## Влияние слабого легирования на ползучесть монокристаллов β-олова, стимулированную сверхпроводящим переходом

## В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, В.Д. Нацик, Ю.Г. Казаров

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

Статья поступила в редакцию 13 февраля 2012 г.

При температуре 1,6 К измерены значения предела текучести и характеристики нестационарной ползучести монокристаллов  $\beta$ -Sn, легированных примесями замещения In, Cd, Zn с атомной концентрацией 0,01%. Образцы были ориентированы для пластического скольжения по системе (100)<010>, а нестационарная ползучесть наблюдалась после их перехода из нормального в сверхпроводящее состояние. Ранее авторами было показано, что в чистом  $\beta$ -Sn пластическое течение в этой системе скольжения в условиях низких температур определяется преодолением дислокациями барьеров Пайерлса по механизму зарождения и расширения парных кинков (флуктуационная стадия ползучести) или надбарьерным движением дислокаций (динамическая стадия ползучести). Сравнение ползучести чистых и легированных образцов позволило получить информацию о влиянии примесных атомов на кинетику и динамику движения дислокационных струн в рельефе Пайерлса. Установлено, что примеси In и Cd являются слабыми препятствиями для дислокаций, они незначительно повышают предел текучести и стимулируют динамическую стадию ползучести. Атомы Zn создают большие барьеры для движения дислокаций, они значительно увеличивают предел текучести и сильно ослабляют проявления динамических эффектов.

При температурі 1,6 К виміряно границі текучості та характеристики нестаціонарної повзучості монокристалів  $\beta$ -Sn, які леговані домішками заміщення In, Cd, Zn з атомною концентрацією 0,01%. Зразки було орієнтовано для пластичного ковзання у системі (100)<010>, а нестаціонарна повзучість спостерігалась після їх переходу із нормального у надпровідний стан. Раніше авторами було показано, що у чистому  $\beta$ -Sn пластична плинність у цій системі ковзання в умовах низьких температур визначається подоланням дислокаціями бар'єрів Пайєрлса згідно механізму зародження і розширення парних кінків (флуктуаційна стадія повзучості) або надбар'єрним рухом дислокацій (динамічна стадія повзучості). Порівняння повзучості чистих і легованих зразків дозволило одержати інформацію про вплив домішкових атомів на кінетику і динаміку руху дислокаційних струн у рельєфі Пайєрлса. Встановлено, що домішки Іn та Cd створюють слабкі препони для дислокацій, вони трохи збільшують межу текучості і стимулюють динамічну стадію повзучості. Атоми Zn створюють великі бар'єри для руху дислокацій, вони значно збільшують межу текучості і призводять до послаблення проявів динамічних ефектів.

РАСS: 62.20.Нg Ползучесть;

67.90. + z Другие вопросы в области квантовых жидкостей и твердых тел.

Ключевые слова: низкие температуры, олово, примеси, сверхпроводимость, ползучесть, дислокации.

#### Введение

Перевод монокристаллических образцов чистого β-олова из нормального в сверхпроводящее состояние (NS переход) в процессе низкотемпературной ползучести сопровождается резким увеличением ее скорости и деформации [1,2]. Такое влияние NS перехода обусловлено уменьшением силы торможения подвижных дислокаций электронами проводимости [3], в результате чего в деформируемом сверхпроводнике создаются более благоприятные условия для развития пластических сдвигов, чем в нормальном металле. В литературе это явление получило название эффекта разупрочнения или эффекта повышения пластичности сверхпроводящим переходом [2].

Ранее этот эффект детально исследован нами на большом количестве монокристаллических образцов  $\beta$ -олова высокой чистоты (99,9995%) при растяжении их вдоль направления <110> в режиме ползучести. При такой ориентации оси растяжения в  $\beta$ -олове создаются благоприятные условия для скольжения дислокаций в системе (100) <010>, обладающей высоким потенциальным рельефом Пайерлса, а само скольжение осуществляется по кинковому механизму — переводом дислокаций из одной ложбины рельефа в другую путем зарождения, последующего расширения и аннигиляции парных кинков [4,5].

Сравнительно недавно, при изучении образцов β-олова указанной чистоты и ориентации, нами обнаружено важное свойство ползучести после NS перехода: ее стадийный характер [6,7]. Оказалось, что прирост деформации после NS перехода состоит из трех стадий: переходной стадии I, в течение которой происходит релаксация дислокационного потока, выведенного из стационарного состояния NS переходом; динамической стадии II, появляющейся вследствие разгона небольшой части дислокаций до высоких (динамических) скоростей и последующего их истощения; флуктуационной стадии III, завершающей развитие нестационарной ползучести при контролирующем влиянии на движение дислокаций тепловых или квантовых флуктуаций.

Цель данной работы — изучение влияния небольшого количества атомов индия, кадмия и цинка, образующих с кристаллической решеткой β-олова слабоконцентрированные неупорядоченные твердые растворы, на ползучесть, стимулированную сверхпроводящим переходом, в частности на характеристики перечисленных выше стадий. Ранее эффекты такого влияния на кристаллы с кинковым механизмом деформации не изучались, хотя само явление разупрочнения чистого β-олова, относящегося к кристаллам указанного класса, детально исследовано как экспериментально, так и теоретически [6-9]. В настоящей работе показано, что небольшая концентрация атомов примеси (порядка  $10^{-2}$  ат.%), отличавшихся друг от друга мощностью образованных ими силовых барьеров для движения дислокаций, оказывает разное влияние на эффект разупрочнения. Маломощные барьеры, создаваемые одиночными атомами индия и кадмия, сохраняют трехстадийный характер эффекта разупрочнения и слабо влияют на его величину, тогда как более мощные барьеры, создаваемые атомами цинка, сильно уменьшают эффект и подавляют динамическую стадию ползучести.

#### 1. Методика экспериментов

#### 1.1. Приготовление и характеристика образцов

Чистое олово (99,9995%) предварительно сплавлялось с небольшим (0,01ат.%) количеством индия, кадмия или цинка, а затем модифицированным методом Бриджмена [10] из расплава выращивались монокристаллические образцы в форме двойных лопаток с рабочей частью призматического профиля длиной 25 мм и поперечным сечением 5×1,5 мм. Указанные добавки примесей далеки от предельной растворимости в олове [11] и образуют с ним разбавленные твердые растворы замещения. Поэтому можно полагать, что атомы примесных элементов образуют в оловянной матрице изолированные друг от друга локальные силовые центры (барьеры), оказывающие сопротивление движению дислокаций. Такие центры могут быть охарактеризованы параметром *p<sub>i</sub>*, введенным Флейшером в качестве количественной меры их взаимодействия с дислокациями, величина которого определяется упругоразмерным несоответствием атомов матрицы и растворенной в ней примеси [12,13]. Значения параметра p<sub>i</sub> для исследованнных сплавов взяты из работы [14] и приведены в табл.1.

По величине пластической податливости исследованные образцы можно выстроить в ряд, в котором наиболее «мягкими» являются монокристаллы чистого β-олова, использовавшиеся в качестве эталонов, а наиболее жесткими — образцы из сплава олова с цинком. Далее мы покажем, каким образом это различие будет проявляться в поведении эффекта разупрочнения β-олова после NS перехода.

#### 1.2. Установка и метод деформирования образцов

В данной работе, как и в предыдущих наших исследованиях, опыты проводились на низкотемпературной установке с рычажной системой передачи нагрузки на деформируемые образцы. Подробное описание этой установки заинтересованный читатель может найти в работе [15].

Таблица 1. Влияние примесей на предел текучести в нормальном состоянии, а также на параметры динамической (*d*) и флуктуационной (*f*) стадий ползучести после NS перехода при значении полной деформации образцов ε = 5%

Образцы	$p_i$	τ <sub>0</sub> , ΜΠα	$10^2 \cdot \dot{\varepsilon}_d, \ c^{-1}$	$10^{-3} \cdot q$	$10^{-4} \cdot \rho_{d0}, \mathrm{m}^{-2}$	$10^3 \cdot \dot{\varepsilon}_f, c^{-1}$	$10^4 \cdot \alpha_f$
Sn 99,9995%	0	10,3	2,6	0,9	2,2	3,0	3,8
Sn-0,01% In	0,15	11,4	4,2	0,9	3,6	2,0	3,6
Sn-0,01% Cd	0,38	14,2	4,0	0,5	3, 5	2,5	3,4
Sn-0,01% Zn	2,94	24,8	0,08	4,0	0,07	0,6	9

Испытуемые образцы размещали внутри сверхпроводящего соленоида и растягивали вдоль направления <110> в продольном магнитном поле, величина напряженности которого превышала величину критического магнитного поля чистого олова ( $H_c = 309 \ {\rm C}$ ). На рис. 1, поясняющем использованный метод деформирования, нормальное и сверхпроводящее состояния образцов, достигавшиеся включением и выключением магнитного поля соленоида, обозначены символами N и S. Сначала в состоянии N регистрировали предел текучести  $\tau_0$  (рис. 1(a), (б)). При  $\tau > \tau_0(t > t_0)$  каждая ступень нагружения изменяла уровень приложенного напряже-



Рис. 1. Схема ступенчатого нагружения (а) и деформации (б) образцов в нормальном и сверхпроводящем состояниях.  $t_0$  и  $\tau_0$  — момент времени и напряжение, соответствующие пределу текучести образцов. Характерный вид кривой ползучести, стимулированной в момент времени  $t_{NS}$  сверхпроводящим переходом (схематическое изображение быстрой развертки деформации) (в).  $t_m$  — момент достижения максимальной скорости ползучести  $\dot{\varepsilon}_m$ ;  $t_f$  — момент начала логарифмической ползучести;  $t_e$  — момент достижения скоростью ползучести стартового значения  $\dot{\varepsilon}_{st}$ .

ния на величину  $\Delta \tau = (0,1-0,4)$  МПа и вызывала прирост деформации ползучести  $\Delta \varepsilon$ , которая регистрировалась с точностью  $5 \cdot 10^{-5}$ .

Нагружение образцов проводилось при включенном магнитном поле соленоида, когда они находились в нормальном состоянии. Когда скорость ползучести образцов в нормальном состоянии достигала значения  $\dot{\varepsilon}_{st} \cong 5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$  (стартовой скорости), магнитное поле отключалось, образец переходил в сверхпроводящее состояние (момент времени  $t_A = t_{NS}$ ) и регистрировался прирост деформации  $\delta \varepsilon_S(t)$  (рис. 1(б), (в)). В дальнейшем эта процедура повторялась многократно (момент времени  $t_C$  и т.д.)

Известно, что величина эффекта разупрочнения металлических сверхпроводников NS переходом зависит от температуры, при которой осуществляется переход [2]. В чистых монокристаллах  $\beta$ -олова она растет при понижении температуры и выходит на насыщение в районе температур 1,5–1,6 К. В данной работе образцы деформировали при 1,6 К — минимальной температуре, получаемой на нашей установке откачкой паров <sup>4</sup> Не. В течение эксперимента эта температура поддерживалась постоянной с точностью 0,1 К.

#### 2. Результаты экспериментов и их обсуждение

### 2.1. Изучаемые параметры

Примеси изменяют механические свойства кристаллической матрицы исходного вещества. Чтобы ориентировочно оценивать это влияние, мы получили значения пределов текучнсти то для чистого олова и всех изученных сплавов, находившихся при температуре 1,6 К в N состоянии (см. табл. 1). Далее были измерены и проанализированы несколько параметров и зависимостей, характеризующих эффект разупрочнения и влияние на них примесей и величины полной деформации образцов  $\varepsilon = \Sigma(\Delta \varepsilon)$ . Прежде всего регистрировалось полное приращение деформации ползучести  $\Delta \varepsilon_{NS}$ , стимулированное NS переходами: за величину  $\Delta \varepsilon_{NS} = \delta \varepsilon (t_e - t_{NS})$ принималась деформация, накапливаемая в образцах до момента времени te, когда скорость их ползучести после NS перехода сравнивалась со стартовой скоростью (рис. 1(в)). Кроме того, мы регистрировали еще одну характеристику эффекта разупрочнения — величину максимальной скорости ползучести  $\dot{\varepsilon}_m$ , вызванной сверхпроводящим переходом (рис. 1(в)).

Отметим также, что в данной работе мы ограничились анализом ползучести, вызванной NS переходами в образцах при деформировании их на  $\varepsilon = 4\%$  и выше. Очевидно, что изучать влияние примеси на деформационный процесс необходимо в условиях минимального воздействия на него деформационных дефектов, особенно при малой концентрации примеси. С этой точки зрения оптимальными являются эксперименты вблизи предела текучести, где количество деформационных дефектов мало и их влиянием можно пренебречь. Однако, как показали наши наблюдения, пластическое течение монокристаллов чистого и легированного олова вблизи предела текучести при 1,6 К часто имеет неустойчивый характер, проявляющийся в спонтанных скачках деформации. По этой причине мы ограничились анализом эффекта в той области деформации, где пластическое течение исследованных образцов имело стабильный характер: обычно такое течение наступает после 3–4% деформации кристалла.

#### 2.2. Влияние примеси на характер кривых ползучести

Это влияние хорошо отображает рис. 2, на котором показаны кривые ползучести монокристаллов чистого  $\beta$ -олова (кривая *1*) и кристаллов, легированных примесью индия (*2*), кадмия (*3*) и цинка (*4*). Приведенные кривые были получены путем NS перехода в образцах, растянутых на  $\varepsilon = 5\%$ , при фиксированном значении  $\dot{\varepsilon}_{st}$ .

Видно, что кривые ползучести, полученные на чистом олове и его сплавах с индием и кадмием, отличаются от кривой ползучести сплава олова с цинком. На первых наблюдаются хорошо выраженные участки очень быстрого изменения деформации ползучести после NS перехода (большие значения  $\dot{\varepsilon}_m$ ), а последняя кривая демонстрирует менее интенсивную реакцию образца на NS переход (относительно малое значение  $\dot{\varepsilon}_m$ ).

Ранее мы показали [7], что в чистом β-олове участки быстрой и медленной ползучести отвечают разным дислокационным процессам: динамическому процессу, возникающему в результате появления в дислокационном потоке быстрых дислокаций, и медленному флуктуационному процессу, обусловленному зарождением на дислокациях парных кинков. В работе [7] нами был предложен метод выделения вклада каждого процесса из величины полного эффекта разупрочнения чистого



*Рис. 2.* Кривые ползучести, стимулированной NS переходом в монокристаллических образцах при деформации 5%: *1* — чистое (99,9995%) β-олово, *2* — сплав Sn+10<sup>-2</sup> ат.% In, *3* — сплав Sn+10<sup>-2</sup> ат.% Cd, *4* — сплав Sn+10<sup>-2</sup> ат.% Zn.

β-олова. Согласно этому методу, на рис. 1(в) динамической стадии при  $t > t_m = t_d$  соответствует линейный участок кривой ползучести  $\delta \varepsilon_S(t)$ , перестроенной в координатах  $\dot{\varepsilon}_S - \delta \varepsilon_S$ . Для выделения флуктуационной стадии эту же кривую ползучести нужно перестроить в координатах  $\ln \dot{\varepsilon}_S - \delta \varepsilon_S$  и определить момент времени  $t = t_f$ , после которого она линеаризуется в этих координатах. В обоих случаях  $\delta \varepsilon_S(t)$  — текущая деформация вдоль кривой ползучести, а  $\dot{\varepsilon}_S = \frac{d}{dt} (\delta \varepsilon_S)$  — ее скорость. Таким образом, было показано, что кривые ползучести, стимулированной в чистом олове сверхпроводящим переходом, при тем-

чистом олове сверхпроводящим переходом, при температуре 1,6 К частично аппроксимируются экспоненциальным, а частично — логарифмическим временными законами:

$$\delta \varepsilon_S(t) = q^{-1} \{ 1 - \exp[-q \dot{\varepsilon}_d(t - t_d)] \}, \qquad t_d < t < t_f, \quad (1)$$

$$\delta \varepsilon_S(t) = \alpha_f \ln \left[\beta(t - t_f) + 1\right], \qquad t > t_f. \tag{2}$$

Здесь  $t_d$  и  $t_f$  — моменты начала динамической и флуктуационной стадий,  $\dot{\varepsilon}_d = \dot{\varepsilon}_S(t_d)$  и  $\dot{\varepsilon}_f = \dot{\varepsilon}_S(t_f)$  скорость ползучести в эти моменты, q — коэффициент истощения быстрых дислокаций,  $\alpha_f$  — коэффициент логарифмической ползучести,  $\beta = \alpha_f^{-1} \dot{\varepsilon}_f$ . Из формул (1) и (2) следуют соотношения между скоростью  $\dot{\varepsilon}_S$  и деформацией  $\delta \varepsilon_S$  для динамической и флуктуационной стадий ползучести:

$$\dot{\varepsilon}_S = \dot{\varepsilon}_d - q\dot{\varepsilon}_d \delta \varepsilon_S \qquad t_d < t < t_f, \tag{3}$$

$$\ln \dot{\varepsilon}_S = \ln \dot{\varepsilon}_f - \alpha_f^{-1} \delta \varepsilon_S \qquad t > t_f.$$
(4)

Отметим также, что скорость ползучести в начале динамической стадии определяется формулой

$$\dot{\varepsilon}_d = b \rho_{d0} V_{dS}, \tag{5}$$

где  $\rho_{d0}$  — начальная плотность быстрых дислокаций, b — величина их вехтора Бюргерса,  $V_{dS}$  — скорость динамического движения отдельной дислокации в сверхпроводящем состоянии под действием эффективного напряжения,  $\tau^* \approx \tau_P$  — напряжение Пайерлса.

В качестве иллюстрации на рис. 3 показаны как машинные кривые ползучести, вызванной NS переходом в изученных образцах при  $\varepsilon \approx 5\%$  (рис. 3(а)), так и соответствующие им графики в координатах  $\dot{\varepsilon}_S - \delta \varepsilon_S$ и  $\ln \dot{\varepsilon}_S - \delta \varepsilon_S$  (рис. 3(б), (в)). Видно, что слабое легирование β-Sn примесями In, Cd и Zn сохраняет стадийность кривых ползучести после NS перехода, отдельные их участки хорошо аппроксимируются формулами (1) и (2) при значениях параметров аппроксимации, приведенных в табл. 1.



*Рис. 3.* Машинные кривые ползучести, вызванной NS переходом (а), и их аппроксимация формулами (3) (б) и (4) (в). Значения параметров аппроксимации приведены в табл. 1.

Вместе с тем следует отметить, что увеличение мощности примесных барьеров  $p_i$  приводит как к существенному увеличению предела текучести  $\tau_0$ , так и к определенному «подавлению» динамической стадии

ползучести. Наиболее сильно такое влияние проявляется в случае примесей Zn, которые приводят к увеличению предела текучести в 2,4 раза и уменьшению начальной скорости динамической ползучести  $\dot{\varepsilon}_m = \dot{\varepsilon}_d$  в

30 раз. Формула (5) позволяет заключить, что «подавление» динамической стадии ползучести примесями обусловлено в основном их влиянием на плотность дислокационных сегментов  $p_{d0}$ , которые переходят в режим динамического движения после NS перехода. В работе [16] показано, что при температуре 1,6 К скорость динамического движения в  $\beta$ -Sn в сверхпроводящем состоянии близка к скорости звука:  $V_{dS} \cong c_t = 2 \cdot 10^3$  м/с. Таким образом, для винтовых дислокаций в системе скольжения (100)<010> величина  $bV_{dS} \cong 10^{-6}$  м/с и формула (5) позволяет получить оценки для  $\rho_{d0}$ , приведенные в табл. 1.

Проведенный анализ позволяет сформулировать следующее заключение: прирост деформации ползучести, инициированный сверхпроводящим переходом в сплавах Sn + 0,01 ат.% In и Sn + 0,01 ат.% Cd, контролируется динамическим и флуктуационным процессами, а в кристаллах с цинковой примесью — преимущественно флуктуационным процессом. Силовые барьеры, образованные примесями цинка, существенным образом снижают плотность быстрых дислокаций в этом сплаве и значительно уменьшают эффект разупрочнения.

### 2.3. Влияние деформационных дефектов на кривые ползучести сплавов

Деформационные дефекты, возникающие в ходе пластического течения, оказывают сильное влияние на кинетику дислокаций и по этой причине могут, как и примеси, изменить соотношение деформационных процессов, контролирующих стадийный характер разупрочнения. Вследствие этого, по мере увеличения степени деформации, определяющей количество деформационных дефектов в материале, следует ожидать и изменения характера кривых ползучести, стимулированной сверхпроводящим переходом.

Убедительным подтверждением этого предположения является рис. 4. Видно, что увеличение степени деформации сплавов Sn+0,01 ат.% In и Sn+0,01 ат.% Сd, сопровождается трансформацией их кривых ползучести. В частности, видно, что при некоторой величине деформации (условно назовем ее критической) из кривых ползучести этих сплавов исчезают участки быстрой деформации. Это означает, что при накоплении критической плотности деформационных дефектов в указанных сплавах исчезает динамическая стадия, а доминирующей, как в сплаве Sn+0,01 ат.% Zn, становится флуктуационная стадия. Таким образом, степень деформации можно рассматривать как параметр, регулирующий соотношение между динамической и флуктуационной пластичностью, а примесные барьеры как фактор, влияющий на величину критической деформации. Судя по характеру кривых ползучести сплава Sn + 0,01 ат.% Zn, можно заключить: чем более мощными являются примесные барьеры, тем менее вероятным становится динамический процесс.



*Рис.* 4. Влияние степени деформации на характер кривых ползучести, вызванной NS переходом: Sn (99,9995%) (a);  $Sn+10^{-2}$  ar.% In (б);  $Sn+10^{-2}$  ar.% Cd (в);  $Sn+10^{-2}$  ar.% Zn (г).

## 2.4. Деформационные зависимости величин $\Delta \varepsilon_{NS}$ и $\dot{\varepsilon}_m$ в легированных кристаллах

При экспериментальном изучении разупрочнения, инициированного сверхпроводящим переходом в условиях ползучести, наиболее точно измеряемой характеристикой эффекта является прирост деформации  $\Delta \varepsilon_{NS}$  (см. разд. 2.1.), а среди факторов, влияющих на эту характеристику, наиболее существенными являются примеси и степень деформации. В чистом  $\beta$ -олове зависимость  $\Delta \varepsilon_{NS}$  от степени деформации имеет вид ниспадающей кривой, начинающейся от максимального значения вблизи предела текучести и плавно выходящей на насыщение при больших деформациях [17]. Хотя абсолютные значения параметра  $\Delta \varepsilon_{NS}$  изменяются от образца к образцу, создавая некоторый разброс, общий характер деформационной зависимости всегда остается неизменным. Поэтому для выделения влияния примесей зависимость  $\Delta \varepsilon_{NS}(\varepsilon)$  в легированных кристаллах необходимо сравнивать с аналогичной зависимостью в чистом кристалле. В этом случае деформационная зависимость эффекта, полученная на чистых сверхпроводниках, будет выполнять роль эталонной кривой. В данной работе в качестве эталонной кривой использована зависимость  $\Delta \varepsilon_{NS}(\varepsilon)$ , полученная на образцах со средними по массиву значениями эффекта разупрочнения в чистом β-олове. На рис. 5 эталонная зависимость изображена в виде сплошной кривой, а экспериментальные точки — данные измерений, проведенных на сплавах. Анализируя этот рисунок, можно отметить следующие моменты:

— для чистых кристаллов и легированных примесями In и Cd зависимости  $\Delta \varepsilon_{NS}(\varepsilon)$  почти совпадают, небольшие различия наблюдаются только при малых и больших значениях  $\varepsilon$ ;

— в сплаве олова с цинком эффект разупрочнения также уменьшается с ростом деформации, но при всех изученных деформациях  $\Delta \varepsilon_{NS}$  значительно ниже, чем в чистом олове.

На рис. 6 показаны зависимости максимальной скорости ползучести  $\dot{\varepsilon}_m$  от степени деформации образцов. Влияние типа примеси на эффект разупрочнения выражено здесь гораздо отчетливее. Видно, что при деформации образцов ниже 6–8% величина  $\dot{\varepsilon}_m$  в сплавах с In и Cd систематически больше, а в сплаве с Zn значительно меньше, чем в чистом олове (сплошная линия). Такое поведение параметра  $\dot{\varepsilon}_m$  может указывать на активирующую роль примесей In и Cd в зарождении быстрых дислокаций, которая проявляется ниже некоторой (критической) степени деформации.



*Рис.* 5. Зависимость прироста деформации ползучести, стимулированной сверхпроводящим переходом, от степени деформации образцов в чистом β-олове (сплошная линия) и сплавах Sn+10<sup>-2</sup> ar.% In (■), Sn+10<sup>-2</sup> ar.% Cd (▲), Sn+10<sup>-2</sup> ar.% Zn (●).



*Рис. 6.* Зависимости скорости  $\dot{\epsilon}_m$  от степени деформации образцов: Sn (99,9995%) — сплошная линия; Sn + 10<sup>-2</sup> ат.% In (**■**); Sn+10<sup>-2</sup> ат.% Cd (**▲**); Sn+10<sup>-2</sup> ат.% Zn (**●**).

Ранее в работе [16] нами показано, что средняя скорость V динамических дислокаций в скачке деформации ползучести, инициированном NS переходом в чистом β-олове ниже 2,3 К, достигает околозвукового значения и практически не меняется в этом температурном интервале. Так как данные рис. 6 были получены при температуре 1,6 К, то их согласование с выражением  $\dot{\varepsilon} = \rho b \overline{V}$  приводит к очевидному выводу, что особенность поведения параметра  $\dot{\varepsilon}_m$  в сплавах Sn+0,01 ат.% In и Sn+0,01 ат.% Cd, однозначно связана с упомянутым выше предположением. Мощные барьеры примеси цинка, по-видимому, эффективно препятствуют появлению в дислокационном потоке быстрых дислокаций, что проявляется в малой величине начальной скорости ползучести и отсутствие динамической стадии эффекта разупрочнения.

## 2.5. Влияние мощности примесных барьеров на эффект разупрочнения

Частично этот вопрос уже обсуждался в предыдущем разделе, рассмотрим его подробнее с учетом детализации некоторых моментов.

Итак, примесные центры являются очагами активного сопротивления свободному движению дислокаций и одновременно выполняют роль дополнительных (по отношению к деформационным дефектам) регуляторов дислокационного потока, инициированного сверхпроводящим переходом. Их присутствие в деформируемом сверхпроводнике ускоряет достижение критической плотности дефектов, при которой полностью блокируется динамическая пластичность. Это, по-видимому, и является одной из основных причин влияния примеси на эффект разупрочнения монокристаллов  $\beta$ -олова уже при небольшом их количестве в кристалле. Судя по рис. 5 и особенно по рис. 7, на котором показаны зависимости  $\Delta \varepsilon_{NS}$  от  $p_i$  при разных степенях пластической деформации, параметр  $p_i$  существенно влияет на харак-



*Рис.* 7. Влияние мощности примесных барьеров на величину  $\Delta \varepsilon_{NS}$  при разных степенях деформации образцов  $\varepsilon$ , %: 4( $\nabla$ ); 6 ( $\Delta$ ); 8( $\bullet$ ): Sn (99,9995%) (*1*); Sn+0,01 at.% In (*2*); Sn+0,01 at.% Cd (*3*); Sn+0,01 at.% Zn (*4*).

тер кривых  $\Delta \varepsilon_{NS}(\varepsilon)$  и  $\Delta \varepsilon_{NS}(p_i)$ . Действительно, при внимательном рассмотрении рис. 5 видно, что у сплава Sn+0,01 ат.% In, в котором атомы индия почти не отличаются по размеру от атомов оловянной матрицы, зависимость  $\Delta \varepsilon_{NS}$  от  $\varepsilon$  в области больших деформаций практически сливается с эталонной кривой. Значение *p<sub>i</sub>* для примесей Cd значительно больше, а для примесей Zn намного больше, поэтому у сплава Sn+0,01 ат.% Cd аналогичная зависимость пересекает эталонную кривую, а самые мощные барьеры в сплаве Sn+0,01 ат.% Zn смещают кривую  $\Delta \varepsilon_{NS}(\varepsilon)$  вниз так, что она вообще не контактирует с эталонной кривой. Еще более отчетливо влияние параметра  $p_i$  на величину  $\Delta \varepsilon_{NS}$  демонстрирует рис. 7. Хорошо видно, как с ростом степени деформации образцов снижается активирующая роль примесных барьеров небольшой мощности, образованных индием и кадмием, но сохраняется высокой блокирующая способность мощных барьеров цинка.

Суммируя экспериментальные проявления эффекта разупрочнения, еще раз подчеркнем, что силовые барьеры, образованные в β-олове атомами примесей, можно, по-видимому, разделить на две группы: первая группа, характеризуемая небольшой величиной параметра р<sub>i</sub>, и эти примеси облегчают (при небольшой деформации) пластическое течение, инициированное сверхпроводящим переходом; примеси цинка создают барьеры закритической мощности и затрудняют это течение. На такую особенность примесных барьеров в пайерлсовских кристаллах впервые обратили внимание Сато и Мешия в работе [18], теоретически проанализировавшие разупрочнение этих кристаллов примесями. По терминологии указанных авторов, атомы индия и кадмия образуют в олове барьеры первого типа, а атомы цинка — второго.

#### Заключение

1. Силовые барьеры, образованные в кристаллической решетке β-олова небольшими (порядка 10<sup>-2</sup> ат.%) добавками примеси индия или кадмия в слабодеформированных образцах, способствуют размножению быстрых дислокаций и усиливают динамическую стадию ползучести. Подобное явление ранее наблюдалось в разбавленных свинцовых сплавах при изучении их разупрочнения сверхпроводящим переходом методом активного растяжения [19] и в условиях низкотемпературной релаксации ГЦК сверхпроводящих сплавов [20], а в работе [21] динамический характер эффекта разупрочнения у большой группы слаболегированных сплавов свинца вблизи их пределов текучести был выявлен методом ползучести. Из этих наблюдений вытекает единый для всех металлических сверхпроводников вывод: в слаболегированных сплавах, независимо от их кристаллического строения, механизма деформации и способа испытания, примесные барьеры докритической мощности активизируют динамическую стадию эффекта разупрочнения.

В противоположность добавкам индия и кадмия, мощные барьеры примеси цинка в изученных условиях деформирования подавляют динамическую стадию.

2. Деформационные дефекты, возникающие в ходе пластической деформации слаболегированных сплавов на основе олова, изменяют соотношение между динамическими и флуктуационными процессами и, таким образом, влияют на характер эффекта разупрочнения.

3. Примесные барьеры сдвигают деформацию, выше которой подавляется динамический процесс, в сторону меньших деформаций. Указанное смещение тем больше, чем больше мощность примесных барьеров.

В заключение авторы благодарят Л.Г. Иванченко за помощь в проведении эксперимента и В.В. Пустовалова за полезное обсуждение и замечания по тексту статьи.

- 1. V.P. Soldatov, V.I. Startsev, and T.I. Vainblat, *Phys. Status Solidi B* **37**, 47 (1970).
- 2. В.И. Старцев, В.Я. Ильичев, В.В. Пустовалов, Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах, Металлургия, Москва (1975).
- М.И. Каганов, В.Я. Кравченко, В.Д. Нацик, УФН 11, 651 (1973).
- 4. Г.И. Кириченко, В.П. Солдатов, ФММ 54, 560 (1982).
- Г.И. Кириченко, В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, ФММ 63, 386 (1987).
- В.П. Солдатов, В.Д. Нацик, Г.И. Кириченко, ФНТ 27, 1421 (2001) [Low Temp. Phys. 27, 1048 (2001)].
- В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко, ФНТ 29, 451 (2003) [Low Temp. Phys. 29, 340 (2003)].
- В.Д. Нацик, Г.И. Кириченко, В.В. Пустовалов, В.П. Солдатов, С.Э. Шумилин, ФНТ 22, 965 (1996) [Low Temp. Phys. 22, 740 (1996)].

- В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко, ФНТ 32, 1565 (2006) [Low Temp. Phys. 32, 1194 (2006)].
- Ю.Г. Казаров, в кн. Физика конденсированного состояния, ФТИНТ, Харьков (1975), вып. 11, с.100.
- М. Хансен, К. Андерко, Структура двойных сплавов, Мир, Москва (1962).
- 12. R.I. Fleischer, Acta Metall. 9, 996 (1961).
- 13. R.I. Fleischer, Acta Metall. 11, 203 (1963).
- А.Н. Диулин, Г.И. Кириченко, В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, ФНТ 24, 595 (1998) [Low Temp. Phys. 24, 452 (1998)].
- 15. М.В. Зиновьев, В.А. Коваль, Л.И. Даниленко, В.П. Солдатов, *Проблемы прочности*, № 6, 92 (1972).
- В.Д. Нацик, В.П. Солдатов, Г.И. Кириченко, Л.Г. Иванченко, ФНТ 35, 637 (2009) [Low Temp. Phys. 35, 503 (2009)].
- В.П. Солдатов, В.И. Старцев, Г.И. Шкляревская, *ΦΗΤ* 1, 1311 (1975) [Sov. J. Low Temp. Phys. 1, 629 (1975)].
- 18. A. Sato and M. Meshii, Acta Metall. 21, 753 (1973)
- 19. В.В. Пустовалов, И.А. Шепель, ФММ 60, 356 (1985).
- 20. J.H. Tragilgas and J.N. Galigan, *Acta Metall.* 24, 1115 (1976)
- В.П. Солдатов, В.Д. Нацик, Л.Г. Иванченко, ФНТ 22, 1087 (1996) [Low Temp. Phys. 22, 830 (1996)].

# The effect of light doping on creep of $\beta$ -Sn single crystals induced by superconducting transition

## V.P. Soldatov, G.I. Kirichenko, V.D. Natsik, and Yu.G. Kazarov

Yield strength and characteristics of transient creep of the  $\beta$ -Sn single crystals (at. concentration 0.01%) doped by substitutional impurities In, Cd, Zn were measured at T = 1.6 K. The samples were orientated for (100) <010> plastic slip, and the transient creep was observed after their normal-superconducting transition. As indicated previously by the authors, in pare  $\beta$ -Sn the plastic flow in such a slip system at low temperatures is determined by dislocation overcoming the Peierls barriers through the mechanism of nucleation and expansion of paired kinks (fluctuation creep stage) of overbarrier dislocation motion (dynamic creep stage). Comparison of creep between the pure and the doped specimens made it possible to obtain information on the influence of impurity atoms on the kinetics and dynamics of dislocation string motion in the Peietls relief. It is found that the impurities In and Cd are weak obstacles to dislocations, they produce a slightly increase in yield shess and an essential decrease in dynamic effects.

PACS: 62.20.Hg Creep;

**67.90.** +**z** Other topics in quantum fluids and solids.

Keywords: low temperatures, Sn, impurity, superconducting, creep, dislocation.