

# Дислокационные механизмы низкотемпературной акустической релаксации в железе

В.Д. Нацик<sup>1,2</sup>, Ю.А. Семеренко<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup>Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина  
пл. Свободы, 4, г. Харьков, 61022, Украина  
E-mail: semerenko@ilt.kharkov.ua

Статья поступила в редакцию 17 января 2019 г., опубликована онлайн 26 марта 2019 г.

Разработан и апробирован комплексный подход к изучению механизмов низкотемпературной дислокационной релаксации при циклических низкотемпературных деформациях кристаллических материалов: совместное использование экспериментальных методов механической спектроскопии в широких частотно-температурных диапазонах и теоретических методов статистического и термоактивационного анализа экспериментальных результатов. Эффективность такого подхода продемонстрирована на примере изучения низкотемпературных релаксационных резонансов в кристаллах железа, дислокационная структура которых варьировалась предварительной пластической деформацией. Полученные ранее результаты механической спектроскопии железа в температурном интервале  $4\text{ K} < T < 150\text{ K}$  при частотах колебаний порядка  $1\text{ Гц}$  и  $10^5\text{ Гц}$  в данном исследовании дополнены детальным изучением температурных спектров внутреннего трения и модуля Юнга монокристаллической пластины железа при промежуточных частотах порядка  $10^3\text{ Гц}$ . Для интерпретации всей совокупности экспериментальных результатов предложена модель двухмодового дислокационного релаксатора: первая его составляющая — прямолинейный сегмент дислокационной линии в рельефе Пайерлса I рода, релаксационные свойства которого определяются термической активацией парных кинков; вторая составляющая — цепочка геометрических кинков, способных к термически активированному диффузионному перемещению в рельефе Пайерлса II рода. Получены эмпирические оценки энергетических, силовых, инерционных и геометрических характеристик обеих составляющих такого релаксатора. Данное исследование дополняет выполненный ранее анализ процессов механической релаксации в кристаллах, обусловленный зарождением и перемещением кинков на дислокационных линиях (обзор: A. Seeger and C. Wüthrich, *Nuovo Cimento B* **33**, 38 (1976)).

Ключевые слова: низкие температуры, механическая спектроскопия, дислокации, термоактивационный анализ, внутреннее трение, дислокационный релаксатор.

## 1. Введение

В опубликованных ранее работах [1–20] было показано, что предварительная пластическая деформация высокочистого железа приводит к появлению низкотемпературного пика внутреннего трения, имеющего свойства, типичные для  $\alpha$ -пиков в ОЦК металлах [21,22]. При изучении монокристаллов железа методом составного вибратора на частотах колебаний порядка  $10^5\text{ Гц}$  этот пик наблюдается в области температур порядка  $50\text{ K}$  [1,2,14–20]. Крутильные колебания с частотами порядка  $1\text{ Гц}$  поликристаллических образцов железа также имеют аналогичный пик затухания при

температурах порядка  $30\text{ K}$  [3–13]. В работе [16] высказано предположение, что в обоих случаях наблюдался релаксационный  $\alpha$ -пик, обусловленный резонансным взаимодействием упругих колебаний с термически активированным зарождением пар кинков на дислокациях, которые накапливаются в образцах в результате предварительной пластической деформации. Отметим, что аналогичные низкотемпературные пики зарегистрированы также и при изучении внутреннего трения в ГЦК металлах — они получили название пиков Бордони [21,23,24].

Методы механической спектроскопии позволяют измерять с высокой точностью не только внутреннее тре-

ние кристаллов, но и их модули упругости. На температурной зависимости модуля упругости, соответствующего изучаемой колебательной моде монокристаллического образца железа, в области  $\alpha$ -пика наблюдается также характерная для релаксационного резонанса «ступенька» [20].

При микроскопической интерпретации релаксационных резонансов такого типа [21–23] предполагается, что термическая активация отдельного элементарного релаксатора в объеме кристаллического материала (например, зарождение пары кинков на дислокационной струне) характеризуется временем релаксации  $\tau = \tau(T)$ , а его зависимость от температуры определяется экспоненциальным законом Аррениуса

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{U_0}{k_B T}\right), \quad (1)$$

где  $U_0$  — энергия активации,  $\tau_0$  — характерный период попыток,  $k_B$  — постоянная Больцмана.

Если упругие колебания образца возбуждают систему релаксаторов с одинаковыми значениями параметров  $U_0$  и  $\tau_0$ , то в области резонанса температурно-частотная зависимость логарифмического декремента колебаний  $\delta(T, \omega)$  и соответствующего колебательной моде образца динамического модуля упругости (например, модуля Юнга)  $E(T, \omega)$  описывается формулами Дебая [21]:

$$\frac{E_0 - E(T, \omega)}{E_0} = \frac{\Delta E}{E_0} = \frac{C_r \Delta_0}{\pi} \frac{2}{1 + \omega^2 \tau^2},$$

$$\delta(T, \omega) = C_r \Delta_0 \frac{2\omega\tau}{1 + \omega^2 \tau^2}. \quad (2)$$

Здесь  $E_0$  — нерелаксированный модуль,  $\Delta_0$  — характерный вклад одного релаксатора в динамический отклик материала,  $C_r$  — относительная объемная концентрация релаксаторов. Координата локализации пика поглощения и центра ступеньки на температурной оси  $T_p(\omega)$  зависит от круговой частоты колебаний  $\omega$  согласно соотношениям

$$\omega\tau(T_p) = 1, T_p(\omega) = -\frac{U_0}{k_B \ln(\tau_0 \omega)}. \quad (3)$$

В реальном эксперименте изучаются образцы кристаллического материала, в котором существует сложная система случайных структурных неоднородностей и внутренних напряжений, поэтому параметры элементарных релаксаторов  $U_0$  и  $\tau_0$  приобретают в различных областях образца случайные добавки. В результате наблюдается, как правило, статистическое уширение и размытие релаксационных резонансов, которое также сопровождается сдвигом температуры их локализации  $T_p(\omega)$ . В частности, статистический разброс параметров релаксаторов и размытие резонанса может возникать под воздействием предварительной пластической

деформации образцов, тогда при их отжиге будет наблюдаться возврат характеристик резонанса. В работах авторов [20,24–29] предложен метод статистического анализа низкотемпературных релаксационных резонансов и способ выделения вклада релаксаторов одного типа на общем фоне зарегистрированных в эксперименте температурных зависимостей резонансных частот и декрементов колебаний образцов.

Статистическая интерпретация результатов, полученных при изучении  $\alpha$ -пика внутреннего трения в железе с  $T_p \approx 50$  К при частотах колебаний порядка  $10^5$  Гц, позволила оценить период попыток  $\tau_0$  и энергию активации  $U_0$  релаксационного процесса, ответственного за этот пик:  $\tau_0^\alpha = 2,4 \cdot 10^{-11}$  с и  $U_0^\alpha = 3,7 \cdot 10^{-2}$  эВ [20]. Аналогичный статистический анализ пика  $T_p \approx 30$  К, зарегистрированного при частотах порядка 1 Гц [3–13], не был выполнен. Попытка качественного сопоставления в работе [16] результатов, полученных различными экспериментальными методами на образцах с различной морфологией и неконтролируемой дефектной структурой, привела к значениям активационных параметров релаксационного процесса, которые существенно отличаются от приведенных выше уточненных значений. Данное обстоятельство оставляло открытым вопрос о единой природе пиков внутреннего трения в железе, зарегистрированных в области 50 К и в области 30 К: можно ли рассматривать их как один и тот же  $\alpha$ -пик, который смещается вдоль оси температур в результате изменения частоты колебаний?

В настоящей работе мы продолжили экспериментальное и теоретическое изучение особенностей низкотемпературной акустической релаксации в железе. Полученные ранее экспериментальные данные [1–20] дополнены измерениями внутреннего трения и динамического модуля Юнга в монокристаллах чистого железа при промежуточных частотах колебаний порядка  $10^3$  Гц. Для этого нами реализован в условиях низких температур известный метод изучения вынужденных изгибных колебаний образца в виде тонкой пластинки [30–32]. Специфика его использования в данном исследовании детализована в Приложении.

На частоте колебаний около  $3,6 \cdot 10^3$  Гц измерены температурные зависимости в интервале  $4,5 \text{ К} < T < 150 \text{ К}$  декремента колебаний  $\delta(T)$  и динамического модуля Юнга  $E(T)$  монокристаллической пластинки высокочистого железа. Изучено влияние на температурный спектр акустической релаксации предварительной деформации образца, а также отжига. В данном эксперименте, как и в предыдущих работах [1–20], пластическая деформация инициировала появление релаксационного резонанса — пика и ступеньки на зависимостях  $\delta(T)$  и  $E(T)$  соответственно, который при этих частотах оказался локализованным в области 31–35 К. На низкотемпературном склоне основного пика зарегистрирован слабо выраженный пик-сателлит с центром вблизи 15 К.

Отжиг приводил к уменьшению высоты обоих пиков внутреннего трения и их сдвигу в область низких температур, а также к уменьшению фона поглощения и динамического модуля упругости при всех реализованных в эксперименте значениях температуры.

В разд. 3 результаты нашего исследования сопоставлены с результатами работ [1–20], а также выполнен статистический анализ всей совокупности экспериментальных данных о низкотемпературных релаксационных резонансах в железе, зарегистрированных при различных частотах колебаний от 1 Гц до  $10^5$  Гц. Показано, что как основной  $\alpha$ -пик внутреннего трения, так и его сателлит  $\alpha'$ -пик для всех структурных состояний образцов и значений частоты колебаний характеризуются одинаковыми наборами активационных параметров ( $\tau_0^\alpha \approx 2,4 \cdot 10^{-11}$  с и  $U_0^\alpha \approx 3,7 \cdot 10^{-2}$  эВ;  $\tau_0^{\alpha'} \approx 3,5 \cdot 10^{-11}$  с и  $U_0^{\alpha'} \approx 1,5 \cdot 10^{-2}$  эВ) и обусловлены термически активированным возбуждением дислокаций, которые вводятся в образцы при пластической деформации. Установлено, что температурная зависимость динамического модуля Юнга железа при  $T < 150$  К в значительной мере обусловлена взаимодействием упругих колебаний с дислокационными релаксаторами, электронами проводимости и фононами.

В разд. 4 сформулирована и проанализирована модель двухмодового дислокационного релаксатора, которая позволяет интерпретировать резонансы  $\alpha$  и  $\alpha'$  как результат взаимодействия упругих колебаний с процессами термически активированного зарождения и перемещения кинков на дислокационных линиях.

## 2. Методика и результаты эксперимента

### 2.1. Методика измерений

С целью расширения экспериментальных возможностей и повышения информативности метода механической спектроскопии твердых тел в настоящей работе нами был реализован в условиях низких температур один из вариантов резонансных измерений диссипативных и упругих характеристик твердотельных образцов — изучение вынужденных изгибных колебаний тонких пластин. Акустические измерения проводились методом изгибных колебаний образца со свободными концами на частоте около 3,6 кГц и с амплитудой упругой деформации  $\epsilon_a \sim 10^{-7}$ , что соответствовало линейному режиму колебаний и независимости параметров резонанса от их амплитуды.

Температура в измерительной ячейке изменялась со скоростью 0,5 К/мин, фиксированные значения температуры поддерживались с точностью 0,5%.

В области температур  $4,5 \text{ К} < T < 150 \text{ К}$  измерялись температурные зависимости декремента  $\delta(T)$  и резонансной частоты упругих колебаний образца, по которой рассчитывался динамический модуль упругости Юнга  $E(T)$  вдоль его продольной оси.

Блок-схема экспериментальной установки, принцип её действия, процедура измерений и получения зависимостей  $\delta(T)$  и  $E(T)$  описаны в Приложении.

### 2.2. Изучаемые образцы

В качестве объекта исследования был выбран монокристалл железа высокой чистоты, выращенный в Институте физики Чехословацкой академии наук методом рекристаллизации [33,34]. Высокая чистота образца достигалась путем семикратной зонной очистки исходного коммерческого металла (фирма «Джонсон и Мэтью», Великобритания) и длительного (~7 суток) отжига выращенного монокристалла в атмосфере обезвоженного водорода с нагретым циркониевым поглотителем. Окончательное содержание примесей внедрения (С, N, и др.) было менее  $1 \cdot 10^{-4}$  ат.%. Исходная плотность ростовых дислокаций составляла  $\sim 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-2}$ .

Образец был вырезан с помощью электроискровой резки, затем притерт на абразивных порошках до достижения требуемой формы и размеров  $0,3 \times 4,4 \times 20,3$  мм.

Для установления влияния дислокационных процессов на акустические свойства изучаемого материала в образец вводились свежие дислокации путем пластического деформирования методом четырехточечного изгиба при комнатной температуре и последующей рихтовке. Мерой деформации служила величина остаточной пластической деформации наружного слоя пластины  $\epsilon_{pl} \approx 1\%$ . Было изучено четыре структурных состояния образца: 0 — недеформированный образец; 1 — непосредственно после деформации; после серии из двух низкотемпературных отжигов при 320 К (один час — структурное состояние 2 и два часа — структурное состояние 3). Измерения в структурных состояниях 2 и 3 были проведены через 6 дней после деформации, в течение этого времени образец хранился при температуре жидкого азота непосредственно в измерительной ячейке.

Ориентация образца определялась при помощи лауэграммы. Продольная ось пластины совпадала с осью нагружения при пластическом деформировании и имела направление, близкое к  $\langle 731 \rangle$ , компланарное с направлениями  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 101 \rangle$  и составляющее с ними углы  $\approx 45^\circ$ . Избранная ориентация образца обеспечивала при данном  $\epsilon_{pl}$  синглетное скольжение в плоскости  $(\bar{1}01)$  с максимальным приведенным напряжением в направлении вектора Бюргерса  $[111]$  [35].

Измерения на недеформированном и предварительно деформированном образце, вырезанном из этого же монокристалла, были выполнены ранее [20] другим методом акустической спектроскопии — методом двойного составного вибратора на частотах продольных колебаний 88 кГц и 352 кГц. Измерения на частоте изгибных колебаний 3,6 кГц, проведенные в настоящей работе, позволили получить дополнительную информацию о частотных зависимостях внутреннего трения

и динамического модуля Юнга в идентичных образцах в достаточно широком интервале частот колебаний.

### 2.3. Результаты измерений

На рис. 1 показаны температурные зависимости декремента и модуля упругости, измеренные на частоте 3600 Гц в недеформированном образце после пластической деформации, а также после серии из двух низкотемпературных отжигов. В недеформированном образце акустическое поглощение монотонно убывает, а модуль Юнга возрастает при понижении температуры. Пластическая деформация приводит к появлению хорошо выраженного релаксационного резонанса — широкого пика поглощения и соответствующей ему «ступеньки» на температурной зависимости модуля упругости, локали-

зованных в области 30–40 К. Последующие отжиги приводят к уменьшению амплитуды пика поглощения и высоты «ступеньки» и к сдвигу их в область более низких температур. Отжиг также приводит к увеличению модуля упругости и уменьшению фона акустического поглощения при значениях  $T < 100$  К.

Зарегистрированный в данном эксперименте акустический релаксационный резонанс имеет свойства типичного  $\alpha$ -резонанса, который ранее наблюдался в монокристаллах железа как при более высоких [1,2,14–20], так и при более низких [3–13] частотах колебаний.

Для некоторых структурных состояний образца на низкотемпературном склоне  $\alpha$ -пика наблюдается также пик-сателлит  $\alpha'$  и соответствующая ступенька на зависимости  $E(T)$ , локализованные вблизи 15 К. Высота  $\alpha'$ -пика и его ступеньки приблизительно в десять раз меньше значений этих параметров для  $\alpha$ -пика. Отметим, что аналогичные сателлиты наблюдаются и в окрестности пиков Бордони в ГЦК металлах [23,24].

### 3. Низкотемпературные особенности акустической релаксации в железе: сопоставление и анализ результатов измерений при различных частотах колебаний

#### 3.1. Статистическое описание релаксационного резонанса

В работах [20,24–29] был предложен метод анализа акустической релаксации в кристаллических материалах с учетом статистического разброса параметров элементарных релаксаторов  $U_0$ ,  $\tau_0$  и  $\Delta_0$ , который всегда присутствует в реальном кристалле вследствие случайного распределения структурных искажений — различных дефектов и создаваемых ими внутренних напряжений.

При теоретическом описании резонанса параметры релаксаторов следует рассматривать как случайные величины и задавать соответствующие им функции распределений. В случае низких температур  $k_B T \ll U_0$  достаточно учитывать только статистический разброс значений энергии активации  $U_0$  и с экспоненциальной точностью пренебрегать дисперсией параметров  $\tau_0$  и  $\Delta_0$  под влиянием структурных дефектов [29]. При этом динамические функции отклика макроскопического образца (дефект модуля упругости  $\Delta \bar{E}(T, \omega)/E_0$  и декремент колебаний  $\bar{\delta}(T, \omega)$ ) будут описываться сложными функциями, получаемыми статистическим усреднением выражений (2) с корректно выбранной функцией распределения  $P(U)$ :

$$\frac{\Delta \bar{E}}{E_0} = \frac{2C_r \Delta_0}{\pi} \cdot \mu^{(1)}(T, \omega, \tau_0, U_0, D),$$

$$\bar{\delta} = 2C_r \Delta_0 \cdot \mu^{(2)}(T, \omega, \tau_0, U_0, D),$$

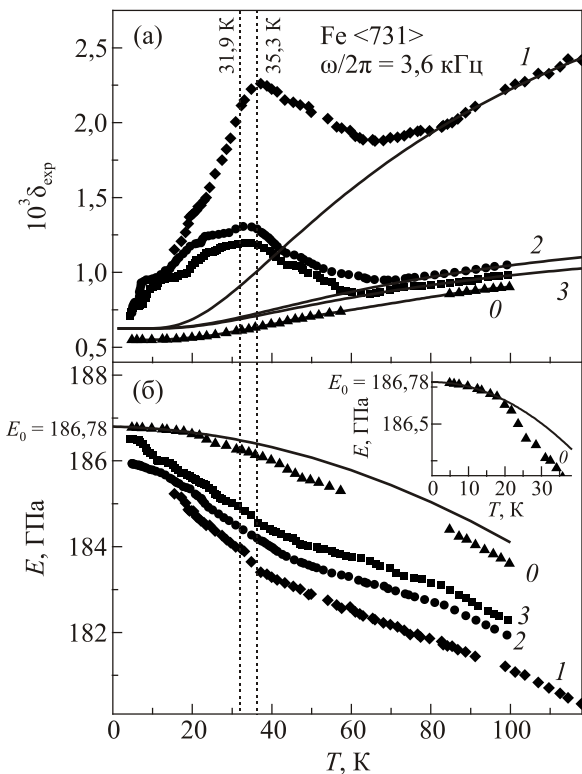


Рис. 1. Температурные зависимости декремента колебаний (а) и модуля Юнга (б) монокристаллической пластины высококачественного железа: недеформированный образец (0); образец, деформированный при комнатной температуре до величины остаточной пластической деформации  $\epsilon_{pl} = 1\%$ , измерения проведены непосредственно после деформации (1); тот же образец через 6 дней после деформации и 1 ч отжига при 320 К (2); тот же образец через 6 дней после деформации и 2 ч отжига при 320 К (3). Сплошные линии на рис. 1(а) — фон поглощения, описываемый формулой (7) при значениях параметров, приведенных в таблице. Сплошная линия на рис. 1(б) — температурная зависимость модуля упругости в предположении аддитивного вклада фононной и электронной составляющих (9), при значениях параметров приведенных в табл. 1.

$$\mu^{(1)} = \int_0^{\infty} \frac{P(U)}{1 + \omega^2 \tau_0^2 \exp(2U/k_B T)} dU,$$

$$\mu^{(2)} = \int_0^{\infty} \frac{\omega \tau_0 \exp(U/k_B T)}{1 + \omega^2 \tau_0^2 \exp(2U/k_B T)} P(U) dU.$$

При описании акустических свойств кристаллов после предварительной пластической деформации в качестве функции распределения энергий активации элементарного релаксатора выбрана квазигауссова функция распределения [20,25–29]:

$$P(U) = \frac{C(D)}{\sqrt{2\pi} D U_0} \exp\left(-\frac{(U-U_0)^2}{2D^2}\right). \quad (5)$$

При  $D \rightarrow 0$  эта функция превращается в дельта-функцию  $P(U) = \delta(U - U_0)$ , а коэффициент  $C(D)$  обеспечивает ее нормировку на единицу при  $D \neq 0$ :

$$C(D) = 2 \left[ 1 + \Phi(d) + \frac{d}{\sqrt{\pi}} \exp\left(-\frac{1}{d^2}\right) \right]^{-1}, \quad (6)$$

$$\Phi(d) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{d^{-1}} e^{-t^2} dt, \quad d = \frac{\sqrt{2}D}{U_0}.$$

Для малых значений параметра дисперсии  $D \ll U_0$  с экспоненциальной точностью  $C = 1$ , это приближение рассматривалось ранее в работах [20,25–28]. В работе [29] формула для функции  $C(D)$  содержит опечатку, которая здесь исправлена.

### 3.2. Фон акустического поглощения

Принимая во внимание высокую температурную и структурную чувствительность фона поглощения  $\delta_{BG}(T)$ , можно считать его частично обусловленным термически активированной дислокационной релаксацией с энергией активации  $U_{BG}$ , которая существенно отличается от энергии активации  $U_0$  изучаемого резонансного поглощения. Для описания зависимости  $\delta_{BG}(T)$  обычно используется простая аналитическая аппроксимация [30,36]:

$$\delta_{BG}(T) = A_1 + A_2 \exp\left(-\frac{U_{BG}}{k_B T}\right). \quad (7)$$

При этом предполагается, что коэффициент  $A_1$  характеризует слабо зависящие от температуры вблизи резонанса вклады в поглощение фононной, электронной и магнитной подсистем металла.

Коэффициенты  $A_1$ ,  $A_2$  и параметр  $U_{BG}$  являются подгоночными параметрами, величина которых изменяется при изменениях дефектной структуры образца. Основным критерий для выбора их значений — обеспечить разделение пика от фона примерно на его ширине. При значениях параметров  $A_1$ ,  $A_2$  и  $U_{BG}$ , приве-

денных в табл. 1, графики функции (7) для недеформированного и деформированного образцов показаны на рис. 1(а) сплошными линиями.

Корректная физическая интерпретация зарегистрированных в экспериментах пиков внутреннего трения сводится, естественно, к сопоставлению с теорией акустических резонансов значений разности

$$\tilde{\delta}(T, \omega) = \delta_{\text{exp}}(T, \omega) - \delta_{BG}(T, \omega). \quad (8)$$

### 3.3. Статистический анализ $\alpha$ -пика поглощения

Для установления единой физической природы низкотемпературных релаксационных пиков, наблюдаемых в железе, как в низкочастотных экспериментах, так и методами звуковой и ультразвуковой спектроскопии, целесообразно единообразно проанализировать весь набор экспериментальных данных, используя методику статистического анализа разности  $\tilde{\delta} = \delta_{\text{exp}} - \delta_{BG}$  —

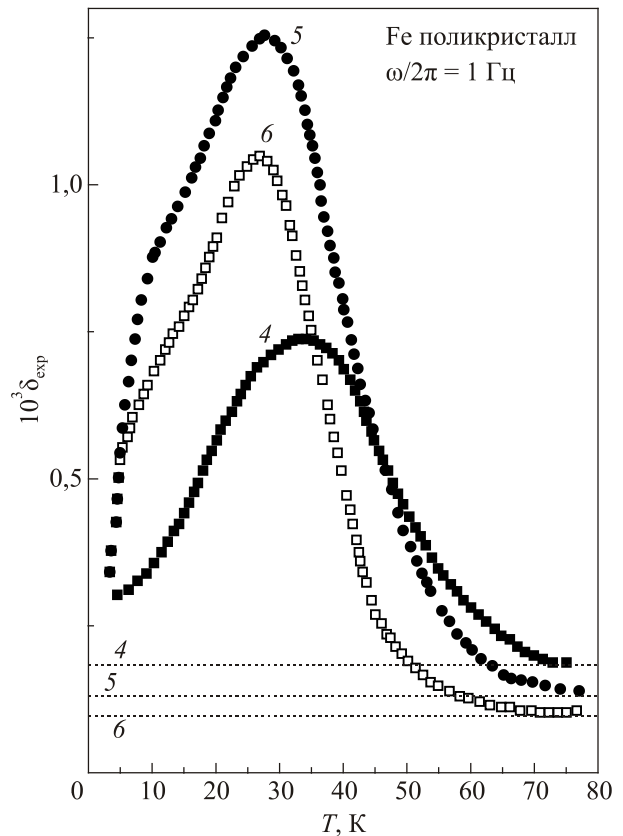


Рис. 2. Температурные зависимости декремента колебаний  $\delta_{\text{exp}}(T)$  поликристаллического образца чистого железа по данным работы [10]: образец, после двукратного низкотемпературного деформирования до остаточной пластической деформации  $\epsilon_{pl} = 10\%$ , измерения проведены непосредственно после деформации (4); то же после изохронного отжига со скоростью 2 К/мин до температуры 305 К (5); то же после изохронного отжига со скоростью 2 К/мин до температуры 320 К (6). Прерывистые линии — фон поглощения, описываемый формулой (7) при значениях параметров, приведенных в табл. 1.

Таблица 1. Зависимость параметров акустической релаксации в железе от структурного состояния образца и эмпирические значения параметров теории. Нумерация структурных состояний соответствует приведенной на рис. 1–4

Параметры релаксации	Структурное состояние образцов													
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
	Монокристалл <731> настоящая работа				Поликристалл [7–10]			Поликристалл [4]	Монокристалл <100> [14–17]				Монокристалл <731> [20]	
Частота колебаний, кГц	3,6				0,001			0,001	88				88	352
$T_D^\alpha, K$	–	35,3	32,0	30,7	33,6	28,5	27,0	26,7	–	51,3	49,0	48,1	44,4	50,7
$A_1 \cdot 10^4$	5,5	6,3	6,3	6,3	1,8	1,3	1,0	2,5	0,4	0,7	0,8	0,6	2,8	3,0
$A_2 \cdot 10^2$	0,8	3,6	1,0	0,8	0			0,9	0,5	2,2	1,7	1,6	0,2	1,1
$U_{BG}, \text{эВ}$	0,01				–			0,01	0,01				0,01	
$U_0^\alpha, \text{эВ}$	–	0,037							–	0,037				
$\tau_0^\alpha \cdot 10^{11}, \text{с}$	–	2,4							–	2,4				
$D^\alpha, \text{эВ}$	–	0,018	0,012	0,012	0,031	0,023	0,020	0,019	–	0,018	0,016	0,015	0,014	0,014
$(C_r \Delta_0)^\alpha \cdot 10^3$	0	12,4	4,6	3,8	8,3	15,8	12,8	13,1	0	1,8	2,0	2,6	1,8	13,1
$T_D^{\alpha'}, K$	–	–	13,6	13,2	–	8,8	7,1	–	–	18,5	17,2	17,0	–	
$U_0^{\alpha'}, \text{эВ}$	–	–	0,015		–	0,015		–	–	0,015			–	
$\tau_0^{\alpha'} \cdot 10^{11}, \text{с}$	–	–	3,5		–	3,5		–	–	3,5			–	
$\gamma^{\alpha'} \cdot 10^{-11}, \text{с/Дж}$	–	–	3,0		–	3,0		–	–	3,0			–	
$D^{\alpha'}, \text{эВ}$	–	–	0,007	0,007	–	0,095	0,080	–	–	0,011	0,009	0,008	–	
$(C_r \Delta_0)^{\alpha'} \cdot 10^4$	0	–	0,5	0,4	–	0,5	0,5	–	0	4,1	3,8	4,4	–	
$E_0, \text{ГПа}$	186,8				–			–	–				186,1	–
$\beta_{ph} K^{-4}$	$1 \cdot 10^{-11}$				–			–	–				$1 \cdot 10^{-11}$	–
$\beta_e K^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$				–			–	–				$5,4 \cdot 10^{-7}$	–

сопоставление значений  $\tilde{\delta}(T, \omega)$  вблизи вершин пиков с формулами (4) для  $\bar{\delta}(T, \omega)$ .

Для анализа выберем следующий набор экспериментальных данных:

- 1 Гц — данные работы [10] (рис. 2) и [4] (см. табл. 1);
- 3,6 кГц — данные настоящей работы (рис. 1);
- 88 кГц — данные работ [14–16] с учетом уточнений [17] (рис. 3), а также [20] (см. табл. 1);
- 352 кГц — данные работы [20] (см. табл. 1).

Фон акустического поглощения будем учитывать, используя аппроксимацию (7).

Алгоритм подбора оптимальных значений параметров теории ( $C_r \Delta_0$ ,  $\tau_0$ ,  $U_0$ ,  $D$ ) основан на их последовательном варьировании с заданным шагом вблизи затравочных значений с целью минимизации среднеквадратичного отклонения теоретических и экспериментальных зависимостей в ближайшей окрестности  $T_p(\omega)$  — примерно на полуширине пиков.

Результаты анализа  $\alpha$ -пики, зарегистрированного в настоящей работе при значении циклической частоты колебаний  $\omega = 2,3 \cdot 10^4 \text{ с}^{-1}$ , показаны на рис. 4. Сплошные линии на рис. 4 — графики зависимости  $\bar{\delta}(T, \omega)$ , построенные по формулам (4) с подгоночными пара-

метрами теории, значения которых приведены в табл. 1. Они удовлетворительно согласуются с результатами эксперимента после вычитания фона вблизи вершин пиков и на их правых склонах, где отсутствует  $\alpha'$ -саттелит. Видно, что экспериментальные зависимости существенно шире дебаевского пика (2) и смещены в область более высоких температур.

Аналогичным образом проанализированы: экспериментальные данные работы [10] при частоте колебаний  $\omega = 6,3 \text{ с}^{-1}$  (рис. 5); данные работ [14–17] при  $\omega = 5,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$  (рис. 6); данные работ [4] при  $\omega = 6,3 \text{ с}^{-1}$  и [20] при  $\omega = 2,2 \cdot 10^6 \text{ с}^{-1}$ . Полученные эмпирические оценки для параметров теории приведены в табл. 1.

При больших разбросах экспериментальных точек все эти резонансы удовлетворительно описываются теоретическими зависимостями, рассчитанными по формуле (4), и имеют одинаковые активационные параметры  $\tau_0^\alpha \approx 2,4 \cdot 10^{-11} \text{ с}$  и  $U_0^\alpha \approx 3,7 \cdot 10^{-2} \text{ эВ}$ . На рис. 7 показаны пики поглощения и результаты их статистического анализа еще для нескольких различных структурных состояний образцов и частот колебаний. Все наблюдаемые в эксперименте отличия ширины, температуры локализации и высоты пиков могут быть интерпретированы как результат изменений подгоночных

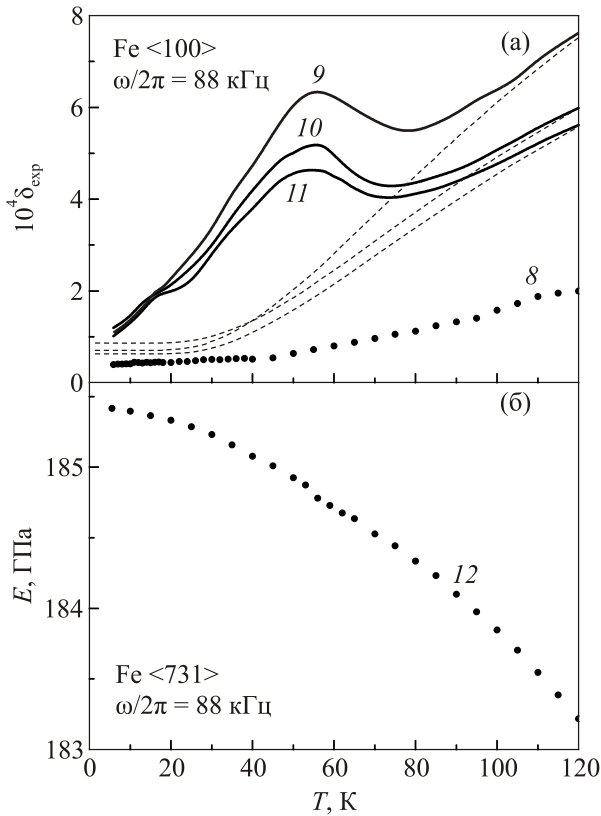


Рис. 3. Температурные зависимости декремента колебаний  $\delta_{\text{exp}}(T)$  (а) и модуля упругости (б) монокристаллических образцов высокочистого железа в различных структурных состояниях: недеформированный образец с ориентацией  $\langle 100 \rangle$  [14–17] (8), тот же образец, деформированный при комнатной температуре до величины остаточной пластической деформации  $\epsilon_{\text{pl}} = 0,82\%$ , измерения проведены непосредственно после деформации (9); тот же образец после 72 ч отжига при 300 К (10); тот же образец после 120 ч отжига при 300 К (11); монокристаллический образец с ориентацией  $\langle 731 \rangle$ , деформированный при температуре 300 К до величины остаточной пластической деформации  $\epsilon_{\text{pl}} = 3\%$ , измерения проведены после 11 лет отжига при 300 К [20] (12). Прерывистые линии на рис. 3(а) — фон поглощения, описываемый формулой (7) при значениях параметров, приведенных в табл. 1. Прерывистая линия на рис. 3(б) — температурная зависимость модуля упругости в предположении аддитивного вклада фоновой и электронной составляющих (9) при значениях параметров приведенных в табл. 1.

параметров теории  $D$  и  $C_r \Delta_0$ . Таким образом, можно утверждать, что все обсуждаемые пики имеют единую физическую природу и обусловлены термически активированным возбуждением дислокационных релаксаторов одного типа, которые вводятся в образцы при пластической деформации, но величина энергии активации для отдельных релаксаторов испытывает в объеме образца статистические отклонения.

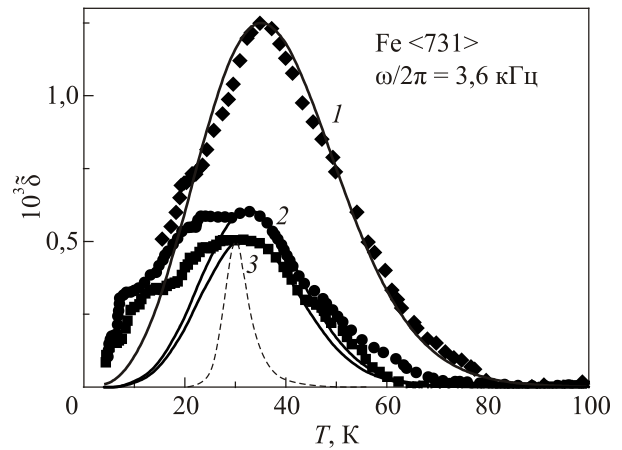


Рис. 4. Температурные зависимости  $\delta(T)$  декремента колебаний монокристаллической пластины высокочистого железа, полученные при вычитании на рис. 1 фона, с указанной на нем нумерацией структурных состояний. Сплошные линии — теоретические зависимости для  $\alpha$ -пика, рассчитанные по формуле (4) при значениях параметров, приведенных в табл. 1; прерывистая линия — дебаевский пик (2) с параметрами  $U_0^\alpha$  и  $\tau_0^\alpha$  для частоты  $\omega = 2,3 \cdot 10^4$  с $^{-1}$ .

### 3.4. Выделение и анализ $\alpha'$ -пика поглощения

Значительные отклонения экспериментальных данных на низкотемпературном склоне  $\alpha$ -пиков от сплошных линий, полученных в результате их статистического анализа (рис. 4–7), указывают на наличие низкотемпературного сателлита — так называемого  $\alpha'$ -пика, локализованного около температуры 12–13 К.

Обозначим символом  $\delta'(T)$  вклад в декремент колебаний релаксационного процесса, ответственного за  $\alpha'$ -пик. Для выделения этого вклада вычтем на рис. 4–6 из экспериментальных данных теоретические зависимости (сплошные кривые), соответствующие одномодовым функциям распределения для основного релаксационного  $\alpha$ -процесса. Результаты такой обработки показаны на рис. 8–10.

Естественно предположить, что энергия активации  $\alpha'$ -процесса в реальном кристалле также имеет статистический разброс около некоторого значения  $U_0^{\alpha'}$  и выполнить статистический анализ экспериментальных значений  $\delta'(T)$  вклада в декремент колебаний  $\alpha'$ -процесса.

На рис. 8–10 результаты аналитической аппроксимации экспериментальных данных формулами (4) показаны сплошными кривыми, а значения соответствующих параметров теории приведены в табл. 1. Установлено, что имеющиеся экспериментальные данные для образцов с различными структурными состояниями при малых и больших значениях частоты колебаний удовлетворительно описываются формулами (4) и имеют одинаковые активационные параметры  $\tau_0^{\alpha'} \approx 3,5 \cdot 10^{-11}$  с и  $U_0^{\alpha'} \approx 1,5 \cdot 10^{-2}$  эВ.

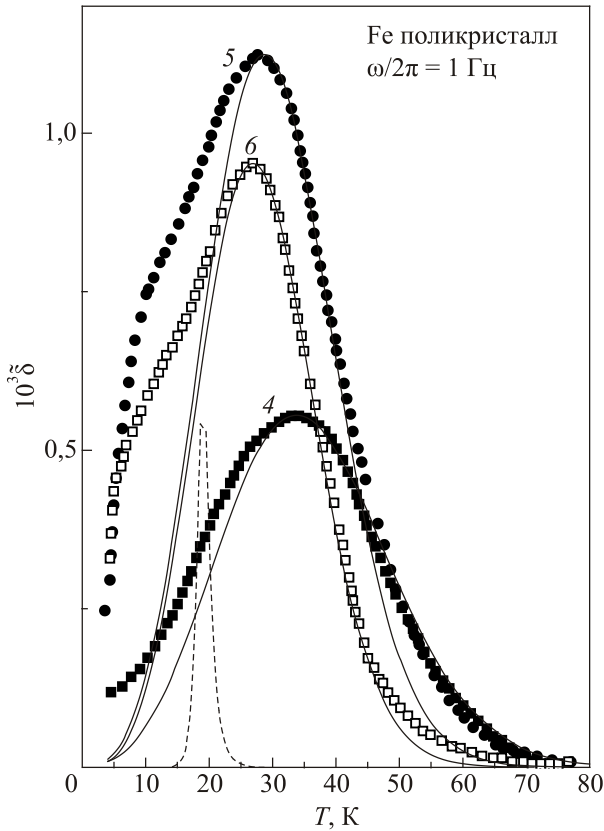


Рис. 5. Температурные зависимости декремента колебаний поликристаллического образца чистого железа  $\tilde{\delta}(T)$ , полученные при вычитании на рис. 2 фона, с указанной на нем нумерацией структурных состояний. Сплошные линии — теоретические зависимости для  $\alpha$ -пики, рассчитанные по формуле (4) при значениях параметров, приведенных в табл. 1; прерывистая линия — дебаевский пик (2) с параметрами  $U_0^\alpha$  и  $\tau_0^\alpha$  для частоты  $\omega = 6,3 \text{ с}^{-1}$ .

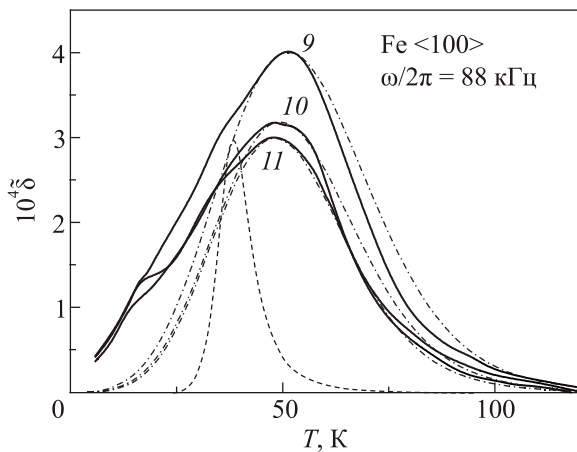


Рис. 6. Температурные зависимости  $\tilde{\delta}(T)$  декремента колебаний поликристаллического образца чистого железа, полученные при вычитании на рис. 3 фона, с указанной на нем нумерацией структурных состояний. Штрихпунктирные линии — теоретические зависимости для  $\alpha$ -пики, рассчитанные по формуле (4) при значениях параметров, приведенных в табл. 1; прерывистая линия — дебаевский пик (2) с параметрами  $U_0^\alpha$  и  $\tau_0^\alpha$  для частоты  $\omega = 5,5 \cdot 10^5 \text{ с}^{-1}$ .

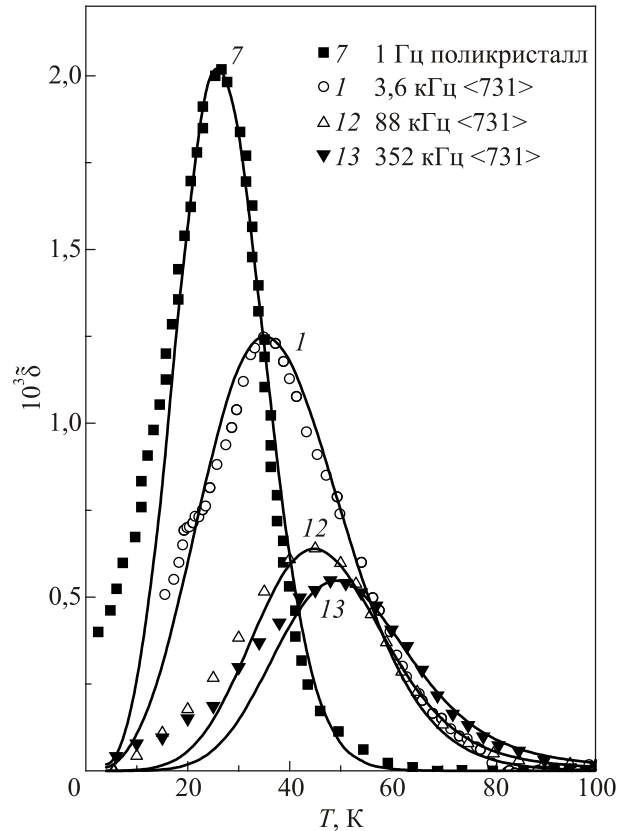


Рис. 7. Дополнительные  $\alpha$ -пики в железе по данным различных авторов. Нумерация структурных состояний соответствует приведенной в табл. 1. Поликристаллический образец, деформированный при температуре 300 К до величины остаточной пластической деформации  $\epsilon_{pl} = 5\%$ , измерения проведены непосредственно после деформации [4] (7); монокристаллический образец с ориентацией  $\langle 731 \rangle$ , деформированный при температуре 300 К до величины остаточной пластической деформации  $\epsilon_{pl} = 3\%$ , измерения проведены на кратных гармониках после 11 лет отжига при 300 К [20] (12), (13). Сплошные линии — результат статистической обработки и аппроксимации точек формулой (4) при значениях параметров, приведенных в табл. 1.

Отметим, что и ранее  $\alpha'$ -пик неоднократно наблюдался и обсуждался различными авторами [1,2,5,10–12,16]. Так, например, в работе [16] резонанс в районе 17 К был обнаружен в монокристаллических образцах Fe с ориентацией  $\langle 100 \rangle$ . В работе [10] показано, что отжиг приводит к сужению и сдвигу в область более низких температур  $\alpha$ -пики и появлению  $\alpha'$ -пики, который на первоначальных кривых не наблюдался.

### 3.5. Температурная зависимость динамического модуля Юнга: разделение вкладов электронов, фононов и дислокационных релаксаторов

Известно [37–39], что при низких температурах  $T \leq \Theta_D$  ( $\Theta_D$  — температура Дебая) зависимость изотермического модуля упругости металлических кристаллов частично определяется тепловым возбуждением



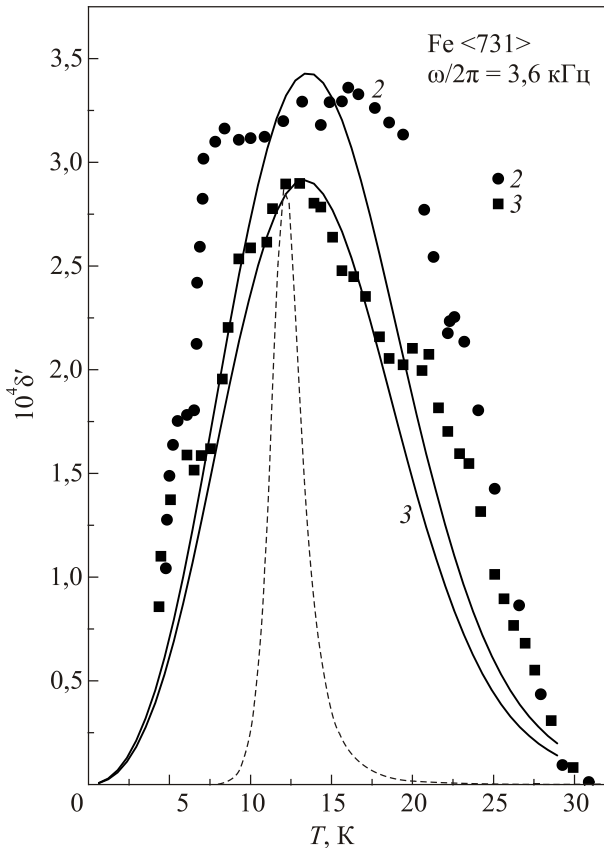


Рис. 8. Точки — температурные зависимости поглощения  $\delta'(T)$  монокристаллической пластины высокочистого железа, полученные при вычитании на рис. 4 релаксационного вклада  $\alpha$ -процесса, нумерация структурных состояний соответствует приведенной на рис. 1. Сплошные линии — теоретические зависимости, рассчитанные по формуле (4) при значении активационных параметров для  $\alpha'$ -пика, приведенных в табл. 1, прерывистая линия — дебаевский пик (2) с параметрами  $U_0^{\alpha'}$  и  $\tau_0^{\alpha'}$  при значении частоты колебаний  $\omega = 2,3 \cdot 10^4 \text{ c}^{-1}$ .

и релаксацией системы фононов и электронов проводимости. Их вклад приводит к уменьшению модуля с ростом температуры и описывается формулой

$$E(T) = E_0 \left[ 1 - \beta_e T^2 - \beta_{ph} f\left(\frac{T}{\Theta_D}\right) \right], \quad (9)$$

здесь  $E_0$  — модуль упругости кристалла при  $T \rightarrow 0 \text{ K}$ ;  $\beta_e T^2$  — дефект модуля, обусловленный тепловым движением электронов проводимости;  $\beta_{ph} f\left(\frac{T}{\Theta_D}\right)$  — дефект модуля, обусловленный тепловыми фононами, где  $f(t) = t^4 \int_0^t dx x^3 (e^x - 1)^{-1}$ . Температура Дебая монокристаллов железа  $\Theta_D = 420 \text{ K}$  [40]. Для недеформированного образца (0) график зависимости (9) при значе-

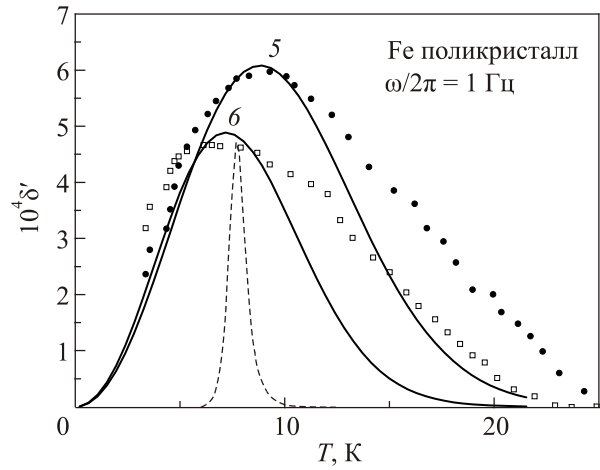


Рис. 9. Точки — температурные зависимости поглощения  $\delta'(T)$  поликристаллического образца чистого железа, полученные при вычитании на рис. 5 релаксационного вклада  $\alpha$ -процесса, нумерация структурных состояний соответствует приведенной на рис. 2. Сплошные линии — теоретические зависимости, рассчитанные по формуле (4) при значении активационных параметров для  $\alpha'$ -пика, приведенных в табл. 1. Прерывистая линия — дебаевский пик (2) с параметрами  $U_0^{\alpha'}$  и  $\tau_0^{\alpha'}$  при значении частоты колебаний  $\omega = 6,3 \text{ c}^{-1}$ .

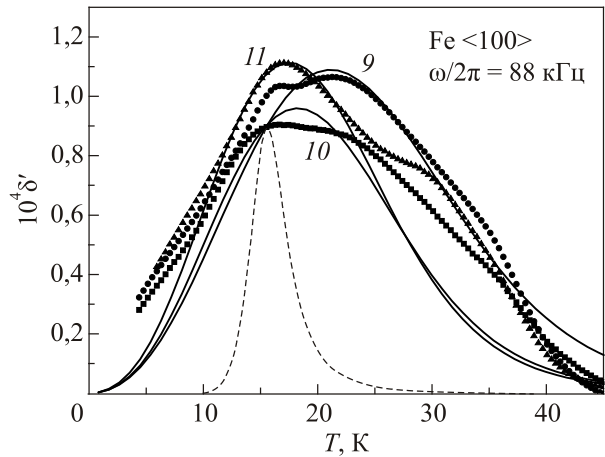


Рис. 10. Точки — температурные зависимости поглощения  $\delta'(T)$  монокристаллического образца высокочистого железа, полученные при вычитании на рис. 6 релаксационного вклада  $\alpha$ -процесса, нумерация структурных состояний соответствует приведенной на рис. 3. Сплошные линии — теоретические зависимости, рассчитанные по формуле (4) при значении активационных параметров для  $\alpha'$ -пика, приведенных в табл. 1. Прерывистая линия — дебаевский пик (2) с параметрами  $U_0^{\alpha'}$  и  $\tau_0^{\alpha'}$  при значении частоты колебаний  $\omega = 5,5 \cdot 10^5 \text{ c}^{-1}$ .

ниях параметров  $E_0$ ,  $\beta_e$ ,  $\beta_{ph}$ , приведенных в табл. 1, показан на рис. 1(б). Следует подчеркнуть, что для монокристалла измерения модуля Юнга  $E_0$  в направлении  $\langle 731 \rangle$  методами изгибных колебаний и составного вибратора дают приблизительно одинаковые значения.

Отметим, что «смягчение» модуля электронной и фононной релаксацией имеет место для интересующих нас достаточно низких значений частот колебаний, когда длины свободного пробега квазичастиц намного меньше длины звуковой волны.

В магнитных материалах имеется также вклад в модуль упругости, обусловленный магнитомеханическими эффектами [41], который может иметь достаточно сильную температурную зависимость. Однако в [16] показано, что в исследованной области температур в образцах с подобной микроструктурой магнитомеханический вклад хотя и значителен по величине, но очень слабо и монотонно зависит от температуры. Пластическая деформация и воздействие термических напряжений в процессе приготовления образцов слабо влияют на параметры  $\beta_e$  и  $\beta_{ph}$ , но могут существенно изменить параметр  $E_0$ .

Влияние дислокационных релаксаторов на температурно-частотную зависимость динамического модуля упругости  $E(T, \omega)$  описывается формулами (2) или (4). Обусловленный этими релаксаторами дефект динамического модуля упругости однозначно связан с пиками на температурно-частотной зависимости декремента колебаний  $\delta(T, \omega)$ : при фиксированном значении частоты  $\omega$  на зависимости  $E(T)$  имеет место «смягчение» модуля при переходе от низкой к высокой температуре, а в области пика поглощения эта зависимость приобретает вид ступеньки с центром при температуре  $T_p(\omega)$ . Статистическое уширение и смещение пика должно сопровождаться соответствующим уширением и смещением ступеньки [42].

Принимая во внимание описанные в разд. 3.3 и 3.4 особенности декремента колебаний образцов железа после предварительной пластической деформации, следует ожидать наличие соответствующих особенностей и у динамического модуля Юнга. Учитывая вклады электронов и фононов (9) вместе с вкладами  $\alpha$  и  $\alpha'$ -релаксаторов, можно предполагать, что зарегистрированная в экспериментах зависимость  $E_{exp}(T, \omega)$  будет описываться формулами

$$E_{exp}(T, \omega) = E_0 - \tilde{E}(T, \omega) - E_{BG}(T, \omega), \quad (10)$$

$$\tilde{E} = E_0 \left[ \beta_e T^2 + \beta_{ph} f \left( \frac{T}{\Theta_D} \right) + \frac{2}{\pi} (C_r \Delta_0)^\alpha \mu_\alpha^{(1)}(T, \omega) + \frac{2}{\pi} (C_r \Delta_0)^{\alpha'} \mu_{\alpha'}^{(1)}(T, \omega) \right]. \quad (11)$$

Здесь  $E_0$  — предельное значение модуля при  $T \rightarrow 0$ , из которого в формуле (10) выделено его «смягчение» электронно-фононной релаксацией вместе с  $\alpha$  и  $\alpha'$ -дислокационными релаксаторами, а  $E_{BG}(T, \omega)$  учитывает фон динамической упругой восприимчивости железа, создаваемый магнитной подсистемой и другими дислокационными релаксаторами.

В формуле (11) символами  $\mu_{\alpha, \alpha'}^{(1)}(T, \omega)$  обозначены функции, которые описывают вклады в динамический дефект модуля Юнга отдельно  $\alpha$  и  $\alpha'$ -релаксаторов: их можно вычислить, используя результаты статистического анализа пиков поглощения  $T_p^{\alpha, \alpha'}(\omega)$ , а именно, подставить в формулы (4) для  $\mu_{\alpha, \alpha'}^{(1)}(T, \omega)$  и (5) для  $P(U)$  значения  $U_0 = U_0^{\alpha, \alpha'}$ ,  $\tau_0 = \tau_0^{\alpha, \alpha'}$  и  $D^{\alpha, \alpha'}$ , приведенные в табл. 1.

Сопоставление результатов измерений  $E_{exp}(T, \omega)$  с формулой (10) позволяет оценить величину фоновой составляющей модуля  $E_{BG}(T, \omega)$  и установить ее зависимость от температуры, частоты и предварительной деформации.

Описанную выше процедуру анализа динамического модуля Юнга мы проведем на примере зависимостей  $E_{exp}(T, \omega)$ , полученных в настоящей работе (рис. 1(б)) и в работе [20]. Подстановка в формулы (10) и (11) приведенных в табл. 1 значений параметров релаксаторов приводит к значениям фона  $E_{BG}(T, \omega)$ , которые показаны на рис. 11.

Отсюда видно, что для всех структурных состояний образцов фоновая составляющая модуля Юнга в широкой области низких температур остается постоянной (в пределах точности эксперимента порядка 5%). Ее абсолютная величина  $E_{BG}$  изменяется в несколько раз при изменениях структурного состояния, но относительная величина имеет весьма малые значения  $\frac{E_{BG}}{E_0} \leq 5 \cdot 10^{-2}$ .

Таким образом, в области температур  $4 \text{ K} < T < 100 \text{ K}$  температурная зависимость динамического модуля Юнга железа  $E(T, \omega)$  определяется только релаксационными свойствами фононов, электронов проводимости и

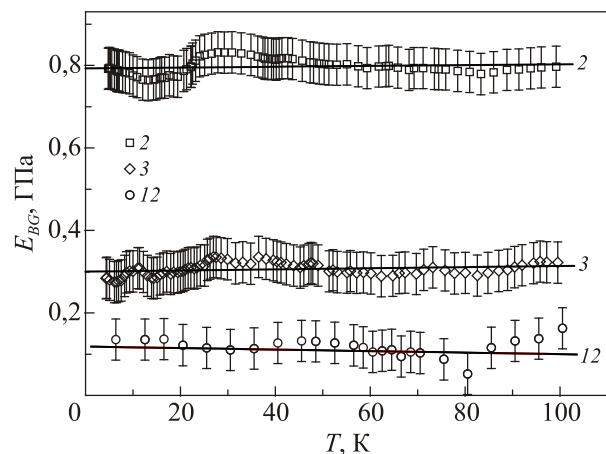


Рис. 11. Влияние изменений структурного состояния и частоты колебаний образцов железа на температурную зависимость фоновой составляющей динамического модуля Юнга  $E_{BG}$ , нумерация структурных состояний соответствует приведенным в табл. 1.

системы дислокационных сегментов, которые появляются в образцах в результате предварительной пластической деформации.

#### 4. Дислокационная модель низкотемпературных релаксационных резонансов

В предыдущих разделах статьи описаны результаты экспериментальных наблюдений резонансного взаимодействия упругих колебаний образцов кристаллического железа с дислокационными релаксаторами двух типов  $\alpha$  и  $\alpha'$ , которые появляются в кристалле в результате предварительной пластической деформации и исчезают при удалении дислокаций отжигом. Оба резонанса имеют характерные признаки термически активированных релаксационных процессов: они возбуждаются циклическими упругими деформациями, а при изменениях частоты колебаний в довольно широких пределах  $10\text{ с}^{-1} \leq \omega \leq 10^6\text{ с}^{-1}$  точки локализации резонансов на оси температур  $T_p^{\alpha, \alpha'}(\omega)$  смещаются согласно закону (3). Резонансы наблюдаются в области умеренно низких температур в двух согласованных между собой интервалах (см. табл. 1):  $30\text{ К} \leq T_p^{\alpha}(\omega) \leq 50\text{ К}$  и  $10\text{ К} \leq T_p^{\alpha'}(\omega) \leq 20\text{ К}$ ; менее интенсивный резонанс  $\alpha'$  ведет себя как саттелит основного резонанса  $\alpha$ . Термоактивационные параметры релаксаторов  $\tau_0^{\alpha, \alpha'}$  и  $U_0^{\alpha, \alpha'}$  имеют значения, которые характерны для низкоэнергетичных нелинейных возбуждений на дислокациях, например, зарождение и перемещение дислокационных кинков в потенциальном рельефе Пайерлса I и II рода [21–24, 43–48].

##### 4.1. Дислокационные релаксаторы в ОЦК кристаллах

В данном разделе предложена простая дислокационная модель и теоретическое описание основных свойств низкотемпературных дислокационных резонансов, зарегистрированных в ОЦК металлах. Рассмотрен двухмодовый релаксационный процесс на протяженном сегменте изогнутой дислокационной линии, которая состоит из двух фрагментов (рис. 12(а)). Предполагается, что описанная в разделе 2.2 процедура пластической деформации металлов с ОЦК структурой приводит к формированию в активной системе скольжения  $\{110\}\langle 111 \rangle$  достаточно большой совокупности изогнутых дислокационных сегментов с конфигурациями ABC между жесткими точками закрепления A и C, но на них выделены более короткие фрагменты AB и BC с существенно различными кристаллогеометрическими и релаксационными свойствами.

Прямолинейные фрагменты сегментов BC длиной L ориентированы вдоль направлений плотной упаковки атомов в плоскостях  $\{110\}$ . Они могут иметь квазикраевую (смешанную, но почти краевую) ориентацию по отношению к вектору Бюргерса  $\mathbf{b}^{qe}$  или чисто винтовую ориентацию по отношению к вектору Бюргерса  $\mathbf{b}^s$ . Более детально кристаллогеометрические свойства

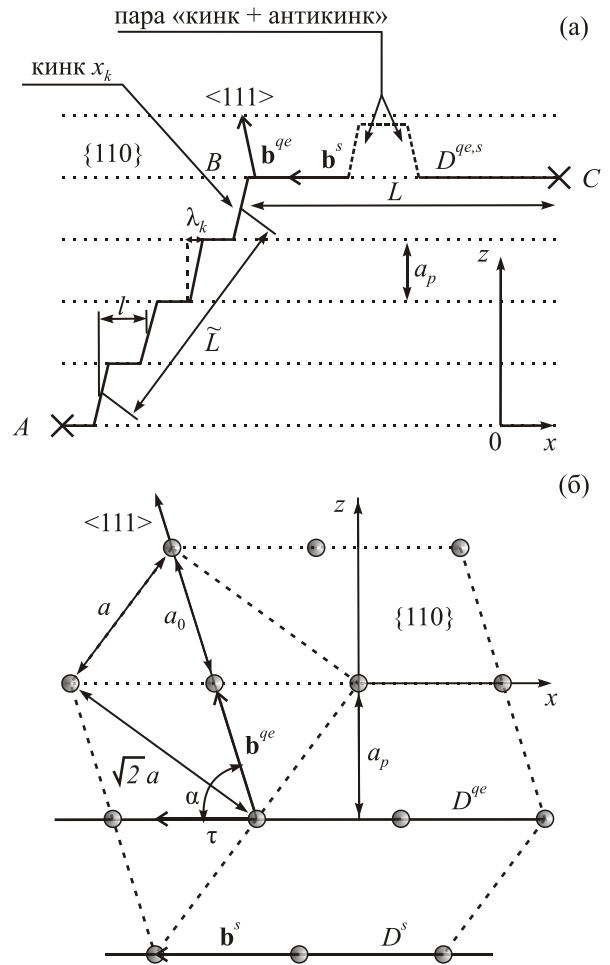


Рис. 12. Конфигурации дислокационных линий в системе скольжения  $\{110\}\langle 111 \rangle$  ОЦК кристалла: изогнутый сегмент ABC квазикраевой  $D^{qe}$  ( $\mathbf{b} = \mathbf{b}^{qe}$ ) или винтовой  $D^s$  ( $\mathbf{b} = \mathbf{b}^s$ ) дислокации, пунктиром обозначены направления плотной упаковки,  $a_p$  — период рельефа Пайерлса I рода в направлении оси  $oz$ ,  $L$  — длина прямолинейного отрезка BC в долине рельефа,  $\tilde{L}$  — длина цепочки AB кинков между долинами рельефа,  $x_k$  — координата отдельно кинка вдоль оси  $ox$ ,  $\lambda_k$  — ширина кинка,  $l$  — расстояние между центрами соседних кинков (а); геометрические характеристики прямолинейных дислокаций двух типов в системе скольжения  $\{110\}\langle 111 \rangle$ , узлы кристаллической решетки (●), линия  $D^{qe}$  и вектор Бюргерса  $\mathbf{b}^{qe}$  квазикраевой дислокации, линия  $D^s$  и вектор Бюргерса  $\mathbf{b}^s$  винтовой дислокации, орт дислокационной линии  $\tau$ , параметр элементарного куба  $a$ , расстояние  $a_0$  между соседними узлами в направлениях плотной упаковки (б).

такого фрагмента иллюстрирует рис. 12(а). На дислокации  $D^{qe}$  угол между линией дислокации и вектором Бюргерса  $\alpha \approx 72^\circ \approx 1,24$  рад.

Второй фрагмент AB длиной  $\tilde{L}$  состоит из цепочки кинков, соединяющих короткие прямолинейные участки дислокационной линии, расположенные вдоль соседних атомных рядов с плотной упаковкой.

Хорошо известно [43], что дискретность кристаллической структуры приводит к периодическим изменениям собственной энергии прямолинейного сегмента дислокационной линии, ориентированного в направлении плотной упаковки вдоль оси  $ox$ , если он перемещается в перпендикулярном направлении вдоль оси  $oz$  (рис. 12): периодическая составляющая энергии называется потенциальным рельефом Пайерлса I рода, его период обозначим символом  $a_p$ . Аналогичную периодическую составляющую имеет также собственная энергия отдельного кинка, если его центр  $x_k$  перемещается вдоль направления плотной упаковки параллельно оси  $ox$ : она называется рельефом Пайерлса II рода, период которого равен минимальному межатомному расстоянию  $a_0$ . Для системы скольжения  $\{110\}\langle 111 \rangle$  в ОЦК структуре периоды  $a_p$ ,  $a_0$ , длины вектора Бюргерса  $b = |\mathbf{b}|$  и ребра элементарного куба  $a$  связаны соотношениями

$$a_p = a_0 \sin \alpha \approx 0,95a_0, \quad b = a_0 = \frac{\sqrt{3}}{2}a. \quad (12)$$

Динамика и кинетика фрагментов дислокационной линии  $L$  или  $\tilde{L}$  (рис. 12(a)), возбуждаемых однородным периодическим напряжением сдвига  $\sigma_{xz} = \sigma = \sigma_0 \sin \omega t$ , описаны в теории дислокаций различными исследователями с различной степенью строгости [23,43–48]. Детальный анализ влияния таких процессов на внутреннее трение и динамические модули упругости конкретных металлических кристаллов выполнены в работах [44–47]:

– в работах [44,47] низкотемпературный пик Бордо-ни в меди и других ГЦК металлах интерпретирован как результат резонансного взаимодействия упругих колебаний с процессом термоактивированного зарождения пар кинков («кинк–антикинк») на прямолинейных сегментах дислокационных линий;

– в работах [46,47] показано, что пик внутреннего трения Крамера–Бауэра в ниобии в области  $T < 10\text{K}$  является следствием резонансного возбуждения упругими колебаниями термоактивированной диффузии цепочек кинков в рельефе Пайерлса II рода.

В рамках предлагаемой здесь модели дислокационных релаксаторов (рис. 12(a)) резонансы  $\alpha$  и  $\alpha'$  будут рассмотрены как аналоги пика Бордо-ни и пика Крамера–Бауэра соответственно. Для интерпретации экспериментальных результатов мы воспользуемся разработанной ранее теорией [44–48]. Но учитывая довольно большой разброс результатов измерений и необходимость их статистического анализа, представляется целесообразным несколько упростить полученные ранее формулы, представив их в более компактной форме. Это можно сделать, отказавшись от строгого учета различных второстепенных факторов, например, ориентационного фактора и громоздких коэффициентов, имеющих величины порядка единицы.

#### 4.2. Термически активированное зарождение парных кинков и физическая интерпретация $\alpha$ -резонанса

Теоретическое описание движения дислокационной линии (струны) в рельефе Пайерлса I рода легче всего провести на примере синусоидального рельефа, когда линейная плотность энергии  $W(z_d)$  элемента дислокационной струны имеет вид

$$W(z_d) = \Gamma + W_0 \sin^2 \frac{\pi z_d}{a_p} - b\sigma z_d, \quad W_0 = \frac{ba_p}{\pi} \sigma_{p1}, \quad (13)$$

здесь  $\Gamma$  — энергия единицы длины дислокации в континуальном приближении (линейное натяжение),  $W_0$  и  $\sigma_{p1}$  — величина барьеров и критического напряжения для рельефа Пайерлса I рода,  $\sigma = \sigma_{xz}$  — компонента напряжения сдвига в плоскости скольжения,  $z_d$  — координата элемента дислокационной линии вдоль оси  $oz$  (рис. 12(a)).

Уравнение движения струны с линейной плотностью массы  $M$  в потенциале (13) имеет солитонные решения в виде кинков, а их характеристики связаны с параметрами потенциала и дислокации формулами

$$\lambda_k = a_p \sqrt{\frac{2\Gamma}{\pi b a_p \sigma_{p1}}}, \quad m_k = \frac{2a_p M}{\pi} \sqrt{\frac{2b a_p \sigma_{p1}}{\pi \Gamma}},$$

$$\varepsilon_k = m_k c_t^2, \quad \tau_{p1} = \frac{\pi \lambda_k}{c_t}, \quad c_t = \sqrt{\frac{\Gamma}{M}}. \quad (14)$$

Здесь  $\lambda_k$ ,  $m_k$ ,  $\varepsilon_k$  — соответственно ширина, масса и энергия кинка,  $\tau_{p1}$  — период собственных колебаний прямолинейного сегмента в долине рельефа,  $c_t$  — характерное значение скорости поперечных звуковых колебаний в кристалле.

Среднее время термически активированного зарождения пар «кинк–антикинк» на прямолинейном сегменте дислокационной линии (рис. 12(a)) описывается законом Аррениуса (1) с энергией активации  $U \approx 2\varepsilon_k$  и периодом попыток  $\tau_0 \approx \tau_{p1}$ . Взаимодействие упругих колебаний  $\sigma \ll \sigma_{p1}$  с таким процессом — один из механизмов релаксационного резонанса [23]. Если кристаллический образец содержит объемную плотность  $\rho_L$  прямолинейных дислокационных сегментов длиной  $L$ , то их вклад в динамический модуль упругости и декремент колебаний описывается, без учета статистического разброса параметров, формулами (1)–(3), в которых

$$U = U_0 \approx 2\varepsilon_k, \quad \tau_0 = \tau_{p1},$$

$$C_r \Delta_0 = (C_r \Delta_0)_L \approx 10^{-1} L^3 \rho_L. \quad (15)$$

Мы предполагаем, что обсуждаемый в данной статье  $\alpha$ -резонанс в железе обусловлен таким же процессом. Сопоставление численных значений параметров  $U_0^\alpha$  и  $\tau_0^\alpha$ , полученных в результате анализа экспериментальных данных (см. Табл. 1), с формулами теории (13)–(15)

не приводит к каким-либо существенным противоречиям с этим предположением и позволяет получить эмпирические оценки для наиболее важных характеристик дислокаций, ответственных за резонанс.

Из формул (14) и (15) следуют соотношения

$$U_0 = 2c_t^2 m_k, \quad \frac{U_0}{\tau_{p1}} = \frac{4c_t b a_p}{\pi^2} \sigma_{p1}, \quad (16)$$

$$U_0 \tau_{p1} = \frac{8a_p^2}{\pi} \sqrt{GM} = \frac{8a_p^2}{\pi c_t} \Gamma = \frac{8c_t a_p^2}{\pi} M.$$

Необходимые для дальнейших оценок параметры кристаллического железа имеют значения [49,50]:

$$b = a_0 = 2,48 \cdot 10^{-10} \text{ м}, \quad a_p \approx 0,95 a_0 \approx 2,36 \cdot 10^{-10} \text{ м},$$

$$\rho = 7,9 \cdot 10^3 \frac{\text{кг}}{\text{м}^3}, \quad G = 1,12 \cdot 10^{11} \text{ Па}, \quad c_t = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \approx 3,7 \cdot 10^3 \frac{\text{м}}{\text{с}}, \quad (17)$$

здесь  $\rho$  и  $G$  — плотность и модуль сдвига.

Подстановка в формулы (14)–(16) эмпирических значений энергии активации  $U_0 = U_0^\alpha \approx 5,9 \cdot 10^{-21}$  Дж, периода попыток  $\tau_0^\alpha \approx 2,4 \cdot 10^{-11}$  с и  $(C_r \Delta_0)_L \leq 0,01$  для  $\alpha$ -резонанса приводит к следующим эмпирическим оценкам для параметров рассматриваемой дислокационной модели:

$$m_k \approx 2 \cdot 10^{-3} m_a \approx 2 \cdot 10^{-28} \text{ кг}, \quad \lambda_k \approx 10^2 a_0 \approx 3 \cdot 10^{-8} \text{ м},$$

$$\sigma_{p1} \approx 2,8 \cdot 10^6 \text{ Па} \approx 2,5 \cdot 10^{-5} G,$$

$$M \approx 2,7 \cdot 10^{-16} \frac{\text{кг}}{\text{м}} \approx 0,6 \rho b^2,$$

$$\Gamma \approx 3,8 \cdot 10^{-9} \frac{\text{Дж}}{\text{м}} \approx 0,6 G b^2, \quad \rho_L L^3 \leq 10^{-1}. \quad (18)$$

Здесь масса  $m_k$  и ширина  $\lambda_k$  кинка сопоставлены с массой атома  $m_a$  и минимальным межатомным расстоянием  $a_0$ , а критическое напряжение Пайерлса  $\sigma_{p1}$  с модулем сдвига  $G$ . Но особое внимание следует обратить на согласие эмпирических оценок для параметров  $\Gamma$  и  $M$  с их оценками в континуальной теории дислокаций  $\Gamma \approx G b^2$  и  $M \approx \rho b^2$ . Данное обстоятельство можно рассматривать как серьезный аргумент в пользу адекватности предложенной модели релаксационного процесса зарегистрированным в эксперименте свойствам  $\alpha$ -резонанса.

Отметим, что в ОЦК кристаллах кроме рассмотренных выше прямолинейных дислокаций с почти краевой ориентацией  $\alpha \approx 72^\circ$  существуют также и чисто винтовые дислокации (рис. 12(б)); их тепловое движение в рельефе Пайерлса детально описано в работе [51]. Но для них барьеры рельефа Пайерлса примерно в 100 раз выше ( $\sigma_{p1}^s \approx 3,5 \cdot 10^8 \text{ Па}$ ), а энергия активации пары

кинков выше примерно в 10 раз. Поэтому релаксационный резонанс, обусловленный процессом термоактивационного зарождения пар кинков на этих дислокациях возможен только в области высоких температур  $T \geq 300 \text{ К}$  (так называемый  $\gamma$ -пик [3,4,52]).

#### 4.3. Вязкоупругие колебания цепочек кинков и физическая интерпретация $\alpha'$ -резонанса

Тепловое движение цепочки дислокационных кинков  $\tilde{L}$  (рис. 12(а)) и ее взаимодействие с циклическими упругими напряжениями детально описаны в работах [46–48]. Изменение потенциальной энергии отдельного кинка  $w(x_k)$  при перемещении его центра  $x_k$  вдоль направления плотной упаковки атомов  $ox$  при наличии внешнего напряжения  $\sigma_{xz} = \sigma(t)$  для синусоидального рельефа Пайерлса II рода имеет вид

$$w(x_k) = \varepsilon_k + w_0 \sin^2 \frac{\pi x_k}{a_0} - b a_p \sigma x_k, \quad w_0 = \frac{b a_0 a_p}{\pi} \sigma_{p2}, \quad (19)$$

здесь  $w_0$  и  $\sigma_{p2}$  — высота барьеров и критическое напряжение в этом рельефе. Динамические и кинетические свойства отдельного кинка аналогичны свойствам частицы с координатой  $x_k$  и массой  $m_k$  в потенциальном поле (19). При достаточно малых напряжениях  $\sigma \ll \sigma_{p2}$  кинк совершает малые высокочастотные колебания вблизи минимумов потенциала, а под действием тепловых флуктуаций способен к медленному одномерному диффузионному дрейфу вдоль оси  $ox$  с коэффициентом диффузии, который определяется средней частотой термически активированных скачков через барьер  $w_0$ .

Кроме того, согласно микроскопической теории диффузии Эйнштейна–Смолуховского, диссипация энергии при диффузионном перемещении частицы (кинка) на макроскопические расстояния эквивалентна действию эффективной силы вязкого трения с коэффициентом вязкости, который обратно пропорционален коэффициенту диффузии. Подвижность отдельного кинка в рельефе Пайерлса II рода характеризуется тремя параметрами [46]: частотой колебаний в потенциальных ямах рельефа  $\nu_{p2}$ , коэффициентом диффузии  $D_k(T)$ , коэффициентом диффузионной вязкости  $\beta(T)$ . Они связаны между собой, с параметрами кинка и рельефа следующими соотношениями:

$$\nu_{p2} = \frac{2\pi}{b} \sqrt{\frac{w_0}{2m_k}} = \frac{c_t}{b} \sqrt{\frac{w_0}{2\varepsilon_k}},$$

$$D_k = \nu_{p2} b^2 \exp\left(-\frac{w_0}{k_B T}\right), \quad (20)$$

$$\beta = \frac{k_B T}{D_k} = \frac{k_B T}{b^2 \nu_{p2}} \exp\left(\frac{w_0}{k_B T}\right).$$

При записи этих формул учтено равенство  $b = a_0$ .

Динамика цепочки кинков  $\tilde{L}$  (рис. 12(a)), с учетом диффузионной вязкости и упругого взаимодействия между кинками, рассмотрена в работах [46–48]. При вынужденных колебаниях с частотой  $\omega \ll 2\pi\nu_{p2}$  и амплитудой  $\sigma_0 \ll \sigma_{p2}$  характерные перемещения кинка  $\Delta x_k \gg a_0$  описываются уравнением движения сильно задемфированного осциллятора с коэффициентом трения  $\beta$  и коэффициентом упругости  $\eta$ , которые определяются диффузией кинков и упругим взаимодействием между ними соответственно:

$$\beta \frac{d}{dt} x_k(t) + \eta \cdot x_k(t) = b a_p \sigma_0 \sin \omega t, \quad \eta = \frac{\pi^2 a_p^2 \tilde{\Gamma}}{l \tilde{L}^2}, \quad (21)$$

$$\tilde{\Gamma} \simeq \frac{G b^2}{2\pi} \ln \frac{\tilde{L}}{l},$$

Где  $l$  — расстояние между центрами кинков в цепочке  $\tilde{L}$  (рис. 12(a)), а  $\tilde{\Gamma}$  — упругая энергия единицы длины цепочки (сила натяжения  $\tilde{\Gamma} \approx \Gamma \approx G b^2$ ).

Согласно уравнению движения (21), кинк в цепочке  $\tilde{L}$  имеет свойства элементарного релаксатора с временем затухания  $\tau_k = \frac{\beta}{\eta}$ . Диссипативные свойства релаксатора определяются термически активированной диффузией, поэтому зависимость времени релаксации  $\tau_k(T)$  от температуры имеет экспоненциальный характер с энергией активации  $w_0$  [46]. Эта зависимость аналогична закону Аррениуса (1) для других элементарных релаксаторов, а специфику диффузионного движения кинка учитывает предэкспоненциальный фактор:

$$\tau_k(T) = k_B T \gamma \exp\left(\frac{w_0}{k_B T}\right), \quad \gamma = \frac{l \tilde{L}^2}{\pi^2 b^2 a_p^2 \nu_{p2} \tilde{\Gamma}}. \quad (22)$$

При наличии в кристалле большого числа одинаковых релаксаторов такого типа с объемной плотностью  $\rho_k$  их вклад в динамический модуль упругости  $E(T, \omega)$  и декремент колебаний  $\delta(T, \omega)$  описывается стандартными формулами (2) с конкретным видом (22) времени релаксации  $\tau = \tau_k$  и интенсивности релаксации:

$$C_r \Delta_0 = (C_r \Delta_0)_k = \frac{G b^2}{4\pi \tilde{\Gamma}} \rho_k l \tilde{L}^2 \simeq 0,1 \rho_k l \tilde{L}^2. \quad (23)$$

Таким образом, взаимодействие упругих колебаний кристаллического образца с цепочками дислокационных кинков может наблюдаться в эксперименте как термически активированный релаксационный резонанс. Регистрация и анализ свойств такого резонанса позволяет получить эмпирические оценки для параметров  $w_0$ ,  $\gamma$  и  $(C_r \Delta_0)_k$ , а с их помощью оценить также величины параметров  $\rho_k$  и  $l \tilde{L}^2$ , которые характеризуют дислокационную структуру образцов:

$$\rho_k = \frac{4}{\pi a_p^2 b^4 \nu_{p2} G} \frac{(C_r \Delta_0)_k}{\gamma}, \quad l \tilde{L}^2 = \pi^2 b^2 a_p^2 \nu_{p2} \tilde{\Gamma} \gamma. \quad (24)$$

Однако выполнить до конца процедуру численных оценок этих параметров можно, если известна также величина частоты  $\nu_{p2}$ , которая определяется первой из формул (20) и зависит от энергии кинка  $\epsilon_k$  и его массы  $m_k$ . Поэтому последовательный и непротиворечивый анализ рассмотренного в данном разделе резонанса возможен только вместе с регистрацией и анализом резонанса, обусловленного зарождением и релаксацией парных кинков. В начале данного раздела было отмечено, что в рамках предложенной модели мы обсуждаем двухмодовый релаксационный процесс на одном дислокационном релаксаторе сложной формы — сегменте дислокационной линии  $ABC$ , состоящем из двух фрагментов  $L$  и  $\tilde{L}$  (рис. 12(a)). Данное обстоятельство приводит к необходимости совместного изучения обоих резонансов.

Изложенные выше соображения позволяют в качестве механизма  $\alpha'$ -резонанса, зарегистрированного как спутник основного  $\alpha$ -резонанса, рассматривать взаимодействие упругих колебаний образца железа с цепочками кинков. Анализ смещения пика  $\alpha'$  вдоль оси температур при изменении частоты колебаний показал, что зависимость приведенных в табл. 1 значений  $T_p^{\alpha'}(\omega)$  согласуется с уравнением  $\omega \tau_k(T_p^{\alpha'}) = 1$  и формулой (22) для зависимости  $\tau_k(T)$  (рис. 13), что позволяет получить оценку для параметра  $\gamma^{\alpha'} \approx 3 \cdot 10^{11} \frac{с}{Дж}$ .

Используя эмпирические оценки для параметров  $\alpha'$ -резонанса (энергии активации  $U_0^{\alpha'}$ , коэффициента  $\gamma^{\alpha'}$ , высоты пиков  $(C_r \Delta_0)^{\alpha'}$ ) вместе с найденным ранее значением энергии кинка  $\epsilon_k = 0,5 U_0^{\alpha}$ , можно оценить величины еще нескольких параметров модели двухмодовых релаксаторов (рис. 12(a)), которые предположительно создаются в кристаллах железа предварительной пластической деформацией: величины барьеров  $w_0$ , критического напряжения  $\sigma_{p2}$  и частоты колебаний  $\nu_{p2}$  для кинков в рельефе Пайерлса II рода, а также двух характеристик дислокационной структуры  $\rho_k$  и  $l \tilde{L}^2$ . В дополнение к оценкам (18) получим:

$$w_0 = U_0^{\alpha'} = 0,015 \text{ эВ}, \quad \nu_{p2} \simeq 1 \cdot 10^{13} \text{ с}^{-1},$$

$$\sigma_{p2} \simeq 5,2 \cdot 10^8 \text{ Па}, \quad \rho_k \leq 8 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-3}, \quad (25)$$

$$l \tilde{L}^2 \leq 7 \cdot 10^{-22} \text{ м}^3.$$

Отметим, что величина  $\sigma_{p2}$  для кинка на рассматриваемой здесь квазикрайовой дислокации близка к величине  $\sigma_{p1}^s \approx 3,5 \cdot 10^8 \text{ Па}$  для винтовой дислокации [51].

Предварительная пластическая деформация образцов кристаллического железа может приводить к появлению в них системы винтовых дислокаций  $D^s$  (рис. 12(б)) с

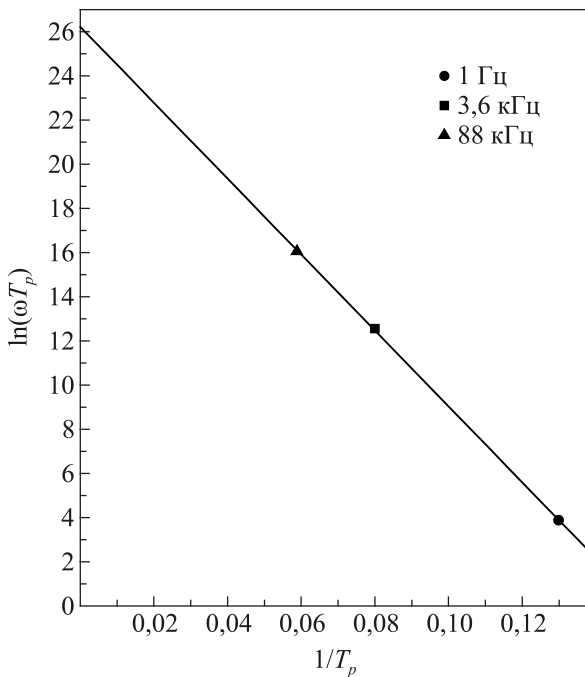


Рис. 13. Смещение температуры локализации  $\alpha'$ -пика  $T_p = T_p^{\alpha'}(\omega)$  при изменении частоты колебаний  $\omega$ ; использованы результаты настоящей работы (■) и экспериментов [10,16] (●) и [16] (▲) и их обработки (рис. 8–10).

конфигурациями двухмодового релаксатора — изогнутого сегмента, состоящего из прямолинейных отрезков  $L^S$  и цепочек кинков  $\tilde{L}^S$  (рис. 12(a)). При изучении таких образцов методами механической спектроскопии в них также должны наблюдаться два типа релаксационных резонансов, обусловленных активацией парных кинков на отрезках  $L^S$  и диффузионной релаксацией цепочек кинков  $\tilde{L}^S$ , первый из них зарегистрирован в работах [3,4,52,53], а сообщений о наблюдении его низкотемпературного сателлита в литературе мы не обнаружили.

### 5. Заключение

Основная задача настоящего исследования — разработка и апробация эффективного комплексного подхода с целью изучения процессов и механизмов низкотемпературной дислокационной релаксации при циклических деформациях кристаллических материалов. Для решения этой задачи предложено совместное использование экспериментальных методов механической спектроскопии и теоретических методов статистического и термоактивационного анализа результатов таких экспериментов.

Современные методы механической спектроскопии твердых тел позволяют регистрировать температурные спектры внутреннего трения и динамических модулей упругости в широком интервале низких температур от 300 К до 4 К при варьировании частоты колебаний де-

формации от значений порядка 1 Гц до значений звукового  $10^3$  Гц и ультразвукового  $10^5$  Гц диапазонов.

Физическая интерпретация результатов механической спектроскопии предполагает статистический и термоактивационный анализ зарегистрированных в экспериментах пиков внутреннего трения и особенностей на температурных зависимостях динамических модулей упругости, формулировку адекватных моделей дислокационных релаксаторов и получение эмпирических оценок для энергетических, силовых и геометрических характеристик релаксаторов.

В статье описаны последовательность и результаты применения этих экспериментальных и теоретических методов при изучении низкотемпературной дислокационной релаксации в кристаллах железа, дислокационная структура которых варьировалась предварительной пластической деформацией.

Авторы благодарят П.П. Паль-Валя и С.Н. Смирнова за многочисленные обсуждения результатов данного исследования и полезные замечания, которые учтены в тексте статьи, а также С. Качечкову за предоставленные образцы.

### Приложение: регистрация релаксационного резонанса методом изгибных колебаний тонких пластин

#### Блок-схема экспериментальной установки

Блок-схема измерительной установки приведена на рис. 14. Изучаемый образец 3 в виде тонкой пластины, представляющий собой вибратор, работающий на изгиб, поддерживается горизонтально в узловых точках 8 тонкими вольфрамовыми проволоками. При изучении материалов с различными значениями плотности и модулей упругости геометрические размеры пластин могли изменяться в следующих пределах: длина  $l_s = 20\text{--}24$  мм, ширина  $h_s = 1,5\text{--}5$  мм, толщина  $b_s = 0,4\text{--}0,1$  мм. Измерительная ячейка тщательно заэкранирована и находится внутри откачиваемой ампулы, помещенной в криостат 18.

Температура в измерительной ячейке задается программируемым терморегулятором 11, который позволяет изменять температуру со скоростью 0,01–10 К/мин и поддерживать заданную температуру с точностью 0,5%. В качестве датчика температуры в области температур 4,2–80 К используется полупроводниковый арсенид-галиевый термометр сопротивления 12, а при температурах 80–320 К датчиком служит дифференциальная медь-константановая термопара 13, опорная составляющая которой находится в термостате 14. Исполнительным элементом терморегулятора служит электронагреватель 15 с бифилярной намоткой мощностью 25 Вт.

Колебания заземленного образца возбуждаются и регистрируются электростатическим методом, для этого в центре на расстоянии  $d_0 \approx 0,05$  мм от поверхности

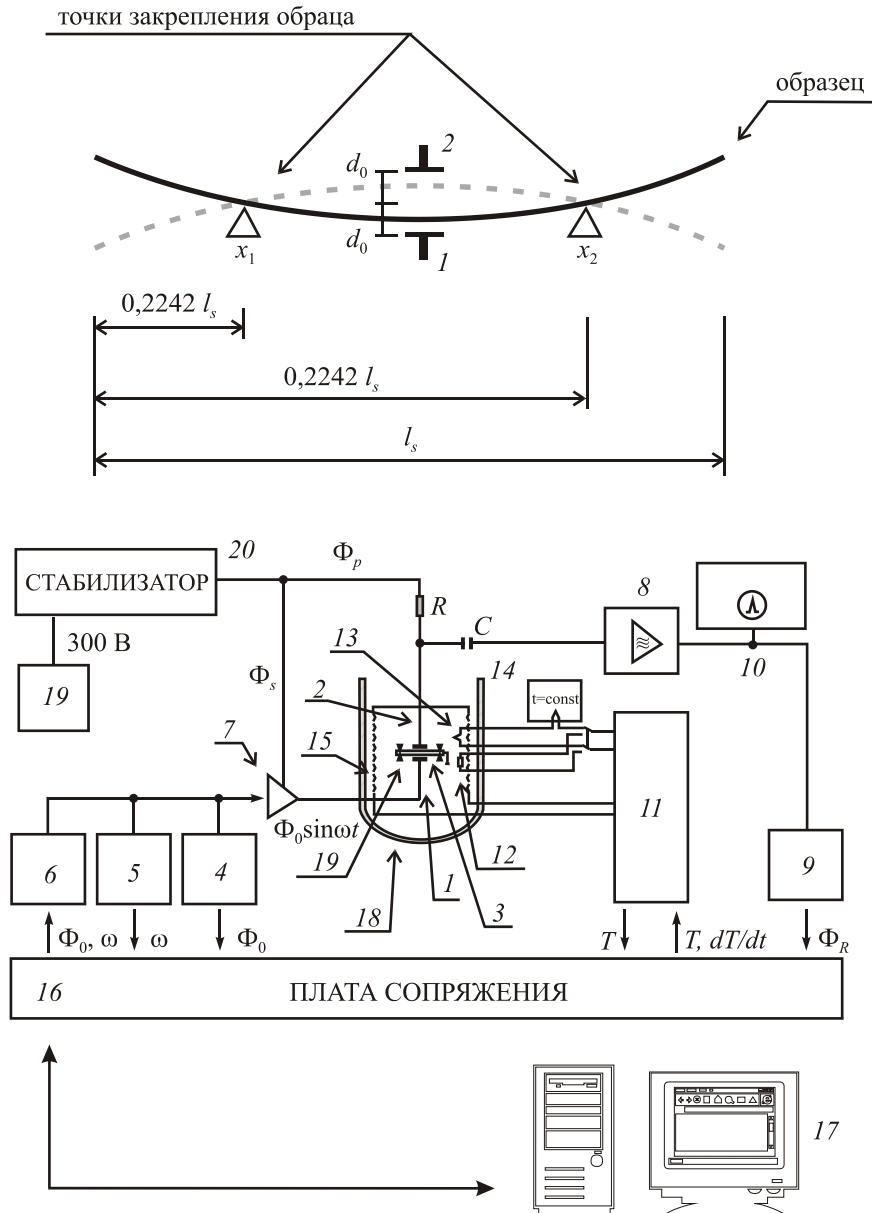


Рис. 14. Блок-схема экспериментальной установки. 1 — возбуждающий электрод, 2 — регистрирующий электрод, 3 — изучаемый образец, 4 — цифровой вольтметр, 5 — частотомер, 6 — синтезатор частоты, 7 — высоковольтный усилитель, 8 — селективный усилитель, 9 — цифровой вольтметр, 10 — осциллограф, 11 — программируемый терморегулятор, 12 — полупроводниковый арсенид-галиевый термометр сопротивления, 13 — дифференциальная медь-константовая термопара, 14 — термостат, 15 — электронагреватель, 16 — устройство сопряжения с ПЭВМ, 17 — управляющая ПЭВМ, 18 — криостат, 19 — источник высокого напряжения, 20 — высоковольтный стабилизатор,  $\Delta$  — тонкие вольфрамовые проволоки, поддерживающие образец в узловых точках,  $C$  — разделительный конденсатор,  $R$  — резистор.

образца располагаются снабженные микрометрическими винтами плоские электроды 1 и 2 площадью  $S \approx 10 \text{ мм}^2$ . На возбуждающий электрод 1 подается стабилизированное напряжение смещения  $\Phi_s = 150 \text{ В}$  и с высоковольтного усилителя 7 синусоидальное возбуждающее напряжение  $\Phi_0 \sin \omega t$ . На регистрирующий электрод 2 через высокоомный резистор  $R = 10 \text{ МОм}$  подается стабилизированное поляризующее напряжение  $\Phi_p \approx 300 \text{ В}$ .

Измерения проводятся в вакууме и сила, действующая на образец со стороны возбуждающего электрода, определяется формулой [31]

$$F = \frac{S(\Phi_s + \Phi_0 \sin \omega t)^2}{2d_0^2}. \quad (\text{П1})$$

Тогда вынуждающая сила, действующая с частотой  $\omega$ , равна:



$$F = F_0 \sin \omega t, \quad F_0 = \frac{S\Phi_s\Phi_0}{d_0^2}. \quad (\text{П2})$$

*Регистрация резонанса*

Так как амплитуда смещения образца  $X_0$  значительно меньше расстояния между образцом и электродом можно считать, что она пропорциональна потенциалу, индуцированному на регистрирующем электроде  $\Phi_R$ . Амплитуда и частота возбуждающего напряжения задаются синтезатором частоты 6 по сигналу управляющей ПЭВМ 17 и регистрируются цифровым вольтметром 4 и частотомером 5. Сигнал, снимаемый с регистрирующего электрода 2, через разделительный конденсатор  $C = 1 \text{ мкФ}$  поступает на селективный усилитель 8 и далее на цифровой вольтметр 9. Кроме того, для визуализации колебаний образца сигнал с усилителя 8 поступает на осциллограф 10. Постоянная времени  $RC$  цепочки значительно больше максимального периода колебаний образца, реализуемого в наших экспериментах. Амплитуда возбуждающего напряжения автоматически подбирается таким образом, чтобы обеспечить поддержание  $\Phi_R = \text{const}$  при изменении резонансной частоты колебаний образца.

Информация об амплитуде напряжения на возбуждающем и регистрирующем электродах, частоте колебаний, температуре в измерительной ячейке и скорости ее изменения посредством устройства сопряжения 16 [54,55] в числовом виде записываются в память ЭВМ. Управляющая программа позволяет выполнять измерения в фиксированных температурных точках при заданной скорости изменения температуры.

При плавном изменении частоты  $\omega$  на зависимости  $X_0(\omega)$  регистрируется резонанс (рис. 15)  $\max X_0 = X_0(\omega_1)$  при частоте  $\omega_1$ , которая соответствует расстоянию  $0,5516r$  между узлами смещений образца.

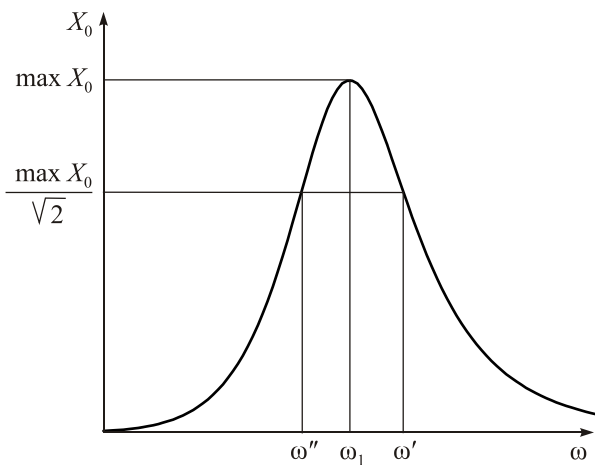


Рис. 15. Амплитудно-частотная характеристика для основной гармоники образца.

*Измерения внутреннего трения*

Математическое описание предлагаемой системы для измерения внутреннего трения в первом приближении эквивалентно рассмотрению вынужденных колебаний демпфированного гармонического осциллятора с собственной частотой  $\omega_1$  и декрементом  $\delta$  [56]:

$$X_0 = \frac{F_0}{(m\omega_1^2) \left\{ \left[ 1 - \left( \frac{\omega}{\omega_1} \right)^2 \right]^2 + \left( \frac{\omega}{\omega_1} \right)^4 \left( \frac{\delta}{\pi} \right)^2 \right\}^{1/2}}. \quad (\text{П3})$$

Здесь  $X_0$  — амплитуда колебаний;  $m$  — эффективная масса осциллятора;  $\delta$  — логарифмический декремент, определяемый при свободных колебаниях как  $\delta = \frac{1}{n_{ij}} \ln \left( \frac{X^i}{X^j} \right)$ , где  $n_{ij}$  — число колебаний образца, совершенных им при изменении амплитуды колебаний от  $X_0^i$  до  $X_0^j$ . Если образец возбуждается на резонансной частоте  $\omega = \omega_1$ , то соотношение (П3) приобретает вид

$$X_0 = \frac{\pi F_0}{\delta m \omega_1^2}. \quad (\text{П4})$$

Из (П2) и (П4) получаем соотношение между декрементом  $\delta$  и амплитудой напряжения на возбуждающем электроде  $\Phi_0$ :

$$\delta = K \frac{\Phi_0}{\omega_1^2}, \quad K = \frac{\pi \Phi_s S}{X_0 m d_0^2} \quad (\text{П5})$$

Наиболее эффективный метод измерений декремента  $\delta$  — реализация режима колебаний с плавно изменяющейся частотой  $\omega$  при сохранении фиксированного значения амплитуды  $X_0$ . При этом декремент колебаний  $\delta$  пропорционален напряжению возбуждения  $\Phi_0$ , а величину параметра  $K$  для данной экспериментальной установки можно получить с помощью простой экспериментальной процедуры. Из (П3) следует, что в амплитудно-независимой области колебаний образца при малой величине внутреннего трения

$$\delta = \pi \frac{\omega' - \omega''}{\omega_1}, \quad (\text{П6})$$

где  $\omega'$  и  $\omega''$  — частоты, при которых амплитуда колебаний в области резонанса уменьшается в  $\sqrt{2}$  раз, поэтому согласно (П5) и (П6) справедливо соотношение

$$K = \pi \frac{(f' - f'') f_1^{\text{cal}}}{\Phi_0^{\text{cal}}}, \quad (\text{П7})$$

где  $\Phi_0^{\text{cal}}$  — напряжение возбуждения, при котором проводится калибровка,  $\omega_1^{\text{cal}}$  — частота резонанса при калибровке.

*Измерения модуля Юнга*

Резонансные частоты колебаний и положение узлов колебаний такого вибратора могут быть получены из

рассмотрения свободных изгибных колебаний пластины постоянного сечения и описываются соотношением [30–32,56–59]

$$f_n = \sqrt{\frac{E}{12\xi\rho}} \frac{b_s}{l_s^2} \left[ \frac{\pi}{2} (2n+1) + \gamma_n \right]^2, \quad n = 1, 2, \dots \quad (\text{П8})$$

где  $\xi = 1 + 6,596 \left( \frac{b_s}{l_s} \right)^2$  для стандартного значения коэффициента Пуассона  $\sigma = 0,3$ ,  $\rho$  — плотность;  $E$  — модуль Юнга вдоль продольной оси образца;  $\gamma_1 = 1,76518 \cdot 10^{-2}$ ,  $\gamma_2 = -7,7701 \cdot 10^{-4}$ ,  $\gamma_3 = 3,355 \cdot 10^{-5}$ ,  $\gamma_4 = -1,45 \cdot 10^{-6}$ ,  $\gamma_5 = 6,2 \cdot 10^{-8}$ ,  $\gamma_6 = 3,0 \cdot 10^{-9}$ ,  $\gamma_{n \rightarrow \infty} \rightarrow 0$ .

Учет поправок на сдвиг и инерцию вращения может дать поправку  $\approx 2\%$  [57].

Согласно (П8) для первой гармоники вибратора связь модуля Юнга с частотой колебаний определяется соотношением

$$E = 0,9464115 \frac{f_1^2 \rho l_s^4}{b_s^2} \left( 1 + 6,596 \left( \frac{b_s}{l_s} \right)^2 \right). \quad (\text{П9})$$

Расстояния  $x_1$  и  $x_2$  узлов от концов образца для первой гармоники  $x_1 = 0,2242l_s$ ;  $x_2 = 0,7758l_s$ .

1. M. Kakegawa and K. Sakamoto, *Jpn. J. Appl. Phys.* **9**, 1057 (1970).
2. K. Takita and K. Sakamoto, *Scripta Metall.* **4**, 403 (1970).
3. V. Hivert, P. Groh, P. Moser and W. Frank, *Phys. Status Solidi A* **42**, 511 (1977).
4. I.G. Ritchie, J.F. Dufresne, and P. Moser, *Phys. Status Solidi A* **50**, 617 (1978).
5. I.G. Ritchie, J.F. Dufresne, and P. Moser, *Proc. ICIFUAS-6*, R.R. Hasiguti and N. Mikoshiba (eds.), University of Tokyo Press (1977), p. 701.
6. L.B. Magalas and P. Moser, *J. Phys. Colloques* **42**, C5-97 (1981).
7. P. Astie, J.P. Peyrade, and P. Groh, *Proc. ECIFUAS-3*, C.C. Smith (ed.), Pergamon Press (1980), p. 49.
8. P. Astie, J.P. Peyrade, and P. Groh, *Scripta Metall.* **14**, 611 (1980).
9. P. Astie, J.P. Peyrade, and P. Groh, *J. Phys. Colloques* **42**, C5-91 (1981).
10. P. Astie, *Proc. Summer School Internal Friction Solids.*, S. Gorczyca and L.B. Magalas (eds.), Krakow, Poland (1984), p. 43.
11. L.B. Magalas, *Thesis*, Academy of Mining and Metallurgy, Krakow (1982).
12. L.B. Magalas, *Proc. Summer School Internal Friction Solids.*, S. Gorczyca and L.B. Magalas (eds.), Krakow, Poland (1984), p. 89.
13. J. San Juan, G. Fantozzi, C. Esnouf, F. Vanoni, and A. Bernalte, *J. Phys. Colloques* **44**, C9-685 (1983).
14. P.P. Pal-Val and S. Kadeckova, *Phys. Status Solidi A* **94**, K29 (1986).
15. P.P. Pal-Val, V.D. Natsik, and S. Kadeckova, *Phys. Status Solidi A* **105**, K37 (1988).

16. P.P. Pal-Val, V.D. Natsik, and S. Kadeckova, *Philos. Mag. A* **56**, 407 (1987).
17. V.D. Natsik, Yu.A. Semerenko, and P.P. Pal-Val, *Proc. Int. Conf. "ICSRS-2006"*, Vinnitsa, Ukraine (2006), p. 17.
18. П.П. Паль-Валь, *ФНТ* **23**, 1250 (1997) [*Low Temp. Phys.* **23**, 938 (1997)].
19. П.П. Паль-Валь, *ФНТ* **25**, 83 (1999) [*Low Temp. Phys.* **25**, 63 (1999)].
20. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **26**, 711 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 522 (2000)].
21. А. Новик, Б. Берри, *Релаксационные явления в кристаллах*, Атомиздат, Москва (1975).
22. Р. Чамберсб, *Дислокационная релаксация в объемно-центрированных кубических переходных металлах*, в кн.: *Физическая акустика*, Мир, Москва (1969), т. 3, с. 149.
23. Д. Нилетт, *Пик Бордони в гранецентрированных кубических металлах*, в кн.: *Физическая акустика*, Мир, Москва (1969), т. 3, с. 99.
24. Е.Н. Ватажук, В.Д. Нацик, *ФНТ* **37**, 792 (2011) [*Low Temp. Phys.* **37**, 625 (2011)].
25. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **25**, 748 (1999) [*Low Temp. Phys.* **25**, 558 (1999)].
26. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **27**, 547 (2001) [*Low Temp. Phys.* **27**, 404 (2001)].
27. Ю.А. Семеренко, В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, *Конденсированные среды и межфазные границы* **3**, 293 (2001).
28. V.D. Natsik and Yu.A. Semerenko, *Functional Materials* **11**, № 2, 327 (2004).
29. В.Д. Нацик, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **42**, 185 (2016) [*Low Temp. Phys.* **42**, 138 (2016)].
30. В.С. Постников, *Внутреннее трение в металлах*, Металлургия, Москва (1974).
31. В.А. Мелик-Шахназаров, И.А. Наскидашвили, *ПТЭ* **10**, №1, 181 (1967).
32. Н.М. Simpson and A. Sosin, *Rev. Sci. Instrum.* **48**, №11, 1392 (1977).
33. T. Hejnal, S. Kadeckova, V. Novak, and B. Sestak, *Czech J. Phys. B* **27**, 1263 (1977).
34. K.Z. Saleeb and S. Kadeckova, *Crystal Res. Techn.* **9**, 1265 (1974).
35. B. Sestac and J. Blaghovec, *Phys. Status Solidi B* **40**, 599 (1970).
36. G. Schoeck, E. Bisogni, and J. Snyne, *Acta Metallurg.* **12**, 1466 (1964).
37. Г. Лейбфрид, *Микроскопическая теория механических и тепловых свойств кристаллов*, Физматгиз, Москва (1963).
38. Дж. Алерс, в кн.: *Физическая акустика*, У. Мезон (ред.), Мир, Москва (1969), т. 4.
39. Т. Бернштейн, *Phys. Rev.* **132**, 50 (1963).
40. Н. Ашкрофт, Н. Мермин, *Физика твердого тела*, Мир, Москва (1979), т. 1, 2.
41. В.Ю. Бодряков, *ЖТФ* **77**, 54 (2007).

42. Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, П.П. Паль-Валь, Л.В. Скибина, Г.Н. Грикуров, *Конденсированные среды и межфазные границы* **10**, 226 (2008).
43. Дж. Хирт, И. Лоте, *Теория дислокаций*, Атомиздат, Москва (1972).
44. A. Seeger, *Philos. Mag.* **1**, 651 (1956).
45. А. Зегер, П. Шиллер, *Перегибы на дислокациях и их влияние на внутреннее трение в кристаллах*, в кн.: *Физическая акустика*, У. Мезон (ред.), Мир, Москва (1969).
46. П.П. Паль-Валь, В.Д. Нацик, Л.Н. Паль-Валь, *ФНТ* **26**, 647 (1995) [*Low Temp. Phys.* **26**, 505 (1995)].
47. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, *ФНТ* **23**, 1229 (1997) [*Low Temp. Phys.* **23**, 922 (1997)].
48. G. Alefeld, *J. Appl. Phys.* **36**, 2633 (1965).
49. Ч. Киттель, *Введение в физику твердого тела*, Наука, Москва (1978).
50. Дж. Хирт, И. Лоте, *Теория дислокаций*, Атомиздат, Москва (1972).
51. A. Seeger, *Zs. Metallkunde B* **72**, 369 (1981).
52. H. Mizubayashi, H. Kronmuller, and A. Seeger, *J. Phys. Colloques* **46**, C10–309 (1985).
53. A. Seeger, *Zs. Metallkunde B* **93**, 759 (2002).
54. Ю.А. Семеренко, *ПТЭ* **48**, №3, 162 (2005).
55. Yu.A. Semerenko, *Instrum. Exper. Techn.* **48**, №2, 608 (2005).
56. Ф.М. Морс, *Колебания и звук*, ГИТТЛ, Москва–Ленинград (1949).
57. С.П. Тимошенко, *Колебания в инженерном деле*, Физматгиз, Москва (1959).
58. *Прочность, устойчивость, колебания*, И.А. Бригер, Я.Г. Пановко (ред.), Машиностроение, Москва (1968).
59. S. Spinner and W.E. Tefft, *Proc. Amer. Soc. Testing Matter.* **61**, 1221 (1961).

### Дислокаційні механізми низькотемпературної акустичної релаксації в залізі

В.Д. Нацик, Ю.О. Семеренко

Розроблено та апробовано комплексний підхід до вивчення механізмів низькотемпературної дислокаційної релаксації при циклічних низькотемпературних деформаціях кристалічних матеріалів: сумісне використання експериментальних методів механічної спектроскопії у широких частотно-температурних діапазонах та теоретичних методів статистичного і термоактиваційного аналізу експериментальних результатів. Ефективність такого підходу продемонстровано на прикладі вивчення низькотемпературних релаксаційних резонансів у кристалах заліза, дислокаційна структура яких змінювалась попередньою пластичною деформацією. Одержані раніше результати механічної спектроскопії заліза у температурному інтервалі  $4\text{ K} < T < 150\text{ K}$  при частотах коливань порядку  $1\text{ Гц}$  і  $10^5\text{ Гц}$  у даному дослідженні доповнено детальним вивченням температурних спектрів внутрішнього тертя та модуля Юнга монокристалічної пластини заліза при

проміжних частотах порядку  $10^3\text{ Гц}$ . Для інтерпретації всієї сукупності експериментальних результатів запропоновано модель двоходового дислокаційного релаксатора: перша його складова — прямолінійний сегмент дислокаційної лінії у рельєфі Пайєрлса I роду, релаксація якого визначається термічною активацією парних кінків; друга складова — ланцюжок геометричних кінків, котрі здатні до термічно активованої дифузії у рельєфі Пайєрлса II роду. Одержано емпіричні оцінки енергетичних, силових, інерційних та геометричних характеристик обох складових такого релаксатора. Дане дослідження доповнює виконаний раніше аналіз процесів механічної релаксації у кристалах, обумовлених зародженням і переміщеннями кінків на дислокаційних лініях (огляд: A. Seeger and C. Wüthrich, *Nuovo Cimento B* **33**, 38 (1976)).

Ключові слова: низькі температури, механічна спектроскопія, дислокації, термоактиваційний аналіз, внутрішнє тертя, дислокаційний релаксатор.

### Dislocation mechanisms of low temperature acoustic relaxation in the iron

V.D. Natsik and Yu.A. Semerenko

A comprehensive approach to the study of the mechanisms of low-temperature dislocation relaxation during low-temperature cyclic deformations of crystalline materials has been developed and tested. It is based on the combined use of experimental methods of mechanical spectroscopy and theoretical methods of statistical and thermoactivation analysis of experimental results. The efficiency of this approach is demonstrated by examining low-temperature relaxation resonances in iron crystals the dislocation structure of which was varied by preliminary plastic deformation. Previously obtained results of mechanical spectroscopy of iron in this study were supplemented by a detailed study of the temperature spectra of internal friction and the Young's modulus of a single-crystal iron plate at intermediate frequencies. The model of a two-mode dislocation relaxator is proposed to explain the entire set of experimental results. Its first component is a straight-line segment of a dislocation line in the Peierls relief of the first kind, whose relaxation properties are determined by the thermal activation of kink pairs. The second component is a chain of geometric kinks capable of thermally activated diffusion displacement in the Peierls relief of the second kind. Empirical estimates of the energy, force, inertial, and geometric characteristics of both components of such relaxator are obtained. This study complements the earlier analysis of the processes of mechanical relaxation in crystals, due to the initiation and displacement of kinks on dislocation lines (Review: A. Seeger and C. Wüthrich, *Nuovo Cimento B* **33**, 38 (1976)).

Keywords: low temperatures, mechanical spectroscopy, dislocations, thermoactivation analysis, internal friction, dislocation relaxator.