

Локализация пластической деформации в кристаллах фтористого кальция при повышенных температурах

© Н.П. Скворцова, Е.А. Кривандина, Д.Н. Каримов

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук,
119333 Москва, Россия

E-mail: skvor@ns.crys.ras.ru

(Поступила в Редакцию 21 июня 2007 г.)

Экспериментально изучалось распределение деформации в кристаллах CaF_2 после испытания их на сжатие вдоль $[110]$ и $[112]$ с постоянной скоростью деформации в интервале температур $T = 373\text{--}1253$ К. Установлено, что при $T > 845$ К в деформированных образцах наблюдается сильная локализация пластической деформации в узких зонах, где сдвиговая деформация достигает сотен процентов. Определены физические условия деформации, при которых происходит потеря устойчивости пластического течения и связанная с ней локализация деформации. Получена температурная зависимость критических напряжений перехода к локализованному течению. Предложен сценарий зарождения и развития больших локализованных сдвигов при высокотемпературном деформировании монокристаллов.

PACS: 46.32.+x, 62.20.Fe, 83.50.-v

1. Введение

Одной из актуальных задач современного материаловедения является высокотемпературная нестабильность и локализация пластической деформации монокристаллов. Это явление заключается в деформационном расщеплении кристаллов при температурах выше $0.5T_m$ (T_m — температура плавления) на локальные зоны интенсивного сдвигообразования, названные нами [1] полосами локализованного сдвига (ПЛС), внутри практически недеформированной матрицы. Величина локальной сдвиговой деформации в ПЛС достигает $\sim 10^3\%$ в ионных [1–10] и $\sim 10^2\%$ в ионно-ковалентных кристаллах [11–13] при общей средней деформации образца менее 10%. Сдвиги указанных величин ориентированы вдоль наиболее активных систем скольжения в этих кристаллах. Это обстоятельство свидетельствует о том, что механизм локализованной деформации осуществляется путем активации процессов быстрого лавинообразного движения близкорасположенных дислокаций. Локализация деформации обнаружена также в сегнетоэлектрических [4,14] и интерметаллических [15] кристаллах. Однако природа этого явления остается в значительной степени неясной.

В настоящей работе изучалась высокотемпературная пластическая деформация щелочно-земельно-галогенидных кристаллов (ЩЗГК) фтористого кальция. Интерес к механическому поведению этих кристаллов обусловлен подобием кристаллической структуры кристаллов CaF_2 и UO_2 , который является ключевым материалом ядерной энергетики. Механические свойства кристаллов CaF_2 изучались при испытании на сжатие в работах [16–19]. В работах [17–19] подтверждены первичные системы скольжения $\{001\}\langle 110\rangle$, впервые выявленные Schmid и Boas [16]. В работе [17] исследована температурная зависимость предела упругости σ_y , соответствующего началу отклонения диа-

граммы $\sigma(\varepsilon)$ (напряжение σ –деформация ε) от линейности в кристаллах, ориентированных вдоль $[110]$ и $[111]$, а также влияние предварительного отжига на прочностные и пластические свойства. Показано, что величина σ_y экспоненциально уменьшается с ростом температуры. Авторами работы [18] изучено влияние примесей (Sm, Nd) на предел упругости кристаллов с ориентацией $[110]$ в интервале температур $T = 553\text{--}1393$ К. В кристаллах, специально ориентированных для скольжения по вторичной системе $\{110\}\langle 110\rangle$, при сжатии вдоль $[100]$ обнаружено волнистое скольжение („wavy“ slip) [19] с искривленными ступенями сдвига на гранях образца, параллельных (110) . Следы таких сдвигов возникали при температуре $T > 500$ К ($0.3T_m$, $T_m = 1691$ К) и наиболее заметны были при температурах $T \sim 670$ К ($0.4T_m$), т. е. с ростом температуры степень волнистого скольжения увеличивалась.

При изучении механических свойств кристаллов CaF_2 остался невыясненным ряд особенностей. Отсутствуют данные о распределении пластической сдвиговой деформации в кристаллах, деформированных вплоть до высоких температур. Не исследованы физические условия проявления высокотемпературной неустойчивости пластического течения в кристаллах флюорита. Нет количественных данных о взаимосвязи пластической нестабильности и всплесков деформирующих напряжений и скорости сдвиговой деформации. Отсутствуют данные о температурной зависимости напряжений перехода к локализованному течению в ЩЗГК. Настоящая работа посвящена исследованию локализации пластической деформации в кристаллах флюорита при повышенных температурах с целью получения ответов на некоторые из поставленных вопросов. К моменту выполнения настоящей работы данные о подобных исследованиях в кристаллах флюорита в литературе отсутствовали.

2. Методика эксперимента

В работе использовались монокристаллы CaF_2 , выращенные в Институте кристаллографии РАН методом Бриджмена во фторирующей атмосфере из реактивов особой чистоты производства Научно-исследовательского института химических реактивов и особо чистых химических веществ. В качестве контейнеров для роста использовались тигли, изготовленные из графита марки АРВ-ОСЧ. Содержание примесей переходных металлов (по данным масс-спектрометрического анализа) не превышало 10^{-3} at.%. Спектр поглощения полученных кристаллов в вакуумной ультрафиолетовой области приведен на рис. 1. Селективные полосы, связанные с примесью кислорода, в спектре не наблюдаются. Из полученных монокристаллов вырезались образцы размером $\sim 3 \times 3 \times 6$ мм двух кристаллографических ориентаций для испытаний на сжатие. Боковые стороны образцов, ориентированных вдоль $[110]$, параллельны плоскостям $\{111\}$ и наклонены под углом $70^\circ 32'$ друг к другу. Боковые стороны образцов, ориентированные вдоль $[112]$, попарно параллельны плоскостям $\{110\}$ и $\{111\}$. Исходная плотность дислокаций, выявляемых на плоскостях скола $\{111\}$, составляла 10^8 м^{-2} . Механические испытания образцов проводились на машине „Инстрон 1102“ в интервале температур $T = 373\text{--}1253 \text{ К}$ ($0.22\text{--}0.74$) T_m на воздухе в специальном реверсе с рубиновыми пуансонами. Скорость деформации составляла 10^{-4} с^{-1} . Методика проведения высокотемпературных испытаний подробно

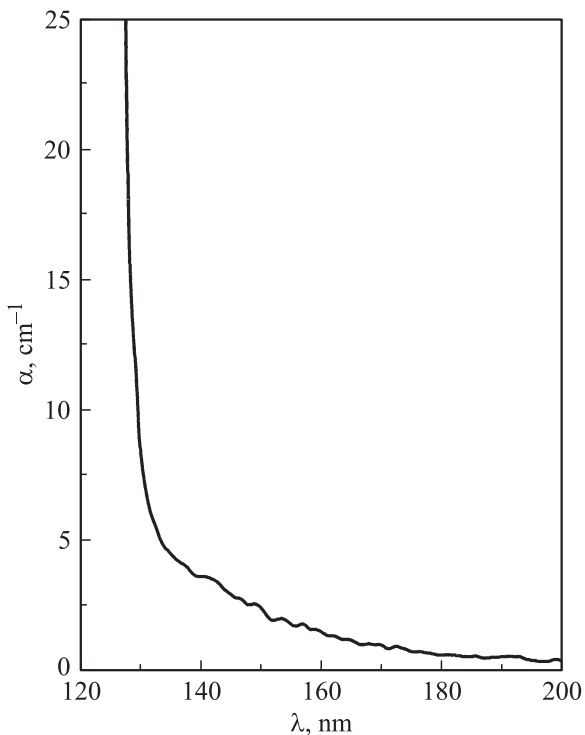


Рис. 1. Спектр поглощения монокристаллов фтористого кальция.

описана в работах [9,11]. Величина предела упругости σ_y определялась, как отмечалось выше, по началу отклонения кривой деформации $\sigma(\epsilon)$ от линейности. Согласно [20], за характеристику прочности σ_f принималось сопротивление разрушению (максимальное деформирующее напряжение, вызывающее разрушение образца). Для данных условий нагружения величина коэффициента деформационного упрочнения определялась как $\theta = \partial\sigma/\partial\epsilon$. Параметры скачкообразной деформации определялись на стадии установившегося течения по диаграммам деформации. Средняя глубина скачков $\Delta\sigma$ нормировалась на величину приложенного напряжения σ . Ошибки измерений прикладываемой к образцу нагрузки и уменьшения продольного размера (высоты) образца были не более 0.3 и 1% соответственно.

Поверхностный деформационный рельеф деформированных образцов исследовался методами оптической и интерференционной микроскопии. ПЛС идентифицировали по ступеням скольжения на боковых гранях образца в наклонном освещении на микроскопе „Neophot“.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Микроскопические исследования поверхности деформированных образцов показали, что деформация в них после нагружения при повышенных температурах $T > 0.5T_m$ распределена неоднородно, а именно: наблюдается сильная локализация сдвиговой деформации в узких зонах шириной примерно несколько микрометров. Рис. 2 демонстрирует характер деформационного рельефа кристаллов с ориентацией $[110]$ и $[112]$. С самых малых степеней деформации происходят явные изменения поверхности деформированных образцов. Локальные сдвиги (микроступени) проходят через весь объем образца и ориентированы вдоль систем активного скольжения $\{001\}\langle 110\rangle$ (рис. 2, *a, c*). Следы указанных сдвигов проявляются в виде небольших ступенек (складок), ширина которых соответствует ширине ПЛС, на боковых сторонах, параллельных вектору Бюргерса подвижных дислокаций (рис. 2, *b, d*). На гранях, содержащих выходы винтовых дислокаций, макроскопические ступени, соответствующие этим сдвигам, имеют волнистую, разветвляющуюся и расщепляющуюся форму. При сжатии вдоль $[110]$ действуют четыре перичные системы с одинаковым ориентационным множителем Шмида 0.354 [19] (в каждой плоскости скольжения действуют две системы с двумя разными векторами Бюргерса). При сжатии вдоль $[112]$ действуют три первичные системы с множителем 0.47 (одна система) и 0.354 (две системы) [19] (на рис. 2, *c* указана только главная система скольжения $(001)[110]$, чтобы не загромождать рисунок). Обычно наблюдается одна система ПЛС или две непересекающиеся ортогональные, сдвиги по которым происходят в разных частях образца независимо друг

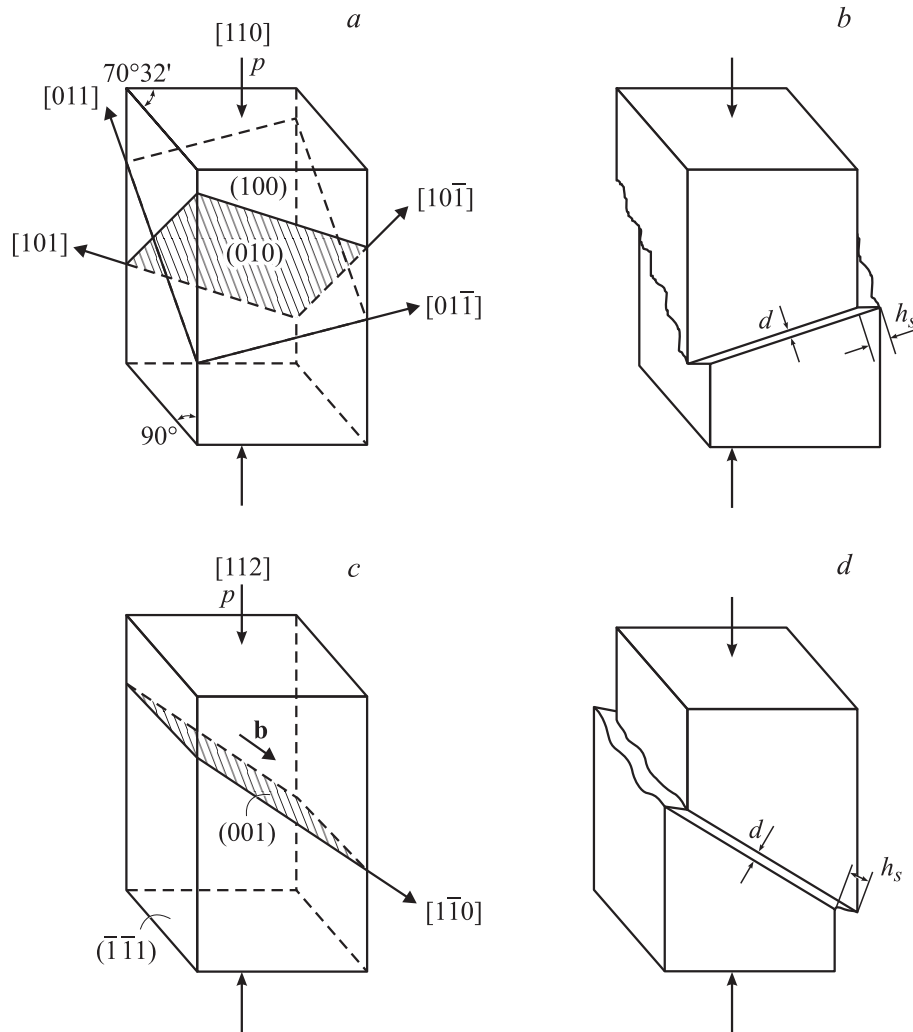


Рис. 2. Кристаллография скольжения по системе $\{001\}\{110\}$ (a, c) и схематическое изображение локализованного сдвига в кристаллах CaF_2 , ориентированных вдоль $[110]$ (b) и $[112]$ (d). **b** — вектор Бюргерса.

от друга. Иногда деформация локализуется в пересекающихся ортогональных системах скольжения. Увеличение деформации приводит к появлению новых микросдвигов и развитию сдвигов, уже имеющих в образце, которые не замораживаются, а продолжают „работать“. Величина локальной сдвиговой деформации в ПЛС вычислялась по формуле $\varepsilon_{\text{loc}} = h_s/d$, где h_s — высота ступеньки вдоль направления сдвига на поверхности кристалла, d — ширина микрополосы. Поскольку ширина микрополос обычно составляет несколько микрометров, величина сдвиговой деформации в ПЛС ε_{loc} достигает 300% при средней степени деформации образца $(\varepsilon) = 10\%$.

На рис. 3 приведены типичные диаграммы сжатия монокристаллов CaF_2 , деформированных со скоростью деформации 10^{-4} s^{-1} в интервале температур от 373 до 1253 К. Кривые деформации $\sigma(\varepsilon)$ кристаллов, ориентированных вдоль $[110]$ и $[112]$, совпадают. С ростом температуры от 373 до 573 К протяженность области пластической деформации увеличивается примерно на порядок с одновременным уменьшением напряжения

течения. В данном температурном интервале образцы хрупко разрушаются с образованием большого числа микротрещин по плоскостям спайности $\{111\}$ (рис. 3, кривые 1–3). Величина предела прочности σ_f уменьшается примерно от ~ 55 до 31 МПа. Значение коэффициента деформационного упрочнения θ при температуре $T = 673 \text{ К}$ составляет $\sim 75 \text{ МПа}$ (рис. 3, кривая 4). При $T > 673 \text{ К}$ ($0.4T_m$) происходит неравновесный фазовый переход к новому упорядоченному во времени и пространстве динамическому состоянию — локализованному пластическому течению в ПЛС. Этот переход сопровождается изменением характера разрушения деформированных образцов от хрупкого к вязкому, резким увеличением предельной пластической деформации до разрушения, огрублением полос скольжения и „драматическим“ разупрочнением материала.

Образование локальных сдвигов происходит на стадии установившегося течения, где коэффициент упрочнения θ приближается к нулю (рис. 3, кривая 5). На деформационной кривой появляется небольшой „зуб“

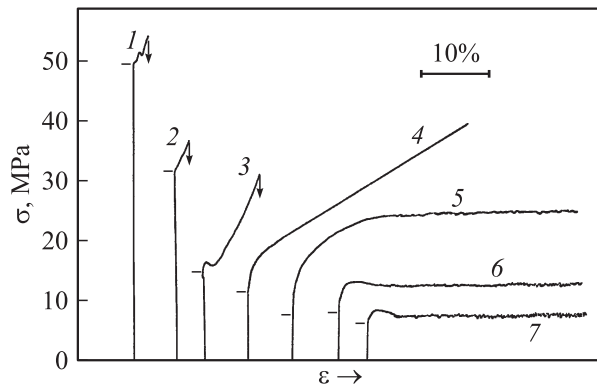


Рис. 3. Диаграммы сжатия монокристаллов CaF_2 при различных температурах. T, K : 1 — 373, 2 — 473, 3 — 573, 4 — 673, 5 — 873, 6 — 1073, 7 — 1253. σ — приложенные напряжения. Показан масштаб общей средней деформации ϵ . Горизонтальными линиями возле кривых показаны значения предела упругости σ_y , соответствующие началу отклонения диаграммы $\sigma(\epsilon)$ от линейности.

текучести, величина которого составляет $\sim 13\%$ от значения предела текучести при $T > 1073 \text{ K}$ ($0.63T_m$) (рис. 3, кривые 6, 7). Появление высокотемпературного зуба текучести связано с локальной потерей пластической устойчивости и размножением дислокаций, а также с переходом к процессам, развивающимся с большими скоростями [11,21]. Неустойчивость пластического течения также проявляется в образовании периодических всплесков деформирующего напряжения на кривых деформации (рис. 3, 4). На начальных участках кривых $\sigma(\epsilon)$ средние значения относительных амплитуд $\langle \Delta\sigma/\sigma \rangle$ скачков, соответствующих локальным сдвигам в ПЛС, изменяются в пределах от десятых долей процента до \sim нескольких процентов в интервале температур $T = 873\text{--}1253 \text{ K}$ ($0.52\text{--}0.74T_m$) (рис. 4, a–c). С ростом деформации амплитуда скачков растет, и при температуре $T = 1253 \text{ K}$ и деформации $\epsilon > 30\%$ величина $\langle \Delta\sigma/\sigma \rangle$ достигает $\sim 10\%$ (рис. 4, d). Обнаружена корреляция между колебаниями напряжений на кривых деформации и числом микрополос локализации.

На рис. 5 показана температурная зависимость напряжения σ_y (предела упругости, отмеченного на рис. 3 горизонтальными линиями возле кривых течения). Условно можно выделить три области: резкое экспоненциальное уменьшение σ_y при $T < 773 \text{ K}$ ($0.46T_m$), постоянство значения σ_y (атермическая область) в интервале температур $T \cong 773\text{--}1073 \text{ K}$ ($0.46\text{--}0.64T_m$) или даже некоторое (до $\sim 20\%$) возрастание и вновь уменьшение напряжения при $T > 0.64T_m$. Появление плато на температурной зависимости предела упругости совпадает с началом образования зон интенсивного сдвигообразования в деформированных образцах.

Температурная зависимость критических напряжений перехода к локализованному течению $\sigma_{tr}(T)$ в кристаллах флюорита представлена на рис. 5 (кривая 2). С ро-

стом температуры величина σ_{tr} монотонно уменьшалась от ~ 22 до 7.5 МПа . Для сравнения на рисунке представлена также зависимость $\sigma_{tr}(T)$ в кристаллах BaF_2 (кривая 3), построенная по результатам работы [11]. В этих

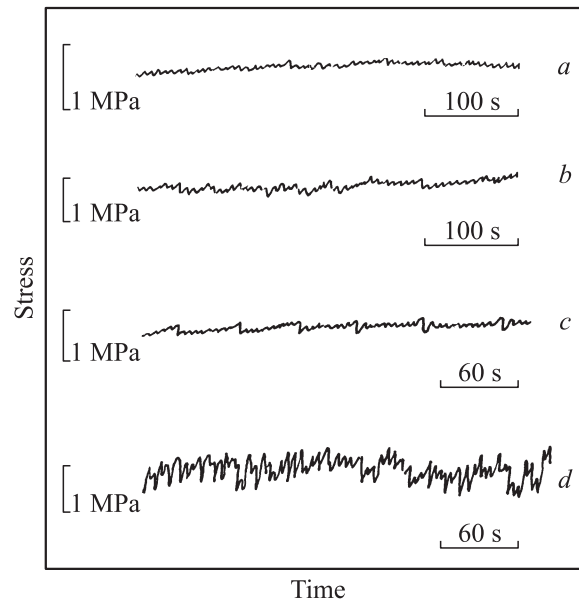


Рис. 4. Примеры записи деформационных кривых на стадии установившейся скачкообразной деформации в начале кривых $\sigma(\epsilon)$ при температурах 873 (a), 1073 (b), 1253 К (c) и на поздней стадии деформации ($\epsilon > 30\%$) при температуре 1253 К (d).

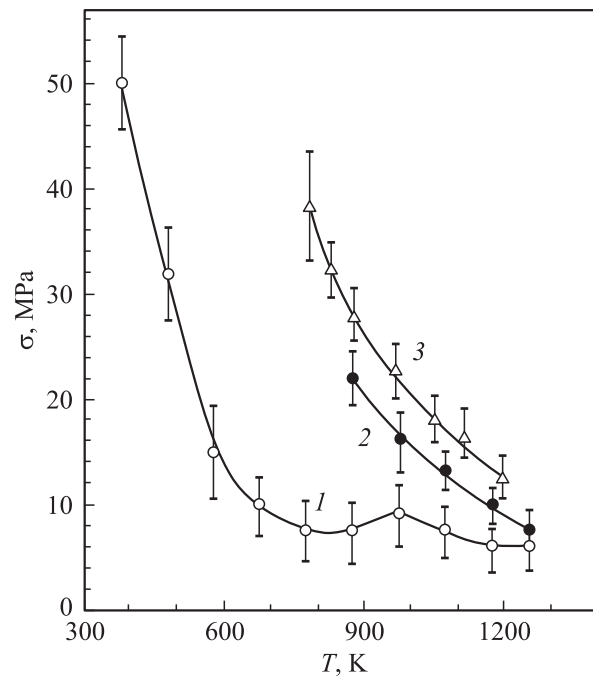


Рис. 5. Зависимости предела упругости σ_y (1) и критических напряжений перехода к локализованному течению σ_{tr} (2) от температуры испытания кристаллов CaF_2 . 3 — зависимость $\sigma_{tr}(T)$ для BaF_2 (по данным работы [11]).

опытах наблюдалось примерно трехкратное уменьшение значений σ_{cr} от ~ 38.5 до 12.5 МПа в интервале температур $T = 773-1193$ К ($0.5-0.77T_m$).

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о том, что в ЩЗГК CaF_2 при высокотемпературном деформировании наблюдается локализация пластической деформации в узких микрополосах, величина сдвига в которых достигает сотен процентов. На протяжении всей деформации в зоне локализованного течения сохраняются свойства скольжения по вполне определенным для данной флюоритовой структуры плоскостям. Ансамбль микросдвигов образуется путем коррелированного лавинообразного движения дислокаций, движущихся самосогласованно во времени и пространстве. В результате образуется система стационарных пространственно-упорядоченных локальных сдвигов с характерным масштабом периодичности для данных условий деформации. Различные явления, сопровождающие высокотемпературную локализацию деформации, такие как деформационное расслоение и разупрочнение материала, потеря пластической устойчивости и прерывистая текучесть, резкое возрастание предельной пластичности и микроразрушение в зонах интенсивного течения ПЛС, переход от хрупкого разрушения к вязкому и огрубление полос скольжения, являются отражением нелинейного поведения деформируемого материала в результате кооперативного взаимодействия различных дефектов кристаллической решетки. Образование больших кристаллографических сдвигов в деформированных кристаллах представляет собой пример динамической диссипативной системы сильно взаимодействующих дислокаций, в эволюции которой проявляются эффекты пространственной и временной самоорганизации [22].

Принимая во внимание результаты, полученные в настоящей работе и [6-9,11-13], можно полагать, что зарождение и развитие гигантских кристаллографических сдвигов происходит по следующему сценарию: 1) движение дислокаций; 2) быстрый автокаталитический процесс размножения дислокаций и образования неравновесных точечных дефектов (вакансий); 3) коррелированное движение больших групп дислокаций, самоорганизация ансамбля микросдвигов; 4) драматическое разупрочнение, нестабильность θ -типа; 5) деформационное расслоение, образование укрупненных „грубых“ полос скольжения; 6) вязкое разрушение.

В дальнейшем наряду с более детальным исследованием указанных процессов было бы весьма полезно независимо развить численное моделирование процессов высокотемпературной локализации пластической деформации.

Исследования больших сдвиговых деформаций важны как для создания теории деформационного разупрочнения (которая в настоящее время отсутствует), так и для современной техники в связи с ростом эксплуатационных температур и задачами развития технологий высокотемпературной обработки кристаллов.

Авторы выражают глубокую благодарность В.И. Альшицу за идею проведения исследований локализации деформации в кристаллах флюорита и полезное обсуждение результатов работы.

Список литературы

- [1] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова, П.П. Перстнев, В.Р. Регель. ФТТ **26**, 1074 (1984).
- [2] Б.И. Смирнов, Р.С. Чуднова, В.В. Шпейзман. Тез. докл. III Всесоюз. семинара по структуре дислокаций и механическим свойствам металлов и сплавов. Ин-т физики металлов Урал. науч. центра АН СССР, Свердловск (1984). С. 39.
- [3] Б.И. Смирнов, Р.С. Чуднова, В.В. Шпейзман. ФТТ **34**, 1759 (1992).
- [4] В.И. Smirnov. Mater. Sci. Eng. A **233**, 56 (1997).
- [5] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова. Латв. ЖФТН **4**, 34 (1991).
- [6] Н.П. Скворцова. ФТТ **37**, 3347 (1995).
- [7] N.P. Skvortsova. Cryst. Res. Technol. **31**, 373 (1996).
- [8] Н.П. Скворцова. Материаловедение **4**, 10 (1999).
- [9] Н.П. Скворцова. Кристаллография **47**, 697 (2002).
- [10] Е.Б. Борисенко, А.Г. Мелентьев. ФТТ **47**, 1232 (2005).
- [11] Н.П. Скворцова. ФТТ **48**, 70 (2006).
- [12] Н.П. Скворцова, Е.А. Кривандина, Д.Н. Каримов. Тез. докл. III Междунар. конф. по физике кристаллов „Кристаллофизика XXI века“. МИСиС, М. (2006). С. 197.
- [13] Н.П. Скворцова, Е.А. Кривандина, Д.Н. Каримов. В сб.: XVII Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные 90-летию со дня рождения проф. А.Н. Орлова. СПб. (2007). Ч. II. С. 147.
- [14] Б.И. Смирнов, В.И. Николаев. ФТТ **35**, 1840 (1993).
- [15] В.А. Старенченко, Ю.В. Соловьева, С.В. Старенченко, Т.А. Ковалевская. Термическое и деформационное упрочнение сплавов со сверхструктурой $L1_2$. Изд-во НТЛ, Томск, (2006). 292 с.
- [16] E. Schmid, W. Boas. Kristallplastizität, mit besonderer Berücksichtigung der Metalle. Springer, Berlin (1935). 373 p.
- [17] W.L. Phillips. J. Am. Ceram. Soc. **44**, 35 (1961).
- [18] А.А. Урусовская, В.Г. Говорков. Кристаллография **10**, 525 (1965).
- [19] A.G. Evans, C. Roy, P.L. Pratt. Proc. Brit. Cer. Soc. **6**, 173 (1966).
- [20] В.А. Степанов, Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман. Прочность и релаксационные явления в твердых телах. Наука, Л. (1984). 245 с.
- [21] N.P. Skvortsova, G.V. Berezhkova. Cryst. Res. Technol. **21**, 939 (1986).
- [22] Г.А. Малыгин. УФН **169**, 979 (1999).