

# Низкотемпературный пик внутреннего трения в высокоэнтропийном сплаве $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$

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

<sup>1</sup>Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины  
пр. 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 15 октября 2019 г., опубликована онлайн 25 ноября 2019 г.

Исследованы динамическая упругость и внутреннее трение высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$  в широкой области низких температур 4,2–300 К. В экспериментах изучались изгибные колебания с частотой 530 Гц тонких пластин в двух структурных состояниях: образцы приготовлены после кристаллизации литого сплава (I); те же образцы после длительного высокотемпературного отжига (II). Для этих структурных состояний получены и проанализированы температурные зависимости внутреннего трения  $Q^{-1}(T)$  и динамического модуля Юнга  $E(T)$ . В состоянии I обе зависимости — монотонные функции без каких-либо особенностей. При понижении температуры внутреннее трение уменьшается от  $Q^{-1}(T = 300 \text{ К}) \approx 10^{-3}$  до  $Q^{-1}(T = 4,2 \text{ К}) \approx 10^{-4}$ , а модуль Юнга увеличивается от  $E_1(T = 300 \text{ К}) \approx 180 \text{ ГПа}$  до  $E_1(T = 4,2 \text{ К}) \approx 190 \text{ ГПа}$ . Переход в состояние II приводит к появлению на зависимости  $Q_{II}^{-1}(T)$  пика высотой порядка  $10^{-4}$  с центром при  $T_p \approx 228 \text{ К}$  без существенного изменения внутреннего трения при других температурах. Модуль Юнга  $E_{II}(T)$  значительно увеличивается (в среднем на 20%) при всех значениях температуры, а вблизи  $T_p \approx 228 \text{ К}$  на зависимости  $E_{II}(T)$  появляется размытая ступенька высотой  $\Delta E_{II} \approx 0,3 \text{ ГПа} \approx 10^{-4} E_{II}(T = 4,2 \text{ К})$ . Статистический и термоактивационный анализ аномалии вязко-упругих свойств сплава вблизи  $T_p \approx 228 \text{ К}$  в соответствии с разработанным ранее алгоритмом [В.Д. Нацик, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **42**, 185 (2016)] привел к заключению, что она обусловлена резонансным взаимодействием упругих колебаний пластины с динамическими процессами в системе дислокационных релаксаторов: термически активированным отрывом дислокационных сегментов от локальных дефектов [М. Koiwa and R.R. Hasiguti, *Acta Met.* **13**, 1219 (1965)]. Высокотемпературный отжиг литого сплава сопровождается существенными изменениями морфологии и дислокационной структуры образцов, что приводит к значительному возрастанию их упругости (модуля Юнга) и появлению пика внутреннего трения в области умеренно низких температур. Свойства этого пика аналогичны свойствам пиков Хасигути или  $\beta$ -пиков в простых металлах с ГЦК и ОЦК решетками.

Ключевые слова: высокоэнтропийные сплавы, механическая спектроскопия, термоактивационный анализ, дислокационный релаксатор.

## 1. Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) — литые многокомпонентные металлические системы, которые состоят из смеси пяти и более компонент с концентрацией близкой к эквиатомной [1–3]. Их атомная структура, морфология и физико-механические свойства значительно отличаются от свойств традиционных многокомпонентных сплавов [4–7]. Предполагается [1], что такие различия связаны с повышенными значениями энтропии смешения компонент. При затвердевании ВЭС зарождение и рост различных фаз замедленный,

благодаря чему их микроструктура в литом состоянии, как правило, состоит из смеси простых кристаллических структур: твердых растворов замещения с сильно искаженными ОЦК или ГЦК решетками [4,8,9]. ВЭС характеризуются благоприятным сочетанием прочности и пластичности, высокой устойчивостью к термическим и механическим воздействиям [4–7]. Однако при термообработке и старении этих сплавов могут наблюдаться фазовые превращения [10–12], которые также изменяют их свойства в благоприятном или неблагоприятном направлении.

Одним из типичных ВЭС является сплав  $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$  с ГЦК решеткой [13] (концентрации элементов заданы в молярном отношении). Его механические свойства в разных структурных состояниях достаточно подробно изучены [14–19]. Низкотемпературные акустические свойства этого сплава также имеют интересные особенности [17,19]. Более детальному экспериментальному изучению и теоретическому анализу этих особенностей посвящена настоящая работа.

## 2. Изучаемые образцы и методика эксперимента

Исходные литые слитки сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$  с размерами  $\approx 6 \times 3 \times 30$  мм получали из расплава в дуговой печи в атмосфере очищенного аргона с использованием вольфрамового электрода. Исходные компоненты имели чистоту не хуже 99,9 %. Для достижения химической однородности слитки повторно расплавились не менее 5 раз. Заготовки получены в ННЦ «Харьковский физико-технический институт» НАН Украины.

Металлографические исследования шлифов [17] показали отсутствие макроскопической ликвации в слитках, их плотность была равна  $7979 \text{ кг/м}^3$ , а фактический химический состав в весовых процентах составлял: Al — 4,46%; Co — 19,48%; Cu — 21,01%; Cr — 17,18%; Ni — 19,40%; Fe — 18,46%. В формуле  $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$  указана атомная концентрация компонентов.

Образцы для акустических исследований в форме тонких пластин  $0,2 \times 3 \times 20$  мм вырезали из исходных слитков с помощью электроискровой резки и доводили до окончательных размеров и формы механической шлифовкой и полировкой.

Сплав исследовали в двух структурных состояниях: исходном литом (I); после высокотемпературного отжига образцов при  $975 \text{ }^\circ\text{C}$  в течение 6 ч (II). Отжиг проводился в вакууме. Образцы после отжига охлаждались вместе с печью (скорость охлаждения до  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  составляла 4–5 град/мин).

Данные о микроструктуре сплава [16,17] показали, что состояние I имеет дендритную структуру и состоит из двух ГЦК решеток с параметрами  $a_1 = (3,596 \pm 0,001) \text{ \AA}$  (для областей дендритов) и  $a_2 = (3,625 \pm 0,003) \text{ \AA}$  (для междендритных областей), с заметными различиями в элементном химическом составе. Дендритные области имеют размеры  $\sim 10 \times 100$  мкм и обогащены тяжелыми элементами Fe, Cr, Co (более 20 ат.% каждого) и обеднены Cu (менее 10%), междендритные области обогащены Cu ( $\sim 65\%$ ) и Al ( $\sim 15\%$ ) с содержанием Fe, Cr, Co (менее 4%). В состоянии II частично сохраняются две ГЦК фазы, но появляется небольшое количество дополнительной ОЦК фазы (типа B2) с параметром решетки  $a_3 = (2,870 \pm 0,001) \text{ \AA}$ . В состоянии II химический состав элементов в дендритных областях не изменился, в междендритных областях содержание Cu и

Al уменьшалось, а количество остальных элементов увеличилось по сравнению с состоянием I.

Кроме того, как в литом, так и в отожженном состоянии на границах между дендритными и междендритными областями наблюдаются включения интерметаллидной фазы  $L1_2$  [16,17], обогащенные никелем ( $\approx 30\%$ ), алюминием ( $> 20\%$ ) и медью ( $> 20\%$ ), расстояние между ними 20–100 нм.

Электронно-микроскопические наблюдения методом STEM-EDX показали [18], что распределение элементов, входящих в сплав, неоднородно на наноуровне. В микроструктуре сплава наблюдаются области, имеющие форму полос шириной 15–20 нм, существенно отличающимися концентрациями различных элементов, такие области формируют в микроструктуре трехмерную нерегулярную решетку. Вблизи узлов решетки (точек существенного изменения концентрации элементов) наблюдаются значительные структурные искажения. Расстояние между этими неоднородностями равны  $\sim 20$  нм. Кроме того, наблюдаются кластеры из нескольких атомов одного из составляющих сплав элементов. Несколько расположенных рядом атомов элемента с относительно большим атомным радиусом создают локальные искажения кристаллической решетки. Характерное расстояние между кластерами составляет несколько нанометров.

Акустические измерения в предыдущей работе [19] и в данном исследовании выполнены методом механической резонансной спектроскопии. Изучались линейные изгибные колебания консольно закрепленного образца — пластины при малых значениях амплитуды акустических деформаций  $\varepsilon_0 \sim 10^{-7}$ . Возбуждались вынужденные колебания пластины под действием циклической электрической силы с варьированием ее частоты  $f$  вблизи первой резонансной частоты пластины  $f_r$ , которая регистрируется экспериментально ( $f_r = 530$  Гц). Детальное описание методики измерений  $Q^{-1}(T)$  и  $E(T)$  в этих экспериментах приведено в [19–21]. Модуль Юнга  $E$ , декремент колебаний  $\delta$  и внутреннее трение  $Q^{-1}$  для консольно закрепленного образца определяются соотношениями [22,23]

$$E = 38,3 \frac{f_r^2 \rho l^4}{h^2}, \quad \delta = \pi Q^{-1} = \pi \frac{|f' - f''|}{f_r}. \quad (1)$$

Здесь  $h$ ,  $l$  и  $\rho$  — толщина, длина и плотность образца;  $|f' - f''|$  — интервал частот в области резонанса, в котором амплитуда вынужденных колебаний уменьшалась в  $\sqrt{2}$  раз относительно резонансного значения  $f_r$ ; величина числового коэффициента зависит от формы образца и коэффициента Пуассона  $\nu \approx 0,3$ .

Акустические измерения выполнены в области температур  $4,2 \text{ K} < T < 320 \text{ K}$ . Температура в измерительной ячейке задавалась программируемым терморегулятором, который позволял изменять температуру с

постоянной скоростью 1 К/мин и поддерживать заданную температуру с точностью 0,5%. В качестве датчика температуры в области температур 4,2–80 К использовался полупроводниковый арсенид-галлиевый термометр сопротивления, а при температурах 80–320 К датчиком служила дифференциальная медь-константановая термопара.

### 3. Результаты эксперимента

#### 3.1. Экспериментальная регистрация температурных зависимостей динамического модуля Юнга $E_{\text{exp}}(T)$ и внутреннего трения $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$

В работе [19] было обнаружено, что переход высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$  из структурного состояния I в состояние II приводит к появлению акустического релаксационного резонанса вблизи 228 К. Однако работа [19] в основном была посвящена изучению особенностей деформации и разрушения образцов сплава, а акустический эксперимент играл вспомогательную роль, и его результаты подробно не анализировались. В настоящей работе продолжено исследование низкотемпературных акустических свойств этих образцов, которые после первоначальных измерений 2 года хранились при комнатной температуре.

Результаты обоих экспериментов практически совпали, что свидетельствует о стабильности структурного состояния II.

Основное внимание в настоящей работе уделено детальному экспериментальному изучению внутреннего трения и динамической упругости сплава вблизи резонанса и его физической интерпретации.

Температурные зависимости внутреннего трения  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$  и динамического модуля Юнга  $E_{\text{exp}}(T)$ , полученные в работе [19], показаны на рис. 1. При понижении температуры от 320 до 4,2 К модуль Юнга изученного сплава для состояния I монотонно растет от 182 ГПа до  $E_0 = 194$  ГПа, а поглощение монотонно уменьшается. Эти данные согласуются с результатами изучения образцов такого же сплава эхоимпульсным методом [24]. Для состояния I на температурных зависимостях  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$  и  $E_{\text{exp}}(T)$  отсутствуют какие-либо существенные особенности типа релаксационных резонансов.

Переход в структурное состояние II приводит к существенному (~20%) увеличению модуля Юнга во всем исследованном температурном интервале, а его низкотемпературный предел возрастает до значения  $E_0 = 236$  ГПа. Появляется также релаксационный резонанс — пик акустического поглощения с центром вблизи 228 К и соответствующая ему ступенька на температурной зависимости динамического модуля (см. вставку на рис. 1).

На рис. 2 полученные в настоящей работе температурные зависимости  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$  и  $E_{\text{exp}}(T)$  для структурного состояния II показаны в более узкой температурной

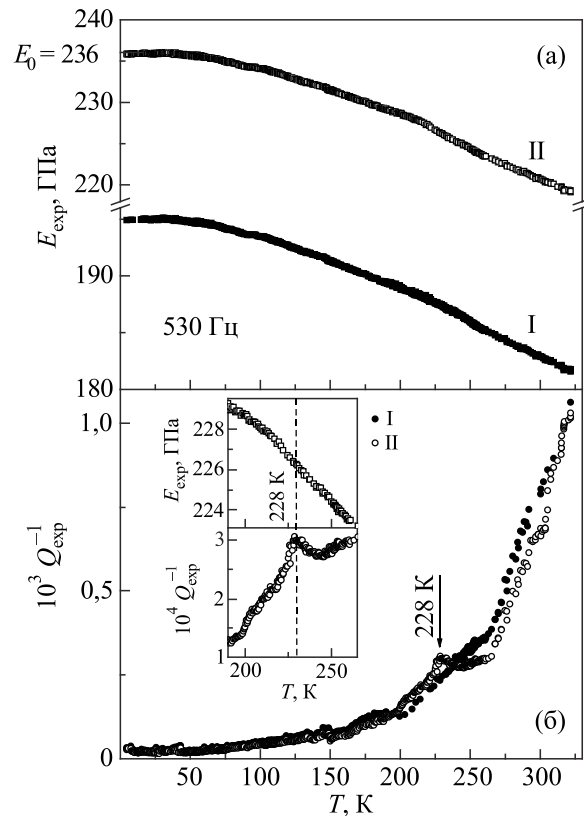


Рис. 1. Температурные зависимости акустических свойств сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{CoCrCuFeNi}$  для двух структурных состояний: (а) температурная зависимость динамического модуля Юнга  $E_{\text{exp}}$  (■ — состояние I, □ — состояние II); (б) температурная зависимость внутреннего трения  $Q_{\text{exp}}^{-1}$  (● — состояние I, ○ — состояние II); на вставке в более крупном масштабе показан релаксационный резонанс, наблюдаемый в структурном состоянии II). Данные работы [19].

области 130–285 К при значительных изменениях масштабов вдоль осей ординат. Кроме того, исходные результаты измерений были сглажены методом скользящего среднего, что позволило более четко выделить резонансные особенности на обеих зависимостях. Экспериментальные зависимости  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$  и  $E_{\text{exp}}(T)$  для структурного состояния II (рис. 2) практически совпадают с результатами измерений в работе [19] (см. рис. 1).

Отметим, что аналогичные релаксационные резонансы наблюдаются при изучении низкотемпературных акустических свойств простых металлов с ГЦК, ОЦК и ГПУ решетками после создания в них дислокационных структур в результате предварительной пластической деформации образцов, но такие резонансы отсутствуют при изучении образцов с более совершенной структурой [25–28].

Следует также обратить внимание на значительное увеличение низкотемпературной упругости сплава в результате отжига: изменение модуля Юнга на 20% — это аномально большой эффект, который иногда наблюдается и при изучении сильно деформированных

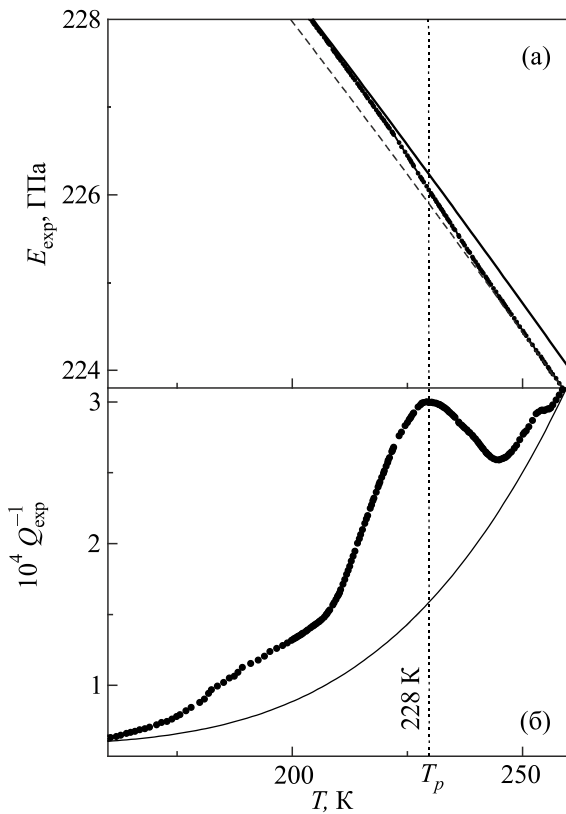


Рис. 2. Релаксационный резонанс в сплаве  $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrCuFeNi}$  в структурном состоянии II: температурная зависимость динамического модуля Юнга  $E_{\text{exp}}(T)$  (а); температурная зависимость внутреннего трения  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$  (б). Сплошными линиями показаны фон динамического модуля  $E_0 - E_{BG}(T)$  и фон поглощения  $Q_{BG}^{-1}(T)$ : эти графики построены на основе формул (3) и (5) при значениях параметров, приведенных в табл. 1.

поликристаллов простых металлов и интерпретируется как следствие кардинального изменения морфологии образцов в процессе отжига, например, формирование текстуры [29].

В настоящей работе ограничимся анализом результатов, полученных при изучении сплава в структурном состоянии II. Структурные изменения в сплаве при отжиге будут предметом отдельного исследования в дальнейшем.

### 3.2. Выделение резонансных составляющих модуля Юнга и внутреннего трения

Для адекватной физической интерпретации наблюдаемого в экспериментах акустического релаксационного резонанса необходима первичная обработка приведенных выше результатов измерений  $E_{\text{exp}}(T)$  и  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$ . На этих температурных зависимостях следует выделить вклады  $E_R(T)$  и  $E_R(T)$  отдельной подсистемы релаксаторов, ответственных за резонанс, на фоне вкладов  $E_{BG}(T)$  и

$Q_{BG}^{-1}(T)$  других релаксационных процессов в динамическую упругость и внутреннее трение [21].

Наши измерения выполнены при фиксированном значении частоты колебаний образца  $\omega = 2\pi f_r$ . В общем случае динамический модуль упругости зависит как от температуры  $T$ , так и от частоты  $\omega$ . Следуя [21], будем считать, что регистрируемую в экспериментах температурно-частотную зависимость динамического модуля упругости  $E_{\text{exp}}(T, \omega)$  можно разделить на резонансную  $E_R(T, \omega)$  и фоновую  $E_{BG}(T, \omega)$  составляющие:

$$E_{\text{exp}}(T, \omega) = E_0(\omega) - E_{BG}(T, \omega) - E_R(T, \omega), \quad (2)$$

где  $E_0(\omega)$  — предельное значение модуля при  $T \rightarrow 0$ . Для большинства кристаллических материалов величина параметра  $E_0$  с относительной точностью порядка  $10^{-2}$  близка к величине статического модуля упругости бездефектного кристалла.

Согласно [30], для многих кристаллических материалов фоновая составляющая  $E_{BG}(T, \omega)$  в области низких температур  $T < 300$  К и частот  $\omega \leq 10^7$  с $^{-1}$  определяется преимущественно взаимодействием упругих колебаний с тепловыми фононами. Для эйнштейновской модели фононного спектра с характеристической температурой  $\Theta_E$  смягчение модуля упругости фононами описывается формулой

$$\frac{E_{BG}(T, \omega)}{E_0(\omega)} = BT \exp\left(-\frac{T_\eta}{T}\right), \quad (3)$$

где коэффициент  $B$  зависит от исследуемого материала и изучаемой моды колебаний, а  $T_\eta$  — характеристическая температура, которая в большинстве случаев для материалов с простыми фононными спектрами имеет величину порядка температур Эйнштейна или Дебая ( $T_\eta \approx \Theta_E \approx \Theta_D$ ). При изучении металлов в области температур  $T \leq 10$  К наряду с фононным вкладом (3) можно выделить и сравнительно слабый электронный вклад в  $E_{BG}(T, \omega)$  [21], но он не играет существенной роли при анализе динамических модулей упругости в широком температурном интервале  $T < \Theta_D$ .

В работе [19] показано, что функция (3) хорошо описывает температурную зависимость  $E_{\text{exp}}(T, \omega)$  изучаемого сплава в отсутствие релаксационного резонанса, когда  $E_R(T, \omega) \equiv 0$  (состояние I). Ее использование для аналитической аппроксимации результатов, полученных при изучении состояния II, иллюстрируют рис. 1 и 2(а) (сплошные линии), а соответствующие значения параметров аппроксимации приведены в табл. 1. При переходе из структурного состояния I в состояние II параметр  $E_0$  увеличивается, но характеристическая температура  $T_\eta$  и коэффициент  $B$  остаются практически неизменными.



Таблица 1. Эмпирические оценки параметров релаксации в изучаемом сплаве

Параметры	Числовое значение
$\omega = 2\pi f_r$	$3,34 \cdot 10^3 \text{ с}^{-1}$
$E_0$	236 ГПа
$B$	$0,35 \text{ К}^{-1}$
$T_\eta$	160 К
$E_{R0}$	0,33 ГПа
$A_1$	$6 \cdot 10^{-5}$
$A_2$	0,3
$U_{BG}$	0,16 эВ
$T_p$	228 К
$T^{(-)}$	213 К
$T^{(+)}$	242 К
$\max Q^{-1}$	$1,5 \cdot 10^{-4}$
$\max \frac{\partial}{\partial T} \bar{Q}^{-1}$	$7,6 \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$
$\min \frac{\partial}{\partial T} \bar{Q}^{-1}$	$-9,1 \cdot 10^{-6} \text{ К}^{-1}$
$K$	0,83
$\tau_0$	$2 \cdot 10^{-13} \text{ с}$
$U_0$	0,43 эВ
$D$	0,01 эВ
$C(D)$	1
$C_r \Delta_0$	$4 \cdot 10^{-4}$

Температурная зависимость резонансной составляющей дефекта модуля Юнга  $E_R(T, \omega)$  для состояния II изучаемого сплава после вычитания фона приведена на рис. 3(а). Ее график имеет характерную для релаксационных резонансов форму ступеньки высотой  $E_{R0} = E_R(T \gg T_p, \omega)$ , значение  $E_{R0}$  приведено в табл. 1. Далее будет показано, что сопоставление высоты ступеньки на зависимости  $E_R(T, \omega)$  и высоты пика на зависимости  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  помогает сформулировать адекватную микроскопическую модель релаксатора, ответственного за этот релаксационный резонанс.

Наблюдаемая в эксперименте зависимость акустического поглощения  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T, \omega)$  также состоит из суммы резонансного  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  и фонового  $Q_{BG}^{-1}(T, \omega)$  поглощения. Корректная физическая интерпретация зарегистрированного в эксперименте пика внутреннего трения сводится, естественно, к сопоставлению с теорией акустических резонансов значений разности

$$Q_R^{-1}(T, \omega) = Q_{\text{exp}}^{-1}(T, \omega) - Q_{BG}^{-1}(T, \omega). \quad (4)$$

Следуя методике, предложенной в [21], будем считать  $Q_{BG}^{-1}(T)$  частично обусловленным термически ак-

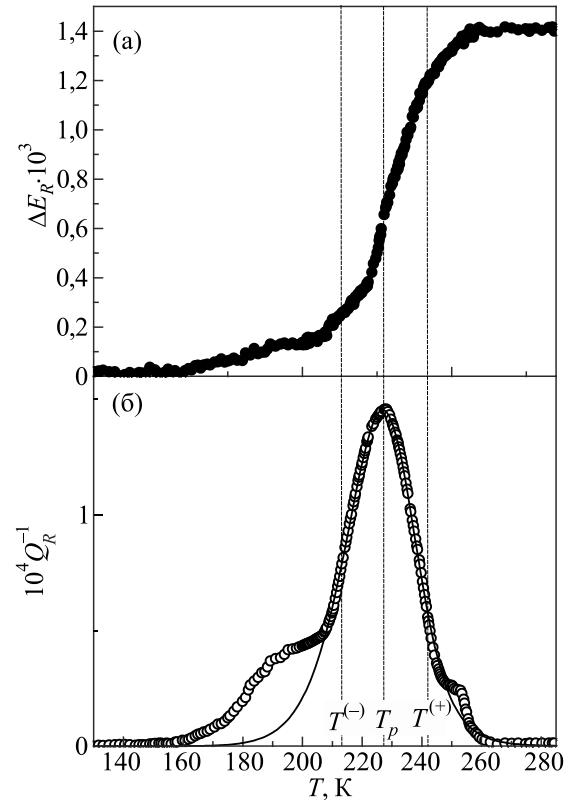


Рис. 3. Температурные зависимости резонансной составляющей динамического модуля Юнга  $E_R(T)$  (а) и внутреннего трения  $Q_R^{-1}(T)$  (б) после вычитания фона. На рис. 3(б) пунктирные линии проведены через точки перегиба и вершину пика, а сплошной линией показана теоретическая зависимость, рассчитанная по формуле (13), при значениях параметров, приведенных в табл. 1.

тивированной дислокационной релаксацией с энергией активации  $U_{BG}$ , которая существенно отличается от энергии активации изучаемого резонансного поглощения. Для описания температурной зависимости  $Q_{BG}^{-1}(T)$  обычно используется простая аналитическая аппроксимация [31,32]:

$$Q_{BG}^{-1}(T) = A_1 + A_2 \exp\left(-\frac{U_{BG}}{k_B T}\right). \quad (5)$$

Коэффициенты  $A_1$ ,  $A_2$  и параметр  $U_{BG}$  являются подгоночными параметрами, основной критерий для выбора их значений — разделение пика от фона примерно на его ширине. При этом предполагается, что коэффициент  $A_1$  характеризует слабо зависящие от температуры вблизи резонанса вклады в поглощение фонной, электронной и магнитной подсистем металла.

Формула (5) хорошо описывает температурную зависимость фона акустического поглощения при соответствующем подборе параметров  $A_1$ ,  $A_2$  (см. табл. 1). График функции (5) вблизи пика поглощения для отожженного образца показан на рис. 2(б) сплошной лини-

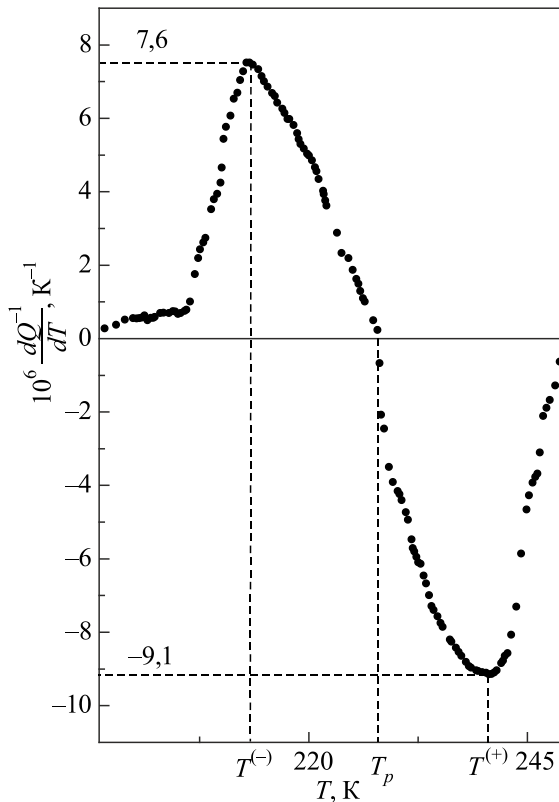


Рис. 4. Численное дифференцирование экспериментального пика поглощения:  $T_p = 228$  К,  $T^{(-)} = 213$  К,  $T^{(+)} = 242$  К.

ей. Температурная зависимость  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  внутреннего трения изучаемого сплава в состоянии II после вычитания фона приведена на рис. 3(б).

При выполнении процедуры статистического и термоактивационного анализа экспериментальных результатов, полученных методами акустической спектроскопии, значительный интерес представляет также температурная зависимость производной  $\frac{\partial}{\partial T} Q_R^{-1}(T, \omega)$  (рис. 4). График этой зависимости позволяет уточнить температуру пика  $T_p$ , получить значения координат точек перегиба  $T^{(-)}$  и  $T^{(+)}$  на графике  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  (рис. 3(б)), а также оценить значения отношения

$$K = \frac{\max \frac{\partial}{\partial T} Q_R^{-1}(T, \omega)}{\left| \min \frac{\partial}{\partial T} Q_R^{-1}(T, \omega) \right|}. \quad (6)$$

Разности температур  $T^{(+)} - T_p$ ,  $T_p - T^{(-)}$  и  $T^{(+)} - T^{(-)}$  можно рассматривать как характеристики асимметрии пика и его ширины.

Регистрация в экспериментах числовых значений набора характеристик акустического релаксационного резонанса  $T_p$ ,  $T^{(-)}$ ,  $T^{(+)}$ ,  $\max Q_R^{-1}$ ,  $E_{R0}$  и  $K$  (все они

приведены в табл. 1) позволяет сформулировать микроскопическую модель релаксатора и получить эмпирические оценки для его параметров [21,34].

#### 4. Анализ результатов эксперимента

В работах [21,34] предложен эффективный алгоритм статистического и термоактивационного анализа данных низкотемпературной механической спектроскопии кристаллов, которым мы воспользуемся в настоящей работе. Разработанный там метод анализа позволяет установить микроскопический механизм релаксационного резонанса и получить эмпирические оценки для параметров элементарных релаксаторов на основе анализа температурных зависимостей  $Q_{\text{exp}}^{-1}(T)$  и  $E_{\text{exp}}(T)$ , полученных в экспериментах при одном фиксированном значении частоты колебаний образца  $\omega = 2\pi f_r$ . Отметим, что в подавляющем большинстве исследований использование методов механической спектроскопии для решения таких задач предполагает варьирование частоты колебаний  $\omega = \omega_1, \omega_2, \omega_3, \dots$  в достаточно широких пределах [25], что усложняет процедуру экспериментов и уменьшает точность результатов.

##### 4.1. Низкотемпературные релаксационные резонансы в ГЦК металлах

В разд. 2 было отмечено, что основной объем образцов изучаемого сплава как в состоянии I, так и в состоянии II состоит из кристаллического материала с ГЦК решеткой. Поэтому в качестве рабочей гипотезы естественно предполагать, что наблюдаемый акустический релаксационный резонанс в этом сплаве может определяться физическими механизмами, которые аналогичны механизмам низкотемпературных резонансов в стандартных моноатомных металлах с ГЦК структурой. Такие резонансы интерпретируются как следствие взаимодействия упругих колебаний образца с системой дислокационных релаксаторов, так как они наблюдаются только после предварительной пластической деформации образцов. На температурной зависимости внутреннего трения им соответствуют пики Бордони в интервале  $20 \text{ К} < T < 100 \text{ К}$  [25–28] и пики Хасигути в интервале  $100 \text{ К} < T < 200 \text{ К}$  [40]. Положения этих пиков на оси температур  $T_p(\omega)$  зависят от частоты колебаний  $\omega$  и отличаются для разных металлов.

Многочисленные экспериментальные и теоретические исследования привели к заключению, что роль элементарных релаксаторов для пиков Бордони и Хасигути играют фрагменты дислокационных линий в системах легкого скольжения ГЦК металлов  $\{111\}\langle 110 \rangle$ , которые возбуждаются упругими колебаниями:

— пики Бордони интерпретированы Зегером [41–43] как результат термоактивированного зарождения парных кинков на прямолинейных сегментах дислокационных линий, расположенных в долинах рельефа Пайерлса I рода;

— для пиков Хасигути в работе Коивы и Хасигути [40] в качестве элементарного релаксационного процесса рассмотрен термоактивированный отрыв сегмента дислокационной линии от точечного дефекта (примесного атома, вакансии, радиационного дефекта и т.п.).

Отметим, что аналоги пиков Бордони и Хасигути зарегистрированы также в металлах с ОЦК и ГПУ структурой [21,25,44]. Исследования процессов дислокационной релаксации при низких температурах методами акустической спектроскопии продолжают до настоящего времени. В работе [21] детально изучен  $\alpha$ -пик внутреннего трения в ОЦК железе (аналог пика Бордони) и предложена его интерпретация на основе модели термоактивационной релаксации дислокационных кинков. В [44] зарегистрирован аналог пика Хасигути в ГПУ цирконии, который интерпретирован как следствие термоактивированных отрывов дислокационных сегментов от точечных дефектов.

Отдельный элементарный процесс термоактивированного возбуждения дислокационного релаксатора характеризуется временем релаксации, которое зависит от температуры согласно экспоненциальному закону Аррениуса:

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{U_0}{k_B T}\right). \quad (7)$$

Значения параметров этой зависимости  $U_0$  (энергия активации) и  $\tau_0$  (эффективный период попыток) определяются кристаллогеометрическими и энергетическими характеристиками конкретного релаксатора в конкретном кристалле. Предэкспоненциальный множитель  $\tau_0$  имеет, строго говоря, слабую степенную зависимость от температуры, которой можно пренебрегать на фоне экспоненциальной зависимости второго множителя при низких температурах  $kT \ll U_0$ . В большинстве случаев величина параметра  $\tau_0$  порядка периода механических колебаний фрагмента дислокационной линии (дислокационного релаксатора) в потенциальном рельефе, который определяет динамику релаксатора с учетом сил вязкого торможения.

Температурно-частотная зависимость внутреннего трения, обусловленная системой релаксаторов с одинаковыми величинами параметров  $U_0$  и  $\tau_0$ , описывается формулой

$$Q_R^{-1}(T, \omega) = C_r \Delta_0 F(\omega\tau). \quad (8)$$

Здесь  $\Delta_0$  и  $C_r$  — эффективный удельный вклад отдельного релаксатора и их концентрация, а  $F(\omega\tau)$  — положительно-определенная функция с острым максимумом при  $\omega\tau \approx 1$ . Конкретный вид функции  $F(\omega\tau)$  и точное положение ее максимума на оси температур  $T_p(\omega)$  зависит от физической природы релаксаторов. Большинство из них относится к классу релаксаторов Дебая, для которых термическая активация происходит

одновременно в прямом и обратном направлении по отношению к возбуждающему напряжению. Релаксация Зегера соответствует этому критерию и является частным случаем релаксации Дебая. Но в релаксационном процессе Коивы–Хасигути термическая активация стимулирует возбуждение релаксаторов только в прямом направлении, а их возвращение в начальное невозбужденное состояние происходит под действием силы линейного натяжения дислокационных сегментов. Наличие или отсутствие симметрии релаксационного процесса относительно колебаний возбуждающего напряжения приводит к двум различным выражениям для функции  $F(\omega\tau)$  [34,40]:

$$F^D(x) = \frac{x}{1+x^2}, \quad F^{K-H}(x) = \frac{x^2}{2(1+x^2)} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{2\pi}{x}\right) \right],$$

$$x = \omega\tau. \quad (9)$$

Для релаксационных процессов обоих типов функция  $F^{D,K-H}(x)$  обращается в нуль при  $x \rightarrow 0$  и  $x \rightarrow \infty$ , но имеет острый максимум при  $x_m^D = 1$  и  $x_m^{K-H} = 2,67$ . Если значение частоты колебаний  $\omega$  фиксировано, то для системы одинаковых релаксаторов с параметрами  $U_0$  и  $\tau_0$  внутреннее трение  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  на оси температур имеет острый максимум (пик) при значениях температуры  $T_p^{D,K-H}(\omega)$ :

$$T_p^{D,K-H}(\omega) = \frac{U_0}{k_B \alpha^{D,K-H}}, \quad (10)$$

$$\alpha^D = -\ln \omega\tau_0, \quad \alpha^{K-H} = -\ln \frac{\omega\tau_0}{2,67} \approx 1 - \ln \omega\tau_0.$$

Для простых кристаллических металлов эмпирические оценки параметров  $U_0$  и  $\tau_0$  приводят к значениям следующего порядка:

— для релаксаторов Зегера  $U_0 \sim 0,1$  эВ,  $\tau_0 \sim 10^{-11}$  с и  $C_r \Delta_0 \sim 10^{-1} \rho_L L^3$ , где  $L$  — длина прямолинейного дислокационного сегмента в долине рельефа Пайерлса,  $\rho_L$  — число таких сегментов в единице объема;

— для релаксаторов Коивы–Хасигути  $U_0 \sim (0,3-0,5)$  эВ,  $\tau_0 \sim 10^{-13}$  с и  $C_r \Delta_0 \sim 10^{-1} \rho_l l^3$ ,  $l$  и  $\rho_l$  — длина и объемная плотность дислокационных сегментов, отрывающихся от отдельного точечного дефекта.

Действие релаксационного процесса (7) сопровождается смягчением динамического модуля упругости материала (2) на величину  $E_R(T, \omega) = E_R(\omega\tau)$ , зависимость которой от температуры и частоты также определяется произведением  $\omega\tau(T)$ . При этом  $E_R(\omega\tau \rightarrow \infty) = 0$ , а при уменьшении  $\omega\tau$  имеет место монотонное возрастание  $E_R(T, \omega)$  до величины  $E_{R0} = E_R(\omega\tau \rightarrow 0)$ , которая рассматривается как главная характеристика смягчения материала релаксаторами.

Следует отметить еще два важных для интерпретации релаксационных резонансов различия между обсуждаемыми здесь релаксационными процессами. Первое из них отмечено в работе [40], где показано, что этим процессам соответствуют существенно различные значения отношения высоты пика  $\max Q_R^{-1}(\omega\tau)$  к высоте ступеньки  $E_{R0} = E_R(\omega\tau \rightarrow 0) - E_R(\omega\tau \rightarrow \infty)$  на температурно-частотных зависимостях вкладов этих релаксационных процессов во внутреннее трение и динамическую упругость материалов:

$$\left[ \frac{E_0}{E_{R0}} \max Q_R^{-1} \right]^D = 0,5, \quad \left[ \frac{E_0}{E_{R0}} \max Q_R^{-1} \right]^{K-H} \approx 0,13. \quad (11)$$

Еще одно различие между релаксациями Дебая и Коивы–Хасигути установлено в работе [34]. Критерий различия — величина отношения  $K$ , которое определено формулой (6). Эта характеристика резонанса не зависит от температуры и параметра  $U_0$ , а ее частотная зависимость описывается монотонными функциями  $K = K_{D,K-H}(\omega\tau_0)$  от безразмерной переменной  $\omega\tau_0$ . В широкой области значений произведения  $\omega\tau_0$ , актуальных для низкотемпературного эксперимента, числовые значения этих функций удовлетворяют неравенствам

$$K_D(\omega\tau_0) > 1,2, \quad K_{K-H}(\omega\tau_0) < 1,2, \quad \omega\tau_0 < 10^{-3}. \quad (12)$$

#### 4.2. Статистический анализ низкотемпературных релаксационных резонансов

Приведенные выше формулы описывают акустический релаксационный резонанс, обусловленный системой однопипных дислокационных релаксаторов с одинаковыми значениями параметров отдельного релаксатора  $U_0$ ,  $\tau_0$  и  $\Delta_0$ , который рассматривается как дефект идеальной атомно-решеточной структуры. В реальном эксперименте изучаются образцы кристаллического материала, в котором существует сложная система случайных структурных дефектов или неоднородностей и создаваемых ими полей внутренних напряжений. Поэтому параметры релаксаторов одного типа  $U_0$ ,  $\tau_0$  и  $\Delta_0$  приобретают в различных областях образца случайные добавки, что приводит к статистическому уширению пиков и ступенек на графиках зависимостей  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  и  $E_R(T, \omega)$ , а также сдвигу температуры их локализации  $T_p(\omega)$ . В кристаллах высокоэнтропийных сплавов случайные неоднородности связаны не только с хаотическим распределением дефектов, но также с искажениями элементарных ячеек в кристаллической решетке случайными конфигурациями химических компонентов сплава и различиями их атомных радиусов.

Эффективный метод статистического описания термически активированных дислокационных резонан-

сов предложен в работах [21,34]. В них также разработан алгоритм выделения вклада релаксаторов одного типа на общем фоне зарегистрированных в эксперименте температурных зависимостей внутреннего трения и динамического модуля упругости кристаллических образцов со сложной дефектной структурой.

В общем случае параметры релаксаторов  $U_0$ ,  $\tau_0$  и  $\Delta_0$  следует рассматривать как случайные величины и задавать соответствующие им функции распределения. Но при низких температурах  $k_B T \ll U_0$  достаточно учитывать только статистические отклонения энергии активации  $U$  от  $U_0$  и с экспоненциальной точностью можно пренебрегать разбросами параметров  $\tau_0$  и  $\Delta_0$ . При этом вклад релаксаторов во внутреннее трение  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  и динамический модуль упругости  $E_R(T, \omega)$  будет определяться усреднением исходных формул для зависимостей  $Q_R^{-1}(T, \omega)$  и  $E_R(T, \omega)$  с корректно выбранной функцией распределения  $P(U; U_0, D)$  для энергии активации  $U$ , в которой роль параметров играют энергия  $U_0$  и характеристика дисперсии  $D$  [35–39]. После операции усреднения  $\langle Q_R^{-1}(T, \omega) \rangle$  формула (8) для внутреннего трения приобретает вид

$$\langle Q_R^{-1} \rangle = Q_R^{-1}(T, \omega; \tau_0, U_0, D) =$$

$$= C_r \Delta_0 \int_0^{\infty} dU P(U; U_0, D) F^{D, K-H}(\omega\tau), \quad (13)$$

$$P(U; U_0, D) = \frac{C(D)U}{\sqrt{2\pi}U_0 D} \exp\left[-\frac{(U - U_0)^2}{2D^2}\right],$$

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{U}{k_B T}\right).$$

Здесь  $C(D)$  — нормировочный коэффициент; график зависимости  $C(D)$  приведен в [34], но при  $\sqrt{2}D \ll U_0$  его величина  $C(D) \approx 1$ .

Статистический разброс энергии активации не влияет на вид функций  $K_{D,K-H}(\omega\tau_0)$  и сохраняет неравенства (12), которые позволяют при анализе результатов экспериментов установить адекватную физическую модель дислокационного релаксатора.

Операция усреднения приводит к уменьшению высоты пика внутреннего трения  $\max \langle Q_R^{-1} \rangle < \max Q_R^{-1}$  и увеличению его ширины. Аналогичное усреднение резонансной составляющей модуля упругости  $\langle E_R(T, \omega) \rangle$  увеличивает ширину ступеньки на температурной зависимости модуля, но сохраняет ее высоту  $E_{R0}$ . Поэтому при малой величине параметра  $D \ll U_0$  соотношения (11) приблизительно сохраняются и их также можно использовать для выбора модели релаксатора, если изучаются не сильно искаженные кристаллы.



4.3. Статистический и термоактивационный анализ релаксационного резонанса в изучаемом сплаве

Сопоставляя приведенные в табл. 1 эмпирические оценки для параметров резонанса вблизи температуры  $T_p = 228$  К с соотношениями (11) и (12), приходим к заключению, что резонанс соответствует релаксационному процессу Коивы–Хасигути, т.е. термически активированным отрывам дислокационных сегментов от точечных дефектов:

$$K = 0,83 < 1,2, \quad \frac{E_0}{E_{R0}} \max Q_R^{-1} \approx 0,1.$$

В изученном сплаве роль точечных дефектов могут играть нанокластеры из нескольких атомов одного из химических элементов сплава [18] или традиционные точечные дефекты кристаллической структуры — вакансии и межузельные атомы. Поэтому для теоретического описания резонанса мы используем формулы (13), считая что  $F(\omega\tau) = F^{K-H}(\omega\tau)$ , но индекс «К–Н» в дальнейшем будем опускать.

В работе [34] в результате детального анализа релаксационного процесса Коивы–Хасигути, с учетом статистического разброса энергии активации, получены соотношения, которые позволяют оценить числовые значения параметров релаксатора  $U_0$ ,  $\tau_0$  и  $\Delta_0$  как дефекта в идеальном кристалле, а также параметра дисперсии энергии активации  $D$  в реальном кристаллическом образце, если использовать зарегистрированные в экспериментах значения характеристик резонанса  $T_p$ ,  $T^{(-)}$ ,  $T^{(+)}$ ,  $\max Q_R^{-1}$ ,  $E_{R0}$  и  $K$  (см. табл. 1). Ниже эти соотношения записаны в несколько измененном виде, более удобном для сравнения их с результатами эксперимента:

$$(\alpha - 1)^{1,43} = \frac{10}{K - 0,7}, \quad \omega\tau_0 = \exp(1 - \alpha), \quad (14)$$

$$U_0 = 8k_B\alpha^2 \left( 2T_p - T^{(-)} - T^{(+)} \right), \quad (15)$$

$$D = \frac{20k_B\alpha}{11\sqrt{2}} \left( 9T^{(+)} + 10T^{(-)} - 19T_p \right), \quad (16)$$

$$C_r\Delta_0 = \frac{2,5 \max Q_R^{-1}}{C(D)} \exp \left( \frac{7\sqrt{2}\alpha D}{56\sqrt{2}D + 20U_0} \right). \quad (17)$$

Подставляя в формулы (14)–(17) числовые значения характеристик резонанса из табл. 1, получаем эмпирические оценки для параметров релаксатора, которые также помещены в табл. 1. Их использование в формулах (13) дает профиль пика внутреннего трения, верхняя часть которого весьма хорошо согласуется с результатами эксперимента (рис. 3).

Возможны ситуации, когда при анализе зарегистрированного в эксперименте пика не удастся получить значения  $T^{(-)}$  и  $T^{(+)}$  с приемлемой точностью. Тогда для оценки параметров  $U_0$ ,  $\tau_0$ ,  $D$  и  $C_r\Delta_0$  предлагается другой алгоритм сопоставления эксперимента и теории [21]. Он сводится к использованию простой вычислительной программы для компьютерной оптимизации среднеквадратичного отклонения графика температурной зависимости  $\langle Q_R^{-1}(T, \omega) \rangle$ , который соответствует формуле (13), от экспериментальных точек вблизи  $T_p$  — примерно на полуширине пика.

Полученные значения энергии активации  $U_0 \approx 0,4$  эВ и эффективного периода колебаний  $\tau_0 \approx 10^{-13}$  с характерны для релаксаторов Коивы–Хасигути в простых металлах с ГЦК структурой. Малая относительная дисперсия энергии активации  $D \sim 10^{-2}U_0$  указывает на отсутствие в структурном состоянии II изучаемого сплава значительных случайных искажений. Эту особенность естественно считать следствием длительного отжига, который использован для формирования такого структурного состояния (см. разд. 2).

В разд. 4.1. приведено соотношение  $C_r\Delta_0 \sim 10^{-1}\rho_l l^3$ , где  $l$  — длина отдельного дислокационного сегмента-релаксатора, а  $\rho_l$  — их объемная плотность. Полагая  $C_r \approx \rho_l$ , получаем оценку для вклада одного релаксатора  $\Delta_0 \sim 10^{-1}l^3$  во внутреннее трение и смягчение модуля упругости. Предположим, например, что роль локальных центров закрепления дислокационных сегментов играют малые атомные кластеры с расстоянием между ними порядка нескольких нанометров: они зарегистрированы в структурном состоянии II методами электронной микроскопии [18]. Тогда при оценке длины  $l$  можно принять удвоенное расстояние между кластерами  $l \sim 10$  нм, а приведенной в табл. 1 оценке соответствует объемная плотность релаксаторов  $C_r = \rho_l \sim 4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-3}$ .

Для плотности дислокаций  $\Lambda_d = l\rho_l$  (суммарной длины дислокационных сегментов в единице объема), которые эффективно взаимодействуют с упругими колебаниями образца, получаем оценку  $\Lambda_d \sim 4 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$ . Дислокационные структуры с такой плотностью обычно формируются в монокристаллах простых металлов при пластических деформациях образцов порядка нескольких процентов. Предварительная деформация создает предпосылки для наблюдения пиков Бордони или Хасигути. Однако при значениях  $\Lambda_d \sim 10^{13} - 10^{14} \text{ м}^{-2}$  дисперсия энергии активации дислокационных релаксаторов достигает значений  $D \sim (0,1-1)U_0$  и наблюдаемые пики значительно шире, чем в отсутствие дисперсии [21,44,45]. Отжиг предварительно деформированных образцов чаще всего сопровождается значительным понижением плотности дислокаций и уменьшением высоты пиков до границы чувствительности приборов регистрации.

### 5. Заключение

Данное исследование демонстрирует высокую эффективность методов низкотемпературной акустической спектроскопии при изучении физико-механических свойств и структуры семейства новых кристаллических материалов: некоторые из них имеют сложные атомно-решеточные структуры (высокоэнтропийные сплавы); другие отличаются большим количеством и хаотическими конфигурациями структурных дефектов (ультрамелкозернистые поликристаллы, наноструктурные и нанокристаллические системы).

Основная цель акустической спектроскопии (иногда ее называют «механическая спектроскопия») — последовательное решение нескольких задач:

— детальные экспериментальные измерения характеристик динамической упругости и внутреннего трения при циклически малоамплитудных деформациях материалов в широкой области температур ниже 300 К с варьированием частоты колебаний от инфразвука (~1 Гц) до звука (~ $10^3$  Гц) и ультразвука (~ $10^6$  Гц);

— физическая интерпретация зарегистрированных в экспериментах температурно-частотных спектров как совокупности своеобразных релаксационных резонансов, установление механизмов механической релаксации, формулировка адекватных микроскопических моделей релаксаторов и получение эмпирических оценок для их параметров путем сравнения теории с результатами экспериментов.

Для решеточных и дефектных структур в названных выше материалах характерна высокая степень хаотичности распределений элементарных релаксаторов и полей внутренних напряжений в объеме образцов, что вносит дополнительную случайность в процесс термофлуктуационного движения релаксаторов под действием звуковых колебаний. Поэтому достижение максимальной эффективности механической спектроскопии в изучении сложных материалов предполагает разработку комплексного подхода: совместное использование экспериментальных исследований и теоретических методов — статистического и термоактивационного анализов зарегистрированных в экспериментах особенностей температурно-частотных спектров. Теоретические основы такого подхода и алгоритм анализа сформулированы в работе [34]. При этом особое внимание уделено экспериментам, в которых регистрируются температурные спектры акустических характеристик материалов при фиксированной частоте колебаний образцов, что упрощает процедуру измерений и повышает их точность.

Как примеры успешного использования методов механической спектроскопии для изучения новых материалов можно привести выполненные недавно исследования низкотемпературных акустических свойств нескольких металлов в наноструктурном состоянии —

Cu, Ti, Zr [29,45,46], предварительно деформированных монокристаллов или крупнозернистых поликристаллов — Nb, Fe, Zr [44,47–49], сплавов [50], а также полимеров [51]. В настоящей публикации эти примеры дополнены результатами изучения еще одного представителя новых материалов — высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrCuFeNi}$  в двух структурных состояниях. Следует отметить, что до настоящего времени низкотемпературные акустические свойства высокоэнтропийных сплавов практически не изучались.

Авторы благодарны П.П. Паль-Валю и С.Н. Смирнову за интерес к данному исследованию и многочисленные обсуждения различных аспектов акустической спектроскопии твердых тел, а М.А. Тихоновскому за предоставленные образцы для исследований. Отметим также инициативу и энергичное участие Е.Д. Табачниковой в организации исследований механических свойств высокоэнтропийных сплавов при низких температурах.

1. J.W. Yeh, S.K. Chen, S.J. Lin, J.Y. Gan, T.S. Chin, T.T. Shun, C.H. Tsau, and S.Y. Chang, *Adv. Eng. Mater.* **6**, 299 (2004).
2. B. Cantor, I.T.H. Chang, P. Knight, and A.J.B. Vincent, *Mater. Sci. Eng. A* **375–377**, 213 (2004).
3. Yong Zhang, Yun Jun Zhou, Jun Pin Lin, Guo Liang Chen, and Peter K. Liaw, *Adv. Eng. Mater.* **10**, 534 (2008).
4. Y. Zhang, T.T. Zuo, Z. Tang, M.C. Gao, K.A. Dahmen, P.K. Liaw, and Z.P. Lu, *Progr. Mat. Sci.* **61**, 1 (2014).
5. A. Gali and E.P. George, *Intermetallics* **39**, 74 (2013).
6. G.A. Salishchev, M.A. Tikhonovsky, D.G. Shaysultanov, N.D. Stepanov, A.V. Kuznetsov, I.V. Kolodiy, A.S. Tortika, and O.N. Senkov, *J. Alloys Comp.* **591**, 11 (2014).
7. С.А. Фирстов, В.Ф. Горбань, Н.А. Крапивка, Н.И. Даниленко, В.Н. Назаренко, *ВАИТ* **96**, 178 (2015).
8. A.D. Pogrebnok, I.V. Yakushchenko, A.A. Bagdasaryan, O.V. Bondar, R. Krause-Rehberg, G. Abadias, P. Chartier, K. Oyoshi, Y. Takeda, V.M. Beresnev, and O.V. Sobol, *Mater. Chem. Phys.* **147**, 1079 (2014).
9. А.Д. Погребняк, А.А. Багдасарян, И.В. Якущенко, В.М. Береснев, *Успехи химии* **83**, 1027 (2014).
10. М.В. Ивченко, В.Г. Пушин, N. Wanderka, *Журнал технической физики* **84**, 57 (2014).
11. Chun Ng, Sheng Guo, Junhua Luan, Sanqiang Shi, and C.T. Liu, *Intermetallics* **31**, 165 (2012).
12. N.G. Jones, A. Frezza, and H.J. Stone, *Mater. Science Eng. A* **615**, 214 (2014).
13. F. Otto, A. Dlouhy, C. Somsen, H. Bei, G. Eggeler, and E.P. George, *Acta Mater.* **61**, 5743 (2013).
14. Che-Wei Tsai, Ming-Hung Tsai, Jien-Wei Yeh, and Chih-Chao Yang, *J. Alloys Comp.* **490**, 160 (2010).
15. М.А. Лактионова, Е.Д. Табачникова, З. Танг, П.К. Лиану, *ФНТ* **39**, 814 (2013) [*Low Temp. Phys.* **39**, 630 (2013)].

16. Ю.А. Семеренко, Е.Д. Табачникова, Г.А. Салищев, М.А. Тихоновский, М.А. Лактионова, Т.М. Тихоновская, И.В. Колодий, А.С. Тортика, Н.Д. Степанов, Д.Г. Шайсултанов, С.Э. Шумилин, в сб.: *Материалы III Международной научной конференции «Фундаментальные исследования и инновационные технологии в машиностроении»* (2014), т. 3, с. 285.
17. Ю.А. Семеренко, Е.Д. Табачникова, Т.М. Тихоновская, И.В. Колодий, А.С. Тортика, С.Э. Шумилин, М.А. Лактионова, *Металлофизика и новейшие технологии* **37**, 1527 (2015).
18. E.J. Pickering, N.J. Stone, and N.G. Jones, *Mater. Sci. Eng. A* **645**, 65 (2015).
19. Е.Д. Табачникова, М.А. Лактионова, Ю.А. Семеренко, С.Э. Шумилин, А.В. Подольский, М.А. Тихоновский, Й. Мишкуф, К. Чах, *ФНТ* **43**, 1381 (2017) [*Low Temp. Phys.* **43**, 1108 (2017)].
20. Yu.A. Semerenko, *Instrum. Exp. Tech.* **48**, 608 (2005).
21. В.Д. Нацик, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **45**, 644 (2019) [*Low Temp. Phys.* **45**, 551 (2019)].
22. Ф.М. Морс, *Колебания и звук*, ГИТТЛ, Москва (1949).
23. С.П. Тимошенко, *Колебания в инженерном деле*, Физматгиз, Москва (1959).
24. А.С. Булатов, В.Ф. Довженко, В.С. Ключко, А.В. Корниец, И.В. Колодий, Т.Ю. Рудычева, М.А. Тихоновский, А.С. Тортика, в сб.: *Материалы 4-ой международной конференции HighMatTech*, Киев (2013), с. 116.
25. Р. Чамберс, *Дислокационная релаксация в объемно-центрированных кубических переходных металлах*, *Физическая акустика*, Мир, Москва (1969), т. 3, с. 149.
26. P.G. Bordonì, *J. Acoust. Soc. Amer.* **26**, 495 (1954).
27. В.С. Постников, *Внутреннее трение в металлах*, Металлургия, Москва (1974).
28. Д. Ниблетт, *Пик Бордони в гранецентрированных кубических металлах*, *Физическая акустика*. Мир, Москва (1969), т. 3, с. 99.
29. P. Pal-Val, L. Pal-Val, V. Natsik, A. Davydenko, and A. Rybalko, *Arch. Metall. Mater.* **60**, 3073 (2015).
30. Y.P. Varshni, *Phys. Rev. B* **2**, 3952 (1970).
31. Б.И. Шаповал, В.М. Аржавитин, *Механизмы высокотемпературного фона внутреннего трения металлов*, ЦНИИАтоминформ, Москва (1988).
32. G. Schoeck, E. Bisogni, and J. Shyne, *Acta Metall.* **12**, 1466 (1964).
33. V.M. Nadutov, O.I. Zaporozhets, S.Yu. Makarenko, M.O. Dordienko, and V.A. Mikhaylovsky, *Metallfiz. Noveishie Tekhnol.* **39**, 621 (2017).
34. В.Д. Нацик, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **42**, 185 (2016) [*Low Temp. Phys.* **42**, 138 (2016)].
35. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **25**, 748 (1999) [*Low Temp. Phys.* **25**, 558 (1999)].
36. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **26**, 711 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 522 (2000)].
37. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **27**, 547 (2001) [*Low Temp. Phys.* **27**, 404 (2001)].
38. Ю.А. Семеренко, В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, *Конденсированные среды и межфазные границы* **3**, 293 (2001).
39. V.D. Natsik and Yu.A. Semerenko, *Func. Mater.* **11**, 327 (2004).
40. M. Koiwa and R.R. Hasiguti, *Acta Met.* **13**, 1219 (1965).
41. A. Seeger, *Phylos. Mag.* **1**, 651 (1956).
42. 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), с. 428.
43. A. Seeger and C. Wüthrich, *Nuovo Cimento B* **33**, 38 (1976).
44. P.P. Pal-Val, L.N. Pal-Val, A.P. Rybalko, and E.N. Vatazhuk, *Adv. Mater. Sci. Eng.* **2018**, 4170187 (2018).
45. В.Д. Нацик, Е.Н. Ватажук, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, В.А. Москаленко, *ФНТ* **39**, 1381 (2013) [*Low Temp. Phys.* **39**, 1078 (2013)].
46. Е.Н. Ватажук, В.Д. Нацик, *ФНТ* **37**, 792 (2011) [*Low Temp. Phys.* **37**, 625 (2011)].
47. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **25**, 748 (1999) [*Low Temp. Phys.* **25**, 558 (1999)].
48. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **26**, 711 (2000) [*Low Temp. Phys.* **26**, 522 (2000)].
49. В.Д. Нацик, П.П. Паль-Валь, Л.Н. Паль-Валь, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **27**, 547 (2001) [*Low Temp. Phys.* **27**, 404 (2001)].
50. 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).
51. Yu.A. Semerenko, *Func. Mater.* **26**, 319 (2019).

### Низькотемпературний пік внутрішнього тертя у високоентропійному сплаві $Al_{0,5}CoCrCuFeNi$

Ю.О. Семеренко, В.Д. Нацик

Досліджено динамічну пружність і внутрішнє тертя високоентропійного сплаву  $Al_{0,5}CoCrCuFeNi$  у широкому інтервалі низьких температур 4,2–300 К. В експериментах вивчались коливання вигину на частоті 530 Гц тонких пластин у двох структурних станах: зразки виготовлені після кристалізації литого сплаву I; ті ж зразки після тривалого високотемпературного відпалу II. Для цих структурних станів одержано та проаналізовано температурні залежності внутрішнього тертя  $Q^{-1}(T)$  і динамічного модуля Юнга  $E(T)$ . У стані I обидві залежності — монотонні функції без яких-небудь особливостей: при охолодженні внутрішнє тертя зменшується від  $Q_1^{-1}(T = 300 \text{ K}) \approx 10^{-3}$  до  $Q_1^{-1}(T = 4,2 \text{ K}) \approx 10^{-4}$ , а модуль Юнга зростає від  $E_1(T = 300 \text{ K}) \approx 180 \text{ ГПа}$  до

$E_I(T = 4,2 \text{ K}) \approx 190 \text{ ГПа}$ . Перехід у стан II призводить до появи на залежності  $Q_{II}^{-1}(T)$  піка висотою приблизно  $10^{-4}$  з центром при  $T_p \approx 228 \text{ K}$  без істотних змін внутрішнього тертя при інших температурах. Модуль Юнга  $E_{II}(T)$  значно зростає (в середньому на 20%) при усіх значеннях температури, а поблизу  $T_p \approx 228 \text{ K}$  на залежності  $E_{II}(T)$  виникає пологий виступ висотою  $\Delta E_{II} \approx 0,3 \text{ ГПа} \approx 10^{-4} E_{II}(T = 4,2 \text{ K})$ . Статистичний та термоактиваційний аналіз аномалій в'язко-пружних властивостей сплаву поблизу  $T_p \approx 228 \text{ K}$  відповідно до розробленого раніше алгоритму [В.Д. Нацик, Ю.А. Семеренко, *ФНТ* **42**, 185 (2016)] привів до висновку, що ця аномалія обумовлена резонансною взаємодією пружних коливань пластини з динамічними процесами у системі дислокаційних релаксаторів — термічно активованих відривів дислокаційних сегментів від локальних дефектів [М. Koiwa and R.R. Hasiguti, *Acta Met.* **13**, 1219 (1965)]. Високотемпературний відпал литого сплаву призводить до значних змін морфології та дислокаційної структури зразків, а наслідком цього є значне зростання їх пружності (модуля Юнга) та появи піка внутрішнього тертя в області помірно низьких температур. Властивості цього піка аналогічні властивостям піків Хасігугі або  $\beta$ -піків у простих металах з ГЦК та ОЦК решітками.

Ключові слова: високоентропійні сплави, механічна спектроскопія, термоактиваційний аналіз, дислокаційний релаксатор.

#### Low-temperature peak of internal friction in high-entropy $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrCuFeNi}$ alloy

Yu.A. Semerenko and V.D. Natsik

In a wide range of low temperatures 4.2–300 K the dynamic elasticity and internal friction of the high-entropy  $\text{Al}_{0.5}\text{CoCrCuFeNi}$  alloy are studied. In experiments, we studied bending vibrations with a frequency of 530 Hz of thin plates in two structural states:

samples were prepared after crystallization of the cast alloy I; the same samples after prolonged high-temperature annealing II. For these structural states, the temperature dependences of internal friction  $Q^{-1}(T)$  and the dynamic Young's  $E(T)$  modulus were obtained and analyzed. In-state I both dependences are monotonic functions without any features: with decreasing temperature the internal friction decreases from  $Q_I^{-1}(T = 300 \text{ K}) \approx 10^{-3}$  to  $Q_I^{-1}(T = 4.2 \text{ K}) \approx 10^{-4}$ , and Young's modulus increased from  $E_I(T = 300 \text{ K}) \approx 180 \text{ GPa}$  to  $E_I(T = 4.2 \text{ K}) \approx 190 \text{ GPa}$ . The transition to state II leads to the appearance of the internal friction dependence  $Q_{II}^{-1}(T)$  of a peak with a height of the order  $10^{-4}$  with a center at temperature  $T_p \approx 228 \text{ K}$  without a significant change in internal friction at other temperatures. Young's modulus  $E_{II}(T)$  increases significantly (on average by 20%) at all temperatures, and a blurry "step" with height  $\Delta E_{II} \approx 0.3 \text{ GPa} \approx 10^{-4} E_{II}(T = 4.2 \text{ K})$  appears in the dependence  $E_{II}(T)$  near the  $T_p \approx 228 \text{ K}$ . Statistical and thermoactivation analysis of the anomaly of the viscoelastic properties of the alloy near  $T_p \approx 228 \text{ K}$  by the previously developed algorithm [V.D. Natsik and Yu.A. Semerenko, *Low Temp. Phys.* **42**, 138 (2016)] led to the conclusion that it is due to the resonant interaction of the elastic vibrations of plate with dynamic processes in the system of dislocation relaxers — thermally activated unpinning of dislocation segments from local defects [M. Koiwa and R.R. Hasiguti, *Acta Met.* **13**, 1219 (1965)]. High-temperature annealing of the cast alloy is accompanied by significant changes in the morphology and dislocation structure of the samples, which leads to a significant increase in their elasticity (Young's modulus) and the appearance of a low-temperature peak of internal friction. The properties of this peak are similar to those of Hasiguti peaks or  $\beta$ -peaks in simple metals with fcc and bcc lattices.

Keywords: high-entropy alloys, mechanical spectroscopy, thermoactivation analysis, dislocation relaxator.