

Локализация пластической деформации в монокристаллах фторида бария при повышенных температурах

© Н.П. Скворцова

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук,
117333 Москва, Россия

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

(Поступила в Редакцию 25 января 2005 г.)

Экспериментально изучалось распределение деформации в кристаллах BaF_2 после испытания их на сжатие вдоль $[110]$ и $[112]$ с постоянной скоростью деформации в интервале температур $T = (0.22-0.77)T_m$. Установлено, что при $T > 0.5T_m$ в деформированных образцах наблюдается сильная локализация пластической деформации в узких зонах, где сдвиговая деформация достигает сотен процентов. С ростом температуры степень локализации увеличивается. Идентифицированы системы активного скольжения $\{001\}\langle 110\rangle$, вдоль которых ориентированы микрополосы локализованного сдвига. Обнаружено явление прерывистой текучести — скачка деформирующих напряжений, коррелирующие с образованием зон интенсивного сдвигообразования.

PACS: 62.20.Fe, 62.20.Hg

1. Введение

В последние годы большой интерес вызывает явление, известное как высокотемпературная локализация пластической деформации. Это явление заключается в деформационном расслоении кристаллов при температурах выше $0.5T_m$ (T_m — температура плавления) на локальные высокодеформированные области, названные в [1] полосами локализованного сдвига (ПЛС), внутри практически недеформированной матрицы. Величина локальной сдвиговой деформации в ПЛС достигает $\sim 10^3\%$ и выше при общей средней деформации образца менее 10%. Наиболее важные результаты по изучению высокотемпературной неустойчивости и связанной с ней локализации пластической деформации получены на щелочно-галлоидных [1–12], сегнетоэлектрических [5,13] и интерметаллических кристаллах [4].

Настоящая работа посвящена исследованию высокотемпературной деформации другого класса ионных кристаллов — щелочно-земельно-галлоидных (ЩЗГК) кристаллов фторида бария. Эти кристаллы имеют решетку флюорита и обладают хорошей спайностью по плоскостям $\{111\}$. Кристаллы BaF_2 широко применяются в технике в качестве быстродействующих и радиационно-прочных сцинтилляционных детекторов для позитронно-эмиссионной томографии, ядерной калориметрии, γ -спектроскопии [15]. Механические свойства этих кристаллов изучались в работах [16,17]. В [16] определены первичные системы скольжения $\{001\}\langle 110\rangle$ при сжатии кристаллов BaF_2 , ориентированных вдоль $[110]$, при температуре $T = 0.3T_m$. Авторами работы [17] систематически изучены механические свойства кристаллов BaF_2 двух ориентаций — $[110]$ и $[112]$ — в широком диапазоне температур $T = (0.21-0.82)T_m$, изменения в дислокационной структуре кристаллов на начальной стадии деформации ($\epsilon < 1\%$) вблизи предела упругости σ_y , а также подвижность отдельных дислокаций в опытах на

четырёхточечный изгиб при $T = 0.27T_m$. На этом фоне представляется целесообразным провести серию высокотемпературных испытаний на сжатие этих кристаллов с целью экспериментального изучения распределения деформации в деформированных кристаллах, а также исследования физических условий проявления высокотемпературной неустойчивости пластического течения.

В результате экспериментов было установлено, что при повышенной температуре $T > 0.5T_m$ в кристаллах BaF_2 наблюдается очень сильная локализация пластической деформации в узких микрополосах сдвига, ориентированных вдоль активных систем скольжения. К моменту выполнения настоящей работы данные о подобных исследованиях в ЩЗГК кристаллах в литературе отсутствовали.

2. Методика эксперимента

Использовались монокристаллы BaF_2 , выращенные методом Стокбаргера в вакууме, с размером блоков ~ 1 mm. Содержание в кристаллах катионных примесей Mg, Fe, Pb, Mg, Si, Sr, Ca, по данным спектрального анализа, составляло $< 1 \cdot 10^{-3}$ wt.%. Из больших 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 m^{-2} . Механические испытания образцов проводились на машине „Инстрон 1102“ со скоростью деформации 10^{-4} s^{-1} в интервалах температур $T = 343-1193 \text{ K}$ ($0.22-0.77)T_m$ на воздухе в специальном реверсе с рубиновыми пуансонами. Время подогрева образцов до температуры испытаний не

превышало 25 min. Температура испытаний поддерживалась с точностью $\pm 2\%$. Параметры скачкообразной деформации определялись на стадии установившегося течения по диаграммам $\sigma(\epsilon)$ так же, как в [12]. 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 идентифицировались по ступеням скольжения на боковых гранях образца в наклонном освещении на микроскопе „Neophot“. Величина локальной сдвиговой деформации в ПЛС вычислялась по формуле $\epsilon_{loc} = h_s/d$, где h_s — высота ступеньки вдоль направления сдвига на поверхности кристалла, d — ширина микрополосы.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Микроскопические исследования за поверхностью 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. Локальные сдвиги (микрополосы) проходят через весь объем образца и ориентированы вдоль систем активного скольжения $\{001\}\langle 110 \rangle$ (рис. 1, *a*). Следы указанных сдвигов проявляются в виде небольших ступенек (складок), ширина которых соответствует ширине ПЛС, на боковых сторонах, параллельных вектору Бюргера подвижных дислокаций (рис. 1, *b*). На гранях, содержащих выходы винтовых дислокаций, макроскопические ступени, соответствующие этим сдвигам, имеют вол-

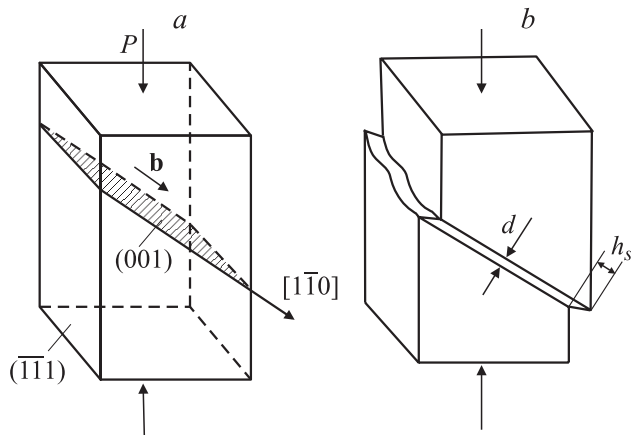


Рис. 1. Кристаллография скольжения по системе $(001)[110]$ (*a*) и схематическое изображение локализованного сдвига (*b*) в кристаллах BaF_2 , ориентированных вдоль $[112]$. \mathbf{b} — вектор Бюргера.

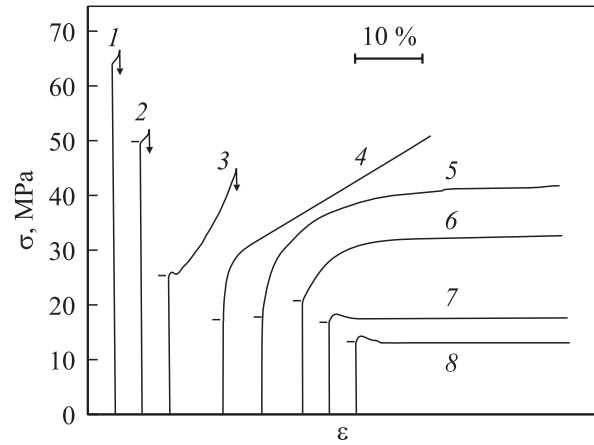


Рис. 2. Диаграммы сжатия монокристаллов BaF_2 при различных температурах. T, K : 1 — 343, 2 — 373, 3 — 473, 4 — 683, 5 — 773, 6 — 883, 7 — 1113, 8 — 1193. Горизонтальными линиями возле кривых показаны значения предела упругости σ_y , соответствующие началу отклонения диаграммы $\sigma(\epsilon)$ от линейности.

нистую, разветвляющуюся и расщепляющуюся форму. При сжатии вдоль $[110]$ действуют четыре первичные системы с одинаковым ориентационным множителем Шмида 0.354 [16] (в каждой плоскости скольжения действуют две системы с двумя разными векторами Бюргера). При сжатии вдоль $[112]$ действуют три первичные системы с множителем 0.47 (одна система) и 0.354 (две системы) [17] (на рис. 1, *a* указана только главная система скольжения $(001)[110]$, чтобы не загромождать рисунок). С ростом деформации число сдвигов (микрополос) увеличивается, и после деформации $\epsilon \cong 40\%$ они расположены примерно равномерно по всему образцу. С ростом температуры число сдвигов в ПЛС уменьшается, а величина локальной сдвиговой деформации увеличивается. Поскольку ширина микрополос d обычно составляет несколько микрометров, величина сдвиговой деформации в ПЛС ϵ_{loc} достигает 300% при средней деформации образца $\langle \epsilon \rangle = 15\%$.

На рис. 2 приведены типичные диаграммы сжатия монокристаллов BaF_2 для различных температур от 343 до 1193 К. Кривые деформации $\sigma(\epsilon)$ кристаллов, ориентированных вдоль $[110]$ и $[112]$, совпадают. С ростом температуры от 343 до 473 К протяженность области пластической деформации увеличивается примерно на порядок с одновременным уменьшением напряжения течения. В данном температурном интервале образцы деформируются хрупко с образованием большого числа микротрещин по плоскостям $\{111\}$. Величина предела прочности σ_f составляла ~ 45 МПа при температуре 473 К ($0.3T_m$), когда на кривой деформации появлялась заметная область пластичности (кривая 3 на рис. 2). Согласно [18], за характеристику прочности σ_f принято сопротивление разрушению (максимальное деформирующее напряжение, вызывающее разрушение образца). Следует отметить, что при $T < 0.4T_m$ прочность кри-

сталлов σ_f в [17] была примерно в 2 раза выше предела прочности наших образцов. При $T > 673$ К ($0.43T_m$) резко изменяется характер разрушения деформированных образцов от хрупкого к вязкому и увеличивается величина предельной пластической деформации до разрушения. В принятых условиях опытов образцы деформировались без разрушения до степеней деформации $\varepsilon > 40\%$.

Макроскопически высокотемпературная локализация начинается проявляться при $T > 773$ К ($0.5T_m$). Образование локальных сдвигов происходит на стадии установившегося течения в отсутствие деформационного упрочнения. Переход к локализованному течению в ПЛС отмечается на деформационной кривой небольшим „зубом“ текучести, величина которого составляет $\sim 13\%$ от значения предела текучести при $T > 0.7T_m$ (кривые 7, 8 на рис. 2). Появление высокотемпературного „зуба“ текучести связано с локальной потерей пластической устойчивости, размножением дислокаций и переходом к процессам, развивающимся с большими скоростями [7,10].

Характерной особенностью деформационных кривых при повышенных температурах является образование периодических скачков деформирующего напряжения (рис. 3), что подтверждает неоднородный характер пластической деформации. На начальных участках кривых $\sigma(\varepsilon)$ средние значения относительных амплитуд $\langle \Delta\sigma/\sigma \rangle$ скачков, соответствующих локальным сдвигам в ПЛС, изменяются в пределах от десятых долей процента до $\sim 5\%$ в интервале температур $T = 773\text{--}1193$ К ($0.5\text{--}0.77T_m$) (рис. 3, *a-c*). С ростом деформации амплитуда скачков растет, и при $\varepsilon > 30\%$ величина $\langle \Delta\sigma/\sigma \rangle$ достигает десятков процентов (рис. 3, *d*). Обнаружена

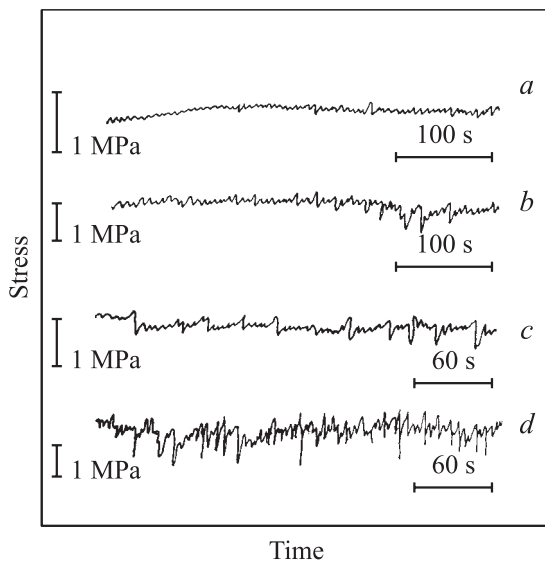


Рис. 3. Примеры записи участков деформационных кривых на стадии установившейся скачкообразной деформации в начале кривых $\sigma(\varepsilon)$ при температурах 773 (*a*), 883 (*b*) и 1193 К (*c*), а также поздней стадии деформации ($\varepsilon > 30\%$) при температуре 1193 К (*d*).

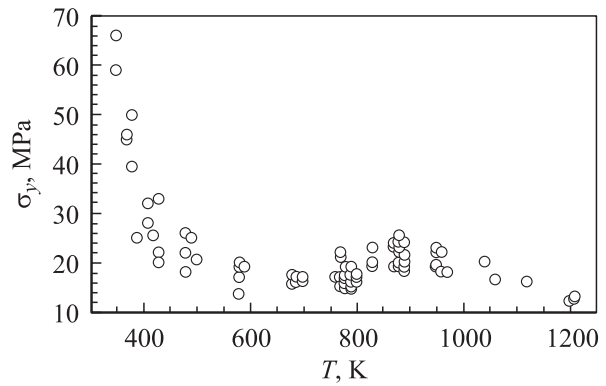


Рис. 4. Температурная зависимость предела упругости $\sigma_y(T)$ для кристаллов BaF_2 .

корреляция между колебаниями напряжений на кривых деформации и числом микрополос локализации. Образование больших локальных сдвигов связано с активацией процессов быстрого лавинообразного движения близкорасположенных дислокаций. Таким образом, можно считать, что скачки деформирующих напряжений „декорируют“ зоны интенсивного течения в ПЛС, а их величина (амплитуда) может в какой-то степени служить мерой сдвиговой деформации ε_{loc} в отдельной ПЛС. Для сравнения отметим, что, по нашей оценке, амплитуда скачков напряжений на деформационных кривых кристаллов рутила TiO_2 [19] в результате динамического деформационного старения в случае эффекта Портевена–Ле Шателье (локализации деформации на уровне нескольких процентов) составляет $\sim 0.1\text{--}0.3\%$ при $T = 1325$ К ($0.63T_m$).

На рис. 4 показана температурная зависимость напряжения σ_y (предела упругости, отмеченного на рис. 2 горизонтальными линиями возле кривых течения). Условно можно выделить три области: резкое экспоненциальное уменьшение σ_y при $T < 573$ К ($0.3T_m$), постоянство значения σ_y (атермическая область) в интервале температур $T \cong 573\text{--}973$ К ($0.4\text{--}0.6T_m$) или даже некоторое (до $\sim 30\%$) возрастание и вновь уменьшение напряжения при $T > 0.6T_m$. Подобная немонотонность зависимости $\sigma_y(T)$, а именно появление максимума при температуре $\sim 0.6T_m$ наблюдается также для кристаллов LiF [9], CaF_2 [20]. Природа наблюдаемого максимума пока не объяснена.

В настоящей работе дислокационная структура микрополос локализованного сдвига не исследовалась. Однако, согласно нашим экспериментальным данным, полученным на кристаллах LiF [8,12], предвестником перехода к неустойчивому течению в ПЛС являются спонтанная перестройка дислокационной субструктуры в зоне интенсивного сдвигообразования и формирование характерной низкоэнергетической мелкозернистой микроструктуры с размером субзерен примерно на порядок меньше размера дислокационных блоков в недеформированной матрице.

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о том, что и в щелочно-земельногалогенидных кристаллах BaF_2 с флюоритной структурой при высокотемпературном деформировании наблюдается локализация пластической деформации в узких микрополосах, величина сдвига в которых достигает сотен процентов. 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 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 [21]. Исследование критического поведения таких систем в условиях высокотемпературной активной деформации требует дополнительных исследований.

Некоторые результаты работы были представлены на IX Национальной конференции по росту кристаллов ((НКРК) 16–20 октября 2000 г., Москва) и опубликованы в материалах конференции [22].

Автор выражает глубокую благодарность В.И. Альшицу за полезное обсуждение результатов работы.

Список литературы

- [1] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова, В.Р. Регель, П.П. Перстнев. *ФТТ* **26**, 4, 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 Уральского научного центра АН СССР, Свердловск (1984). С. 39.
- [3] Б.И. Смирнов, Р.С. Чуднова, В.В. Шпейзман. *ФТТ* **34**, 6, 1759 (1992).
- [4] Б.И. Смирнов. *ФТТ* **36**, 7, 2037 (1994).
- [5] V.I. Smirnov. *Mater. Sci. Eng. A* **233**, 56 (1997).
- [6] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова. *Латв. журн. физ.-техн. наук* **4**, 34 (1991).
- [7] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова. *Кристаллография* **39**, 3, 567 (1994).
- [8] N.P. Skvortsova, G.V. Berezhkova. *Cryst. Res. Technol.* **21**, 7, 939 (1986).
- [9] Н.П. Скворцова. *ФТТ* **37**, 11, 3347 (1995).
- [10] N.P. Skvortsova. *Cryst. Res. Technol.* **31**, 3, 373 (1996).
- [11] Н.П. Скворцова. *Материаловедение* **4**, 10 (1999).
- [12] Н.П. Скворцова. *Кристаллография* **47**, 4, 697 (2002).
- [13] Б.И. Смирнов, В.И. Николаев. *ФТТ* **35**, 7, 1840 (1993).
- [14] В.Н. Старенченко, Ю.А. Абзаев, Н.А. Конева. *ФММ* **64**, 6, 1178 (1987).

- [15] Е.М. Воронкова, Б.Н. Гречушников, Г.И. Дистлер, И.П. Петров. *Оптические материалы для инфракрасной техники*. Наука, М. (1965). 335 с.
- [16] T.S. Liu, C.H. Li. *J. Appl. Phys.* **35**, 1, 3325 (1964).
- [17] С.Н. Вальковский, Э.М. Надгорный, В.М. Рейтеров. *Пробл. прочности* **6**, 10 (1970).
- [18] В.А. Степанов, Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейзман. *Прочность и релаксационные явления в твердых телах*. Наука, Л. (1984). 245 с.
- [19] M.G. Blanchin, G. Fontaine, L.P. Kubin. *Phil. Mag. A* **41**, 2, 261 (1980).
- [20] А.А. Урусовская, В.Г. Говорков. *Кристаллография* **10**, 4, 525 (1965).
- [21] Г.А. Малыгин. *ФТТ* **37**, 1, 3 (1995).
- [22] Н.П. Скворцова. Тез. докл. IX Национальной конф. по росту кристаллов. Институт кристаллографии РАН, М. (2000). С. 603.