

УДК 539.214

© 1991

## ОБ АТЕРМИЧЕСКОЙ КОМПОНЕНТЕ ПРЕДЕЛА ТЕКУЧЕСТИ КРИСТАЛЛОВ LiF В ОБЛАСТИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР

*Х.-Й. Кауфманн,<sup>1</sup> С. В. Лубенец, Е. И. Остапчук, Л. С. Фоменко*

Анализ результатов изучения температурных зависимостей предела текучести и глубины релаксации напряжений, а также подвижности индивидуальных винтовых дислокаций в кристаллах LiF в интервале температур 1.6—300 К приводит к выводу, что внутренние (атермические) напряжения, влияющие на расширение отдельных дислокационных петель и характер макроскопической деформации в целом, определяются структурой дислокационных линий, а именно наличием на них высоких атермических ступенек. Предполагается, что плотность таких ступенек может изменяться с напряжением и температурой, определяя таким образом температурную зависимость кажущегося внутреннего напряжения. Оценки показывают, что термическая и атермическая компоненты предела текучести сопоставимы по величине во всем интервале температур.

В процедуре термоактивационного анализа процесса пластической деформации одним из сложных является вопрос о разделении действующего механического напряжения  $\tau$  на атермическую  $\tau_i$  и термически активированную  $\tau^*$  компоненты, которые характеризуют поля дальнедействующих и близкодействующих потенциальных барьеров [1]. Непосредственные измерения величин  $\tau_i$  и  $\tau^*$  в широком интервале температур и деформаций весьма проблематичны по причине ограничений, которые имеют предложенные к настоящему времени экспериментальные методы (см., например, обзор [2]).

В литературе получил распространение простой, но пригодный только для начальной стадии деформации способ определения  $\tau_i$ , в котором используется температурная зависимость предела текучести [3]. Принимается, что отношение  $\tau_i/\mu$  ( $\mu$  — модуль сдвига) не зависит от скорости деформации и температуры и равно соответствующей величине в той области, где пластическое течение атермично. Предположение, что  $(\tau_i/\mu)(T) = \text{const}$ , не является бесспорным [4–11]. Одной из очевидных причин непостоянства  $(\tau_i/\mu)(T)$  может быть зависимость параметров дислокационной структуры, формирующейся на участке микродеформации, от температуры эксперимента. Например, в кристаллах LiF [12], как и в других щелочно-галогидных кристаллах, при понижении температуры усиливается локализация деформации, а плотность дислокаций в полосах скольжения на пределе текучести при гелиевой температуре увеличивается более чем на порядок по сравнению с комнатной. Эта причина, однако, как будет показано ниже, не является единственной и основной.

В данной работе рассмотрены результаты изучения температурных зависимостей предела текучести, параметров релаксации напряжений на начальной стадии пластического течения и подвижности отдельных винтовых дислокаций в кристаллах LiF в интервале температур 1.6—300 К. Показано, что непротиворечивое объяснение этих данных может быть достигнуто исходя из представления об определяющей роли динамических свойств отдельных дислокаций в пластической деформации. Термическая и атермическая компоненты предела текучести и напряжения, необходи-

<sup>1</sup> Академия наук ГДР, Берлин.

мого для движения дислокаций, сравнимы по величине во всем интервале температур. Предполагается, что атермическая компонента обусловлена не только и не столько дефектной структурой кристалла, но и в основном структурой дислокационных линий, а именно наличием на них сверхступенек, плотность которых должна быть функцией температуры и приложенного напряжения.

## Результаты эксперимента и обсуждение

Обсуждаемые ниже экспериментальные результаты получены на кристаллах LiF-2, выращенных в вакууме из сырья, прошедшего многократную вакуумную зонную очистку. Большая часть данных опубликована нами в [13, 14], поэтому здесь мы не будем останавливаться на методических вопросах.

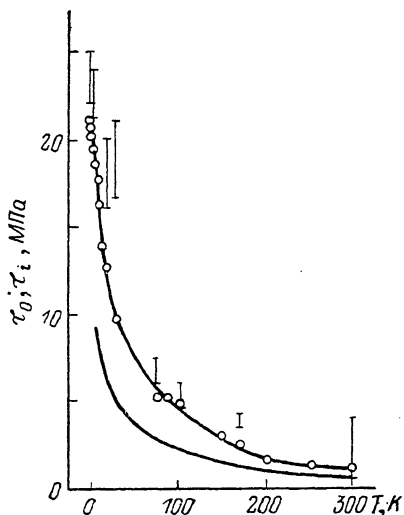


Рис. 1. Температурные зависимости предела текучести  $\tau_0(T)$  и атермической компоненты предела текучести  $\tau_i(T)$ .

Вертикальные отрезки указывают интервалы напряжений, в которых при соответствующих температурах измерены скорости отдельных винтовых дислокаций.

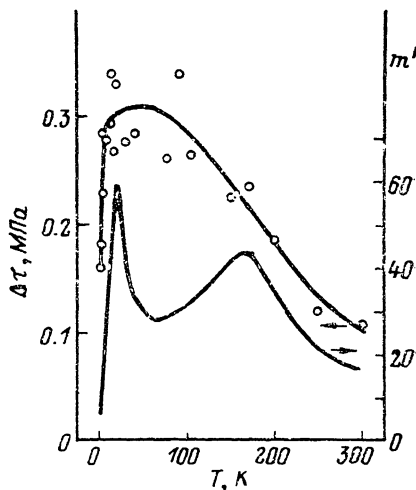


Рис. 2. Температурные зависимости глубины релаксации напряжений  $\Delta\tau$  и величины  $m' = -T(2.3/\Delta\tau)_T(\Delta\tau_0/\Delta T)^0$ .

На рис. 1, 2 показаны температурные зависимости предела текучести  $\tau_0(T)$  и глубины релаксации  $\Delta\tau(T)$ , равной изменению деформирующего напряжения при уменьшении скорости релаксации  $\dot{\epsilon}$  в 10 раз. Вертикальные отрезки вдоль кривой  $\tau_0(T)$  на рис. 1 указывают интервалы напряжений  $\delta\tau_v$ , в которых при соответствующих температурах была измерена подвижность отдельных винтовых дислокаций. При этом скорости дислокаций находились в диапазоне  $10^{-2}$  см/с  $< v < 10^{-6}$  см/с. Некоторые зависимости  $v(\tau)$ , охватывающие наиболее широкий интервал скоростей и напряжений, приведены в [13, 14]. В координатах  $\lg v - \tau$  они становятся прямолинейными с наклоном, уменьшающимся при понижении температуры. Иными словами, величина  $\Delta\tau_v/\Delta \lg v(T)$  во всем интервале температур формально ведет себя так же, как величина  $\Delta\tau(T)$  в области  $T > 60$  К.

Важная особенность зависимостей (рис. 1, 2) состоит в некоррелированном изменении  $\tau_0$  и  $\Delta\tau$  в изученном температурном интервале, что не согласуется с представлением о термоактивированном характере деформации, кинетика которой может быть описана уравнением Аррениуса

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp[-H(\tau^*)/kT], \quad (1)$$

где  $\dot{\gamma}$  — скорость пластического течения,  $\dot{\gamma}_0$  — предэкспоненциальный множитель,  $H(\tau^*)$  — зависящая от эффективного напряжения энергия

активации. Действительно, показатель экспоненты в этом уравнении  $m = H/kT = \ln(\dot{\gamma}_0/\dot{\gamma})$  при условии, что предэкспонента  $\dot{\gamma}_0(\tau, T) = \text{const}$ , не должен зависеть от температуры,<sup>2</sup> а его численное значение приемлемо, если оно находится в пределах  $m = 20 \div 30$ . Величина  $m$ , как следует из (1), может быть определена, если известны скоростная и температурная чувствительности эффективного напряжения

$$m = -T (\partial \ln \dot{\gamma} / \partial \tau^*)_T (\partial \tau^* / \partial T)_{\dot{\gamma}}. \quad (2)$$

Воспользовавшись данными по температурным зависимостям предела текучести и глубины релаксации напряжений, мы вычислили экспериментальную величину  $m'$  для кристаллов LiF по формуле

$$m' = -T (\Delta \ln |\dot{\tau}| / \Delta \tau)_T (\Delta \tau / \Delta T)_{\dot{\tau}}, \quad \Delta \ln |\dot{\tau}| = 2.3. \quad (3)$$

Из рис. 2 видно, что  $m'$  не только сильно зависит от температуры, но и принимает неестественно высокие значения, достигающие  $\sim 60$ .

Кажется разумным предположить, что основной причиной этого противоречия может быть то, что температурная зависимость предела текучести определяется обеими компонентами  $\tau^* = \tau^*(T)$  и  $\tau_i = \tau_i(T)$ . Тогда величина  $\Delta \tau_0 / \Delta T$ , определяемая путем графического дифференцирования кривой  $\tau_0(T)$ , состоит из двух слагаемых, так что формула (3) примет следующий вид:

$$m' = -T (\Delta \ln |\dot{\tau}| / \Delta \tau)_T (\Delta \tau^* / \Delta T)_{\dot{\tau}} - T (\Delta \ln |\dot{\tau}| / \Delta \tau)_T (\Delta \tau_i / \Delta T)_{\dot{\tau}}. \quad (4)$$

Поскольку релаксация напряжений при низкотемпературной деформации в большинстве материалов осуществляется в результате уменьшения эффективных напряжений  $\tau^*$  [2], можно считать, что первое слагаемое в (2)  $m = -T [\Delta \ln |\dot{\tau}| / \Delta \tau]_T [\Delta \tau^* / \Delta T]_{\dot{\tau}}$  характеризует термически активированную пластичность кристалла и  $m(T) = \text{const}$ . В этом случае ответственным за аномальное поведение экспериментальной величины  $m'$  должно быть второе слагаемое.

Произведем оценку относительного вклада  $\tau^*$  и  $\tau_i$  в суммарный предел текучести  $\tau_0$ , основываясь на сделанных предположениях. Эффективное напряжение  $\tau^*(T)$  вычислим, используя данные  $\Delta \tau(T)$  (рис. 2), путем графического интегрирования по формуле

$$\tau^*(T) = - \frac{m}{\Delta \ln |\dot{\tau}|} \int_{T_1}^T \frac{\Delta \tau}{T} dT. \quad (5)$$

При  $T_1 = 300$  К было принято значение  $\tau^* = 0.5$  МПа, равное разности между пределом текучести  $\tau_0$  и стартовым напряжением для движения винтовых дислокаций. Зависимость атермической компоненты от температуры  $\tau_i(T)$  (рис. 1) получена для  $m = 20$  как разность между сглаженными кривыми  $\tau_0(T)$  и  $\tau^*(T)$ .

Проведенный анализ показывает, что вклад атермической компоненты в  $\tau_0$  может быть значительным и сравнимым по величине с  $\tau^*$  во всем изученном интервале температур. Неучет этого обстоятельства несомненно приведет к недоразумениям при попытке установить взаимосвязь между экспериментально измеренными параметрами пластичности в рамках какой-либо термоактивационной модели.

Вопрос о микроскопических дислокационных механизмах, которые бы обеспечивали сильную зависимость от температуры обеих компонент предела текучести, не вполне ясен.

Ситуация, касающаяся природы термоактивированного процесса, кажется сравнительно простой. Известно, что механические свойства

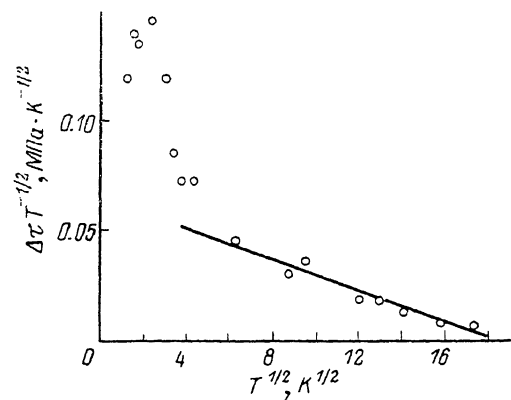
<sup>2</sup> Появление определенной температурной зависимости  $m(T)$  следует ожидать только в той области, где должен подключиться новый, конкурирующий механизм деформации.

щелочно-галогидных кристаллов в значительной мере определяются примесями иновалентных металлов. Для объяснения закономерностей твердо-растворного упрочнения этих кристаллов плодотворной оказалась предложенная в [15] модель торможения дислокаций примесно-вакансионными диполями. Из этой модели, в частности, следует, что температурные зависимости предела текучести и чувствительности деформирующего напряжения к скорости деформации описываются следующими выражениями:

$$(\tau_0^*/\tau_c^*)^{1/2} = 1 - (T/T_c)^{1/2}, \quad (6)$$

$$\Delta\tau/T^{1/2} = \frac{\tau_c^*}{T_c^{1/2}} \frac{2.3}{\ln(\dot{\gamma}_0/\dot{\gamma})} [1 - (T/T_c)^{1/2}], \quad (7)$$

где  $\tau_c^* = \tau^*(0 \text{ K}) = 0.55 (H_0 c^{1/2}/b^3)$ ,  $T_c = H_0/k \ln(\dot{\gamma}_0/\dot{\gamma})$ ,  $H_0 = \mu b^3 \Delta\varepsilon/3.86$  —



высота потенциального барьера,  $b$  — модуль вектора Бюргерса,  $\Delta\varepsilon$  — степень тетрагональности локального примесно-вакансионного дефекта,  $c$  — концентрация этих дефектов.

На рис. 3 видно, что для кристаллов LiF-2 соотношение (5) выполняется достаточно хорошо вплоть до  $T \approx 20 \text{ K}$ . Отклонение от данной зависи-

Рис. 3. Температурная зависимость глубины релаксации напряжений  $\Delta\tau$  в координатах  $\Delta\tau/T^{1/2} - T^{1/2}$  согласно теории [15].

мости при более низких температурах может быть обусловлено включением нового механизма торможения дислокаций, связанного с рельефом Пайерлса [16]. Параметры теории [15] получаются вполне разумные:  $T_c = 342 \text{ K}$ ,  $H_0 = 0.6 \text{ эВ}$  (при  $m=20$ ),  $\Delta\varepsilon = 0.38$ ,  $\tau_c^* = 10.3 \text{ МПа}$ ,  $c = 20 \cdot 10^{-6}$  (экспериментально измеренная концентрация иновалентных металлов равна  $10 \cdot 10^{-6}$  [14]). Величина  $\tau_c^*$  составляет примерно половину предела текучести кристалла, измеренного при  $T = 1.6 \text{ K}$ . Таким образом, зависимость  $\Delta\tau(T)$  (а следовательно, и  $\tau^*(T)$ ) находит объяснение в рамках теории термоактивированного преодоления дислокациями локальных барьеров.

Прежде чем обсуждать вопрос о происхождении атермической компоненты  $\tau_i$  и ее температурной зависимости, обратим внимание на рис. 1. Видны примерное равенство и качественное соответствие в поведении в изученном температурном интервале двух величин — предела текучести и напряжения, необходимого для движения отдельных дислокаций, являющихся макро- и микрохарактеристиками неупругой деформации кристалла. На этом основании можно высказать предположение, что сформированный к началу пластического течения дислокационный ансамбль несущественно искажает картину торможения дислокаций, так что кинетика деформации в области предела текучести, по-видимому, в основном определяется поведением индивидуальных дислокаций в исходном кристалле.

Обратимся к важному свойству винтовых дислокаций — присущей им способности к поперечному скольжению. Благодаря повторению событий двойного поперечного скольжения между двумя параллельными плоскостями скольжения, происходящему на неоднородностях поля внутренних напряжений, на движущейся дислокации формируется система ступенек различной высоты, которые действуют как дополнительные точки закрепления. Развивается процесс самозакрепления дислокации. Сверхступеньки, имеющие высоту в несколько межатомных расстояний и являющиеся поэтому термически непреодолимыми препятствиями, приводят к тому,

что продолжение движения дислокации может осуществляться только при условии повышения внешнего напряжения. Одноатомные ступеньки дополняют спектр термоактивированных барьеров. Величина вклада этих структурных особенностей дислокационной линии в ее торможение, конечно, будет определяться плотностью и распределением ступенек по высоте, а также, по-видимому, температурой и приложенным напряжением.

Гипотеза об изменении структуры дислокационной линии в процессе ее движения была принята нами как одна из предпочтительных при обсуждении полученных в эксперименте необычных зависимостей скорости винтовых дислокаций от напряжения и температуры  $\nu(\tau, T)$  в кристаллах KCl в интервале температур 77—300 К [17]. Эти зависимости качественно подобны наблюдаемым в кристаллах LiF вплоть до  $T=4.2$  К.

Уровень напряжений, противодействующих перемещению нерегулярной, содержащей ступеньки, дислокации, должен определяться установившимся состоянием дислокационной линии, достигаемым ею после прохождения в плоскости скольжения некоторого расстояния и зависящим как от исходной дефектной структуры кристалла, которая задает начальное распределение внутренних напряжений, так и от внешних условий — температуры и приложенного напряжения. При наличии на дислокации сверхступенек обсуждаемая величина  $\tau_c$  не обязательно является прямой характеристикой реально существующего в кристалле микронеоднородного упругого поля. Это поле, вообще говоря, может лишь косвенным образом влиять на формирование  $\tau_c(T)$ , предопределяя особенности как подвижности отдельных дислокаций, так и макроскопической пластичности в целом. В результате термин «атермическая компонента напряжения» сохраняет смысл, означающий, что соответствующая доля сопротивления движению дислокации с непостоянной структурой не может быть изменена за счет тепловой энергии. Зависимость  $\tau_c(T)$  на рис. 1 имеет, как видно, совсем иную природу, чем  $\tau^*(T)$ .

Предположение о непостоянстве структуры дислокационной линии позволяет качественно понять различие величин  $\Delta\tau$  и  $\Delta\tau_c$ , измеряемых в экспериментах по релаксации напряжений и подвижности отдельных дислокаций. В первом случае осуществляется движение определенной дислокации, сформировавшейся в ходе предшествовавшей деформации и не изменяющейся при уменьшении напряжения в процессе релаксации напряжений. Кинетика релаксации отражает механизмы преодоления дислокациями термоактивируемых препятствий. Во втором случае при изменении напряжения (и температуры) мы каждый раз имеем дело с разными дислокациями, т. е. как бы с разными кристаллами. Установить вклад структуры дислокации в  $\tau_c$  и  $\tau^*$  в экспериментах по подвижности дислокаций, конечно, не представляется возможным, а следовательно, и анализ зависимостей  $\nu(\tau, T)$  в такой ситуации крайне затруднителен.<sup>3</sup>

Если принять, что атермические напряжения  $\tau_c$  (рис. 1) полностью обусловлены наличием на дислокациях сверхступенек, то их плотность, рассчитанная по формуле  $n_j = \mu b / \tau_c$ , изменяется от  $n_j = 5 \cdot 10^2$  см<sup>-1</sup> при  $T=300$  К до  $n_j = 10^4$  см<sup>-1</sup> при  $T=4.2$  К, т. е. увеличивается в 20 раз при понижении температуры от комнатной до гелиевой. Сравнение с оценками полной плотности ступенек, сделанными в [18, 19], показывает, что атермические ступеньки могут составлять лишь малую долю их общего количества на дислокации.

В заключение отметим, что поперечное скольжение винтовых дислокаций, которое впервые экспериментально наблюдалось методом травления в кристаллах LiF [20], а в дальнейшем в других материалах методами электронной микроскопии [19, 21–24], является важным фактором, опреде-

<sup>3</sup> Укажем, что отмеченное выше подобие зависимостей  $\Delta\tau(T)$  и  $\Delta\tau_c(T)$  действительно имеет лишь формальный характер. Согласно теории [15], с которой согласуются данные по  $\Delta\tau(T)$ , рост  $\Delta\tau_c$  с повышением температуры должен иметь место только при  $\tau^* \leq \tau_c^*/4$  и до  $T = T_c/4$  ( $\approx 80$  К), а не во всем интервале напряжений и температур, как наблюдается в эксперименте.

ляющим размножение дислокаций и деформационное упрочнение [25-27]. Следствием процессов поперечного скольжения являются дипольная структура, формирующаяся при деформации и выявляемая в краевых полосах скольжения в кристаллах LiF [12], а также уменьшение плотности кристаллов после деформации [28]. В щелочно-галогидных кристаллах возникающие в результате поперечного скольжения монокатомные ступеньки могут быть теми локальными барьерами, которые наряду с примесными дефектами следует учитывать при анализе термоактивационной пластичности и подвижности отдельных дислокаций [29-31].

Авторы выражают глубокую благодарность В. Д. Надику, Б. Н. Смирнову, С. Н. Смирнову, коллегам из ИФТТ и ЭМ АН ГДР (г. Галле) доктору Х. Мессершмидту, доктору Ф. Аппелю и доктору М. Барчу за интерес к работе, полезные обсуждения и критические замечания по тексту рукописи, а также В. Г. Лирдману за помощь в оформлении рукописи.

#### С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Seeger A. // *Phil. Mag.* 1954. V. 45. N 366. P. 771—773.
- [2] Dotsenko V. I. // *Phys. St. Sol. (b)*. 1979. V. 93. N 1. P. 11—43.
- [3] Conrad H. *The Relation between the Structure and Mechanical Properties of Metals*. NPL Symposium. Her Majesty's Stationary Office. 1963. V. 2. P. 475—516.
- [4] Мак-Марон К. Дж. *Микропластичность*. М., 1972. С. 101—117.
- [5] Старцев В. И., Ильичев В. Я., Пустовалов В. В. *Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах*. М., 1975. 328 с.
- [6] Šesták V., Bucki M. *The Structure and Properties of Crystal Defects*. Proc. of Symp. Liblice, Czechoslovakia, 1983. P. 223—235.
- [7] Никаноров С. П., Кардашев Б. К. *Упругость и дислокационная неупругость кристаллов*. М., 1985. 250 с.
- [8] Лебедев А. Б., Кустов С. Б. // *ФТТ*. 1987. Т. 29. № 3. С. 915—918.
- [9] Доценко В. И., Ландау А. И., Пустовалов В. В. *Современные проблемы низко-температурной пластичности материалов*. Киев, 1987. 164 с.
- [10] Кириченко Г. И., Надик В. Д., Солдатов В. П. // *Препринт ФТИНТ АН УССР*. 1985. № 18-85. 21 с.
- [11] Tabachnikova E. D. // *Krist. und Techn.* 1974. V. 9. N 10. P. 1187—1197.
- [12] Кауфманн Х.-Й., Лубенец С. В., Самойлова Т. В., Смирнов Б. И. // *ФТТ*. 1984. Т. 26. № 3. С. 702—707.
- [13] Lubenets S. V., Ostapchuk E. I., Appel F., Kaufmann H.-J. *The Structure and Properties of Crystal Defects*. Proc. of Symp. Liblice, Czechoslovakia, 1983. P. 275—281.
- [14] Lubenets S. V., Ostapchuk E. I., Soifer L. M., Appel F., Kaufmann H.-J. // *Cryst. Res. Technol.* 1984. V. 19. N 3. P. 349—356.
- [15] Fleischer R. // *J. Appl. Phys.* 1962. V. 33. N 12. P. 3504—3508.
- [16] Fomenko L. S., Kaufmann H.-J., Lubenets S. V., Natsik V. D., Pustovalov V. V., Shumilin S. E. // *Phys. St. Sol. (a)*. 1987. V. 104. N 1. P. K7—K11.
- [17] Лубенец С. В., Остапчук Е. И., Ландау А. И. // *ФТТ*. 1980. Т. 22. № 9. С. 2726—2734.
- [18] Johnston W. G. // *J. Appl. Phys.* 1962. V. 33. N 6. P. 2050—2058.
- [19] Low J. R., Turkalo A. M. // *Acta Met.* 1962. V. 10. N 3. P. 215—227.
- [20] Gilman J. J., Johnston W. G. // *Sol. St. Physics*. 1962. V. 13. P. 147—222.
- [21] Bethge H. // *Phys. St. Sol.* 1962. V. 2. N 1. P. 3—27; N 7. P. 775—820.
- [22] Appel F., Messerschmidt U. // *Phys. St. Sol.* 1969. V. 35. N 2. P. 1003—1008.
- [23] Strunk H. // *Phys. St. Sol. (a)*. 1975. V. 28. N 1. P. 119—126.
- [24] Ikeno S., Furubayashi E. // *Phys. St. Sol. (a)*. 1975. V. 27. N 2. P. 581—590.
- [25] Набарро Ф. Р. Н., Базинский З. С., Холт Д. Б. *Пластичность чистых монокристаллов*. М., 1967. 214 с.
- [26] Смирнов Б. И. *Дислокационная структура и упрочнение кристаллов*. Л., 1981. 236 с.
- [27] Jackson P. J. // *Mater. Sci. Engng.* 1983. V. 57. P. 39—47.
- [28] Андреев Г. А., Смирнов Б. И., Кауфманн Х.-Й., Лубенец С. В. // *ФТТ*. 1986. Т. 28. № 6. С. 1862—1865.
- [29] Messerschmidt U. // *Phys. St. Sol.* 1968. V. 26. N 2. P. 701—708.
- [30] Kisel V. P. *On the microscopic mechanisms of temperature yield stress anomalies in crystals*. Proc. of the 9th ICIFUAS, Beijing 17—20 July 1989 / Ed. T. S. Ke. Pergamon Press, 1990. P. 163—166.
- [31] Кисель В. П. // *Тез. докл. V Всес. семинара «Структура дислокаций и механические свойства металлов и сплавов»*. Свердловск, 1990. С. 52—53.