

УДК 669.5:539.374

©1994

## ЗЕРНОГРАНИЧНОЕ ПРОСКАЛЬЗЫВАНИЕ В БИКРИСТАЛЛАХ LiF

*В.Г.Хайруллин*

Исследовано развитие деформации в бикристаллах LiF с границей  $73^\circ \langle 100 \rangle$  наклона в условиях высокотемпературной ползучести. Установлено, что в бикристаллах, полученных методом термокомпрессии, внутризеренное скольжение по двум действующим плоскостям скольжения системы  $\{100\} \langle 100 \rangle$  сильно заторможено вблизи границы. А зернограничное проскальзывание (ЗГП) начинает проявляться при достижении температуры  $0.8T_m$  и напряжения 5 МПа. Рассмотрены факторы, затрудняющие поглощение решеточных дислокаций границей. Высказаны предположения о природе ЗГП и формировании уровня напряжения и температуры, необходимого для развития макроскопически фиксируемого проскальзывания.

Зернограничное проскальзывание ЗГП — это процесс сдвиговой деформации, локализованный в области границы раздела кристаллитов, действие которого приводит к заметному росту пластичности поликристаллических материалов. Наиболее подробно, с привлечением бикристаллитов, ЗГП изучено в высокопластичных чистых металлах Al [1,2], Zn [3,4], Cd [5]. Однако природа этого процесса, особенности его проявления в различных материалах остаются недостаточно изученными. Заметен пробел в исследовании ЗГП в керамических материалах. В работах по ползучести и сверхпластичности в керамике [6,7] в основном отмечается лишь действие ЗГП как механизма деформации. В широком классе керамических материалов существенное место занимают материалы с преимущественно ионной связью. Часто поликристаллические образцы ионных соединений получают путем высокотемпературного компактирования тонких порошков с последующим отжигом, при этом на поверхностях раздела зерен остаются пустоты (поры, каналы), могут выделяться легкоплавкие соединения. Исследования близких к таким компактированным материалам (по способу получения) модельных бикристаллов NaCl [8] показали отличие закономерностей развития в них сдвигового процесса по границе от зернограничного проскальзывания в металлах. В то же время природа различий ЗГП в металлах и керамике не имеет достаточно полного объяснения.

В настоящей работе проведено исследование развития деформации в области границы зерен модельных бикристаллов LiF в условиях ползучести при температурах  $T = (0.6-0.8)T_m$ .

## 1. Методика эксперимента

В работе использовались бикристаллы LiF с несимметричной границей  $73^\circ \langle 100 \rangle$  наклона (рис. 1). Границы такого типа, согласно геометрическим моделям [9], являются не специальными. Бикристаллы LiF были получены путем термокомпрессионного соединения двух разориентированных монокристаллов в Институте кристаллографии РАН (г. Москва). Монокристаллы, из которых готовились бикристаллы, были выращены методом Киропулоса в ЛОМО (г. С.-Петербург).

Исходная плотность дислокаций в бикристалле была между  $10^4$  и  $10^5 \text{ см}^{-2}$ . Образцы для испытаний готовились сколом по плоскостям спайности  $\langle 100 \rangle$  и выпиливания под углом  $45^\circ$  к плоскости границы проволочной алмазной пилой. Поверхность среза тщательно полировали сначала механически, затем химико-механически [10]. Испытания на сжатие проводили при постоянных температуре и нагрузке на установке, показанной на рис. 2. Интервалы температур и нормальных напряжений были  $573\text{--}973 \text{ K}$  и  $3\text{--}6 \text{ МПа}$ . После достижения заданного времени образец охлаждался до  $293 \text{ K}$  со скоростью  $50 \text{ K/min}$ . За развитием общей деформации следили по показаниям индикатора часового типа с ценой деления  $10 \mu\text{m}$ . О величине зернограницного проскальзывания судили по смещению рисок, предварительно нанесенных на поверхность (A) бикристалла с точностью  $0.5 \mu\text{m}$ . Дислокационная структура кристаллов выявлялась методом избирательного травления [11,12] и наблюдалась так же, как структура поверхности границы, в оптическом микроскопе. Наблюдение за структурой границы осуществлялось через боковую поверхность (B) (рис. 1) бикристалла путем фокусировки объектива на наклонную границу. Внутриверновую деформацию вблизи границы определяли по сокращению рисок заданной длины, как в [13].

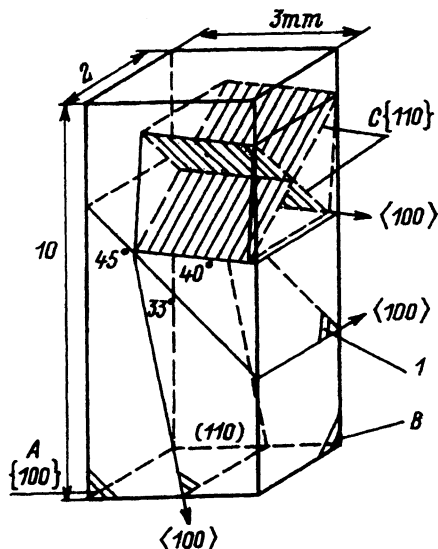


Рис. 1. Геометрия исследуемых бикристаллов.  
1 — граница.

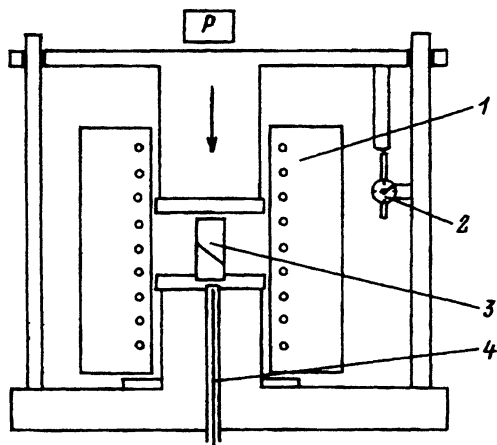


Рис. 2. Схема установки для испытания бикристаллов на сжатие при постоянной нагрузке.

1 — печь, 2 — индикатор ( $I_d = 10 \mu\text{m}$ ),  
3 — образец, 4 — термопара.

## 2. Результаты экспериментов и их обсуждение

2.1. Структура границы бикристалла. На рис. 3 представлены микрофотография участка поверхности  $A$  (рис. 1) бикристалла до деформации и ее схема. Из рис. 3,  $a$  видно, что линия пересечения плоскости границы с поверхностью бикристалла состоит из светлых и темных участков. Исследование структуры границы показало (рис. 4), что вся плоскость границы состоит из темных и светлых участков. Темные участки границы на рис. 3 и 4 соответствуют пустотам в виде пор и каналов [8], поскольку здесь происходит рассеяние света, светлые — контакту без нарушения сплошности (рис. 3,  $b$ ). Оценка доли площади участков хорошего контакта в общей площади границы ( $A_c/A_t$ ) посредством измерения размера пустот показала, что она составляет в среднем для используемых в работе образцов величину порядка 0.7–0.8. По величине этого отношения судили о том, на сколько величина сдвигового напряжения на границе исследуемого бикристалла должна отличаться от напряжения на границе, не имеющей макропустоты.

2.2. Ползучесть и проскальзывание. Геометрия используемых бикристаллов выбрана такой, что при осевом воздействии на них максимально нагруженными оказываются граница и четыре плоскости системы скольжения  $[110] \langle 110 \rangle$ . Исследования деформационного рельефа на начальной стадии деформации и анализ формы бикристаллов после длительного испытания при температурах 680, 750, 850, 923 K

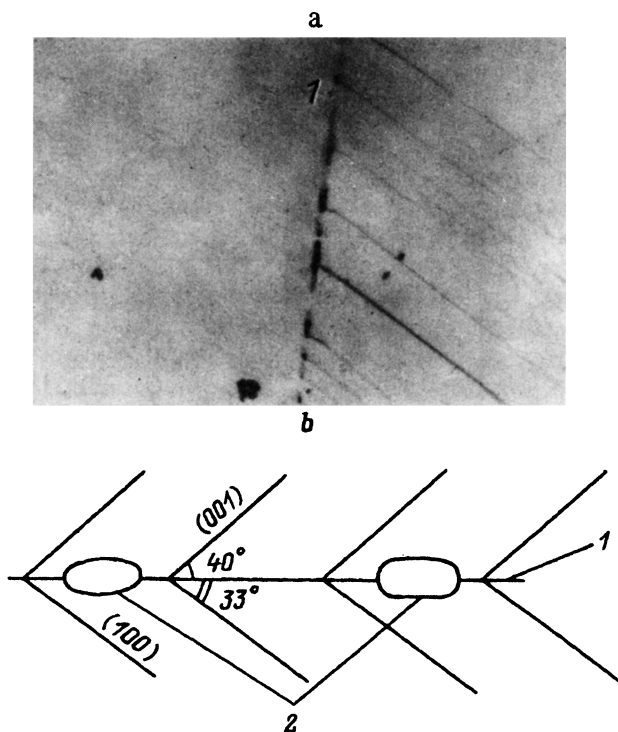


Рис. 3. Поверхность бикристалла ( $a$ ) и ее схема ( $b$ ).

$a$ ) 1 — граница,  $\times 200$ ;  $b$ ) 1 — граница, 2 — пора, канал.



Рис. 4. Микроструктура поверхности границы,  $\times 200$ .

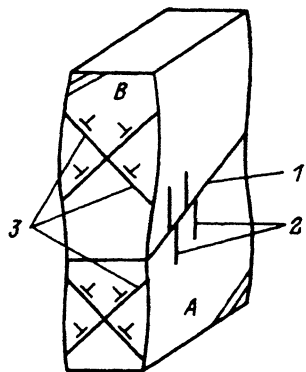


Рис. 5. Форма бикристалла после деформации (схема).  
1 — граница, 2 — риски, 3 — след  $\{110\}$ .

и направлениях 3–6 МПа показали, что из четырех равнонагруженных плоскостей  $\{110\}$  заметную активацию получают лишь две. Свидетельством развития деформации только по плоскостям типа  $C$  (рис. 1) служат появление на поверхности  $A$  «линий волнистого скольжения», а на поверхности  $B$  — пересекающихся прямых линий, соответствующих системе скольжения  $\{110\} \langle 110 \rangle$ . Картина аналогичного типа наблюдалась в [14], где использовались монокристаллы LiF с ориентацией по отношению к оси нагружения, близкой к ориентации кристаллитов наших бикристаллов. Кроме того, форма бикристалла в процессе деформации изменяется, приобретая с ее ростом вид бочки (рис. 5). При этом поверхности  $B$  бикристалла остаются плоскопараллельными, а поверхности  $A$  приобретают соответствующую конфигурацию, что прямо указывает на развитие интенсивной деформации только по двум плоскостям типа  $C$ . Действие двух других систем плоскостей, наклонных к первой паре, как и обычно, не наблюдается [15]. Образовавшаяся в процессе деформации форма образца свидетельствует не только о действии двух указанных выше плоскостей скольжения, но и о том, что граница является значительным препятствием развитию сдвигового процесса в кристаллитах бикристалла. Измерения длин рисок заданной до деформации величины, как в [13], показало, что их изменения после испытаний обнаруживаются, начиная с расстояния 100–150  $\mu\text{m}$  от границы. Затрудненность сдвигового процесса вблизи границы может быть обусловлена тем, что сдвиг не завершается поглощением границей решеточных дислокаций действующих систем скольжения. Известно [16], что для поглощения решеточных дислокаций границей необходимо развитие таких релаксационных процессов, как их диссоциация и перемещение в плоскости границы. Развитие этих процессов затруднено, по-видимому, из-за того, что решеточные дислокации могут распадаться в границе лишь на малоподвижные зернограницные с векторами Бюргера, перпендикулярными или близкими к перпендикулярным действующему в плоскости границы сдвиговому напряжению, а сопровождающееся изменение угла разориентировки должно происходить путем развития внутризеренного скольжения

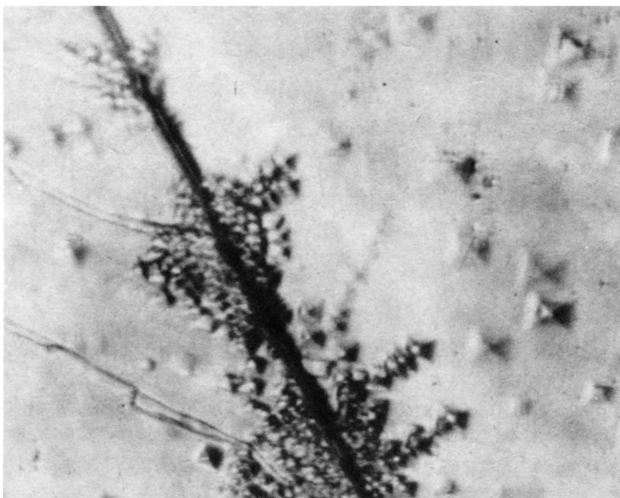


Рис. 6. Дислокационная структура вблизи границы бикристалла на начальной стадии деформации,  $\times 500$ .

по плоскостям ( $\{100\}$  и  $\{110\}$ ), где оно затруднено. Немаловажными факторами, влияющими на процесс поглощения решеточных дислокаций границей, могут быть как сильно выраженная неоднородность деформации кристаллитов, так и особенности структуры исследуемой границы. Локализованный в полосах скольжения характер деформации исследуемых кристаллов LiF [14] приводит к необходимости вхождения большого числа решеточных дислокаций в границу через небольшие ее участки, находящиеся в зоне действия полосы скольжения. Развитие деформации в кристаллитах бикристалла подобным образом может реализоваться, если осуществляются быстрые диссоциация и перераспределение решеточных дислокаций в границе. Исследование поверхности бикристалла на начальной стадии деформации показывает, что вблизи границы в процессе деформации идет накопление решеточных дислокаций, локализованных в небольших областях (рис. 6). Структурный эффект границы, связанный с наличием на ней примесей, заряда и дефектов типа уступов, может приводить к сильному снижению подвижности продиссоциировавших в ней решеточных дислокаций, а следовательно, затруднению их поглощения.

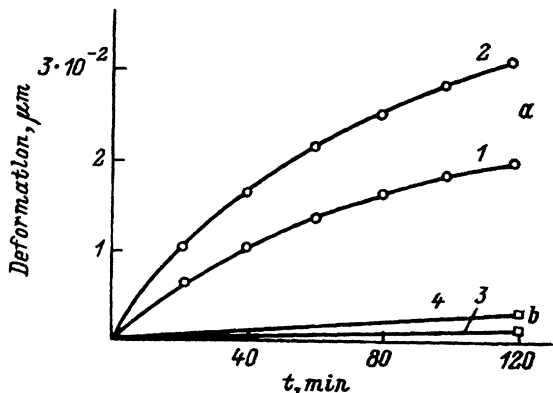


Рис. 7. Кривые ползучести и проскальзывание при  $T = 923$  К.  
*a* — общее осевое смещение,  
*b* — ЗГП;  $\sigma$ , МРа: 1 — 4, 2, 3 — 5,  
 4 — 6.

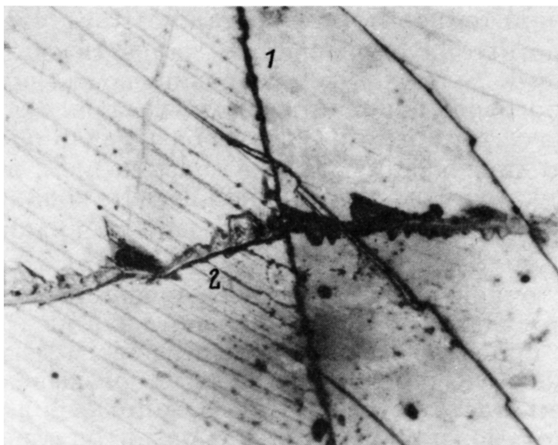


Рис. 8. Смещение рисок на поверхности бикристалла при  $\sigma = 5$  МПа,  $T = 293$  К,  $t = 1$  h,  $\times 150$ .

1 — граница, 2 — риска.

На рис. 7 представлены типичные кривые ползучести, полученные путем фиксации изменения длины образца по индикатору в процессе деформации. Здесь же приведена величина проскальзывания, которая возникла после выдержки образца под нагрузкой в течение 2 h. Вид зависимостей «осевое смещение—время» для других температур и напряжений в исследуемых интервалах аналогичен показанным. Температура 923 К выделена в связи с тем, что при этой температуре исследование поверхности бикристалла с рисками позволило выявить действие зернограничного проскальзывания (рис. 8). При более низких значениях температур выдержка образцов под нагрузкой ( $\sigma = 6$  МПа) в течение 5 h не привело к возникновению смещений рисок, свидетельствующих о ЗГП.

Установленная в работе зависимость скорости проскальзывания от напряженного напряжения позволяет судить о величине порогового напряжения ЗГП (рис. 9). Из рис. 9 видно, что пороговое напряжение ЗГП, даже без учета пустот на границе, выше порогового напряжения деформации, обусловленного действием системы скольже-

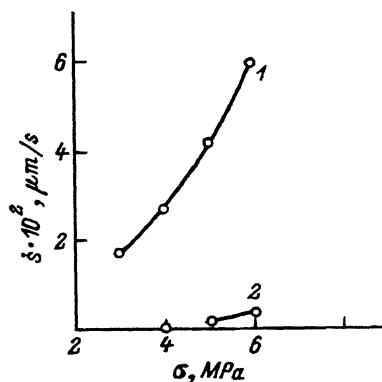


Рис. 9. Зависимости скоростей проскальзывания и ползучести от напряжения при  $T = 923$  К.

1 — ползучесть, 2 — ЗГП.

ния  $\{110\}$   $(110)$  при температуре испытания. Пороговый характер проскальзывания по исследуемой границе является свидетельством дислокационной природы наблюдаемого сдвига по границе. Следовательно, уровень порогового напряжения должен определяться суммой сил трения решетки и торможения со стороны различных дефектов границы движению дислокаций, а также непряжением, необходимым для работы источника дислокаций на границе. Поскольку в соответствии с модельными представлениями <sup>[17]</sup> трение на границе должно быть ниже, чем в объеме, а в соответствии с <sup>[18]</sup> напряжения, необходимые для работы источников дислокаций на границе, должны быть ниже порогового напряжения ЗГП, наибольший вклад в уровень порогового напряжения проскальзывания должны внести дефекты структуры границы. Кроме того, полученные данные показывают, что скорость проскальзывания растет с увеличением напряжения, хотя и не очень быстро. Поэтому можно полагать, что развитие сдвигового процесса по границе в нашем случае происходит в отличие от <sup>[8]</sup> по механизму, где не проявляется зависимость площади физического контакта на границе от приложенных напряжений.

Низкая скорость проскальзывания, слабая ее зависимость от напряжения, а также затрудненность поглощения решеточных дислокаций границей указывают на отсутствие эффекта стимуляции ЗГП, установленного при исследовании деформации бикристаллов гексагональных металлов <sup>[5,13]</sup>. По-видимому, для обнаружения этого эффекта необходимо создание других условий взаимодействия ЗГП и внутризеренного скольжения.

Исследования металлических материалов показывают <sup>[16]</sup>, что для передвижения дислокаций, обеспечивающих ЗГП, необходима заметная термическая активация. Более высокая, чем в металлах <sup>[16]</sup>, гомологическая температура, необходимая для развития макросдвигов вдоль границы исследуемого ионного бикристалла, может быть обусловлена тем, что отношение энергий активаций зернограницной и объемной диффузии ( $Q_b/Q_v$ ) в ионных кристаллах выше, чем в металлах <sup>[19]</sup>.

Атомная структура границ зерен ионных соединений в настоящее время остается в основном малоизученной. Исследования <sup>[20]</sup> показывают, что структура границ зерен ионных соединений разнообразнее границ зерен металлов, поскольку здесь добавляется фактор заряда. В связи с этим, по-видимому, без специальных исследований перенести результаты, полученные для металлов, на ионные соединения не представляется возможным.

В заключение необходимо отметить, что дальнейшие исследования будут направлены на детальное изучение влияния температуры, напряжения, углов разориентировок кристаллитов на развитие проскальзывания в LiF. Важное значение для проблемы ЗГП имеют определение величины энергии активации проскальзывания в различных условиях его протекания, выяснение роли заряда и взаимодействия различных типов решеточных дислокаций с границей в развитии проскальзывания.

## Список литературы

- [1] Biscondi M., Goux C. // Mem Sci. Rev. Met. 1968. V. 65. N 2. P. 167-175.
- [2] Fukutomi H., Kamijo T. // Scr. Met. 1985. V. 19. N 2. P. 195-197.
- [3] Валиев Р.З., Хайруллин В.Г., Шейх-Али А.Д. // Изв. вузов, физика. 1991. № 3. С. 93-103.
- [4] Watanabe T., Yamada M., Sima S., Karashima S. // Phil. Mag. A. 1979. V. 40. N 5. P. 667-683.
- [5] Fukutomi H., Takatori H., Horiuchi R. // Trans. Jap. Inst. Met. 1982. V. 23. N 10. P. 579-584.
- [6] Machara Y., Langdon T.G. // J. Mat. Sci. 1990. V. 25. N 5. P. 2275-2286.
- [7] Kaibyshev O.A. Superplasticity of Alloys, Intermetallides and ceramics. Berlin-Heidelberg: Springer-Verlag, 1992. 318 p.
- [8] Baykara T., Pharr G.M. // Acta Met. 1991. V. 39. N 6. P. 1141-1150.
- [9] Орлов А.Н., Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Границы зерен в металлах. М.: Металлургия. 1980. 156 с.
- [10] Liu Z., Skrotzki W. // Phys. Stat. Sol. (a). 1982. V. 70. N 2. P. 433-440.
- [11] Gilman J.J., Johnston W.G. // Solid State Phys. 1962. V. 13. N 2. P. 147-222.
- [12] Smirnov B.I., Efimov B.A. // Phys. Stat. Sol. 1966. V. 16. N 1. P. 191-196.
- [13] Валиев Р.З., Хайруллин В.Г., Кайбышев О.А. // ФММ. 1987. Т. 63. В. 2. С. 396-401.
- [14] Смирнов Б.И., Чуднова Р.С., Шпейзман В.В. // ФТТ. 1992. Т. 34. №6. С. 1759-1764.
- [15] Смирнов Б.И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л.: Наука, 1981. 236 с.
- [16] Кайбышев О.А., Валиев Р.З. Границы зерен и свойства металлов. М.: Металлургия, 1987. 214 с.
- [17] Прован Дж., Бамиро О. Упругий отклик границ зерен в меди и алюминии. // В кн.: Атомная структура межзеренных границ. М.: Мир, 1978. С. 154-179.
- [18] Кайбышев О.А., Валиев Р.З., Хайруллин В.Г. // ФММ. 1983. Т. 56. В. 3. С. 577-582.
- [19] Sabioni A.C.S., Huntz A.M., Millot F., Mouty C. // Phil. Mag. A. 1992. V. 66. N 3. P. 361-374.
- [20] Chen L.-Q., Kaloji G. // Phil. Mag. A. 1992. V. 66. N 1. P. 11-26.

Институт проблем  
сверхпластичности металлов РАН  
Уфа

Поступило в Редакцию  
31 марта 1994 г.