

УДК 539.37.374.377

©1994

РАЗВИТИЕ ЛОКАЛИЗОВАННЫХ СДВИГОВ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМ НАГРУЖЕНИИ ЩЕЛОЧНО-ГАЛОИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ

Б.И.Смирнов

Экспериментально изучались эффект локализации пластической деформации при высокотемпературном нагружении щелочно-галлоидных кристаллов и развитие локализованных сдвигов при их повторном испытании. Установлено, что эффект локализации наблюдается в чистых кристаллах KCl, NaCl и LiF, в то время как в кристаллах LiF:Mg²⁺ при большом содержании магния (≈ 0.15 вес. %) этот эффект практически пропадает. В чистых кристаллах деформация при повторном нагружении, как правило, происходит путем образования новых сдвигов, а не за счет развития сдвигов, уже имеющихся в кристалле.

В настоящее время четко установлено, что характерной особенностью деформирования при высоких температурах самых разных кристаллов является образование локализованных сдвигов с очень большой относительной деформацией (до 10³%) при средней деформации образца менее 10%. Начиная с первых работ Шмида и Боаса на металлах [1], подобные сдвиги наблюдались в щелочно-галлоидных [2-7], интерметаллических [8] и сегнетоэлектрических [9] кристаллах. В то же время природа такой сверхлокализации остается неясной. И одной из причин такого положения является явно недостаточное внимание, уделяемое этой проблеме. Так, например, вопросам локализации деформации на уровне нескольких процентов в случае эффекта Портевена-Ле Шателье или полос Людерса посвящены сотни работ (см. [10-13]), в то время как публикации по сверхлокализованным сдвигам не насчитывают и двух десятков.

В настоящей работе представлены эксперименты по образованию и изменению картины сверхлокализованных сдвигов при повторной деформации в условиях ползучести щелочно-галлоидных кристаллов. При этом установлено, что деформация при повторном нагружении, как правило, происходит путем образования новых сдвигов, а не за счет развития сдвигов, уже имеющихся в кристалле.

1. Экспериментальная методика

В работе использовались кристаллы KCl, NaCl, LiF и LiF:Mg²⁺, выращенные методом Киропулоса и отожженные при температурах на 100 К ниже температур плавления. Рабочие образцы получались из кристаллов путем выкалывания по плоскостям спайности {100} и имели размеры примерно 3.5 × 5 × 15 мм.

Образцы деформировались сжатием при постоянных напряжениях и температуре, которая изменялась в интервале 773–973 К. После нагружения в течение заданного времени (от 2 с до десятков минут) образец разгружался и охлаждался на воздухе до комнатной температуры. Некоторые образцы деформировались повторно с промежуточным охлаждением и исследованием картины локализованных сдвигов. В ряде случаев предварительная деформация проводилась при комнатной температуре.

Указанная картина, а также дислокационная структура образцов, выявленная методом избирательного травления, наблюдались в оптическом и интерференционном микроскопах с фиксацией на фото пленку.

Как уже отмечалось ранее [4–7], сверхлокализованные сдвиги в кристаллах после высокотемпературного нагружения представляют собой полосы скольжения шириной в несколько микрон, сдвиговая деформация в которых может достигать 10³%. Эти полосы проявляются в виде ступенек на поверхности образца, содержащей выходы винтовых дислокаций. На поверхности, параллельной вектору Бюргерса подвижных дислокаций, местоположение полос можно видеть по резкому излому имеющихся ступенек скола, а также благодаря наблюдающимся иногда вдоль полос «следам». Примеры микрофотографий сверхлокализованных сдвигов и схематическое изображение такого сдвига приведены на рис. 1. На рис. 1, *b* видны выступы на поверхности кристалла и изгибы на ступеньках скола в местах прохождения сдвига, а на рис. 1, *c* наряду с изгибами на ступеньках проявляются и упомянутые «следы».

Величину деформации в локализованном сдвиге γ_1 можно определить по выступу на поверхности или по изгибам ступенек скола, измеряя величину смещения ступеньки h вдоль направления сдвига $\langle 110 \rangle$ и ширину зоны скольжения d (см. схему на рис. 1, *a*), причем $\gamma_1 = h/d$.

В опытах с двойным нагружением при высокой температуре после первой деформации на боковой поверхности образца выбиралась область длиной 600–800 μm вдоль направления $\langle 1\bar{1}0 \rangle$, перпендикуляр-

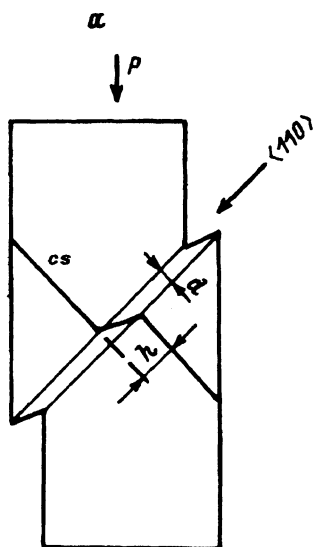


Рис. 1. Схематическое изображение (а) и микрофотографии сверхлокализованных сдвигов в чистых кристаллах LiF (b) и KCl (c), деформированных при 873 К.

Видны ступеньки скола (cs) и изгибы на них в местах прохождения сдвигов, направление которых $\langle 110 \rangle$ показано стрелкой. На рис. 1, *b* слева видна поверхность образца со ступеньками в местах выхода сдвигов.

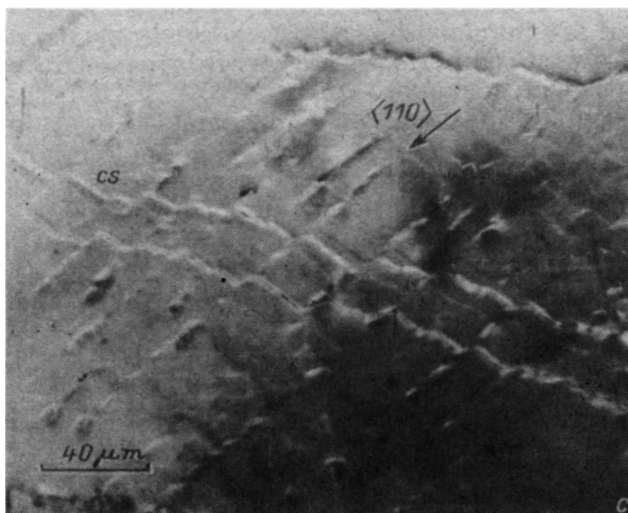
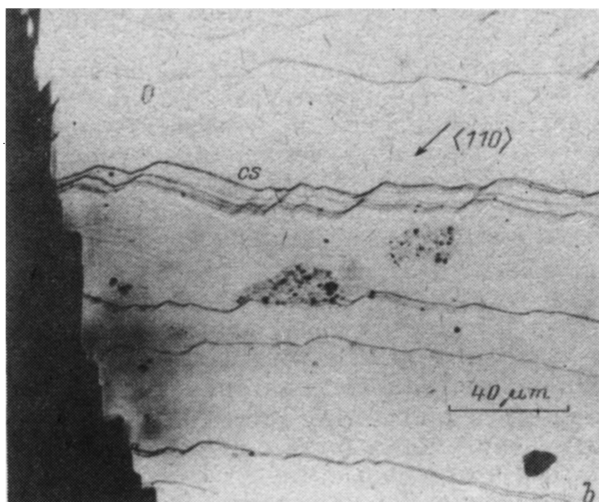


Рис. 1. (Продолжение.)

ного полосам сдвига. В этой области подсчитывалось число таких полос N_1^s и измерялись величины h_1 в существенных сдвигах. Далее проводилось повторное нагружение и вновь определялись число N_2^s и значения h_2 в тех же сдвигах.

Производилось также высокотемпературное нагружение образца, предварительно деформированного с постоянной скоростью при комнатной температуре. В этом случае после первой деформации путем избирательного травления выявлялись полосы скольжения, которые при повторном нагружении служили реперами для выяснения возможной роли указанных полос в образовании сверхлокализованных сдвигов.

2. Результаты экспериментов и их обсуждение

Сопоставление экспериментальных данных по локализации пластической деформации в чистых кристаллах KCl, NaCl и LiF при высокотемпературном нагружении показало, что при температурах $T > 0.6T_m$ (T_m — температура плавления) сверхлокализованные сдвиги наблюдаются во всех указанных кристаллах. Картины таких сдвигов в кристаллах KCl и LiF можно видеть на рис. 1.

Что касается характера локализованной деформации в кристаллах LiF:Mg²⁺, то оказалось, что при 873 К сверхлокализованные сдвиги видны достаточно четко при содержании магния 0.002, 0.007, 0.012 и 0.03 вес. %, в то время как при увеличении его концентрации до 0.15 вес. % эффект локализации практически пропадает.

Для всех чистых кристаллов характерно также изменение рельефа поверхности, параллельной вектору Бюргерса, вдоль локализованных сдвигов. Эти изменения могут быть почти непрерывными (рис. 1, с) или же наблюдаться в отдельных частях сдвига, часто располагаясь группами сразу на нескольких параллельных сдвигах (рис. 2.). Судя по интерференционным картинкам, в большинстве случаев изменения рельефа являются «впадинами» [8], хотя варианты «выступов» наблюдаются также. Очень часто ширина области измененного рельефа превышает ширину локализованного сдвига.

При нагружении образцов, предварительно деформированных при комнатной температуре (в том числе и путем одиночного скольжения), было установлено, что образование локализованных сдвигов, как правило, происходит в системах скольжения, ортогональных действующим при первой деформации. Этот эффект демонстрируется на рис. 3, где видны после травления первичные широкие полосы скольжения, ортогонально перерезаемые сверхлокализованными сдвигами, возникшими при повторном нагружении.

Как уже говорилось выше, для наблюдения за изменением процесса сверхлокализации деформации во времени проводилось повторное нагружение образцов при одной и той же температуре. При этом из-



Рис. 2. Изменение рельефа краевой поверхности образца LiF на ряде локализованных сдвигов, положение которых четко видно по изгибам на ступеньках скола.

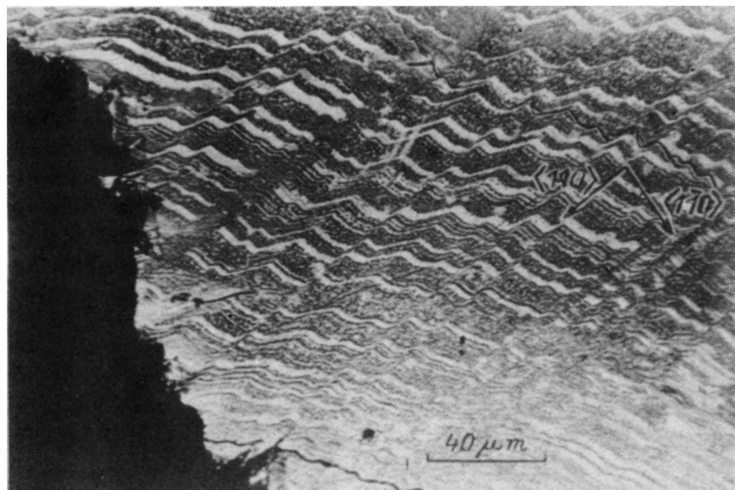


Рис. 3. Высокотемпературные локализованные сдвиги в кристалле LiF, предварительно деформированном при 293 К.

Показаны направление сдвигов $\langle 110 \rangle$ и направление первичных полос скольжения $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$. Слева видна боковая поверхность образца.

мерялись число сдвигов в заданной области и величина смещения h в существенных сдвигах. Полученные результаты на кристаллах LiF при 873 К представлены в таблице и на рис. 4,5.

В первом опыте к образцу прикладывались дважды одни и те же напряжения $\sigma = 1.25$ МПа, однако время их приложения t было существенно разным. Из таблицы видно, что повторное нагружение приводит к увеличению средней деформации образца и числа локализованных сдвигов в заданной области, т.е. их линейной плотности n , однако это увеличение, естественно, не пропорционально времени нагружения. На рис. 4 показаны значения h в наиболее существенных сдвигах после первого и второго нагружений. Видно, что в четырех сдвигах из девяти произошло увеличение h в 1.5–2 раза, в остальных же сдвигах h практически не изменилось. В то же время в ряде первоначально малых и плохо измеримых сдвигах ($h_1 \lesssim 2 \mu\text{m}$) величина h возросла примерно до $4 \mu\text{m}$. Таким образом, при повторном нагружении образца локальная деформация в нем происходит в основном за счет появления новых и развития малых сдвигов до значений $h = 4 \div 7 \mu\text{m}$.

Аналогичные результаты получаются и в опыте с двойным нагружением образца в течение равных времен ($t = 5$ с), но с увеличением

Изменение средней деформации образца $\bar{\epsilon}$ и плотности локализованных сдвигов n в опытах с повторным нагружением кристаллов LiF.

Номер образца	Номер нагружения	σ , МПа	t , с	$\bar{\epsilon}$, %	n , mm^{-1}
1	1	1.25	2	7.7	32
	2	1.25	120	13.7	43
2	1	1.25	5	6.8	10
	2	1.50	5	11.1	18

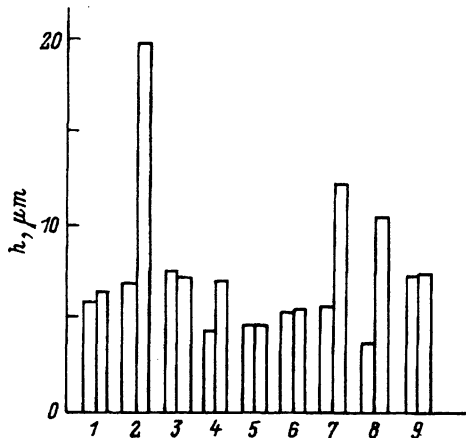


Рис. 4. Величина смещения h в 9 существенных сдвигах после первого (слева) и второго (справа) нагружения кристаллов LiF при $\sigma_1 = \sigma_2 = 1.25$ МПа, $t_1 = 2$, $t_2 = 120$ с, $T = 873$ К.

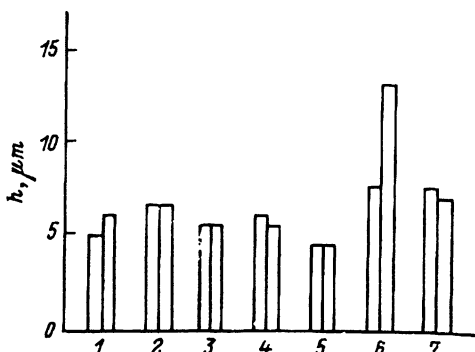


Рис. 5. Величина смещения h в 7 существенных сдвигах после первого (слева) и второго (справа) нагружения кристаллов LiF при $t_1 = t_2 = 5$ с, $\sigma_1 = 1.25$ МПа, $\sigma_2 = 1.50$ МПа.

напряжений при повторном нагружении (см. таблицу и рис. 5). В этом случае также появляются новые сдвиги, в то время как деформации в имеющихся существенных сдвигах практически не происходит.

При рассмотрении экспериментальных данных, связанных с локализованными сдвигами, обычно в первую очередь обращают внимание на так называемое грубое «волнистое» скольжение, т.е. разветвленную систему грубых следов скольжения (ступенек сдвига) на гранях выхода винтовых дислокаций. В настоящей же работе нам удалось обнаружить «разветвление» локализованных сдвигов и на гранях образца, параллельных вектору Бюргерса. Пример такого разветвления показан на рис. 6,а. На рис. 6,б приведена его схема, построенная на основании смещений ступенек скола, и показаны основные элементы, на которые следует обратить внимание. Зона локализованного сдвига, который, судя по общей картине в масштабе образца, развивался слева направо, отмечена штриховкой.

Из рис. 6 следует, что в области АВ, которая вместе со ступеньками скола 1 и 2 представлена отдельно на рис. 6,с, происходит разветвление (раздвоение) сдвига и образуется так называемый заторможенный сдвиг. При этом суммарная ширина двух новых сдвигов и относительная деформация в них (порядка 300%) остаются практически такими же, как у первичного сдвига. Кроме того, из рис. 6,а видно, что изменение рельефа поверхности вдоль сдвига происходит именно вблизи этой области.

Таким образом, полученные экспериментальные данные показывают, что образованные сверхлокализованных сдвигов является характерным явлением для чистых щелочно-галлоидных кристаллов при их высокотемпературном нагружении. Эффект сверхлокализации деформации поддается лишь при очень большом содержании примеси. В образце, предварительно деформированном при 293 К, расположение сверхлокализованных сдвигов не коррелирует с первичными полосами скольжения; более того, сдвиги, как правило, ортогональны этим

полосам. Образование локализованных сдвигов под действием напряжений происходит с очень большой скоростью (за секундные времена [7]), и текущая деформация образца в основном происходит путем образования новых сдвигов, а не за счет развития уже имеющихся. Помимо активного волнистого скольжения на гранях выхода винтовых дислокаций наблюдаются также образование рельефа и разветвление локализованных сдвигов на гранях, параллельных вектору Бюргерса.

Рассмотрим кратко возможные причины раздвоения сдвигов на стороне краевых дислокаций и образования рельефа на поверхности. Если сдвиг развивается вдоль направления вектора Бюргерса за счет движения краевых дислокаций, то указанное раздвоение может произойти просто из-за остановки части сдвига на каком-то очень жестком стопоре. В этом случае в области раздвоения образуется заторможенный сдвиг, эквивалентный скоплению дислокаций одного знака (нижний ряд дислокаций на рис. 6,с). У сдвига с параметрами, показанного на рис. 6,а, число подобных дислокаций $N > 10^4$, а их локальная плотность $\rho_l \approx 10^{11} \div 10^{12} \text{ см}^{-2}$. В области дислокационного скопления, естественно, возникают высокие локальные напряжения, что может привести к образованию микротрещин в плоскости скопления, т.е. вдоль сдвига [14].

В то же время эксперимент показывает (рис. 6), что происходит не просто торможение части сдвига, а его раздвоение с сохранением суммарной ширины и величины локальной деформации. Это означает, что процесс ветвления сдвига является более сложным. В частности; он может быть связан с тем, что рассматриваемый сдвиг был образован за счет движения к поверхности винтовых дислокаций и плавное его раздвоение произошло в глубине кристалла путем двойного поперечного скольжения этих дислокаций в некоторой части сдвига. Наблюдаемое нами экспериментально несовпадение картин волнистого скольжения на противоположных «винтовых» гранях образца свидетельствует о правдоподобности такого механизма.

В случае указанного раздвоения сдвига, а не просто торможения некоторой его части, дислокационная структура в области АВ будет более сложной, а именно в зоне смещенной части расщепленного сдвига (верхняя половина на рис. 6,с) дополнительно возникнет скопление краевых дислокаций противоположного знака. В сумме два скопления дислокаций разного знака образуют локальную область сильного сжатия (вариант рис. 6,с) или растяжения. Снятие этих высоких напряжений за счет локальной пластической деформации по другим системам скольжения может приводить к нарушению рельефа поверхности и возникновению «впадин» и «выступов» вдоль сверхлокализованных сдвигов, что и наблюдается на опыте. Иначе говоря, при расщеплении сдвигов может происходить образование микротрещин и возникать явление интрузии и экстррузии.

Что касается экспериментов с повторным нагружением кристаллов, то, естественно, в них следует учитывать возможность перестройки структуры при разгрузке, охлаждении или нагреве образца. Тем не менее эти опыты четко демонстрируют отличие в развитии высокотемпературной деформации во времени в виде локализованных тонких сдвигов от последовательного бокового расширения полос скольжения в процессе нагружения при $T < 553 \text{ К}$ [15].

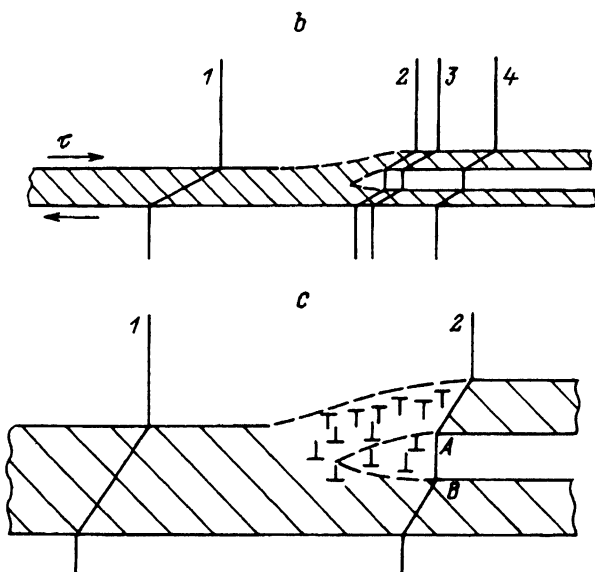
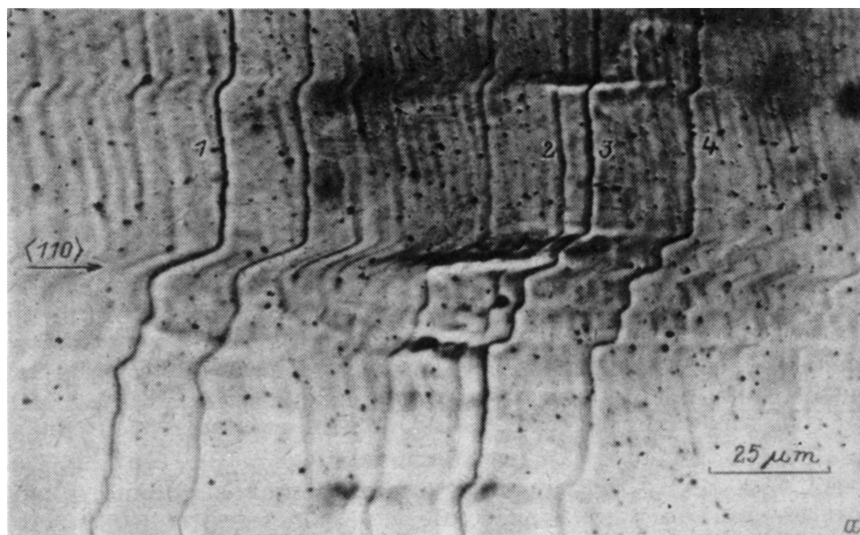


Рис. 6. Разветвление локализованного сдвига (отмечен стрелкой) в кристалле LiF на грани, параллельной вектору Бюргера (а), и его схематическое изображение (b,c)

Соответствующие ступеньки скола на фотографии и схемах отмечены одинаковыми цифрами. τ — внешние сдвиговые напряжения.

Таким образом, в данной работе получены новые экспериментальные результаты по развитию локализованных сдвигов, необходимые для понимания физики этого процесса. К сожалению, до сих пор далеко не ясно, каков механизм деформационного разупрочнения, лежащий в основе эффекта сверхлокализации, однако имеющиеся в литературе и приведенные выше данные позволяют полагать, что локализованная деформация также имеет дислокационную природу.

Настоящая работа частично финансировалась Фондом физических исследований отделения физики твердого тела ФТИ РАН.

В работе принимал участие студент С.-Петербургского технического университета П.С. Мальков.

Список литературы

- [1] Schmid E., Boas W. Kristallplastizität, mit besonderer Berücksichtigung der Metalle. Springer Verlag, Berlin, 1935. 316 s.
- [2] Регель В.Р., Говорков В.Г., Добрянский Н.Ф. // Оптико-механическая промышленность. 1958. № 6. С. 28–33.
- [3] Day R.V., Johnson W.A. // J. Am. Ceram. Soc. 1969. V. 52. N 11. P. 595–599.
- [4] Бережкова Г.В., Скворцова Н.П., Перстнев П.П., Регель В.Р. // ФТТ. 1984. Т. 26. № 4. С. 1074–1079.
- [5] Смирнов Б.И., Чуднова Р.С., Шпейзман В.В. // Тез. докл. III Всес. семинара. Свердловск, ИФМ УНЦ АН СССР, 1984. С. 39.
- [6] Бережкова Г.В., Скворцова Н.П. // Латв. ЖФТН. 1991. № 4. С. 34–44.
- [7] Смирнов Б.И., Чуднова Р.С., Шпейзман В.В. // ФТТ. 1992. Т. 34. № 6. С. 1759–1764.
- [8] Старенченко В.А., Абзаев Ю.А., Конева Н.А. // ФММ. 1987. Т. 64. № 6. С. 1178–1182.
- [9] Смирнов Б.И., Николаев В.В. // ФТТ. 1993. Т. 35. № 7. С. 1840–1846.
- [10] Neuhäuser H. // Mechanical Properties and Behaviour of Solids: Plastic Instabilities, World Scientific Publ. Singapore, 1986. P. 209–252.
- [11] Kubin L.P., Estrin Y. // J. Physique. Sec. III. 1991. V. 1. N 6. P. 929–943.
- [12] Luft A. // Progress in Materials Science. 1991. V. 35. N 2. P. 97–204.
- [13] Малыгин Г.А. // ФММ. 1992. Т. 74. № 7. С. 11–20.
- [14] Инденбом В.Л. // ФТТ. 1961. Т. 3. № 7. С. 2071–2079.
- [15] Смирнов Б.И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л.: Наука, 1981. 235 с.

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН
Санкт-Петербург

Поступило в Редакцию
23 декабря 1993 г.