

©1995

О ТОРМОЖЕНИИ ВИНТОВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ ОСКОЛКАМИ В МОНОКРИСТАЛЛАХ NaCl:Pb

Ю.С.Боярская, Р.П.Житару, Н.А.Палистрант

Институт прикладной физики АН Молдавии,

277028, Кишинев

(Поступила в Редакцию 5 октября 1994 г.)

В окончательной редакции 30 января 1995 г.)

В кристаллах NaCl:Pb, подвергавшихся старению и закалке, обнаружено нарушение корреляции между изменениями микротвердости и подвижности дислокаций в поле напряжений индентора. Это объяснено влиянием примесных дефектов на двойное поперечное скольжение винтовых дислокаций. Приведены аргументы в пользу предложенной интерпретации.

Хорошо известно, что двухвалентные катионные примеси оказывают существенное влияние на механические свойства щелочно-галоидных кристаллов [1-3]. При легировании наблюдается обычно эффект упрочнения, который объясняется торможением движущихся дислокаций диполями ион примеси-катионная вакансия [1,4-7], их агрегатами или преципитатами. Последние преодолеваются либо путем перерезания [4,8,9], либо путем огибания [8-10]. Однако на легированных кристаллах NaCl были обнаружены закономерности деформирования, не укладывающиеся в рамки этих представлений [11]. Поэтому в настоящей работе рассмотрено не учитывавшееся ранее специфическое влияние примесных дефектов на подвижность и размножение дислокаций, которое может привести к эффектам упрочнения или разупрочнения.

1. Методика эксперимента

Монокристаллы NaCl:Pb были выращены методом Чохральского. Концентрация примеси (С) в них варьировалась в пределах $2 \cdot 10^{-1} - 1.65 \cdot 10^{-2}$ mol.%. Изучалось влияние состояния примеси на микротвердость H и подвижность дислокационных ансамблей в поле напряжений индентора. За меру подвижности дислокаций принималась длина лучей дислокационных розеток 1, выявляемых около отпечатков индентора методом избирательного травления. Ошибка измерения H лежала в пределах 3-5%, а l — 6-13%. Исследования проводились на плоскости спайности (001). Состояние примеси варьировалось путем старения при комнатной температуре и путем закалки (закаливались состаренные образцы). Температура закалки T_q варьировалась от 323 до 773 К. При каждой температуре кристалл выдерживался 6 часов и затем быстро охлаждался на медной плите. Для

измерения микротвердости применялся прибор ПМТ-3, нагрузка на индентор составляла 10 г. Исследования проводились при комнатной температуре.

2. Результаты эксперимента и их обсуждение

Рис. 1 иллюстрирует изменение микротвердости кристаллов NaCl:Pb после старения (время старения — 12 лет) и закалки. Сравнение кривых 1 и 5 показывает, что кристаллы, содержащие небольшие концентрации примеси ($2 \cdot 10^{-4}$ и $8 \cdot 10^{-4}$ mol.%), после старения испытывают упрочнение, а образцы с большими концентрациями примеси ($2 \cdot 10^{-3}$ и $1.65 \cdot 10^{-2}$ mol.%) — разупрочнение. Такое специфическое поведение кристаллов связано с плохой растворимостью Pb в NaCl, с происходящими при старении процессами агрегации и препrecитации примеси.

Изменение микротвердости после старения образцов с $C = 2 \cdot 10^{-4}$ и $8 \cdot 10^{-4}$ mol.% связано, как это следует из рис. 2, с изменением подвижности дислокаций, значения же H и l для кристаллов с большими концентрациями примеси меняются некоррелируемым образом. Обычно в щелочно-галогенидных кристаллах, содержащих точечные дефекты, параметры H и l меняются согласованно: повышению (понижению) H соответствует понижение (повышение) l [13–15]. Также хорошо коррелируют изменения l с изменением предела текучести [16]. Такие корреляции вполне естественны. Поэтому наблюдаемое в настоящей ра-

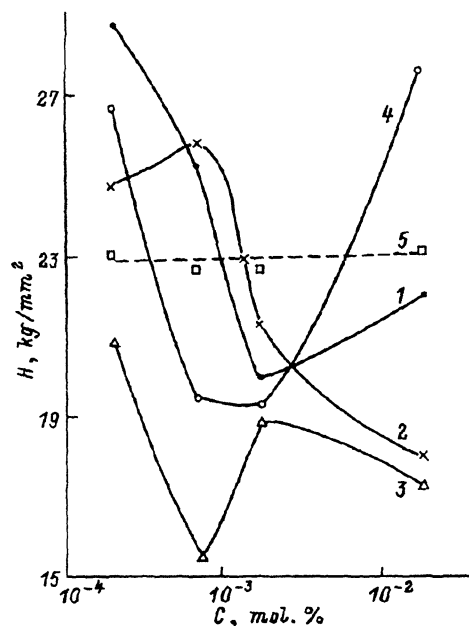


Рис. 1. Влияние старения и закалки на концентрационные зависимости микротвердости для грани (001) NaCl:Pb. 1 — после старения, 2–4 — после закалки. T_q (K): 2 — 423, 3 — 473, 4 — 673. 5 — до старения по данным [12].

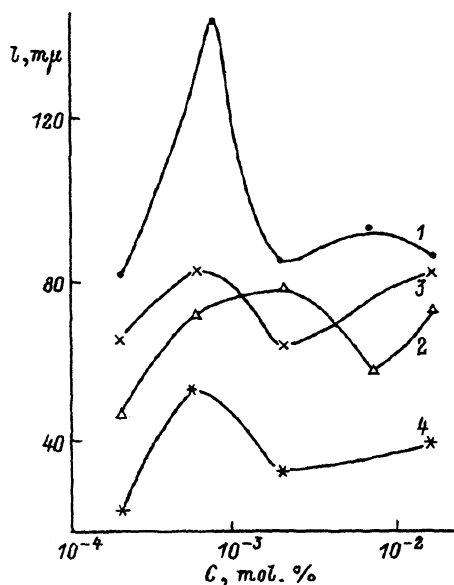


Рис. 2. Влияние старения на концентрационные зависимости длины краевых (l_e) и (l_s) лучей розеток укола. 1 и 2 — l_e и l_s до старения по данным [12], 3 и 4 — l_e и l_s после старения.

боте несоответствие между изменениями микротвердости и подвижности дислокаций в процессе старения (уменьшение H сопровождается уменьшением l) (рис. 1, 2) заслуживает рассмотрения.

Можно предположить, что это несоответствие связано с влиянием примесных дефектов на поперечное скольжение дислокаций. Так, из литературы известно, что введение точечных дефектов в кристаллы типа NaCl приводит к увеличению параметров поперечного скольжения дислокаций q и p (q — число актов поперечного скольжения при заметании дислокацией единицы площади, p характеризует вероятность вращения дислокации в первоначальную систему скольжения) [17, 18]. Поэтому весьма вероятно, что в легированных щелочно-галогидных кристаллах возникает дополнительное торможение винтовых дислокаций за счет образующихся при двойном поперечном скольжении осколков (диполи краевых дислокаций, призматические петли, точечные дефекты) [17, 19, 20]. В [17] показано, что влияние примеси на q и p зависит от ее состояния. Причем высказано мнение, что одним из основных источников поперечного скольжения являются выделения примеси, преципитаты. В кристаллах NaCl:Pb при $C = 10^{-3} - 10^{-2}$ mol.% в случае длительного, как у нас, старения при комнатной температуре можно предположить наличие хорошо развитой преципитатной фазы. В самом деле, в [10] для NaCl:Pb ($C = 1.7 \cdot 10^{-2}$ mol.%) в первые же часы старения при комнатной температуре наблюдалось повышение предела текучести, что свидетельствует о развитии процессов агрегации и преципитации.¹

Возникает вопрос: если в кристаллах, содержащих $2 \cdot 10^{-3}$ и $1.65 \cdot 10^{-2}$ mol.% Pb, наблюдается понижение подвижности дислокаций после старения, связанное (в основном или частично) с развитием поперечного скольжения, то почему при этом происходит уменьшение микротвердости?

Это можно объяснить следующим образом. Известно, что двойное поперечное скольжение может привести к различным эффектам в зависимости от величины пробега отрезка винтовой дислокации во второй плоскости скольжения [17, 19, 20]. Если величина этого пробега меньше некоторого критического значения, винтовая дислокация продолжает двигаться, оставляя за собой осколки; если больше, то происходит размножение дислокаций, участок, претерпевший поперечное скольжение, действует как источник Франка-Рида. Путь, проходимый дислокацией в плоскости поперечного скольжения, существенно зависит от приложенного напряжения, увеличиваясь с ростом последнего [19]. Известно, что при действии сосредоточенной нагрузки возникают напряжения, быстро убывающие по мере удаления от места ее приложения [21]. Так, в кристаллах NaCl в области, непосредственно прилегающей к индентору, при завершении процесса индентирования напряжения ~ 20 kg/mm², а в конце луча дислокационной розетки — ~ 200 g/mm². Поэтому в первой области может происходить интенсивное размножение дислокаций, приводящее к облегчению индентирования, а во второй — преимущественным может быть процесс торможения винтовых дислокаций осколками.

¹ Известно, что возникновение димеров и тримеров не приводит к дополнительному упрочнению кристаллов по сравнению с упрочнением, вызываемым диполями ион примеси-катионная вакансия [7-10].

Изменение длины краевых и винтовых лучей дислокационных розеток после старения*

$C \cdot 10^4$, mol. %	$ \Delta l /l_0$, %	
	Краевые лучи	Винтовые лучи
2	20.4	50.4
8	43.5	21.4
20	24.8	59.0
165	0.6	47.5

* $\Delta l = l - l_0$, где l — длина луча дислокационной розетки после старения, l_0 — до старения.

Если высказанное мнение справедливо, то для рассматриваемых кристаллов уменьшение длины винтовых лучей дислокационных розеток после старения должно быть более существенным, чем краевых. Приведенные в табл. 1 результаты показывают, что это в действительности имеет место.

Однако для образцов, у которых наблюдается корреляция между изменениями H и l , торможение винтовых дислокаций осколками мало по сравнению с торможением, вызванным взаимодействием дислокаций с примесными дефектами. Тогда изменение длины пробега краевых дислокаций l_e может превысить изменение длины пробега винтовых дислокаций l_s . Примером таких кристаллов являются образцы с $C = 8 \cdot 10^{-4}$ mol. % (табл. 1).

Нарушение корреляции между изменениями микротвердости и подвижности дислокаций наблюдается не только после старения, но и после закалки. На рис. 3 представлены результаты для подвижности ансамблей краевых и винтовых дислокаций. Сравнение этих данных с кривыми $\dot{H}(C)$, полученными для разных температур закаливания (рис. 1), показывает, что в ряде случаев уменьшение (увеличение) H сопровождается уменьшением (увеличением) l_e и l_s . Например, при довольно значительном падении H (от 25.1 до 15.4 kg/mm²) для образцов с $C = 8 \cdot 10^{-4}$ mol. % после закаливания при $T_q = 473$ K (кривые 1, 3 на рис. 1) наблюдается уменьшение параметров l_e и l_s (кривые 1, 3, 1', 3' на рис. 3). Изменения подвижности краевых и винтовых дислокаций для подобных случаев приведены в табл. 2.

Из табл. 2 следует, что после закаливания, как и после старения, подвижность винтовых дислокаций меняется более существенно, чем краевых (лишь в одном случае наблюдались практически эквивалентные изменения). Таким образом, нарушение согласованного изменения H , l_e и l_s в процессе закалки, как и в случае старения, можно объяснить влиянием поперечного скольжения винтовых участков дислокационных полупетель на торможение и размножение дислокаций. Так, одновременное увеличение H и l после закаливания может быть связано с разбиением преципитатов, наличие которых приводило к уменьшению H и l . Одновременное же убывание этих параметров можно объяснить тем, что в результате закаливания увеличивается количе-

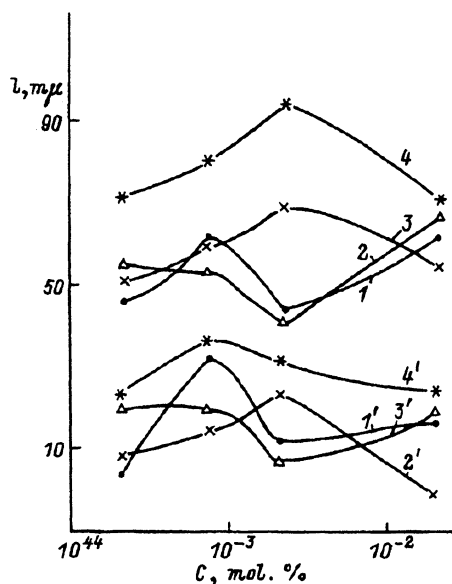


Рис. 3. Влияние закалки на концентрационные зависимости длины краевых (1-4) и винтовых (1'-4') лучей розеток укола.

1 и 1' — до закалки. T_q (К): 2, 2' — 423, 3, 3' — 473, 4, 4' — 673.

ство примесных дефектов, способствующих поперечному скольжению дислокаций.²

И в процессе старения кристаллов, и при их закаливании могут действовать факторы, противоположно влияющие на поперечное скольжение дислокаций. Например, происходит укрупнение примесных комплексов, они становятся более эффективно влияющими на поперечное скольжение, но уменьшается их концентрация. Или имеет место их разбиение, увеличение концентрации, но уменьшение их эффективности. В зависимости от того, какой фактор окажется преобладающим, будет наблюдаться тот или иной результат.

В [20] для кристаллов LiF оценено напряжение торможения дислокаций, связанное с осколками, возникающими при двойном поперечном скольжении. Оно составило 15-30% от предела текучести. Изменения длины пробега дислокационных ансамблей, наблюдавшиеся нами после старения (табл. 1) и закалки (табл. 2), — величины того же порядка.

Таблица 2

Изменение длины краевых и винтовых лучей дислокационных розеток после закалки

T_q , К	$C \cdot 10^4$, mol. %	$ \Delta l /l_0$, %	
		Краевые лучи	Винтовые лучи
423	20	39.0	38.7
423	165	10.8	54.0
473	8	10.7	25.0
473	20	4.7	19.3
673	165	9.1	23.3

² В [17] показано, что число актов поперечного скольжения пропорционально концентрации выделений примеси.

Из рис. 2,3 следует, что и на состаренных, и на закаленных кристаллах, содержащих разные концентрации примеси, длины пробега ансамблей краевых дислокаций от места индентирования больше, чем винтовых. Это можно связать с торможением винтовых дислокаций осколками, возникающими при поперечном скольжении. Подтверждением этого могут быть результаты, наблюдаемые в случае индентирования кристаллов NaCl при повышенных температурах [14,22,23]. Начиная с $T \sim 60-100^\circ\text{C}$ наблюдается быстрый рост винтовых лучей дислокационных розеток по сравнению с краевыми, что приводит к появлению крестообразных розеток с лучами вдоль $\langle 100 \rangle$ [14,22,23]. Этот рост, вероятно, связан с уменьшением торможения винтовых дислокаций осколками, так как изменяются условия, при которых происходит поперечное скольжение дислокаций: при $T > 293\text{ K}$ заметно уменьшено различие между пределами упругости для скольжения по основной системе $\{100\} \langle 100 \rangle$ и по плоскостям поперечного скольжения [24,25], увеличены пробеги дислокаций в последних, вследствие чего облегчен процесс размножения дислокаций [24].

Список литературы

- [1] Соيفер Л.М. В сб.: Физика конденсированного состояния. Харьков, ФТИНТ (1973). В. 24. С. 45.
- [2] Whitworth R.W. Semiconductors and Insulators. **3**, 403 (1978).
- [3] Кожоголов О.Ч., Макаров В.П., Шалпыков А.Ш. Примесные дефекты в щелочно-галлоидных кристаллах. Фрунзе (1984). 161 с.
- [4] Grau P., Fröhlich F. Phys. Stat. Sol. (a) **55**, 2, 479 (1979).
- [5] Orozco E., Soullard J., Zaldo C., Agulló-López F. Phil. Mag. **A50**, 3, 425 (1984).
- [6] Orozco E., Soullard J., Zaldo C., Agulló-López F. Phil. Mag. **A55**, 4, 513 (1987).
- [7] Zaldo C., Garsía-Solé J., Agulló-López F. J. Mater. Sci. **17**, 5, 1465 (1982).
- [8] Carillo M.E., Garsía-Solé J., Soullard J., Rubio O.J. Jap. J. Appl. Phys. **22**, 5, L301 (1983).
- [9] Nowak-Wozny D. Cryst. Res. and Technol. **24**, 10, 979 (1989).
- [10] Garsía-Solé J., Zaldo C., Agulló-Lopez F., Aguillar M.M. Phil. Mag. **A11**, 2, 177 (1980).
- [11] Boyarskaya Yu. S., Zhitaru R.P., Linte M.A. Cryst. Res. Technol. **17**, 10, 1283 (1982).
- [12] Линте М.А. Канд. дис. Кишинев (1985). 235 с.
- [13] Aerts E., Amelinckx S., Dekeyser H. Acta Met. **7**, 1, 29 (1959).
- [14] Боярская Ю.С. Деформирование кристаллов при испытаниях на микротвердость. Кишинев (1972). 235 с.
- [15] Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев (1986). 294 с.
- [16] Соифер Л.М., Буравлева М.Г., Шеголева З.А. УФЖ **15**, 7, 1107 (1971).
- [17] Смирнов Б.И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л. (1981). 235 с.
- [18] Житару Р.П., Клавин О.В., Смирнов Б.И., Степанов А.В. В сб.: Физические процессы пластической деформации при низких температурах. Киев (1974). С. 112.
- [19] Gilman J.J. J. Appl. Phys. **33**, 9, 2703 (1962).
- [20] Johnston W.G., Gilman J.J. J. Appl. Phys. **31**, 4, 632 (1960).
- [21] Блох В.И. Теория упругости. Харьков (1964). 483 с.
- [22] Степанова В.М., Туманова Н.А., Предводителей А.А. Кристаллография, **10**, 2, 219 (1965).
- [23] Gragert E., Meyer K. Phys. Stat. Sol. **9**, 1, 33 (1965).
- [24] Клявин О.В., Симашко С.Г., Степанов А.В. В сб.: Физические процессы пластической деформации при низких температурах. Киев (1974). С. 31, 35.
- [25] Клявин О.В. Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. М. (1987). 255 с.