

# 高纯铝中的反常位错内耗

谭 启

中国科学技术大学内耗与固体缺陷联合开放研究实验室, 合肥 230026

1991年7月17日收到

本文对高纯铝的应变时效内耗行为以及所表现出的振幅效应进行研究。在一定的扭转形变以后内耗表现出反常振幅效应,这一效应在较宽的温区都可观察到,但在完全退火或拉伸形变的试样中不出现。扭转形变的方式对振幅效应有影响。纯度越低,越不易观察到这一效应。本文认为反常振幅效应的出现归因于形变导致位错密度过高,位错可动的范围较小,从而消耗的能量不再随应力显著增大。室温下时效内耗的增大可能是形变引入的空位帮助位错滑移所引起的。

PACC: 6240; 6170L; 6220F

## 一、引 言

金属的内耗研究是起步最早的内耗学科。自从1948年 Zener 提出滞弹性弛豫概念,葛庭燧发明葛氏扭摆以后,内耗得到长足的发展,形成相当完整的线性内耗体系。1948年 Read<sup>[1]</sup> 在铜中发现内耗随应变振幅增大而增大的正常振幅效应,1950年葛庭燧<sup>[2]</sup>在铝铜合金中发现内耗随应变振幅增大而减小的反常振幅效应,从而将内耗推广到非线性领域。关于这类因位错与点缺陷交互作用引起的振幅依赖的内耗效应得到大量报道和深入研究。其中反常振幅效应一直是人们关注的一大问题,直到目前为止,有了较为清晰的物理图象,是非线性内耗的一大进展。

另一方面,在纯金属中完全由于位错引起的振幅效应也逐渐被注意(如 Au, Ag, Cu, Mo, Al 等高纯金属),然而内耗只表现出正常振幅效应。苏全民等人<sup>[3]</sup>还在高纯铝的高温内耗峰处曾观察到反常振幅效应。所有这些是区别于位错-点缺陷交互作用引起的振幅效应的,是一类新型的非线性内耗现象。它们曾一度被认为是应变振幅过大,出现了范性形变所致,因而未能受到人们的重视。本文对高纯铝在各种形变状态的内耗研究表明,适当形变的试样在室温下确能表现出显著的反常振幅效应,从而进一步说明这类振幅效应是一定位错组态在应力诱导下的运动变化的真实反映。这种研究有助于对位错组态的了解,加深对非线性内耗的理解。

## 二、实验方法

实验是在倒扭摆上进行的,内耗通过自由衰减曲线得到,模量用自由振动频率的平方

表征。试样的形变可以是单向的,也可以是来回形变即  $\pm \varepsilon\%$ 。所用试样有 4 种: 1) 法国产 99.9999Al (大晶粒), 纯度最高。2) 日本产 99.999Al, 经过动态退火变成大晶粒状态, 晶粒尺寸超过试样直径 (1mm)。该试样冷拔 35%RA 变成 0.8mm 粗的细丝; 3) 国产 99.999Al 细晶试样, 纯度比前者略低(直径为 1mm)。为保证测量的可靠性, 还用片状试样进行了实验。

### 三、实验结果

#### 1. 反常的应变时效内耗现象

在含有杂质的铝或铝合金中, 应变后的内耗一般随时效时间的增大而减小, 这归因于点缺陷对位错钉扎这一众所周知的事实。当铝合金经适当的热处理和冷加工时, 还能呈现出时效内耗峰<sup>[4,5]</sup>, 这也归结于位错与溶质原子的交互作用。然而在高纯铝中确也观察到内耗反常增大的现象。图 1 是日本产 99.999Al 在 300°C 原位退水 1h 并于室温扭转形变  $\pm 0.26\% \times 2$  (即对称的来回形变) 后表现出的时效内耗现象。随着时效时间的增大, 内耗不是减小而是增大并趋于稳定。很显然这种反常现象是与溶质原子无关的。

研究表明, 这种反常增大的时效内耗现象与时效温度密切相关。图 2 给出国产 99.999Al 试样在不同温度下应变时效的内耗和弹性模量变化, 可以看出高温与室温下的内耗行为显然不同。室温时内耗仍然随时间的增大而增大, 与图 1 类似。而高温时内耗随时效时间的增大而减小, 这与铝合金中的现象一致。因此高温时位错的湮没, 动性的增大是重要的原因。

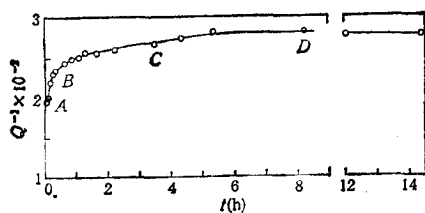


图 1 日本产 99.999Al 试样室温扭转形变  $\pm 0.26\% \times 2$  后的时效内耗曲线  $T = 18^\circ\text{C}$ ;  $A_0 = 1 \times 10^{-2}$ ;  $f \sim 1\text{Hz}$

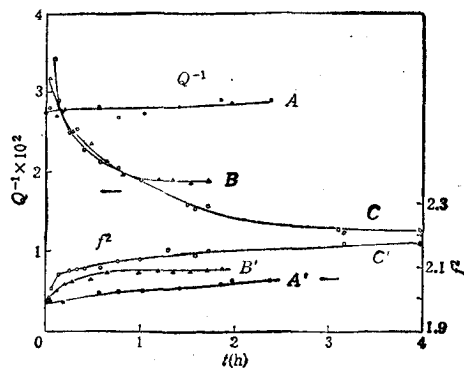


图 2 国产 99.999Al 在各种温度下应变时效的内耗和模量曲线 曲线  $A, A'; B, B'; C, C'$ : 27, 120, 200°C.  $A_0 = 2.5 \times 10^{-2}$ ; 扭转形变量为  $\pm 0.19\% \times 2$

#### 2. 反常振幅效应的出现

研究表明, 退火态的高纯铝不呈现振幅效应, 但在扭转形变后, 内耗表现出显著的振幅效应。图 3 是相应于图 1 中几个时效时间的振幅内耗曲线。随着时效时间的增长, 振幅曲线向高振幅移动并呈现振幅峰。试样于 250°C 退火 0.5h 后, 室温内耗仍然表现出反常振幅效应, 如曲线 E 所示。当试样于 450°C 退火几小时后, 反常振幅效应消失。由此可

知,高纯铝中的反常振幅效应是起因于形变引起的位错的贡献。

需要指出,这类反常振幅效应并不对应于温度内耗峰,也就是说这一现象在很宽的温度范围内都出现。变温测量并不能观察到温度内耗峰,这与 Al-Mg 合金中的反常内耗峰不一样<sup>[6-8]</sup>。

### 3. 振幅效应与形变的关系

形变是高纯铝中反常振幅效应出现的必要条件,形变量和形变方式显著影响振幅效应的行为。拉伸形变的情况下,试样只表现出微弱的正常振幅效应,而扭转形变时,情况较为复杂。图 4 是国产 99.999Al 试样室温下的内耗-振幅曲线随形变量的变化。扭转形变 0.05% 时,内耗表现出微弱的正常振幅效应(曲线 A);形变量增大到 0.19% 时,这种振幅效应减弱并向反常振幅效应过渡(曲线 B);形变量为 0.56% 时,内耗呈现反常振幅效应(曲线 C);在 1.5% 的形变以后,该效应强化,曲线移向高振幅;形变达到 2.5% 时,出现了振幅内耗峰,并且在更高的振幅端内耗又增大。

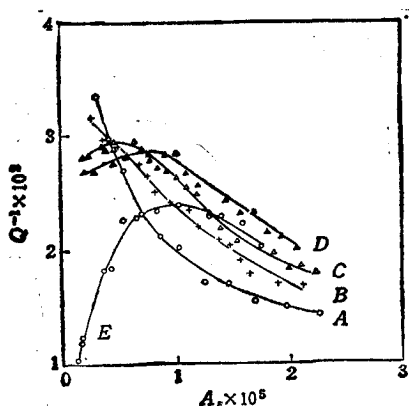


图 3 相应于图 1 中几处时效时间点的振幅效应  
曲线 A, B, C, D: 3, 39, 210 min 和 8h; 曲线 E  
相应于 250°C 退火 0.5h 后在 20°C 的结果

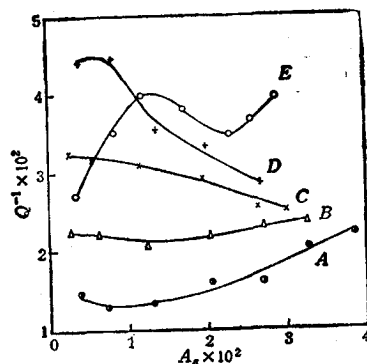


图 4 国产试样在不同扭转形变量时的振幅效应  
曲线 A, B, C, D, E: 0.05, 0.19, 0.56, 1.5 和  
2.5%;  $T = 27^\circ\text{C}$

研究表明,扭转形变的方式对内耗也有影响。如图 5 所示。曲线 A 是形变前的结果;单向扭转形变 0.19% 后,出现反常振幅效应;来回形变  $\pm 0.19\%$  后,振幅效应减弱;对称扭转形变时( $\pm 0.19\% \times 2$ ),内耗进一步减小,振幅效应减弱。上述现象可归因于不同形变条件下位错组态有差别。来回形变在一定程度上消除了单向形变引入的内应力,使弓出的位错发生部分的回复。

### 4. 内耗对纯度的依赖

由前面的实验结果可知,纯度最高的日本产 Al 的内耗随应变后时效时间而增大的最为显著,国产 Al 的次之。在 99.99Al 以及纯度更低的 Al 中内耗随时效时间的增大而减小<sup>[9]</sup>。由这种比较可知,杂质原子的存在对位错构成钉扎,才使得内耗在应变回复过程中减小。反映在振幅效应上,试样越不纯,形变后反常振幅效应越不易观察到,且振幅峰的位置越高如图 3 和图 4 所示。杂质含量更高时只呈现出正常振幅效应的事实也支持

这一推论。由此可知,在超高纯的 99.9999Al 中应该更容易观察到反常振幅效应,振幅峰应位于更低的振幅。图 6 给出法国产 99.9999Al 试样的初步结果。由于形变量  $\pm 0.26\%$  对该超高纯试样已是足够大,所以形变后观察到正常振幅效应,而反常振幅效应需在适当退火后才出现,如曲线 B 所示。

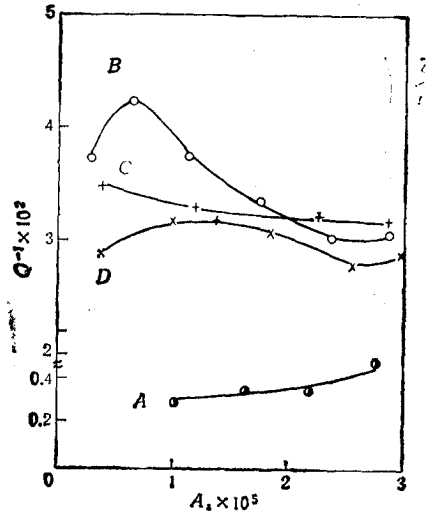


图 5 国产试样的室温振幅效应与扭转形变方式的关系 曲线 A,B,C,D: 形变前,扭转  $0.19\%$ ,  $\pm 0.19\%$ ,  $\pm 0.19\% \times 2$ ;  $T = 27^\circ\text{C}$

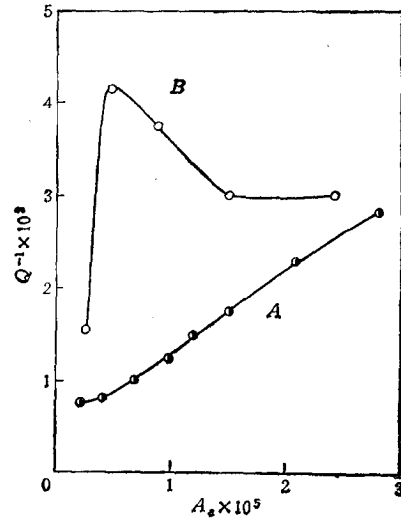


图 6 法国产 99.9999Al (35%RA,  $300^\circ\text{C}$  退火 1h) 的振幅效应 曲线 A,B: 扭转形变  $\pm 0.26\% \times 2$ , 又于  $250^\circ\text{C}$  退火 0.5h 后.  $T = 14^\circ\text{C}$ ;  $f \sim 1.1\text{Hz}$

#### 四、讨论与结论

高纯金属中与应变振幅有关的非线性内耗现象曾经有过报道,它们都是由于位错引起的新型非线性效应。这种现象曾被误以为应变振幅过大,出现了范性形变而引起的,未得到充分重视。

Weiner 等人<sup>[9]</sup>在经过扭转形变的纯铜单晶中观察到正常振幅效应,认为相对高的位错密度(由形变引入)是这种效应的产生条件。Kaufmann 等人<sup>[10]</sup>曾在纯铝单晶中观察到很宽的低温区间内的正常振幅效应,提出位错从残留钉扎点脱钉是产生这一效应的原因。Esnouf 等人<sup>[11]</sup>在高纯铝和镁中观察到由于扭转形变而出现在较高温度的正常和反常振幅效应,认为这与割阶攀移控制的位错滑移有关系。苏等人<sup>[3]</sup>在高纯铝单晶中观察到  $300^\circ\text{C}$  以上温度时的反常振幅效应,它们只在扭转形变的试样中出现。由以上现象可知,扭转形变引入的位错是根本因素,不过产生振幅效应的具体过程尚不清楚。

本文在高纯铝中观察到的室温反常振幅效应则与以往工作有不同之处。这里的振幅效应不是伴随某一温度内耗峰才出现,而是在较宽的温区内普遍存在的现象,不涉及点缺陷扩散问题,因此是与位错密切相关的。残留的杂质可能对振幅效应的行为有些影响,但不是产生的根本因素。随着扭转形变量的增大,位错密度增加,可动的位错所能滑移的范围受到限制。当位错密度增加到一定程度后,位错可动的范围很小,在应力作用下每周消

耗的能量  $\Delta W$  趋于饱和,不再随应力的增大而显著增大;另一方面,每周的弹性贮能  $W$  却按  $\sigma_0^2$  的方式增加。根据内耗定义可知应力增大时,内耗必然减小。当形变量非常大时,出现位错胞<sup>[12]</sup>,胞内位错则又变得自由,结果正常振幅效应又可观察到。由于拉伸形变容易引起位错胞结构,所以只能观察到正常振幅效应。

在杂质原子的贡献重要的情况下,位错受到钉扎,其运动将采取 Granato-Lücke 弦模型的方式,所以只呈现正常振幅效应。钉扎强度越大或位错弦越短,内耗就越小,振幅效应也只在较大的振幅下表现出来。在位错-锂原子交互作用极强的铝锂合金中,正常振幅效应极弱的事实也说明这一规律。需要说明,在溶质原子存在的情况下,也能够观察到反常振幅效应,但这是由于适当组态的位错与溶质原子交互作用所引起的,与高纯铝中的现象有根本差别。

高纯铝在室温应变时效时内耗的增大是一种新的现象。前面的实验已表明与位错有很大关系。图 1 和图 2 的试样具有不同的晶粒度,为判断这一因素的作用,对国产 99.999 Al 大晶粒状态进行了类似的实验,仍然观察到室温内耗增大的现象(类似于图 2 中曲线 A)。对 Al-0.02wt%Mg 合金单晶、大晶和细晶试样的实验都观察到内耗随时间增大单调下降的现象。因此,晶粒度的不同造成的位错组态的不同不是图 1、图 2 以及同合金中内耗现象不同的原因。在杂质原子存在的情况下,形变引入的空位帮助杂质原子扩散并钉扎位错,所以内耗随时效时间增大而减小是位错受原子钉扎的结果。而在杂质极微的高纯铝中,形变引入的空位只可能自身扩散到位错附近,从而起到帮助位错滑移的作用,所以引起内耗的增大。杂质含量多到起明显作用时,内耗的增大量就变小(如图 2 所示)。据文献[13]报道,形变产生的空位与 Mg 原子结合的“对”要在 90°C 以上才可解体,空位才进一步湮没。因此,室温下形变后的初期,空位是不可能消失的。高纯铝中的空位可能发生很快扩散,这正好导致时效一开始内耗迅速增大,因此实验结果是可以空位的作用来解释的。由此看来,纯金属低温时效过程内耗的研究可能有助于空位的扩散及其与原子结合的了解。

高纯铝中反常振幅效应的研究刚刚开始,但它对于研究位错组态和分布有重要意义。可以预测,在诸如纯 Ni, Cu 等金属中应该能观测到类似的非线性效应。

工作中得到中国科学院固体物理研究所葛庭燧教授的大力帮助和提出中肯意见,作者表示衷心感谢。

- [1] T. A. Read, *Phys. Rev.*, 58(1940), 371.
- [2] T. S. Kê, *Phys. Rev.*, 78(1950), 420.
- [3] C. M. Su and T. S. Ke, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 94(1986), 191.
- [4] 葛庭燧、张进修, *物理学报*, 21(1965), 1711.
- [5] 葛庭燧、张志舜、张进修, *物理学报*, 22(1966), 271.
- [6] T. S. Kê, Q. Tan and Q. F. Fang, *Phys. Stat. Sol. (a)*, 103(1987), 421.
- [7] Q. Tan and T. S. Kê, *Acta Metall. Mater.*, 39(1991), 877.
- [8] T. S. Kê and Q. Tan, *Acta Metall. Mater.*, 39(1991), 885.
- [9] D. Weiner and A. Vanden Beukel, Proc. of 3rd ECIFUAS, Ed. by C. C. Smith, Manchester (Pergamon Press, 1980).
- [10] H. J. Kaufmann, P. P. Pal-Val, D. Schulze and V. I. Startsev, *J. de Physique*, 42(1981), C5-55.
- [11] C. Esnouf and G. Fantozzi, *J. de Physique*, 42(1981), C5-445.

- [12] T. S. Kê and C. M. Su, *Acta Met.*, 37(1989), 2953.  
[13] 潘正良、王中光、孔庆虎、葛庭燧, 物理学报, 29(1980), 1180.

## ANOMALOUS DISLOCATION INTERNAL FRICTION IN HIGH PURITY ALUMINIUM

TAN QI

*Laboratory of Internal Friction and Defects in Solids,  
University of Science and Technology of China, Hefei 230026*

(Received 17 July 1991)

### ABSTRACT

The behavior of internal friction during strain ageing and amplitude-dependent effect behaved in high purity aluminium were studied. After specimen is twisted to a certain degree, internal friction exhibits anomalously amplitude dependent effect. This can be observed in a large temperature region but does not appear in completely annealed or elongated specimens. The way of twisting deformation of specimen can affect amplitude-dependent effect. As the purity is lower, the anomalously amplitude-dependent effect is not so easy to be observed. It is considered that the appearance of anomalously amplitude-dependent effect is attributed to the reason that deformation leads to high enough dislocation density and much smaller region allowed for the movement of dislocations. The increase of internal friction during strain ageing at room temperature is suggested to be due to the dislocation slip aided by vacancy produced through deformation.

**PACC:** 6240; 6170L; 6220E