

# 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  $\text{CaF}_2$  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  $\text{CaF}_2$  и  $\text{UO}_2$ , который является ключевым материалом ядерной энергетики. Механические свойства кристаллов  $\text{CaF}_2$  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  $\sigma_y$ , соответствующего началу отклонения диа-

граммы  $\sigma(\varepsilon)$  (напряжение  $\sigma$ –деформация  $\varepsilon$ ) от линейности в кристаллах, ориентированных вдоль  $[110]$  и  $[111]$ , а также влияние предварительного отжига на прочностные и пластические свойства. Показано, что величина  $\sigma_y$  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  $\text{CaF}_2$  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  $\text{CaF}_2$ , 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  $\sim 3 \times 3 \times 6$  mm 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  $10^8 \text{ m}^{-2}$ . Механические испытания образцов проводились на машине „Инстрон 1102“ в интервале температур  $T = 373\text{--}1253 \text{ K}$  ( $0.22\text{--}0.74$ ) $T_m$  на воздухе в специальном реверсе с рубиновыми пуансонами. Скорость деформации составляла  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Методика проведения высокотемпературных испытаний подробно

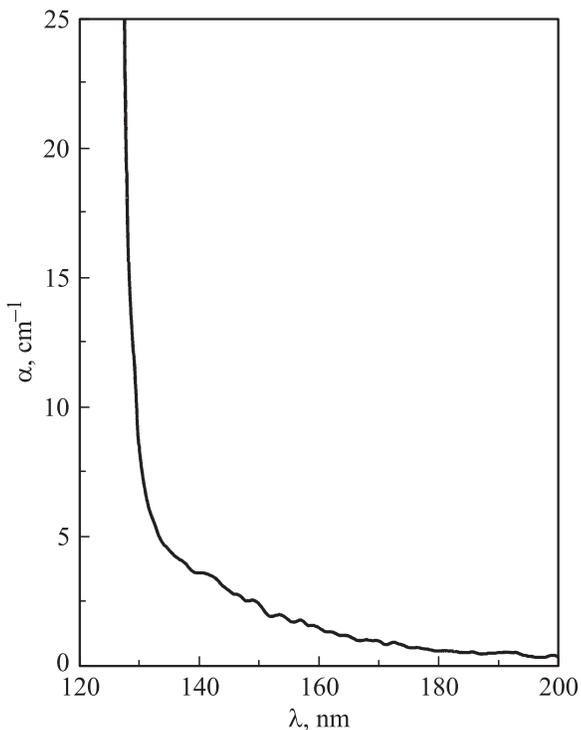


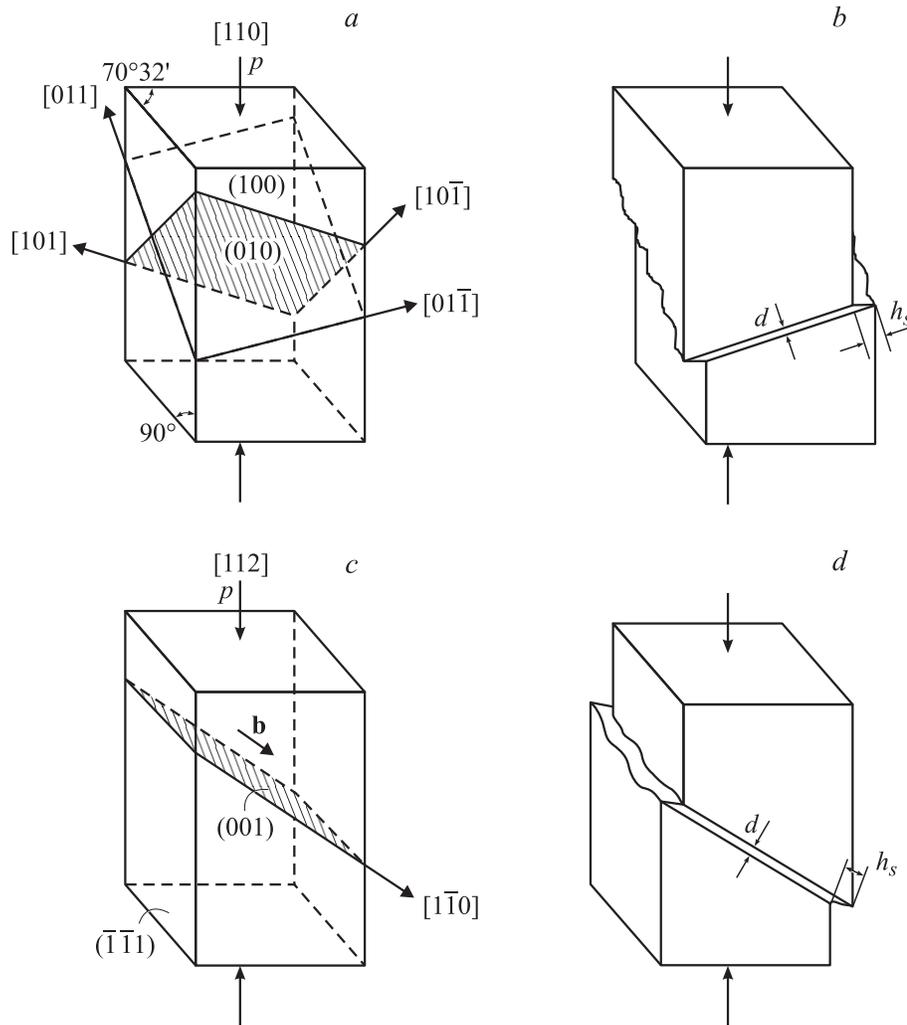
Рис. 1. Спектр поглощения монокристаллов фтористого кальция.

описана в работах [9,11]. Величина предела упругости  $\sigma_y$  определялась, как отмечалось выше, по началу отклонения кривой деформации  $\sigma(\epsilon)$  от линейности. Согласно [20], за характеристику прочности  $\sigma_f$  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  $\sigma$ . 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



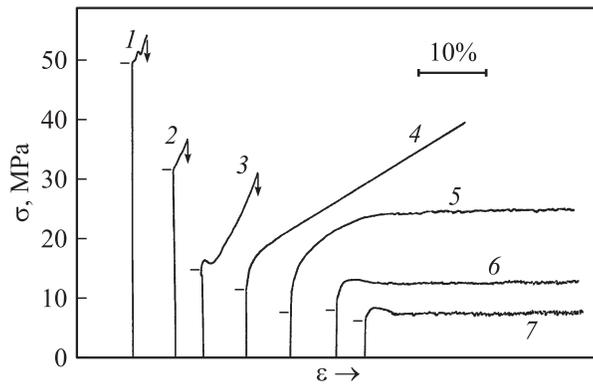
**Рис. 2.** Кристаллография скольжения по системе  $\{001\}\{110\}$  (*a, c*) и схематическое изображение локализованного сдвига в кристаллах  $\text{CaF}_2$ , ориентированных вдоль  $[110]$  (*b*) и  $[112]$  (*d*). **b** — вектор Бюргерса.

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  $\varepsilon_{\text{loc}}$  достигает 300% при средней степени деформации образца  $(\varepsilon) = 10\%$ .

На рис. 3 приведены типичные диаграммы сжатия монокристаллов  $\text{CaF}_2$ , деформированных со скоростью деформации  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  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  $\sigma_f$  уменьшается примерно от  $\sim 55$  до 31 МПа. Значение коэффициента деформационного упрочнения  $\theta$  при температуре  $T = 673 \text{ K}$  составляет  $\sim 75 \text{ MPa}$  (рис. 3, кривая 4). При  $T > 673 \text{ K}$  ( $0.4T_m$ ) 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  $\theta$  приближается к нулю (рис. 3, кривая 5). На деформационной кривой появляется небольшой „зуб“



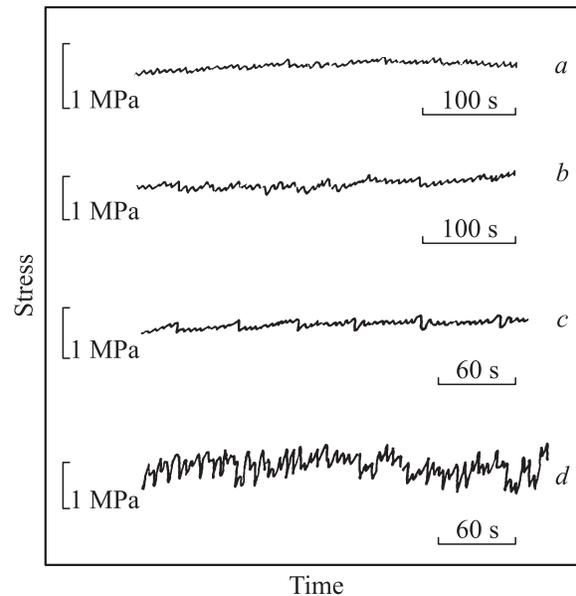
**Рис. 3.** Диаграммы сжатия монокристаллов  $\text{CaF}_2$  при различных температурах.  $T, \text{K}$ : 1 — 373, 2 — 473, 3 — 573, 4 — 673, 5 — 873, 6 — 1073, 7 — 1253.  $\sigma$  — приложенные напряжения. Показан масштаб общей средней деформации  $\epsilon$ . Горизонтальными линиями возле кривых показаны значения предела упругости  $\sigma_y$ , 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.

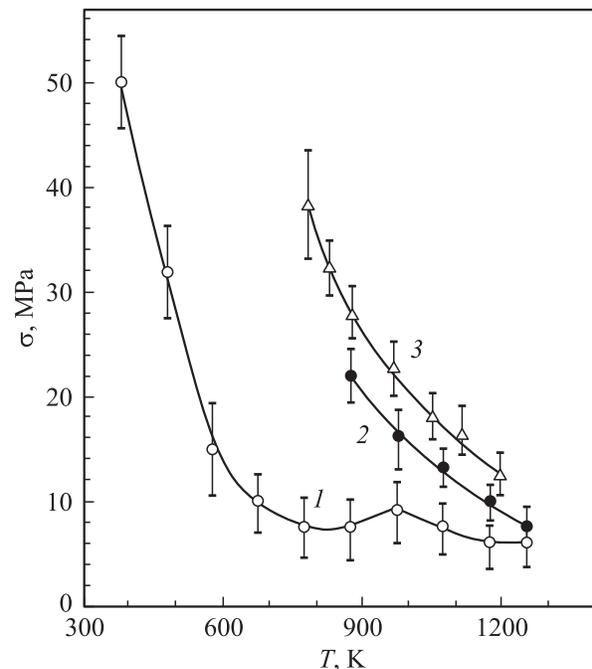
На рис. 5 показана температурная зависимость напряжения  $\sigma_y$  (предела упругости, отмеченного на рис. 3 горизонтальными линиями возле кривых течения). Условно можно выделить три области: резкое экспоненциальное уменьшение  $\sigma_y$  при  $T < 773 \text{ K}$  ( $0.46T_m$ ), постоянство значения  $\sigma_y$  (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  $\sigma_{tr}$  монотонно уменьшалась от  $\sim 22$  до  $7.5 \text{ МПа}$ . Для сравнения на рисунке представлена также зависимость  $\sigma_{tr}(T)$  в кристаллах  $\text{BaF}_2$  (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  $\sigma_y$  (1) и критических напряжений перехода к локализованному течению  $\sigma_{tr}$  (2) от температуры испытания кристаллов  $\text{CaF}_2$ . 3 — зависимость  $\sigma_{tr}(T)$  для  $\text{BaF}_2$  (по данным работы [11]).

опытах наблюдалось примерно трехкратное уменьшение значений  $\sigma_{cr}$  от  $\sim 38.5$  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  $\text{CaF}_2$  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  $\theta$ -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. Kristallplastizitat, mit besonderer Beruck-sichtigung 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).