вызывает изменение характера последующей флуктуационной стадии. Действительно, судя по рис. 5, показывающему, как изменяется ситуация после каждого увеличения нагрузки, можно полагать, что деформация образца всякий раз происходит на другом (свежем) участке нагруженного монокристалла. Этот вывод согласуется со структурными исследованиями, проведенными ранее на аналогичных монокристаллах [11].

#### 4. Выводы

1. Впервые изучено влияние «мгновенной» деформации на развитие при низких температурах стадии неустановившейся ползучести, контролируемой флуктуационным движением дислокаций.

2. Показано, что величина коэффициента логарифмической ползучести  $\alpha$  резко уменьшается с ростом предшествующей динамической составляющей приращения деформации, поэтому для корректного изучения закономерностей и механизмов низкотемпературной логарифмической ползучести необходим правильный выбор условий экспериментов, по возможности исключающих динамическую стадию.

3. Показано, что низкотемпературная ползучесть представляет собой перспективный метод для изучения динамических процессов, роль которых в механических явлениях нарастает при понижении температуры.

В заключение авторы благодарят Л.Г. Иванченко за помощь в проведении эксперимента.

1. Ф. Гарофало, *Законы ползучести и длительной прочности металлов*, Металлургия, Москва (1968).
2. И. Чадек, *Ползучесть металлических материалов*, Мир, Москва (1987).
3. В.И. Старцев, В.Я. Ильичев, В.В. Пустовалов, *Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах*, Металлургия, Москва (1975).
4. Г.И. Кириченко, В.П. Солдатов, *ФММ* **54**, 560 (1982).
5. Г.И. Кириченко, В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, *ФММ* **63**, 386 (1987).
6. В.П. Солдатов, В.Д. Нацик, Г.И. Кириченко, *ФНТ* **27**, 1421 (2001) [*Low Temp. Phys.* **27**, 1048 (2001)].
7. В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко *ФНТ* **29**, 451 (2003) [*Low Temp. Phys.* **29**, 340 (2003)].
8. В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко, *ФНТ* **32**, 1566 (2006) [*Low Temp. Phys.* **32**, 1194 (2006)].
9. В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко, *ФНТ* **35**, 637 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 503 (2009)].
10. Ю.Г. Казаров, в сб. *Физика конденсированного состояния*, Харьков (1973), вып. 11, с. 100.
11. Г.И. Кириченко, *ФММ* **63**, 157 (1987).

## The influence of dynamic plastic deformation on the fluctuation stage of creep flow in $\beta$ -tin at 1.6 K

G.I. Kyrichenko and V.P. Soldatov

The plastic deformation of  $\beta$ -tin single crystals oriented for plastic sliding in (100)  $\langle 010 \rangle$  system was studied at 1.6 K in case when logarithmic curves of low-temperature creep were preceded by dynamic motion of dislocations. For that special adaptor was added to deformation machine enabling the change of external load in a standard way for the same time of approximately 0.1 s. Creep process was recorded with a time resolution of 0.04 s by computer. It was shown that the coefficient of the logarithmic creep  $\alpha$  drops dramatically with the preceding dynamic part of deformation increment grows. This implies that the accurate study of principles and mechanisms of the low temperature logarithmic creep requires a careful choice of experimental conditions that excludes the dynamic stage when possible.

PACS: 62.20.HG Creep.

Keywords: tin, creep, dynamic deformation.