

Скачки деформации микронного уровня на разных стадиях ползучести кристаллических тел

© Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейрман, А.Б. Синани, Б.И. Смирнов

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

E-mail: shpeizm.v@mail.ioffe.ru

(Поступила в Редакцию 23 марта 2004 г.)

Методом лазерной интерферометрии изучена неравномерность деформации („скачки“) ползучести микронного уровня при сжатии ряда металлов (Ag, Al, Bi, Cu, Pb, Sn, Zn) и кристаллов LiF:Mg. Установлена периодичность изменения скорости деформации и определены средние значения деформации L в периоде, а также изменения L при разных степенях общей деформации. Обнаружены некоторые корреляции между средним значением L и содержанием Mg в кристаллах LiF, между L и размером зерна в металлах, между величиной мелкомасштабных скачков и вектором Бюргерса металлов.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке МОН РФ в рамках программы по твердотельным наноструктурам.

Представления о многоуровневом характере деформации и ее локализации на различных уровнях были развиты во многих работах [1–4]. Однако традиционные способы записи деформации часто нивелируют ее неоднородность на микроуровне, поскольку точность записи не позволяет разрешить мелкомасштабные локальные сдвиги. Одним из проявлений локализации деформации при ползучести является ее неравномерность (скачкообразная ползучесть), обнаруженная при измерении скорости деформации на базе малых изменений длины образца в процессе сжатия аморфных и аморфно-кристаллических полимеров [5–7]. Новый метод записи деформации с помощью лазерного интерферометра и прецизионное измерение скорости и ее изменений позволяют изучать скачки деформации микронного уровня. Характерной особенностью деформации полимеров оказалось чередование участков ползучести с относительно высокой и низкой скоростями. Опыты показали, что периоды нестабильности ползучести, измеренные в единицах деформации (величины скачков), коррелируют с размерами неоднородностей в структуре полимера на микронном уровне [6–9]. В [10,11] показано, что скачкообразная ползучесть характерна для твердых тел разных классов, но природа неравномерности ползучести металлов и кристаллов не изучалась.

В настоящей работе исследовалось влияние различных структурных факторов на неравномерность деформации кристаллических тел методами, использовавшимися ранее в [5–9] для полимеров. Особое внимание было обращено на зависимость неоднородности деформации от размера зерна на примере олова, свинца и микрорекристаллического алюминия. Изучалось также влияние предварительной деформации, примесей и типа кристаллической решетки на среднее значение величины скачков деформации микронного уровня.

1. Материалы и методика

Ползучесть под действием постоянных сжимающих напряжений при 290 К изучалась для Ag, Al, Bi, Cu, Pb, Sn, Zn и LiF. Наиболее подробно исследованы алюминий, олово, свинец и фтористый литий. Алюминиевые образцы изготавливались из монокристаллов и микрорекристаллического Al. Последний был получен методом многократного равноканального углового прессования (РКУП). Размеры зерен после РКУП составляли 1–2 μm . Размеры зерен в олове (β -модификации) 50–70 μm , в свинце 90–110 μm .

Монокристаллы LiF различались концентрацией примеси Mg ($c = 0.0024, 0.007$ и $0.03 \text{ wt.}\%$). Монокристаллы были выращены методом Киропулоса, термически обработаны путем отжига при 1020 К в течение 48 h и охлаждены со скоростью 5 К/h. Из кристаллов по плоскостям {100} выкальвались образцы размером $4 \times 4 \times 10 \text{ mm}$. Металлические образцы имели диаметр 3 mm и высоту 6 mm.

Изменение деформации во времени регистрировалось с помощью лазерного интерферометра, одно из зеркал которого жестко связано с подвижным захватом и отслеживает деформацию образца. Интерферограмма ползучести представляет собой последовательные биения, каждое из которых соответствует приращению деформации на 0.3 μm [5–9]. Скорость относительной деформации определяется по формуле $\dot{\epsilon} = \lambda_0 \nu / 2l_0$, где $\lambda_0 = 0.63 \mu\text{m}$ — длина волны лазера, ν — частота биений на интерферограмме, l_0 — начальная длина образца. Способ записи позволяет с погрешностью до 1–5% измерять скорость деформации при ее приращениях от 0.15–0.3 μm , т.е. изучать кинетику деформации на микронном и субмикронном уровнях.

Периодические изменения скорости (скачки деформации) выявлялись путем ее измерения по интерферограмме на каждом из последовательных биений и

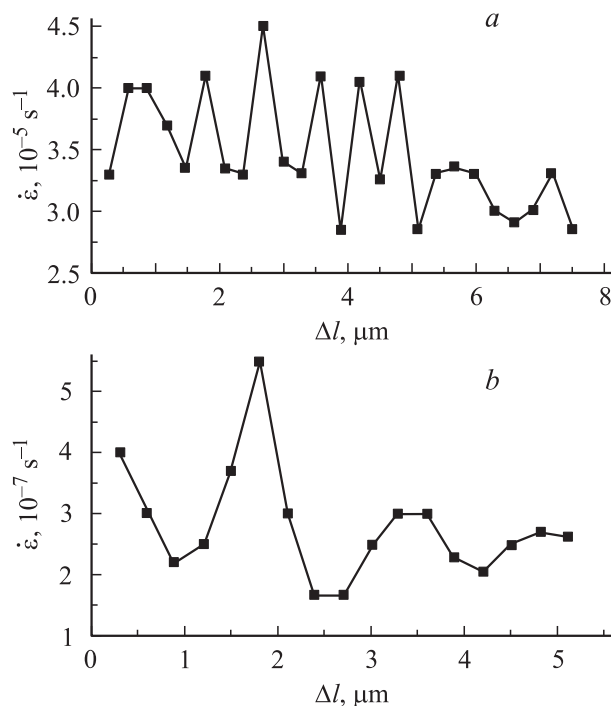


Рис. 1. Зависимость скорости ползучести моно- (*a*) и микрокристаллического (*b*) алюминия от приращения деформации. Предварительная деформация ε , %: *a* — 35, *b* — 3. Напряжение σ , МПа: *a* — 40, *b* — 200. Средняя величина периода колебаний скорости ползучести L , μm : *a* — 0,8, *b* — 1,7.

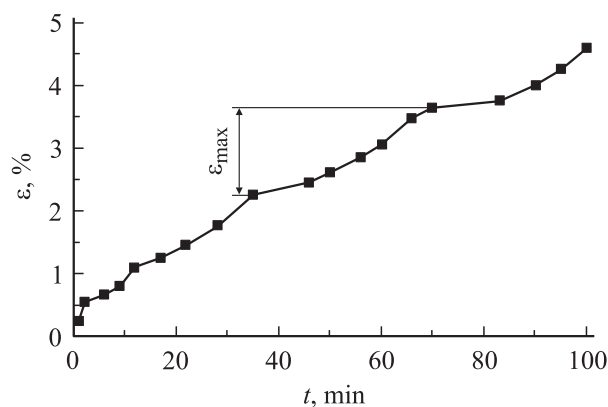


Рис. 2. Кривая ползучести β -Sn с размером зерна $50\text{--}70\ \mu\text{m}$, напряжение $\sigma = 10\ \text{MPa}$. Периоды изменения скорости соответствуют величинам L_{max} , равным последовательно 30, 60, 80, $80\ \mu\text{m}$. $\varepsilon_{\text{max}} = L_{\text{max}}/l_0$ (l_0 — начальная длина образца).

построения зависимостей скорости $\dot{\varepsilon}$ от приращения деформации, кратного $0.3\ \mu\text{m}$ (рис. 1, 2). Измерения относятся к коротким участкам деформации на разных временных стадиях ползучести. Деформационные периоды колебаний скорости (рис. 1, 2) в μm определялись как $L = 0.3n$, где n — число биений в данном периоде (число точек), а средние значения L вычислялись, как правило, из нескольких последовательных периодов при данной предварительной макродеформации.

В зависимости от структуры и стадии деформации колебания скорости могут быть разной формы. Будем разделять скачки деформации на малые L_{min} (обычно $0.6\text{--}1.2\ \mu\text{m}$), средние L_{med} , состоящие из малых простых скачков (несколько μm), и большие L_{max} , состоящие из малых и средних скачков (десятки μm).

2. Результаты и обсуждение

2.1. Корреляция между величиной скачка и размером зерна. На рис. 1, *a, b* приведены примеры изменения скорости деформации в процессе ползучести монокристаллов Al и поликристаллов с мелкими ($1\text{--}2\ \mu\text{m}$) зернами. Измерения проводились как на начальной стадии ползучести (уровень деформации 3–5%), так и после значительной деформации (26–35%). Предварительная деформация микрокристаллического алюминия (26%) достигалась на универсальной испытательной машине Instron 1342 с использованием нагрузок, превышающих макроскопический предел текучести $\sigma_y = 440\ \text{MPa}$. Результаты измерений средней величины малых скачков деформации ползучести приведены в табл. 1.

Образцы из микрокристаллического Al испытывались в режиме ползучести при напряжениях 30–200 МПа. Скорость ползучести при таких напряжениях была низкой (порядка $10^{-7}\ \text{s}^{-1}$). При напряжении 200 МПа начальная деформация была равна 3%, деформация ползу-

Таблица 1. Величина скачков деформации для материалов с различным размером зерна после разной степени деформации

Материал	Деформация, %	L_{min} , μm	L_{med} , μm	L_{max} , μm	
Al (моно- кристалл)	3	1.1			
	20	0.9			
	35	0.8			
Al (после РКУП, зерно $1\text{--}2\ \mu\text{m}$)	3 ($\sigma = 30\ \text{MPa}$)	1.2			
	3 ($\sigma = 200\ \text{MPa}$)	1.7			
	26* ($\sigma = 200\ \text{MPa}$)	1.6			
Pb (зерно $90\text{--}110\ \mu\text{m}$)	3.5	1.3			
	58	0.9	2.7		
	3.5–5.1			100 120	
Sn (зерно $50\text{--}70\ \mu\text{m}$)	1.0	1.4	4.2		
	4.0	1.2	4.8		
				4.5	
				2.1	
	0.5–4.6		1.8	30 60 80 80	

* Предварительная деформация проводилась при напряжениях, превышающих предел текучести $\sigma_y = 440\ \text{MPa}$.

чести за 100 min составила 0.1%. Колебания скорости ползучести соответствуют периоду $L_{\min} = 1.2 \mu\text{m}$ для очень низких напряжений и $1.7 \mu\text{m}$ для более высоких, составляющих примерно половину предела текучести. Если исходная деформация была увеличена до 26%, то средняя величина скачка деформации почти не изменялась.¹ Указанное значение L_{\min} для больших напряжений (200 МПа) практически совпадает с размером зерна в Al. Вероятно, ползучесть начинается в более крупных зернах, близких по размеру к $2 \mu\text{m}$, и пробег дислокаций равен размеру зерна. В этом случае может наблюдаться корреляция (а при соответствующей расчетной плотности дислокаций даже приближенное равенство) размера зерна с величиной скачка. Меньшая величина L_{\min} для совсем малых напряжений может означать, что деформация проходит или в более мелких зернах, или в тех же, что и при больших напряжениях, но действующих напряжений недостаточно для того, чтобы продвинуть дислокацию через все зерно.

По сравнению с микрокристаллическим Al в монокристаллах скорость ползучести выше на два порядка, а средний размер скачков L_{\min} меньше, чем в микрокристалле и с ростом деформации величина L_{\min} уменьшается (табл. 1). Исходя из связи L_{\min} с пробегом дислокаций можно предположить, что в этом случае барьеры для движения дислокаций создаются самой деформацией (например, при пересечении дислокаций, принадлежащих разным системам скольжения), причем расстояние между ними уменьшается с ростом деформации.

На рис. 2 приведена кривая ползучести для поликристаллического олова с размером зерна $50\text{--}70 \mu\text{m}$. В данном случае построение в координатах скорость–деформация не применялось, поскольку малые скачки могут мешать наблюдению больших периодов. Как видно из рис. 2, большие периоды изменения скорости деформации хорошо видны на обычной кривой ползучести деформация–время. Отсюда следует, что деформация развивается с периодическими ускорениями и замедлениями и периоды изменения скорости равны десяткам μm ($30\text{--}60\text{--}80 \mu\text{m}$ — четыре последовательно измеренных скачка деформации), что соответствует размерам крупных зерен в Sn (табл. 1).

Аналогичные данные получены для крупнозернистого свинца с размером зерен около $100 \mu\text{m}$. Из табл. 1 видно, что L_{\max} для Pb соответствует размеру больших зерен. Построения в координатах скорость–деформация на последовательных приращениях деформации $0.3 \mu\text{m}$ показали, что скачки микронного уровня типичны для ползучести Sn и Pb, так же как и для других металлов, при этом малые скачки организуются в более крупные. Данные рис. 1, 2 и табл. 1 доказывают соответствие величины скачков размеру типичных для данного материала структурных неоднородностей.

¹ Возможно, причиной отсутствия влияния предварительной деформации на величину скачка является то, что дополнительные 26% деформации несравнимо малы по отношению к полученной при РКУП.

Таблица 2. Сравнение деформации в скачках L со средним расстоянием между атомами примеси в плоскости скольжения d для LiF + Mg (средние скачки L измерены при напряжениях, соответствующих пределу текучести каждого кристалла (7, 12, 42 МПа), и деформациях 2–5%)

Концентрация Mg, wt.%	$L, \mu\text{m}$	d, nm
0.0024	1.0–1.5	95
0.007	0.9–1.3	56
0.03	0.8–1.1	27

2.2. Влияние примесей на скачкообразную деформацию кристаллов LiF. В [10] при анализе ползучести кристаллов LiF рассматривались отклонения экспериментальных значений скорости деформации от затухающей по логарифмическому закону кривой. При этом считалось, что из-за высокой точности измерений экспериментальная погрешность не вносит вклада в рассчитанную величину отклонения скорости и, следовательно, она (т.е. среднее отклонение от истинной скорости деформации в разные моменты времени, или пересчитанное по известному закону среднее отклонение деформации) может являться характеристикой временной неоднородности ползучести. При этом в [10] не учитывалось, что простой логарифмический закон ползучести является приближенным, а использование более сложного закона приведет к изменению характеристики неоднородности деформации. Расчет неоднородности, примененный к настоящей работе, не привязан к какому-либо определенному закону ползучести. Кроме того, он фиксирует не временную, а деформационную неоднородность (высоту ступеньки на кривой деформации).

В табл. 2 сравниваются результаты измерения деформации в скачках со средним расстоянием d между атомами примеси Mg в плоскости скольжения, которое определяется концентрацией примеси. Видно, что обе характеристики уменьшаются с увеличением концентрации примеси. Если бы мы рассматривали временную неоднородность деформации (см. [10]), то соотношение между ее величиной и концентрацией примеси было бы обратным, что связывается главным образом с увеличением предела текучести и напряжений течения с ростом концентрации Mg [12]. Следовательно, временная и деформационная неоднородности деформации при легировании ведут себя по-разному. Это можно интерпретировать следующим образом: при малой концентрации Mg, который играет роль стопоров, пробеги дислокаций большие, поэтому скачки деформации L большие, а изменения скорости в скачках [10] малы. Наоборот, при более высокой концентрации Mg изменения скорости в скачках больше по величине и повторяются чаще, что приводит к большей величине разброса данных [10] и меньшему периоду L (табл. 2). Таким образом, временная неоднородность деформации на мезоуровне коррелирует с силовой характеристикой

(пределом текучести или напряжением течения), а деформационная — с геометрической, или структурной (расстоянием между атомами примеси d).

Если полагать, что основным механизмом деформации на этой стадии является расширение полос скольжения [12], то можно оценить, какое число расширяющихся полос скольжения образует ступеньку на кривой ползучести. Выразим осевую деформацию в скачке L с помощью формулы $L = mys/\sqrt{2}$, где m — число полос, y — сдвиг в полосе, s — среднее смещение края полосы в направлении, перпендикулярном плоскости скольжения, которое для LiF можно принять равным d . Подставляя значения, приведенные в табл. 2, и учитывая, что полоса скольжения может расширяться с обеих сторон, получим $m = 150–250$. Это соответствует расстоянию между ними $40–70 \mu\text{m}$, что вполне допустимо для данного уровня деформации.

Следовательно, величина L , как и в подразделе 2.1, позволяет выделить основную структурную характеристику деформации кристалла на мезоуровне — величину перемещения активного элемента деформации. Разброс и появление достаточно больших колебаний этой величины в процессе деформации (табл. 2) связаны, очевидно, со случайным характером распределения примеси в кристалле.

2.3. Скачкообразная ползучесть металлов. На рис. 3 приведен пример изменения скорости в процессе ползучести Pb в зависимости от приращения деформации Δl на микронном уровне. Общая деформация, вблизи которой проведено постоянное $\dot{\epsilon} - \Delta l$, указана в подписи к рисунку. Каждая точка соответствует дополнительному приращению деформации на $0.3 \mu\text{m}$, т.е. на 0.005% . Подобные построения были сделаны для всех исследуемых материалов на разных участках ползучести. Из рис. 3 и табл. 1 видно, что при увеличении деформации могут изменяться размеры малых скачков L_{\min} и одновременно из малых образуются более сложные (L_{med} и L_{max}).

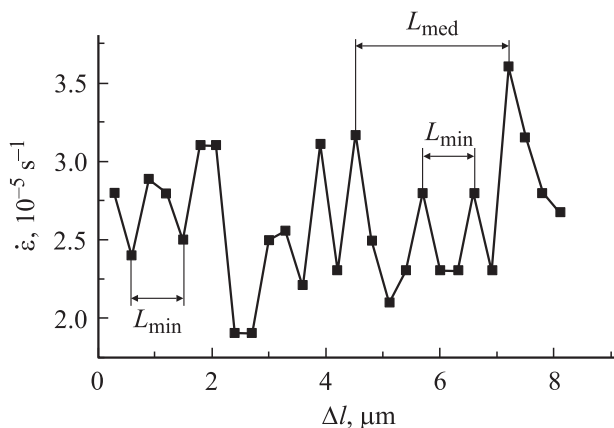


Рис. 3. Зависимость скорости ползучести свинца от приращения деформации на микронном уровне. Общая деформация в начале опыта $\epsilon = 58\%$, напряжение $\sigma = 9 \text{ МПа}$, периоды колебаний скорости ползучести $L_{\min} = 0.9 \mu\text{m}$ и $L_{\text{med}} = 2.7 \mu\text{m}$.

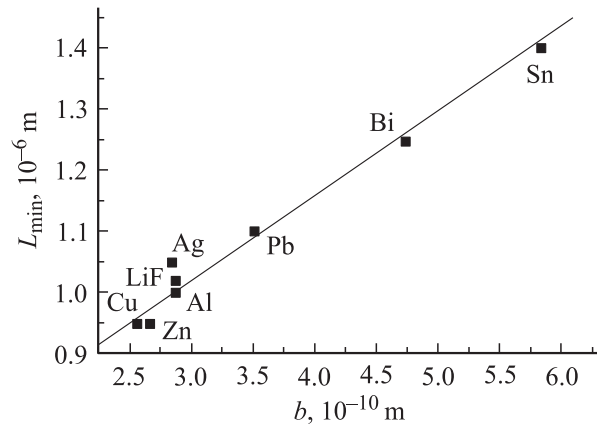


Рис. 4. Связь между средним значением L_{\min} для простых скачков и величиной вектора Бюргера для разных материалов при близких условиях деформации.

Рассмотрим соотношения между значениями мелко-масштабных скачков начальной стадии деформации L_{\min} и характерными расстояниями в структуре материалов. Поскольку все испытанные металлы находились в отожженном состоянии, можно предположить, что плотность дислокаций в рассматриваемой области деформаций у них примерно одинакова. Следовательно, можно полагать, что средние пробеги дислокаций l_d на начальной стадии также примерно одинаковы, тогда некоторая характеристическая деформация $\epsilon = \rho b l_d$, с которой мы сравниваем скачок L_{\min} , должна быть пропорциональной величине вектора Бюргера b .

Из рис. 4 следует, что действительно между L_{\min} и b существует корреляция: чем больше b , тем больше скачки деформации. Если L_{\min} и b отсчитывать в одинаковых единицах длины (например, в μm), то прямую на рис. 4 можно описать выражением $L_{\min} = 0.6 + 1400b$, причем $0.6 \mu\text{m}$ — это, очевидно, характеристика установки (ее предельное разрешение), а величина мелко-масштабного скачка по своему физическому смыслу соответствует элементарному акту деформации на мезоуровне.

Таким образом, скачки (неравномерность) деформации, которые означают кооперативное движение взаимосвязанных дефектов структуры, обусловлены упорядоченными образованиями на разных структурных уровнях. Можно утверждать, что если в материале существуют изначально или создаются самой деформацией повторяющиеся морфологические неоднородности, то в ползучести появятся скачки того же масштаба, и, наоборот, скачки деформации указывают на присутствие упорядоченных структурных элементов размера скачков. Например, малые скачки в металлах и кристаллах указывают на присутствие характерных размеров деформации порядка $1 \mu\text{m}$, большие скачки соответствуют размерам зерна. Возможно также существование более мелких скачков, не разрешаемых данным методом, и хорошо известных макроскачков, возникающих в результате макролокализации деформации [13,14].

Как отмечалось выше, скачки характеризуют не только изначальные неоднородности, но и эволюцию структуры при деформации. Следовательно, опыты на кристаллах и металлах подтверждают вывод, полученный при изучении полимеров, о том, что гетерогенность среды является причиной скачкообразных кооперативных смещений [9,11]. По характеристикам скачков можно оценить некоторые параметры структуры кристаллических тел, определяющие процесс деформации, и следить за их изменением в ходе эволюции структуры.

Список литературы

- [1] В.Е. Панин, В.А. Лихачев, Ю.В. Гриняев. Структурные уровни деформации твердых тел. Наука, Новосибирск (1985). 230 с.
- [2] С.В. Колупаева, В.А. Старенченко, Л.Е. Попов. Неустойчивости пластической деформации кристаллов. Изд-во Том. ун-та, Томск (1994). 300 с.
- [3] В.И. Владимиров. В кн.: Вопросы теории дефектов в кристаллах. Наука, Л. (1987). С. 43.
- [4] М.М. Мышляев, В.В. Шпейзман, М.М. Камалов. ФТТ **43**, *11*, 2015 (2001).
- [5] Н.Н. Песчанская, П.Н. Якушев. ФТТ **30**, *7*, 1299 (1988).
- [6] Н.Н. Песчанская, Л.П. Мясникова, А.Б. Синани. ФТТ **33**, *10*, 2948 (1991).
- [7] Н.Н. Песчанская. ФТТ **35**, *11*, 3019 (1993).
- [8] Н.Н. Песчанская. ФТТ **43**, *8*, 1418 (2001).
- [9] Н.Н. Песчанская, П.Н. Якушев, В.М. Егоров, В.А. Берштейн, Л. Vokobza. ФТТ **44**, *9*, 1609 (2002).
- [10] В.В. Шпейзман, Н.Н. Песчанская, Б.И. Смирнов. ФТТ **40**, *4*, 690 (1998).
- [11] Н.Н. Песчанская. Докт. дис. ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, СПб (1999). 113 с.
- [12] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 235 с.
- [13] В.И. Старцев, В.Я. Ильичев, В.В. Пустовалов. Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах. Металлургия, М. (1975). 328 с.
- [14] В.В. Шпейзман, В.И. Николаев, Б.И. Смирнов, А.Б. Лебедев, В.И. Копылов. ФТТ **42**, *6*, 1034 (2000).