

# Влияние отдыха на микромеханические свойства предварительно деформированных монокристаллов MgO

© Р.П. Житару, В.А. Рахвалов

Институт прикладной физики Академии наук Молдавии,  
2028 Кишинев, Молдавия

E-mail: raisa@phys.asm.md

(Поступила в Редакцию 14 апреля 2006 г.

В окончательной редакции 18 сентября 2006 г.)

Исследовано влияние длительного отдыха при комнатной температуре на активность акустической эмиссии (АЭ) при микроиндентировании предварительно деформированных монокристаллов MgO. Установлено, что при малых нагрузках на индентор  $P$  ( $\sim 50$  g) число сигналов АЭ после отдыха возрастает, а при больших  $P$  ( $\sim 200$  g), напротив, уменьшается. При этом эффект изменения АЭ зависит и от степени предварительной деформации. Предполагается, что наблюдаемые эффекты связаны с различием источников излучения импульсов АЭ, а именно: при малых  $P$  основной вклад вносит интенсивное перемещение (срыв) дислокационных скоплений, а при больших — образование микро- и макротрещин.

PACS: 62.20.Fe, 62.90.+k

Известно, что определенной величины и вида внешнее механическое воздействие на кристаллические материалы формирует в них соответствующий тип дефектной структуры, контролируемый активностью процессов зарождения, взаимодействия и аннигиляции деформационных дефектов.

Установлено, что с ростом деформации дефектная структура видоизменяется. При этом каждая новая структура возникает в результате самоорганизации дислокаций и модификации субструктуры, свойственной предшествующей стадии деформации [1–4]. Дефектная структура, вводимая деформацией, вызывает рост внутренней энергии материала, что сопровождается изменением его физических, в том числе и механических, свойств [5–10]. Таким образом, проявляется связь между структурой и прочностными свойствами материала. Подобная корреляция, по-видимому, не нарушается и в процессе отдыха или отжига предварительно деформированных материалов [5,10,11]. Так, в деформированных кристаллах LiF (0.002% Mg) даже после кратковременного нагрева до 300°C наблюдаются существенные изменения предела текучести и деформационных кривых, связанные с закреплением дислокаций примесью [10]. Можно предположить, что подобные процессы (по крайней мере некоторые из них) протекают и при отдыхе деформированных материалов.

Тем не менее истинные закономерности влияния отдыха на структуру и прочностные свойства материалов, подвергнутых внешнему механическому воздействию, судя по имеющимся литературным данным изучены недостаточно. Не изучены особенности влияния величины деформации и ее вида на модификацию этих свойств в процессе отдыха. Данные исследования являются актуальными, так как для прогнозируемого изменения свойств необходим подбор оптимального сочетания режимов пластической деформации и режимов отдыха подвергнутых деформации материалов. В связи с этим основная цель настоящей работы — изучить влияние

отдыха на особенности и характер изменения микромеханических свойств монокристаллов MgO, предварительно подвергнутых различной степени деформации одноосным сжатием.

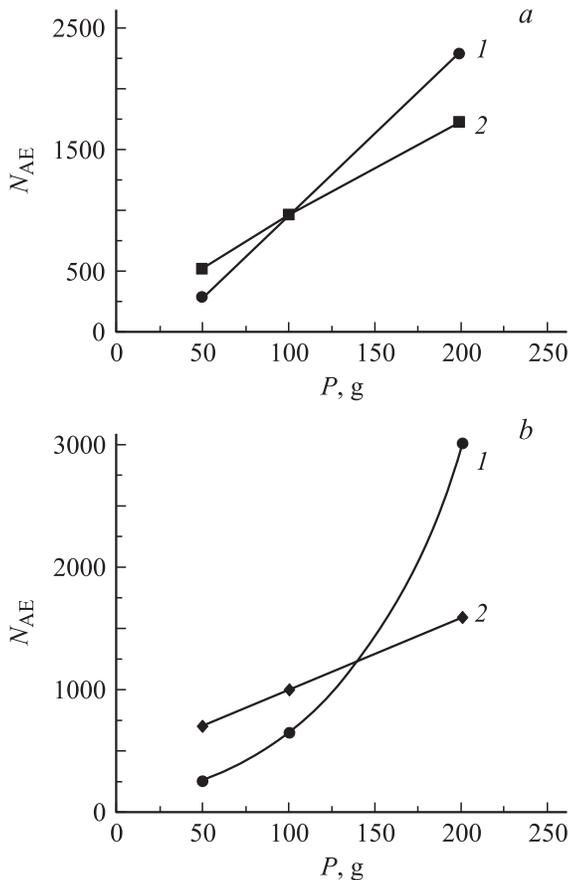
## 1. Методика эксперимента

Исследования проводились на монокристаллах MgO при комнатной температуре. Предварительное деформирование образцов размером  $\sim (2.5 \times 2.5 \times 10)$  mm осуществлялось одноосным сжатием. При этом скорость деформации была  $\sim 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , а степень деформации  $\epsilon$  равнялась 2, 4 и 6%. Далее деформированные образцы выдерживались при комнатной температуре в течение 100 суток.

В качестве параметров, характеризующих механические свойства кристаллов, были выбраны микротвердость  $H$  и число сигналов  $N$  акустической эмиссии (АЭ) при микроиндентировании. Микротвердость измерялась на приборе ПМТ-3 с применением пирамиды Виккерса. Нагрузка на индентор  $P$  составляла 50, 100 и 200 g. Для регистрации сигналов акустической эмиссии при микроиндентировании использовалось специальное приспособление к прибору ПМТ-3. Число сигналов эмиссии регистрировалось за полный цикл микроиндентирования (нагружение–разгрузка) ( $N_{\text{АЭ}}$ ), в процессе нагружения (внедрение индентора) ( $N_1$ ) и при разгрузке (удаление индентора) ( $N_2$ ) [12–16]. Выявление дислокаций осуществлялось химическим травлением [12].

## 2. Экспериментальные результаты и обсуждение

Измерения микротвердости показали, что ее величина после отдыха образцов возрастает примерно на 20%. Так, при  $\epsilon = 4\%$  значения  $H$  до и после отдыха равны соответственно 7.36 и 8.80 GPa.



**Рис. 1.** Зависимости числа сигналов акустической эмиссии за полный цикл микроиндентирования от величины нагрузки на индентор для монокристаллов MgO, предварительно деформированных одноосным сжатием.  $\varepsilon$ , %: *a* — 2, *b* — 4. Кривые 1 — непосредственно после деформации, кривые 2 — после отдыха.

Более интересные результаты были получены при использовании метода АЭ. На рис. 1 представлены зависимости числа сигналов акустической эмиссии  $N_{AE}$  от нагрузки на индентор  $P$  для деформированных образцов MgO до и после отдыха при  $\varepsilon = 2$  (*a*) и 4% (*b*). Видно, что  $N_{AE}$  с увеличением  $P$  возрастает.

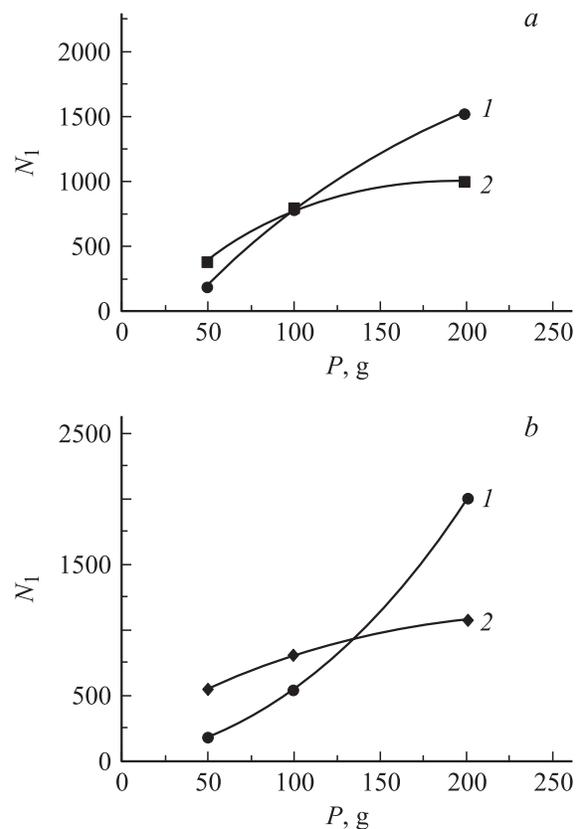
В то же время изменение  $N_{AE}$  в образцах в результате отдыха для разных значений  $P$  различается качественно, а именно: при малых  $P$  (50 g) после отдыха величина  $N_{AE}$  возрастает, в то время как при  $P = 200$  g, напротив, уменьшается. При этом смена знака изменения  $N_{AE}$  после увеличения  $\varepsilon$  происходит при больших  $P$ . В частности, для  $\varepsilon = 2\%$  и  $P = 100$  g влияние отдыха на  $N_{AE}$  вообще отсутствует (рис. 1, *a*).

Таким образом, если определить разность значений  $N_{AE}$  до и после отдыха как  $\Delta N_{AE}$ , то получается, что при малых  $P$  ( $\sim 50$  g)  $\Delta N_{AE} > 0$ , а при больших  $P$  (в области 200 g)  $\Delta N_{AE} < 0$ . Качественно аналогичная картина наблюдается и для числа сигналов АЭ только в процессе внедрения индентора  $N_1$  (рис. 2). Что касается

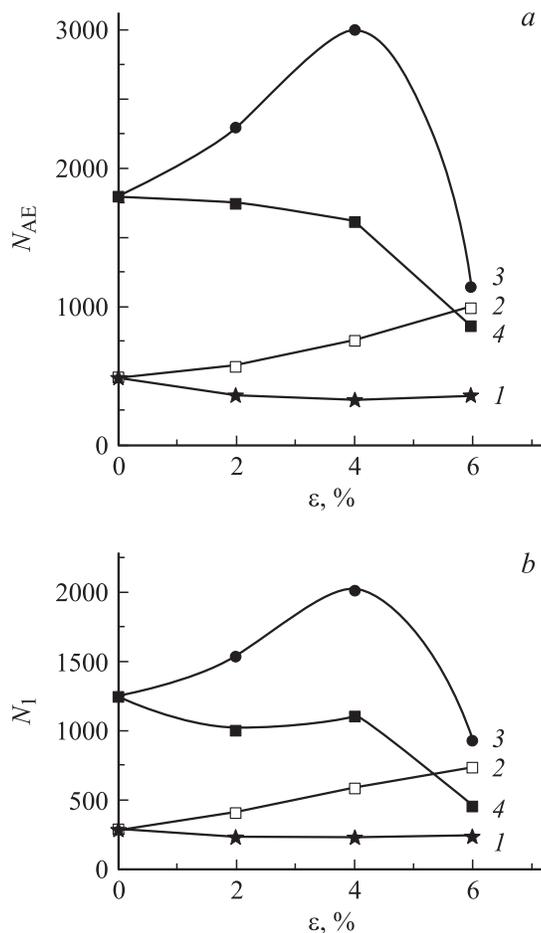
величины  $N_2$ , то после отдыха при  $P = 50$  g она практически не меняется и несколько уменьшается при 200 g.

На рис. 3 представлены зависимости  $N_{AE}$  и  $N_1$  от степени предварительной деформации  $\varepsilon$  до и после отдыха при  $P = 50$  и 200 g. Видно, что при малой нагрузке на индентор значение  $N_{AE}$  для деформированного образца с увеличением  $\varepsilon$  несколько уменьшается, тогда как после отдыха  $N_{AE}$  возрастает с деформацией. Для  $P = 200$  g наблюдается другая (более сложная) картина: до  $\varepsilon = 4\%$  в деформированном образце  $N_{AE}$  возрастает, а после отдыха уменьшается. При  $\varepsilon = 6\%$  в обоих случаях наблюдается сильное уменьшение (срыв) величины  $N_{AE}$ . Что касается зависимостей  $N_1(\varepsilon)$ , то они качественно подобны кривым  $N_{AE}(\varepsilon)$ .

Возможное объяснение полученных результатов основано на известных представлениях о том, что АЭ отражает процессы деформации и разрушения во времени и несет информацию о возможной релаксации упругой энергии при этих процессах [12–17]. Релаксация упругой энергии может заключаться в образовании или схлопывании трещин любого размера, срывах скоплений дислокаций, межзеренном проскальзывании и т.п. В нашем случае „источником“ АЭ при микроиндентировании являются интенсивное перемещение (срыв) дислокаци-



**Рис. 2.** Зависимость числа сигналов акустической эмиссии при нагружении (внедрение индентора) монокристаллов MgO от величины нагрузки на индентор. Степень деформации  $\varepsilon$ , %: *a* — 2, *b* — 4. Кривые 1 — до, кривые 2 — после отдыха в течение  $\sim 100$  суток.



**Рис. 3.** Зависимость числа сигналов акустической эмиссии от степени предварительной деформации монокристаллов MgO. *a* — за полный цикл микроиндентирования, *b* — в процессе внедрения индентора. Нагрузка на индентор  $P = 50$  (1, 2) и 200 г (3, 4). Кривые 1 и 3 — до, кривые 2 и 4 — после отдыха.

онных скоплений (слабые сигналы АЭ) и образование микротрещин (более сильные сигналы).

В результате предварительной пластической деформации сжатием в кристаллах MgO образуется сложная дислокационная структура. В процессе отдыха за счет миграции примесей происходит закрепление этих дислокаций. В процессе индентирования при малых  $P$  АЭ в основном определяется движением дислокаций. При этом непосредственно после предварительного сжатия деформация под индентором происходит путем перемещения как уже имеющихся дислокаций, так и новых, для которых первые являются дислокациями леса [10]. До отдыха основную роль в деформации играют уже имеющиеся отдельные подвижные дислокации, и поэтому  $N$  уменьшается по сравнению с этим параметром для исходных кристаллов ( $N_{def} < N_{init}$ ), эффект уменьшения усиливается с увеличением степени предварительной деформации (и соответственно плотности подвижных дислокаций) (кривые 1 на рис.3).

После отдыха лес дислокаций закреплен, и при индентировании малыми нагрузками происходит прорыв скоплений подвижных дислокаций через их лес. Поэтому и создаются условия, приводящие к  $N_{def} > N_{init}$  и  $\Delta N > 0$  (кривые 2 на рис. 3).

При больших  $P$  более активным становится процесс образования трещин. Импульсы от них более интенсивны, но их число меньше, чем в случае подвижных скоплений дислокаций. При этом в кристаллах вокруг отпечатков индентора помимо квадрата из полос скольжения видны трещины разных размеров. В результате после отдыха, когда происходит уменьшение подвижности дислокаций и увеличивается вероятность образования микротрещин, при индентировании величина  $N_{AE}$  не возрастает, а уменьшается, т.е.  $\Delta N_{AE} < 0$  (рис. 3). В случае  $\varepsilon = 6\%$  уже в процессе предварительной деформации наблюдается образование микротрещин, а при микроиндентировании происходит резкий срыв значений  $N_{AE}$  и  $N_1$  (рис. 3).

Таким образом, в настоящей работе обнаружено значительное качественное и количественное различие в числе сигналов АЭ в деформированных кристаллах MgO при их микроиндентировании до и после длительного отдыха при комнатной температуре, причем параметры эффекта АЭ зависят от степени предварительной деформации и нагрузки на индентор. Результаты объясняются тем, что при малых  $P$  преимущественными „источниками“ АЭ при индентировании являются срывы скоплений дислокаций, а при больших  $P$  — образование микро- и макротрещин.

## Список литературы

- [1] М.Д. Старостенков, М.В. Пагудин, Д.В. Старостенков, Э.В. Козлов. Изв. РАН. Сер. физ. **68**, 1510 (2004).
- [2] Г.А. Малыгин. ФТТ **44**, 1979 (2002).
- [3] Г.А. Малыгин. ФТТ **46**, 1968 (2004).
- [4] Н.А. Конева, Э.В. Козлов. Изв. вузов. Физика **33**, 89 (1990).
- [5] В.М. Аржавитин, В.Ф. Коржак. ФММ **97**, 96 (2004).
- [6] Б.И. Смирнов, В.В. Шпейзман, В.И. Николаев. ФТТ **47**, 816 (2005).
- [7] М.М. Мышляев, М.А. Прокунин, В.В. Шпейзман. ФТТ **43**, 833 (2001).
- [8] М.М. Мышляев, В.В. Шпейзман, М.М. Камалов. ФТТ **43**, 2015 (2001).
- [9] В.В. Шпейзман, М.М. Мышляев, М.М. Камалов. ФТТ **45**, 2008 (2003).
- [10] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упорядочение кристаллов. Наука, Л. (1981). 200 с.
- [11] А.В. Еланцев, А.А. Попов, С.Л. Демаков, Е.В. Еланцева. ФММ **97**, 64 (2004).
- [12] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Штиинца, Кишинев (1986). 237 с.
- [13] R. Zhitaru, V. Rahvalov. Proc. SPIE **4068**, 65 (1999).
- [14] D. Grabco, R. Zhitaru, V. Rahvalov, D. Leu. Proc. of the 15<sup>th</sup> WCNDT. Roma, Italy (2000).
- [15] R. Zhitaru, V. Rahvalov. J. Mater. Sci. Eng. B **98**, 94 (2003).
- [16] R. Zhitaru, V. Rahvalov. Mold. J. Phys. Sci. **3**, 104 (2004).
- [17] В.С. Куксенко. ФТТ **47**, 788 (2005).