

## Немонотонность ползучести кристаллов LiF с разным содержанием Mg

© В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов

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

(Поступила в Редакцию 3 ноября 1997 г.)

Прецизионное измерение скорости ползучести кристаллов LiF с содержанием Mg от 0.002 до 0.03 wt% по интерферометрической записи процесса показало, что на фоне общего затухания ползучести периодически появляются немонотонности в виде чередующихся участков с относительно высокими и низкими скоростями ползучести. Накопление деформации ползучести происходит в большей степени на участках с повышенными скоростями, что обуславливает появление изломов на кривой ползучести, заметных при разрешении перемещений на уровне долей микрона. Проведено измерение высоты ступенек  $L$  по кривым "скорость–приращение деформации" при напряжениях, меньших и близких к пределу текучести. Рост напряжений приводит к падению величины  $L$ , а увеличение содержания Mg — к ее возрастанию. Предполагается, что немонотонность ползучести связана со структурной неоднородностью материала, которая определяется содержанием примесей и неоднородностью самого процесса деформирования. При малых деформациях в области площадки текучести, где деформация осуществляется в результате расширения уже существующих полос скольжения, атомы примеси усиливают неоднородность деформации ( $L$  возрастает). С ростом деформации (напряжений)  $L$  уменьшается, что соответствует сглаживанию неоднородностей. Подчеркивается, что ступенчатый характер накопления деформации является ее общей закономерностью.

Неоднородность пластической деформации, наблюдаемая в многочисленных микроскопических исследованиях, обусловлена, как известно, неоднородностью структуры материалов и неоднородностью самого процесса деформирования. Традиционные методы регистрации кривых деформации или ползучести обычно не выявляют локализованного характера образования сдвигов (кроме случаев макролокализации, например при гелиевых температурах, высоких скоростях нагружения и др.), что противоречит представлениям о развитии процесса как существенно неоднородного [1]. В последние годы стали появляться работы, в которых при использовании приборов высокого разрешения для измерения макрохарактеристик деформации была продемонстрирована ее неоднородность. В [2] были обнаружены проявления неоднородности деформации на начальных ее этапах в виде изломов на кривых нагружения (пиков скорости) для различных материалов при напряжениях, значительно меньших предела текучести. При этом скорость деформации оказалась немонотонной также на площадке текучести и вблизи нее в области пластического течения. В [3,4] показан скачкообразный характер накопления общей деформации ползучести полимеров, а в [5] проявления неоднородности деформации обнаружены при изучении релаксации напряжений в нитевидных кристаллах NaCl. Применение в [2–4] лазерного интерферометра для записи малых перемещений позволило выявить неоднородности на микронном уровне и изучить закономерности развития скачков деформации в полимерах [3,4].

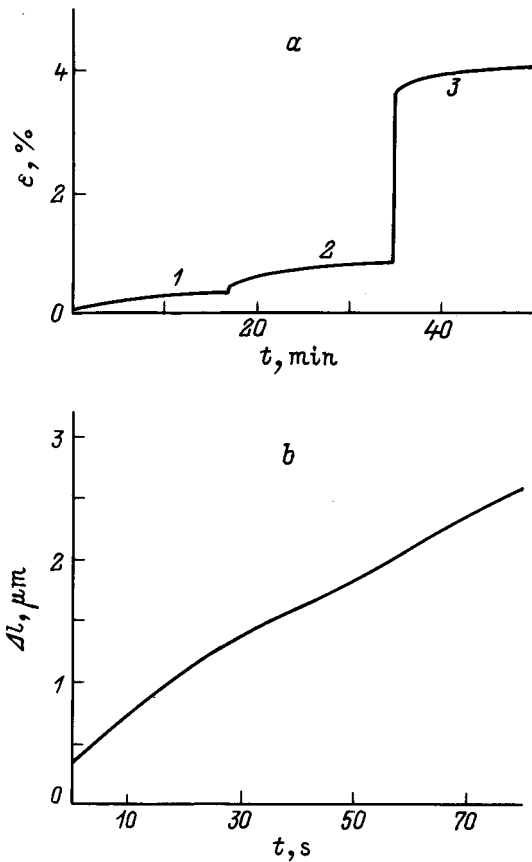
В настоящей работе исследовались деформационные неоднородности при кратковременной ползучести монокристаллов LiF. Измерения проводились интерферометрической методикой, что позволяло анализировать деформации на мезоуровне, т. е. деформации, близкие по

величине к локальным сдвигам, которые можно описать единичным актом перемещения мезоструктурных дефектов (полос скольжения, границ зерен или блоков, а также любых других устойчивых дислокационных скоплений). Подобные дефекты и их вклад в деформацию доступны для наблюдения в оптическом микроскопе. Исследовалось влияние величины напряжений и концентрации примеси на характеристики неоднородности деформации, для чего было изучено поведение монокристаллов LiF с различным содержанием Mg.

### 1. Методика эксперимента

В работе использовались три монокристалла LiF, отличающиеся концентрацией Mg ( $c = 0.002, 0.007$  и  $0.03$  wt%). Монокристаллы были выращены методом Киропулоса и термообработаны путем отжига при 1020 K в течение 48 h с последующим охлаждением со скоростью 5 K/h. Из кристаллов по плоскостям спайности  $\{100\}$  выкалывались образцы размером  $4 \times 4 \times 10$  mm. Нагружение образцов осуществлялось одноосным сжатием вдоль направления  $[001]$ , температура испытаний — комнатная.

Интерферометрический способ записи деформации во времени в виде последовательных биений [3,4], который применен в данной работе, позволяет измерять ее скорость на базе малых приращений длины образца  $l$  с погрешностью не более 5%. Одно биение на интерферограмме равно приращению деформации  $\Delta l_0 = 0.3 \mu\text{m}$ . На рис. 1, а приведен пример кривой ползучести, ордината которой  $\varepsilon = \Delta l/l$  соответствует числу колебаний на интерферограмме. Для выявления периодических изменений скорости ползучести, т. е. ступенек деформации, выбирали некоторый участок ползучести, на котором



**Рис. 1.** Кривая ползучести образца LiF с 0.007 wt% Mg при напряжениях  $\sigma = 6$  (1), 7 (2) и 12 МПа (3) (a) и начальный участок ползучести в области (1) (b).

измеряли скорость на последовательных одинаковых приращениях деформации,  $\Delta l_0$ , равных 0.15 или 0.3  $\mu\text{m}$ . Затем строили зависимость скорости от приращений деформации (кратных  $\Delta l_0$ ). В [3,4] периоды  $L$  колебаний скорости как функции деформации, равные величинам (высотам) скачков деформации, определялись как произведение  $L = n\Delta l_0$ , где  $n$  — число измерений скорости в данном периоде. В настоящей работе за деформационную характеристику неоднородности принимали удвоенное среднее отклонение экспериментальных точек от кривой, построенной по выбранному закону ползучести методом наименьших квадратов, т.е. среднестатистическую ступеньку деформации, которая реализуется в элементарном скачке деформации на мезоуровне.

**2. Результаты опытов и их обсуждение**

Кривые ползучести, снятые на одном образце (LiF с 0.007% Mg) при трех различных напряжениях  $\sigma$  и построенные в привычном для ползучести "макромасштабе"  $\varepsilon - t$ , где  $t$  — время, не выявляют неоднородностей деформации (рис. 1, a). На рис. 1, b начальная часть участка 1 кривой ползучести изображена в масштабе, позволяющем разрешать микронные перемещения.

Видно, что накопление деформации затухает не плавно, а идет ступенями с различной скоростью, причем на фоне общего замедления ползучести встречаются участки с возрастанием скорости. Еще более отчетливо это проявляется, если рассматривать деформационные или временные зависимости скорости деформации  $\dot{\varepsilon}$ .

На рис. 2 приведены примеры участков кривых ползучести при разных напряжениях для кристаллов с разным содержанием Mg в виде зависимостей "скорость деформации ( $\dot{\varepsilon}$ )—величина деформации ( $\Delta l$ )". Результаты отчетливо свидетельствуют о неравномерности деформации: ее скорость может изменяться немонотонно, зависимости величины и скорости деформации от времени не являются плавными. Заметим, что скачки скорости деформации значительно превышают погрешность измерений, так что их появление не связано с методическими причинами. По экспериментальным точкам методом наименьших квадратов была рассчитана и построена аналитическая зависимость для случая линейной связи  $\ln \dot{\varepsilon}$  и  $\varepsilon$  или  $\Delta l$ , что эквивалентно предположению о логарифмическом законе затухания ползучести. Действительно, если, следуя многочисленным исследованиям низкотемпературной ползучести (см., например, [6]), принять логарифмический закон изменения деформации ползучести во времени

$$\varepsilon \approx \varepsilon_0 + \alpha \ln(\beta t + 1), \tag{1}$$

где  $\varepsilon_0$ ,  $\alpha$  и  $\beta$  — постоянные, то нетрудно получить

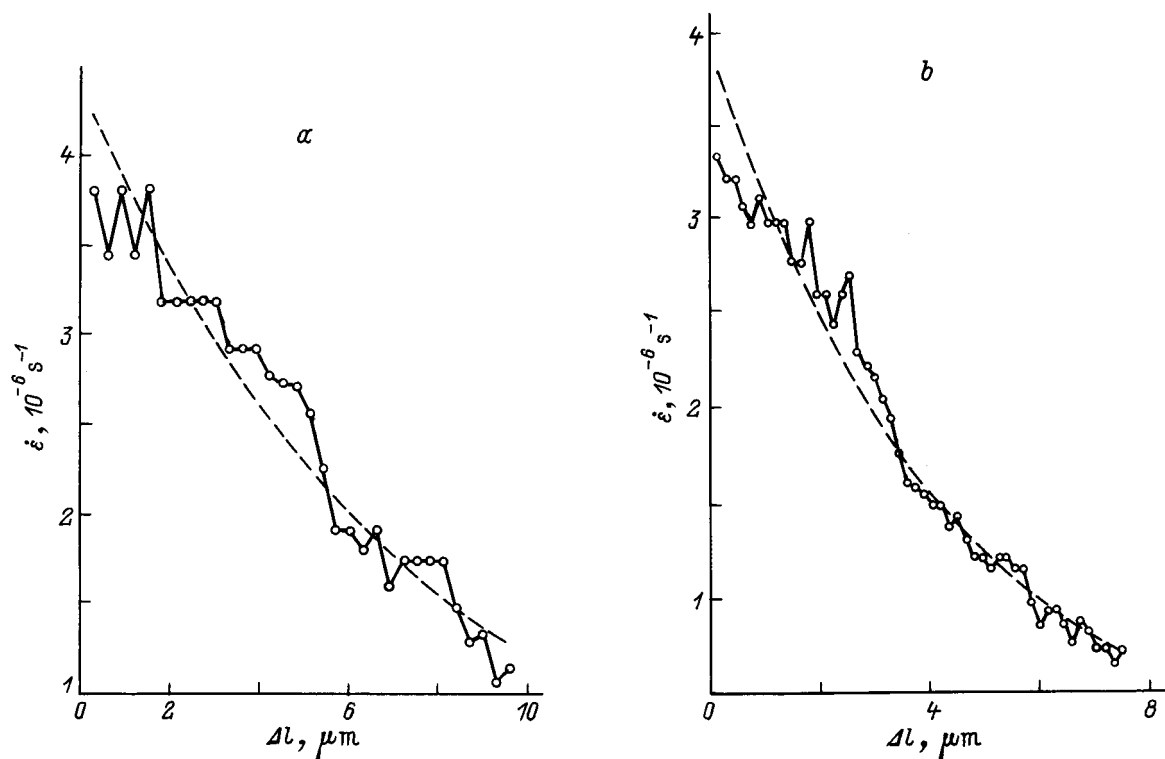
$$\ln \dot{\varepsilon} = A - B\varepsilon \tag{2}$$

( $A = \ln(\alpha\beta) + \varepsilon_0/\alpha$ ,  $B = 1/\alpha$ ). Как показали расчеты, величина  $A$  мало изменяется при варьировании напряжений и содержания Mg, а коэффициент  $B$  закономерно растет с ростом напряжений и уменьшается с увеличением концентрации Mg (см. таблицу).

Значение коэффициента  $B$  в (2)

Содержание Mg, wt%	Напряжение, МПа			
	6	7	12	42
0.002	2300	2830	3270	—
0.007	1310	1310	1590	—
0.03	—	—	—	1470

В дислокационных моделях ползучести зависимость скорости деформации от ее величины появляется, когда рассматривают энергию активации ползучести  $U$  как функцию напряжений, а последние заменяют произведением  $h\varepsilon$ , где  $h$  — коэффициент упрочнения. При этом оказывается  $B = hV/kT$  ( $V$  — активационный объем,  $k$  — постоянная Больцмана,  $T$  — температура). Рост величины  $B$  с увеличением напряжений можно связать с увеличением длины пробега дислокаций и, следовательно, ростом  $V$  (изменением  $h$  при малых приращениях деформаций можно пренебречь). Примесь же, вероятно,

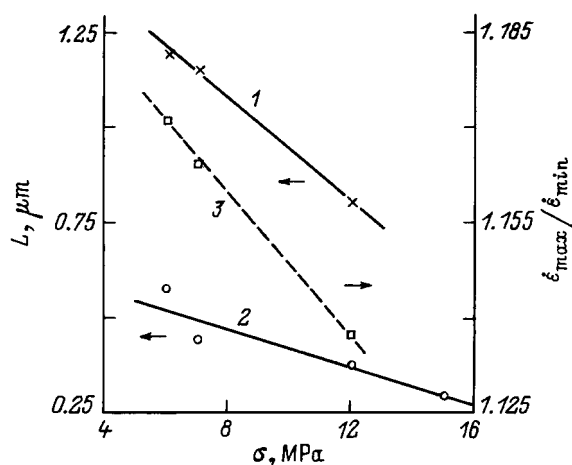


**Рис. 2.** Зависимость скорости ползучести от деформации для LiF с 0.007% Mg при напряжениях 7 МПа (а) и LiF с 0.002% Mg при напряжениях 6 МПа (б). Точки — экспериментальные данные, штриховая кривая — усредненная.

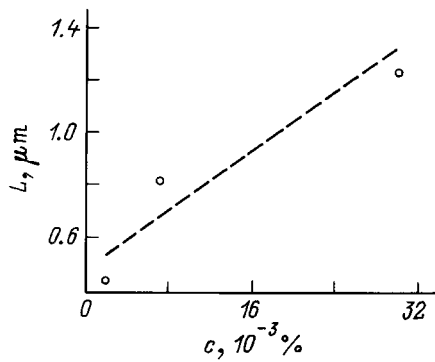
этот пробег уменьшает. Не настаивая на приведенных объяснениях, заметим, что общим недостатком подобных трактовок является использование представлений о некой "средней" дислокации, свойства которой определяют макроскопическую деформацию образца. И хотя величины  $B$ , приведенные в таблице, соответствуют приемлемым значениям  $h$  и  $V$  и согласуются с приводимыми в литературе [6], анализ ползучести, оперирующий характеристиками на микроуровне, представляется в данном случае малоинформативным. В частности, в нем не находят отражения колебания скорости деформации в процессе ползучести.

Введем характеристику неоднородности деформации  $L = \frac{2}{m} \sum_{l=1}^m |\Delta l_{exp} - \Delta l_{cal}|_i$ , где суммирование ведется по всем  $m$  точкам кривой  $\dot{\epsilon}(\Delta l)$ , а  $\Delta l_{exp}$  и  $\Delta l_{cal}$  — экспериментальное и рассчитанное по плавной кривой значения деформации соответственно. На рис. 3 приведены зависимости  $L$  от напряжений  $\sigma$  для LiF с 0.002 и 0.007% Mg. Поскольку были выбраны участки кривых ползучести с примерно равными скоростями, то увеличению напряжений на рис. 3 соответствует и увеличение деформации (от 1.5% при 6 МПа до 7.1% при 15 МПа). Уменьшение  $L$  с ростом напряжений (или деформации) свидетельствует о выравнивании скорости ползучести, что связано, по видимому, с большей однородностью деформированной структуры и уменьшением степени локализации деформации, т.е. вовлечением в деформацию все большего числа мест. Таким образом, деформационное упрочнение

приводит, как видно из рис. 3, к уменьшению величины  $L$ . Обратный результат получен нами при анализе влияния на параметр неоднородности деформации  $L$  в случае упрочнения, вызванного легированием (рис. 4). Изменение  $L$  от содержания Mg построено для однотипных условий эксперимента: одинаковой деформации (около 4%) и напряжений, близких к пределу текучести (7, 12 и 42 МПа для кристаллов LiF с 0.0024, 0.007 и 0.03% Mg,



**Рис. 3.** Зависимость среднестатистической характеристики неоднородности деформации  $L$  (1, 2) и отношения максимальной и минимальной скоростей деформации в ступеньке (3) от напряжения для LiF с 0.007% Mg (1, 3) и 0.002% Mg (2).



**Рис. 4.** Влияние содержания Mg на неоднородность деформации при напряжениях, близких к пределу текучести (7, 12 и 42 МПа для LiF с 0.002, 0.007 и 0.03% Mg соответственно).

соответственно). Увеличение  $L$  с ростом концентрации Mg связано, вероятно, с тем, что распределение Mg в кристалле создает дополнительную неоднородность деформации и усиливает ее локализацию. Представляется, что в зависимости от вида примеси, способа ее введения, термообработки величина  $L$  будет изменяться и, следовательно, по ней можно судить о неоднородности распределения примеси и ее влиянии на деформацию.

Значения  $L$ , полученные в настоящей работе, лежат в интервале 0.4–1.2  $\mu\text{m}$ . Для монокристаллов LiF — это размер, близкий по величине к ширине границы полосы скольжения [1]. Можно полагать, что именно процессы в этих приграничных зонах (например, расширение полос скольжения) определяют деформацию. В [1] было показано, что деформация в рассматриваемом диапазоне изменений условий опыта осуществляется движением края полосы скольжения (расширением полосы) при сохранении постоянной величины сдвига в полосе. Размер граничной зоны по данным измерений в интерференционном микроскопе не превышал 2  $\mu\text{m}$ , что не противоречит приведенной трактовке результатов. Новая характеристика деформации, описывающая ее неоднородность, позволяет при построении модели деформации выделить саму границу или некоторую ее часть как самостоятельный элемент структуры и рассматривать ее перемещение как целого.

Поскольку сдвиг  $\gamma$  в полосе скольжения на начальных стадиях деформации постояен [1], величину осевого перемещения  $\Delta l$  в результате движения границы полосы можно определить как  $\gamma s / \sqrt{2}$ , где  $s$  — среднее смещение границы в направлении, перпендикулярном ее плоскости. С помощью этого выражения можно попытаться объяснить рост  $L$  при легировании. Действительно,  $\gamma$  растет линейно с увеличением предела текучести, вызванного добавкой Mg, с коэффициентом пропорциональности  $1 \cdot 10^{-3} \text{ МПа}^{-1}$  [1]. Учитывая, что для использованных в настоящей работе кристаллов пределы текучести (осевые напряжения) составляли 7, 12 и 42 МПа, получим, что  $L$  увеличивается с ростом предела текучести с коэффициентом  $2 \cdot 10^{-2} \text{ МПа}^{-1}$  (рис. 4). Следовательно,

одним только увеличением величины сдвига в полосе скольжения нельзя объяснить рост  $L$  при легировании. Таким образом, и уменьшение  $L$  с ростом напряжений (деформаций), и увеличение  $L$  при добавлении Mg (если сравнение проводить на уровне предела текучести при близких значениях деформации) следует связывать с изменением величины элементарного смещения границы полосы сдвига. Влияние степени деформации можно объяснить сближением соседних полос и выравниванием локальных сдвигов по длине образца, примесь же, очевидно, усиливает неоднородность деформации за счет создания дополнительных препятствий для зарождения и развития полос скольжения.

Заметим, что изменение скорости деформации в пределах одного скачка деформации было невелико, изменение отношения  $\dot{\epsilon}_{\text{max}}/\dot{\epsilon}_{\text{min}}$  не превышало 1.65, а его зависимость от напряжений и степени легирования повторяло аналогичные зависимости для  $L$  (см. кривую 3 на рис. 3). Подобный результат обусловлен хорошей аппроксимацией в нашем случае данных по логарифмическому закону. В других случаях, например, для стационарной ползучести, где предложенный способ оценки  $L$  неприменим, для анализа неравномерности скорости можно воспользоваться приемами, изложенными в [3,4], которые дают независимые величины отношения скорости и деформационную характеристику неоднородности деформации.

Таким образом, в настоящей работе предлагается новый способ анализа деформации на мезоскопическом уровне и предложена ее новая характеристика — временная неоднородность деформации  $L$ . Последняя вводится как средний размах колебаний деформации в ее отклонениях от предполагаемой линейной зависимости  $\ln \dot{\epsilon} - \epsilon$ . В результате показано, что в кристаллах LiF с примесью Mg величина  $L$  падает с ростом деформации (напряжений) и растет при увеличении содержания Mg. Предполагается, что  $L$ , величина которой изменялась в наших опытах от 0.4 до 1.2  $\mu\text{m}$ , определяется смещением границы полосы скольжения при ее расширении. Этот процесс, как известно по данным структурных исследований, вносит основной вклад в деформацию на начальной ее стадии.

## Список литературы

- [1] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 235 с.
- [2] В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, В.А. Степанов. ФТТ **26**, 8, 2387 (1984).
- [3] Н.Н. Песчанская, П.Н. Якушев. ФТТ **30**, 7, 2196 (1988).
- [4] Н.Н. Песчанская. Высокомолекуляр. соединения **A 31**, 6, 1181 (1989).
- [5] С.У. Гольденберг, О.Д. Хлебников. ФТТ **32**, 4, 1226 (1990).
- [6] J. Weertman, J.R. Weertman. In: Physical Metallurgy / Ed. R.W. Cahn. North-Holland Publ. Comp., Amsterdam (1965). V. 3. (Физическое металловедение. Мир, М. (1968) Т. 3).