

Пластические свойства и дефектная структура слоистых монокристаллов LiF–LiF:Mg при $T = 4.2\text{ K}$

© О.В. Клявин, А.В. Никифоров, В.И. Николаев, В.В. Шпейрман

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

E-mail: klyavin@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 30 марта 2006 г.)

В окончательной редакции 22 мая 2006 г.)

Получены диаграммы сжатия при $T = 4.2$ и 300 К слоистых монокристаллов (СМ) типа LiF–LiF:Mg с различной ориентацией армирующих слоев. Проведено изучение прочностных характеристик и особенностей дефектной и дислокационной структур деформированных в жидком гелии образцов в сравнении с деформированными при 300 К. Установлено, что СМ остаются пластичными при $T = 4.2$, но в результате деформации $\varepsilon > 1\%$ в них появляются микро- и макротрещины, приводящие к катастрофическому разрушению образцов. Обнаружено существенное влияние длительной (десятилетней) выдержки СМ при 300 К на изменение состояния примесной структуры магния в армирующих слоях, приводящее к значительному увеличению их прочностных характеристик. Оно учитывалось при анализе прочностных свойств СМ в области $T = 300\text{--}4.2\text{ K}$. Сделан вывод о возможности использования модельных СМ для прогнозирования прочностных свойств композитов при $T = 4.2\text{ K}$ на основе изучения их дефектной микроструктуры на начальной стадии пластической деформации.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 04-01-00887).

PACS: 62.20.Fe, 61.72.-y, 81.40.Ji

Настоящая работа является продолжением исследований [1–7], в которых был предложен оригинальный физико-механический критерий прогнозирования прочностных свойств композитных материалов (КМ) на основе изучения физико-механических характеристик модельных слоистых монокристаллов (СМ) типа LiF–LiF:Mg. При 300 К получены кривые сжатия СМ и исследовано развитие в них дефектной структуры и полей внутренних напряжений для образцов с различной ориентацией армирующих слоев [1–5]. Показана необходимость использования этих экспериментальных данных для получения расчетных кривых сжатия СМ методами анизотропной теории механики КМ. Учет наличия остаточных ростовых напряжений и жестких примесных включений на границах раздела в СМ позволил получить хорошее согласие между экспериментальными и расчетными кривыми их сжатия [6,7]. Совокупность полученных данных позволила сделать вывод об эффективности предложенного физико-механического подхода для прогнозирования прочностных свойств КМ на основе использования модельных СМ.

Цель настоящей работы — исследование возможности экспериментального изучения физико-механических характеристик СМ, деформированных в среде жидкого гелия, и прогнозирования прочностных свойств КМ при очень низких температурах на основе полученных кривых сжатия и микроскопического анализа дефектной структуры модельных СМ.

1. Материалы и методики

Для исследований выбраны СМ с различной ориентацией армирующих слоев (рис. 1, темные полосы), использованные нами ранее для прогнозирования прочностных свойств КМ при 300 К [1]. При 300 К все образцы деформировались сжатием со скоростью $\dot{\varepsilon} = 10^{-4}\text{ s}$. В ориентации IV образцы деформируются по одной системе плоскостей типа [110] в режиме чистого сдвига вдоль матричных слоев. Эта ориентация СМ подробно исследована в [3]. Образцы с ориентацией I и III и размером $4 \times 4 \times 12\text{ mm}$ подвергались сжатию на машине Instron 1342 со скоростью относительной деформации $\dot{\varepsilon} = 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ при $T = 4.2\text{ K}$. Были получены также кривые сжатия однородных монокристаллов фтористого лития с различным содержанием в них упрочняющей примеси магния, соответствующим его

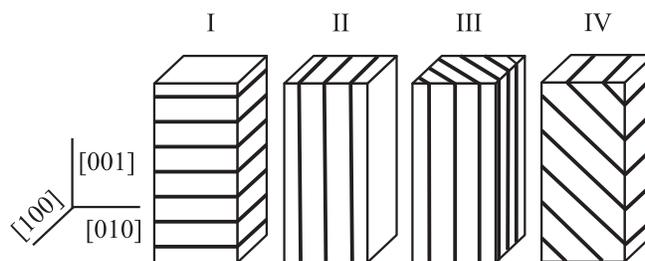


Рис. 1. Типы слоистых монокристаллов LiF–LiF:Mg с различной ориентацией (I–IV) армирующих (примесных) слоев, выращенных модифицированным методом Степанова.

количеству в матрице и в армирующих слоях (соответственно 0.002 и 0.03 wt.%). Для изучения дефектной структуры СМ при различных степенях пластической деформации образцов использовался метод их избирательного травления на дислокации [8]. Поля внутренних напряжений в деформированных СМ исследовались поляризационно-оптическим методом [9]. СМ имели термически упорядоченную примесную структуру магния в армирующих слоях и испытывались после их десятилетней выдержки при 300 К. За счет длительного отжига исключалось влияние дальнейшей агрегации примесных комплексов магния на предел текучести СМ. Для сравнения были получены кривые сжатия свежесвыращенных образцов СМ, а также чистых (матричных) и примесных (армирующих) монокристаллов LiF, в которых примесная структура магния не подвергалась длительной выдержке при 300 К.

2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

2.1. Влияние длительного отжига при 300 К на кривые сжатия СМ и LiF. Сначала при 300 К были проведены сравнительные исследования диаграмм сжатия $\tau(\epsilon)$ (τ -касательное напряжение в плоскости скольжения, ϵ — осевая деформация) свежесвыращенных и прошедших длительный отжиг при 300 К в течение десяти лет образцов СМ различных типов. Было обнаружено значительное различие их силовых характеристик (ср. рис. 2, *a* и *b*, кривые I–III). Так, образцы типа I и III, прошедшие длительный отжиг при 300 К, повышают свой предел текучести τ_s более чем в два раза по сравнению со свежесвыращенными образцами. У высокочистых монокристаллов LiF с примесью магния, соответствующей по концентрации матричному слою в СМ, величина τ_s и кривая сжатия практически не меняются (см. кривые I на рис. 2), так как количество магния в них очень мало, и поэтому длительный отжиг не влияет на их прочностные характеристики. Образцы LiF с примесью магния, соответствующей армирующему слою в СМ (0.03 wt.%), увеличили свой предел текучести примерно на 25% (с 21.4 до 27 МПа, см. кривые 2 на рис. 2). Поэтому для исключения влияния описанного выше эффекта на силовые характеристики СМ при $T = 4.2$ К исследовались образцы, прошедшие длительный отжиг при 300 К.

2.2. Кривые сжатия и дефектная структура СМ при $T = 4.2$ К. Диаграммы сжатия образцов типа I и III приведены на рис. 3. Кривые деформирования носят нелинейный характер со слабым упрочнением образцов до $\epsilon \sim 0.5\%$. Они подобны друг другу. Однако предел текучести образца типа III оказался значительно выше, чем у типа I. Данный факт связан с тем, что в образцах типа III армирующие слои располагаются в плоскости $(\bar{1}10)$ и выполняют таким образом функцию ребра жесткости (рис. 1). В образцах типа I армирующие

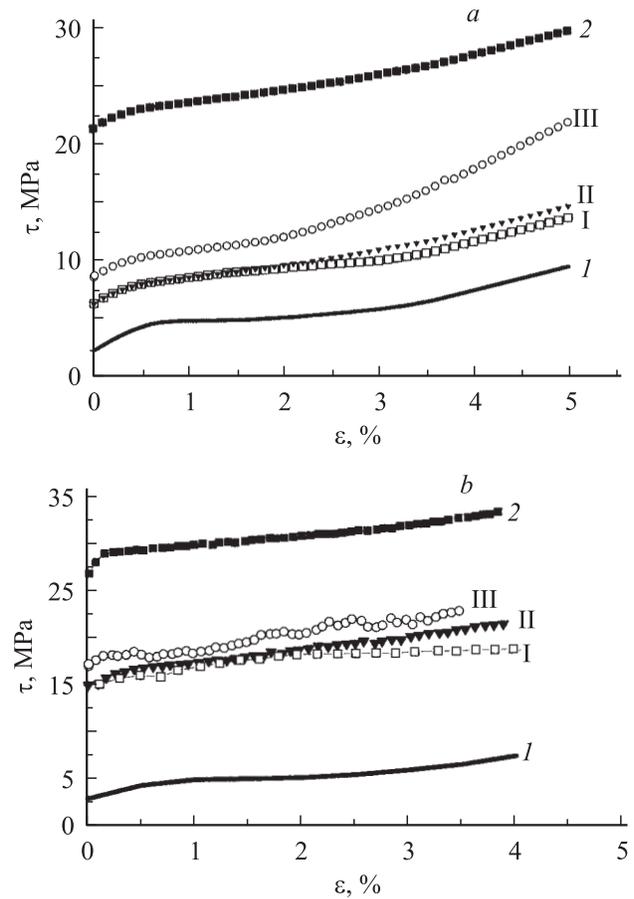


Рис. 2. Диаграммы сжатия при 300 К. I–III — СМ с различной ориентацией слоев (рис. 1). 1 — LiF (0.002 wt.% Mg), 2 — LiF (0.03 wt.% Mg). *a* — свежесвыращенные образцы, *b* — монокристаллы LiF и СМ после длительного отжига при 300 К.

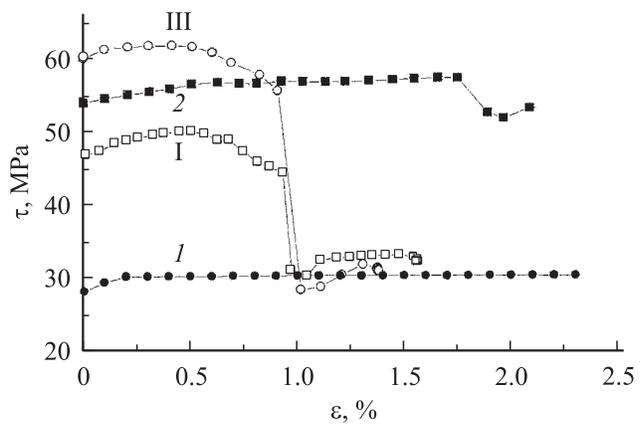


Рис. 3. Диаграммы сжатия при $T = 4.2$ К образцов, подвергнутых длительной выдержке при 300 К. Обозначения те же, что и на рис. 2.

слои ориентированы перпендикулярно оси сжатия в плоскости (001). При этом следует также учесть, что модуль упругости монокристалла LiF $E_{[100]} > E_{[110]}$; при 300 К $E_{[110]} = 120$ ГПа, а $E_{[100]} = 85$ ГПа. С понижен-

ем температуры до 4.2 К оба модуля увеличиваются, но количественная разница между ними сохраняется: $E_{[110]} = 135$ ГПа, а $E_{[100]} = 101$ ГПа [10]. С ростом ε напряжения деформирования начинают уменьшаться, что указывает на наличие процесса разупорядочения образцов, обусловленного их постепенным микроскопическим разрушением. При $\varepsilon \sim 1\%$ наступает макроскопическое разрушение обоих типов СМ, которое сопровождается катастрофическим падением нагрузки. При этом для образцов типа III величина скачка из-за наличия в них ребра жесткости значительно больше (55–27 МПа) по сравнению с образцами типа I (47–30 МПа). Кривые сжатия монокристаллов LiF при $T = 4.2$ К с примесью магния, соответствующей его количеству в матрице и армирующем слое, приведены на рис. 2, а, кривые 1, 2. Кривая II для примесного LiF находится между кривыми I и III для СМ и расположена ниже кривой III, так как в этой ориентации СМ имеет ребро жесткости, как указано выше, а в примесном LiF оно отсутствует. Пластичность однородных монокристаллов LiF в жидком гелии оказалась значительно выше пластичности СМ. При этом высококачественные образцы деформируются без образования микротрещин до $\varepsilon \sim 5\%$, а примесные начинают разрушаться при $\varepsilon \sim 2\%$, в то время как СМ обоих типов разрушаются уже при $\varepsilon \sim 1\%$. Этот результат можно объяснить наличием слоистой структуры СМ, приводящей к сильной локализации их пластической деформации за счет основного пластического течения матрицы.

Исследование дислокационной структуры деформированных при $T = 4.2$ К СМ и внутренних напряжений в них позволило получить следующие результаты. Была обнаружена сильная неоднородность пластических сдвигов по сечению обоих типов СМ, которые возникли в основном на границе раздела матрица-армирующий слой и развивались в объеме матрицы. Общее число пластических сдвигов как в СМ, так и в монокристаллах LiF [9] при $T = 4.2$ К значительно уменьшается по сравнению с 300 К. Однако при этом ширина пластических сдвигов и плотность дислокаций в них резко повышаются. Так, для высококачественного монокристалла LiF плотность (N_e) дислокационных ямок травления в краевых полосах возрастает с $4 \cdot 10^7$ до $46 \cdot 10^7$ см⁻², а в винтовых (N_s) полосах с $1 \cdot 10^7$ до $4 \cdot 10^7$ см⁻². Для примесного LiF значения N_e повышаются с $1 \cdot 10^8$ до $18 \cdot 10^8$ см⁻², а N_s с $0.6 \cdot 10^8$ до $1.8 \cdot 10^8$ см⁻². Отношение N_e/N_s является одним из основных параметров, характеризующих процесс размножения винтовых дислокаций с помощью механизма многократного поперечного скольжения. В этом случае дислокационные ямки травления в краевых полосах скольжения в основном состоят из краевых диполей, возникающих при переходе винтовых компонент дислокаций в плоскости поперечного скольжения [8]. Как показали измерения, отношения величин N_e/N_s для чистого и примесного LiF на уровне τ_s при 300 К и 4.2 К составляют 4 и 12 и 1.7 и 10 соответственно. Для СМ типа I это отношение

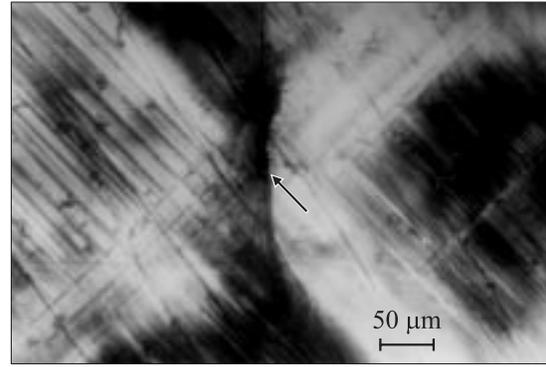


Рис. 4. Поляризационно-оптическая картина краевых полос скольжения в СМ типа III, деформированных до 1% при $T = 4.2$ К, с микротрещиной в области пересечения полос скольжения (показана стрелкой).

повышается с 1.8 до 7, а для СМ типа III — с 1.7 до 7. Отсюда видно, что при 4.2 К интенсивность процесса размножения винтовых дислокаций для СМ понижается по сравнению с монокристаллами LiF. Этот результат может быть объяснен увеличением деформационного вклада краевых дислокаций γ_e в суммарную величину сдвига γ , измеряемую в винтовых полосах скольжения в деформированных образцах. Он возникает из-за раскрытия части краевых диполей, которые превращаются в краевые петли, чему способствуют высокие значения предела текучести армирующих слоев в СМ при 4.2 К. При этом общая величина сдвига в винтовых полосах скольжения остается постоянной, так как $\gamma = \gamma_e + \gamma_s$, где γ_s — вклад винтовых дислокаций в γ . При 4.2 К величина γ для чистых монокристаллов LiF равна таковой при 300 К для примесных образцов ($\gamma = 0.06$). В местах пересечения краевых полос скольжения в СМ обоих типов при $\varepsilon \sim 0.5\%$ возникали микротрещины, которые объединялись в несколько магистральных микротрещин, ориентированных вдоль длины образцов. Их появление приводит к скачкообразному падению напряжений деформирования для обоих типов образцов. Сильная локализация процесса пластической деформации в СМ при $T = 4.2$ К четко обнаруживалась методом фотоупругости в местах пересечения краевых полос скольжения в виде ярких „факелов“ избыточных внутренних напряжений (рис. 4), а также по наличию микротрещин в образцах.

2.3. Сравнение кривых сжатия СМ и монокристаллов LiF при 300 и 4.2 К. Рассмотрим далее кривые сжатия СМ различной ориентации, полученные при 300 К после их длительного отжига при 300 К, и проведем их сравнение с кривыми, полученными при $T = 4.2$ К (ср. рис. 2, а и б). При 300 К пластичность образцов всех ориентаций достигает 9% (на рис. 2, а и б показаны начальные части диаграмм). Переход к $T = 4.2$ К резко снижает пластичность СМ до 1%. Величина предела текучести СМ типа I и III

в жидком гелии резко повышается с 15–17 МПа при 300 К до 47–54 МПа при $T = 4.2$ К. Различие величин τ_s образцов типа I и III достигает 13 МПа, в то время как при 300 К всего 2 МПа (ср. кривые I и III на рис. 2). Оно связано с увеличением жесткости армирующего слоя образцов типа III при $T = 4.2$ К, как отмечалось выше. По той же причине различие величин предела текучести образцов типа I, II и III при 4.2 К возрастает до 7 МПа по сравнению с 2 МПа при 300 К. Отношение величин τ_s для чистых и примесных монокристаллов LiF (соответствующих матрице и армирующему слою) при 300 К равно 9, а при 4.2 К всего 2. Данный факт обусловлен тем, что температурная зависимость τ_s чистых монокристаллов LiF в области очень низких температур гораздо более сильная, чем для примесных образцов [9]. При этом пластичность чистых монокристаллов при переходе от 300 к 4.2 К уменьшается от 7 до 4%, а примесных — от 6 до 2%. Таким образом, различие прочностных характеристик и пластичности СМ и монокристаллов LiF при 4.2 К обусловлено наличием макронеоднородности СМ, обусловленной их исходной структурой и наличием в них ребра жесткости различной ориентации в образцах различных типов.

Итак, анализ полученных результатов позволяет сделать вывод о возможности изучения необходимых для прогнозирования механических свойств КМ при очень низких температурах прочностных характеристик и дефектной структуры СМ на начальной стадии их пластической деформации при $T = 4.2$ К. Исследования температурной зависимости напряжений пластического течения модельных СМ, их дислокационной структуры и характера процесса размножения дислокаций при переходе к гелиевым температурам позволят в соответствии с физико-механическими критериями [1–7] управлять указанными параметрами реальных КМ за счет изменения их исходной примесной структуры.

Авторы выражают благодарность Б.И. Смирнову за полезные замечания.

Список литературы

- [1] О.В. Клявин, А.В. Никифоров, Ю.Г. Носов, П.И. Антонов, М. Мухамеджанова. ФТТ **25**, 485 (1987).
- [2] О.В. Клявин, А.В. Никифоров, Ю.Г. Носов, М. Мухамеджанова. ФТТ **25**, 3611 (1987).
- [3] О.В. Клявин, А.В. Никифоров, Ю.Г. Носов, П.И. Антонов, М. Мухамеджанова. Изв. АН СССР. Сер. физ. **62**, 2025 (1988).
- [4] О.В. Клявин, А.В. Никифоров. ФТТ **38**, 2740 (1996).
- [5] О.В. Клявин, А.В. Никифоров. ФТТ **38**, 2770 (1996).
- [6] А.И. Боровков, О.В. Клявин, О.И. Клявин, В.А. Пальмов, Д.В. Шевченко. Механика композитных материалов. Ч. I, (в печати), (2006).
- [7] А.И. Боровков, О.В. Клявин, О.И. Клявин, В.А. Пальмов, Д.В. Шевченко. Механика композитных материалов. Ч. II, (в печати), (2006).
- [8] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 236 с.
- [9] О.В. Клявин. Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. Наука, М. (1987). 235 с.
- [10] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. Наука, М. (1985). 253 с.