

УДК 537.534

## ДИСЛОКАЦИОННАЯ СТРУКТУРА И ПРОЧНОСТЬ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ КРИСТАЛЛОВ LiF, ДЕФОРМИРОВАННЫХ В СРЕДЕ ТЯЖЕЛОЙ ВОДЫ

О. В. Клявин, Г. И. Швец

Обнаружено влияние среды  $D_2O$  и  $H_2O$  на плотность дислокаций в поверхностном слое кристаллов LiF при их деформации в указанных средах в сравнении со средой вакуума, где это влияние отсутствует. Характер изменения величин плотностей дислокаций оказался различным для краевых и винтовых полос скольжения и зависит от типа среды. Установлено качественное соответствие между изменением микротвердости, плотности дислокаций и концентрации молекул  $D_2O$  в поверхностном слое кристаллов. Полученные данные объясняются на основе явления дислокационно-динамической диффузии примесей в деформируемый кристалл из внешней среды.

Настоящая работа является продолжением [1], где изучалась физическая природа явления дислокационно-динамической диффузии (ДДД) на примере кристаллов LiF, деформированных при 300 К сжатием в среде  $D_2O$ . В указанной работе было обнаружено с помощью метода вторичной ионной масс-спектрометрии на образцах, деформированных сжатием по одной системе плоскостей, что молекулы  $D_2O$  проникают в поверхностный слой кристаллов LiF на различную глубину (1.5—7.5 мкм) в зависимости от степени их деформации и типа дислокаций, взаимодействующих со средой  $D_2O$ . При этом концентрация молекул  $D_2O$  и глубина их проникновения были существенно выше в слое, где располагаются краевые, а не винтовые полосы скольжения. Этот факт указывает на важную роль типа движущихся дислокаций в механизме поглощения и переноса ими молекул  $D_2O$ , который определяется структурой их ядер.

Цель работы — измерение плотностей дислокаций и микротвердости поверхностного слоя кристаллов LiF, деформированных в среде  $D_2O$  и для сравнения в обычной воде, на воздухе и в вакууме  $10^{-8}$  Па. Из хорошо отожженных кристаллов LiF ( $Mg^{2+} \sim 5 \cdot 10^{-4}$  вес.%) по плоскостям спайности выкалывались образцы размером  $8 \times 8 \times 24$  мм. Затем они облучались рентгеновскими лучами для реализации в них одиночного скольжения по методу Смирнова [2]. При этом сохранялась необлученная зона шириной 5 мм, ориентированная под углом  $45^\circ$  к оси сжатия образца и параллельная одной из плоскостей легкого скольжения типа (110).

После деформации таких образцов до уровня предела текучести ( $\epsilon = 2\%$ ) на соответствующих гранях по всей ширине необлученной зоны образуются краевые и винтовые полосы скольжения. Плотность дислокационных ямок травления в указанных полосах измерялась в оптическом микроскопе как на наружной поверхности, так и в поверхностном слое образцов на глубине ( $h$ ) до 100 мкм. Это достигалось путем их химической полировки в растворе [3].

Фотографирование участка полосы скольжения проводилось для одного и того же места, которое фиксировалось с точностью до нескольких микрометров. Эта методика позволяет измерять плотность дислокационных ямок

травления не по средним ее значениям, а в одном и том же месте полосы скольжения с точностью 5 %. Поверхностная прочность кристаллов измерялась на воздухе методом микротвердости на приборе ПМТ-3 при нагрузках на индентор 2—100 г.

**Экспериментальные результаты.** Рассмотрим полученные данные для каждой из исследованных сред.

**Среда  $H_2O$ .** Было обнаружено локальное изменение плотностей дислокационных ямок травления в краевых ( $N_k$ ) и винтовых ( $N_v$ ) полосах скольжения в поверхностном слое кристаллов LiF, деформированных до уровня площадки текучести. Зависимости  $N_k(h)$  и  $N_v(h)$  для различных сред приведены на рис. 1. Как видно, в вакууме эти зависимости отсутствуют, а для среды воздуха и  $H_2O$  они качественно подобны друг другу. Однако имеются заметные количественные различия в характере кривых. Они заключаются в следующем: плотности дислокаций в винтовых полосах

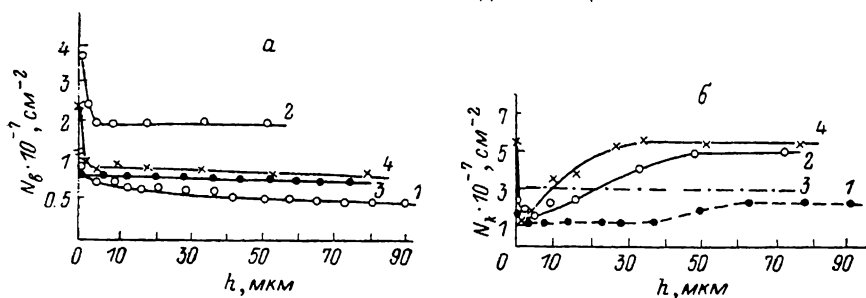


Рис. 1. Изменение плотностей дислокационных ямок травления в винтовых (а) и краевых (б) полосах скольжения по толщине ( $h$ ) поверхностного слоя кристаллов LiF, деформированных на 2 % по одной системе плоскостей в различных средах.

1 —  $H_2O$ , 2 — воздух, 3 — вакуум, 4 —  $D_2O$ .

скольжения для образцов, деформированных в воде, перестают меняться и выходят на постоянное значение на расстоянии, на порядок большем (60 мкм) от наружной поверхности кристалла по сравнению с воздушной средой (5 мкм, ср. кривые 1, 2 на рис. 1, а). Для краевых полос скольжения наблюдается аналогичный эффект увеличения толщины поверхностного слоя, с которого кривые  $N_k(h)$  выходят на постоянный уровень, но это повышение не столь велико: в воде указанный слой достигает толщины 65 мкм по сравнению с 50 мкм на воздухе (ср. кривые 1, 2 на рис. 1, б).

Таким образом, при деформации кристаллов LiF в среде  $H_2O$  обнаружено локальное изменение величин  $N_k$  и  $N_v$  в более толстом поверхностном слое в сравнении с воздушной средой.

**Среда  $D_2O$ .** Из полученных кривых (рис. 1, кривые 4) следует, что характер зависимостей  $N_k(h)$  и  $N_v(h)$  качественно не изменился по сравнению со средой  $H_2O$  и воздуха, но количественные изменения указанных кривых имеют характер, противоположный тому, который наблюдался в обычной воде в сравнении с воздухом. Действительно, произошло не увеличение протяженности зависимостей  $N_k(h)$  и  $N_v(h)$ , а наоборот, их сжатие по оси абсцисс.

При этом существенно возросла локализация процесса размножения дислокаций вблизи поверхности кристалла. Это выражается в том, что наблюдается значительное повышение (до 5 раз) величин  $N_k$  и  $N_v$  вблизи наружной поверхности кристалла, которое происходит на очень малом расстоянии порядка 2—3 мкм. Далее кривые  $N_k(h)$  выходят на постоянный уровень на расстоянии примерно в два раза, а  $N_v(h)$  в десять раз меньшем, чем для образцов, деформированных в среде  $H_2O$  (ср. кривые 1, 4 на рис. 1).

Важно отметить, что в объеме кристалла, деформированного в среде  $D_2O$ , значения  $N_k$  остаются постоянными и совпадают с величинами, измеренными на его наружной поверхности. Для среды воздуха и  $H_2O$  величины  $N_k$  на наружной поверхности образцов были в два раза ниже, чем в их объеме, где  $N_k = \text{const}$  (ср. кривые 1, 2, 4 на рис. 1, б).

Как следует из рис. 1, а, б, в среде  $H_2O$  изменение плотностей дислокаций в краевых и винтовых полосах скольжения обнаруживается в значительно более толстом слое, чем в среде  $D_2O$ . Действие среды воздуха на зависимости  $N_k(h)$  и  $N_v(h)$  является промежуточным между средами  $D_2O$  и  $H_2O$ . Однако наиболее сильное изменение процесса размножения дислокаций (изменение величин  $N_k$  и  $N_v$ ) наблюдается в поверхностном слое кристаллов, деформированных в среде  $D_2O$ , затем на воздухе и самая слабая его локализация — в обычной воде.

Постоянство величин  $N_k$  и  $N_v$  по всему объему кристаллов LiF, деформированных в вакууме (кривые 3 на рис. 1, а, б), указывает на тот факт, что локальное изменение плотностей дислокаций вблизи их наружной поверхности обусловлено действием соответствующих сред, в которых они деформировались. Это изменение, как показано в [1] на примере среды  $D_2O$ ,

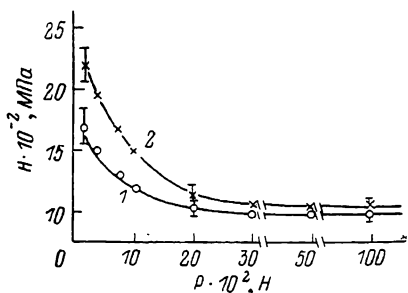


Рис. 2. Зависимости микротвердости от нагрузки для кристалла LiF, деформированного в среде  $D_2O$  на 3,6 %, на его внутренней поверхности скола. 1 — краевые, 2 — винтовые полосы скольжения.

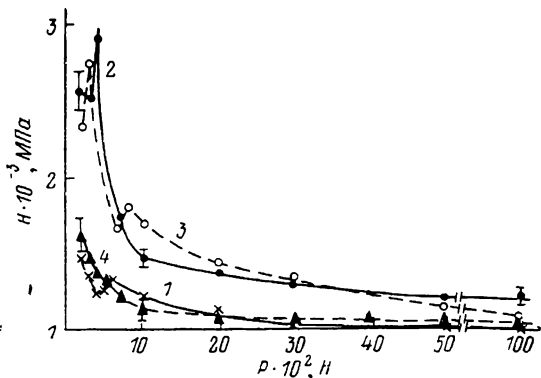


Рис. 3. Зависимости микротвердости от нагрузки для кристалла LiF, деформированного на 7 % в среде  $D_2O$ , на его внешней поверхности в краевой (1, 2) и винтовой (3) полосах скольжения, 4 — недеформированный кристалл, 1, 3 — выдержка на воздухе 24 часа, 2 — выдержка 30 суток.

обусловлено переносом молекул  $D_2O$  из внешней среды в поверхностный слой кристаллов LiF в процессе их деформации по механизму ДДД.

Несовпадение кривых  $N_k(h)$  и  $N_v(h)$  для среды  $D_2O$  и  $H_2O$ , вероятно, обусловлено различием в поглощении молекул  $D_2O$  и  $H_2O$  движущимися дислокациями ввиду неодинаковой химической активности указанных сред. Более точный ответ на этот вопрос может быть получен путем моделирования на ЭВМ процесса взаимодействия ядер движущихся дислокаций в кристаллах LiF с молекулами  $D_2O$  и  $H_2O$  и их составляющими.

Поверхностная прочность кристаллов. Естественно ожидать, что описанное выше локальное изменение плотностей дислокаций в поверхностном слое кристаллов LiF, деформированных в различных средах, должно оказывать влияние на прочность этого слоя. Количественной мерой поверхностной прочности материала может служить его микротвердость [4]. Этот простой метод позволяет провести сравнительную оценку прочностных свойств поверхностного слоя и объема материала по виду зависимости величин микротвердости  $H$  от нагрузки  $P$  на индентор или от глубины его вдавливания. Вначале была измерена микротвердость деформированных в среде  $D_2O$  кристаллов ( $\epsilon = 3.6\%$ ) на внутренней поверхности их скола после раскола на воздухе образцов пополам по их длине отдельно для краевой и винтовой полос скольжения (рис. 2, кривые 1, 2), которые занимали всю ширину необлученной части кристаллов на соответствующих их гранях.

Как видно, кривая  $H(P)$  для краевой полосы скольжения расположена ниже кривой, полученной для винтовой, вплоть до  $P = 20$  г, а при больших

нагрузках величины  $H$  характеризуют уже прочность самого объема образца и поэтому перестают меняться.

Более высокая микротвердость винтовой полосы скольжения по сравнению с краевой может быть связана с различием во взаимодействии дислокаций, возникающих в розетке укола, с краевыми и винтовыми полосами скольжения, в которые внедряется индентор, особенно если учесть тот факт, что в розетке укола работают системы скольжения типа  $\{110\}$ ,  $\{111\}$  и  $\{100\}$  [5]. Следует также помнить, что краевая полоса скольжения, в которой образуется розетка укола, состоит в основном из краевых диполей [2]. Последние под действием высоких локальных напряжений, возникающих под индентором в розетке укола, могут разрушаться и таким образом облегчать внедрение индентора в полосу скольжения, так как для разрушения диполей и превращения их в скользящие дислокации нужны гораздо меньшие напряжения, чем для зарождения новых дислокаций, обеспечивающих формирование дислокационной зоны розетки укола.

Микротвердость кристаллов LiF, деформированных в  $D_2O$  на 7 % (участок линейного упрочнения), была измерена на их внешней поверхности для краевой полосы скольжения после выдержки образцов на воздухе в течение 24 часов и 30 суток (рис. 3, кривые 1, 2). Оказалось, что зависимости  $H(P)$  для таких кристаллов являются немонотонными (имеют максимумы и минимумы) в области малых нагрузок и не совпадают друг с другом. При этом кривая  $H(P)$  для образца, выдержанного 30 суток на воздухе, расположена выше, чем для выдержанного одни сутки, а максимум значений  $H$ , наблюдаемый при  $P=2$  г, сдвигается в сторону большей нагрузки  $P=4$  г.

Зависимость  $H(P)$  для винтовой полосы скольжения на внешней поверхности кристалла ( $\epsilon=7\%$  в  $D_2O$ ), выдержанного одни сутки на воздухе, также имеет минимум, как и в случае краевой полосы, но он возникает не при  $P=2$  г, а при  $P=3$  г (ср. кривые 1, 3 на рис. 3).

Причина повышения микротвердости краевых полос скольжения после длительной выдержки на воздухе кристалла, деформированного в  $D_2O$  (ср. кривые 1, 2 на рис. 3) может быть связана с увеличением толщины поверхностного слоя, в котором распределяются молекулы  $D_2O$ , за счет их термической диффузии при 300 К.

Кривая  $H(P)$  для недеформированного образца в пределах погрешностей измерений накладывается на кривую, полученную для краевой полосы скольжения образца, деформированного в среде  $D_2O$  (ср. кривые 1, 4 на рис. 3). Однако на указанной кривой отсутствует минимум, наблюдаемый при контакте поверхности деформируемого кристалла со средой  $D_2O$ .

#### Л и т е р а т у р а

- [1] Швец Г. И., Банщикова А. Г., Клявин О. В. ФТТ, 1985, т. 27, № 9, с. 2628—2634.
- [2] Смирнов Б. И. В кн.: Дислокационная структура и упрочнение кристаллов / Под ред. Ю. А. Осипьяна. Л.: Наука, 1981. 69 с.
- [3] Швец Г. И., Клявин О. В., Попов И. С. ФТТ, 1983, т. 25, № 4, с. 1054—1061.
- [4] Боярская Ю. С., Грабко Д. З., Кац М. М. В кн.: Физика процессов микровдавствия / Под ред. М. И. Вальковской. Кишинев: Штиинца, 1986. 28 с.
- [5] Клявин О. В., Симашко С. Г., Степанов А. В. ФТТ, 1969, т. 11, № 9, с. 2627—2631.

Физико-технический институт  
им. А. Ф. Иоффе АН СССР  
Ленинград

Поступило в Редакцию  
21 июля 1987 г.  
В окончательной редакции  
8 октября 1987 г.