

УДК 539.37.374.377

©1995

ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ И ДЕФОРМАЦИОННОЕ РАЗУПРОЧНЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ LiF ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Н.П. Скворцова

Институт кристаллографии Российской академии наук,
117333, Москва, Россия
(Поступила в Редакцию 6 апреля 1995 г.)

Экспериментально изучалось явление сверхлокализации пластической деформации в монокристаллах LiF при больших деформациях и высоких температурах. Определены физические условия перехода к локализованному течению в интервале температур $T = 603-1073$ К ($0.53-0.94T_m$) и скоростей деформации $\dot{\epsilon}$ от 10^{-3} до 10^{-2} s^{-1} при испытаниях на сжатие с постоянной скоростью деформации. Показано, что деформационный механизм включает переползание дислокаций, которое контролируется диффузией. Подтверждена связь высокотемпературной локализации с избыточной концентрацией неравновесных точечных дефектов (деформационных вакансий) в зоне сдвига.

В последнее время наблюдается заметный интерес к явлению высокотемпературной локализации пластической деформации, которое заключается в том, что при температурах выше половины температуры плавления пластическая деформация развивается неоднородно в узких дискретных зонах интенсивного течения — полосах локализованного сдвига (ПЛС) — с волнистыми ступенями сдвига и гигантскими сдвиговыми деформациями ($10^3-10^4\%$). Проведенный в настоящее время различными исследователями цикл исследований больших локальных деформаций в кристаллах с разным типом кристаллической решетки позволил выявить закономерности высокотемпературной деформации этих кристаллов в зависимости от кристаллографической ориентации образцов, примесного состава, среды испытаний, температуры, величины и скорости деформации [$1-10$]. Однако механизм образования больших локальных сдвигов при высоких температурах до сих пор неизвестен. Следует отметить, что систематические исследования влияния скорости деформации на характеристики пластичности в сопоставлении с морфологическими и микроструктурными особенностями зон локализации при высоких температурах в кристаллах LiF выполнены только вблизи предплавления температур [$2-3$].

Целью данной работы является исследование физической природы и определение количественных активационных параметров процесса высокотемпературной сверхлокализации пластической деформации.

1. Экспериментальная методика

В работе использовались монокристаллы LiF, выращенные из расплава, с размером блоков ~ 1 mm и отсутствием заметных микроискажений на границах блоков. Выколотые по плоскостям спайности образцы имели форму параллелепипедов размером $5 \times 5 \times 10$ mm. Образцы предварительно отжигались на воздухе в течение 60 часов при 973 K с последующим медленным охлаждением. Исходная плотность дислокаций была порядка $4 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$. Образцы подвергались сжатию вдоль направления $\langle 100 \rangle$ при постоянной температуре и скорости деформации $\dot{\epsilon}$ на испытательной машине «Инстрон» в специальной печи сопротивления с рубиновыми пуансонами на воздухе. Механические испытания проводились до больших степеней деформации в интервалах температур $T = 603\text{--}1073$ K ($0.53\text{--}0.94T_m$) и скоростей деформации $\dot{\epsilon}$ от 10^{-3} до 10^{-2} s^{-1} . Температурный градиент в рабочей зоне печи длиной 90 mm не превышал ± 5 K.

Эффективные напряжения $\tau_{13\%}^*$ определялись на стадии деформационного разупрочнения кривых деформации при $\epsilon \simeq 13\%$ в указанном интервале температур и в интервале скоростей деформации $\dot{\epsilon}$ от $0.84 \cdot 10^{-4}$ до $0.84 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ методом циклирования скорости деформации $\dot{\epsilon}$ с последующей обработкой экспериментальных данных по [11]. Дальнейшие внутренние напряжения определялись $\tau_i = \tau - \tau^*$, где τ — величина сдвигового напряжения на стадии установившегося течения в отсутствие упрочнения при деформации $\epsilon \simeq 13\%$. Внутренние напряжения определялись также методом нулевой скорости релаксации напряжений [12]. Получено достаточно хорошее согласие значений $\tau_{i13\%}$, определенных этими методами, применительно к данным условиям испытаний. Дислокационная структура деформированных кристаллов выявлялась методом избирательного химического травления. Поверхностный деформационный рельеф деформированных образцов изучался методами оптической и интерференционной микроскопии. Следы больших локальных сдвигов выявлялись в виде макроскопических волнистых ступеней скольжения на поверхности, содержащей выходы винтовых дислокаций, и небольших ступенек (складок) на поверхности, параллельной вектору Бюргерса подвижных дислокаций.

2. Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 1 показаны типичные диаграммы сжатия монокристаллов LiF при пяти температурах и трех скоростях деформации $\dot{\epsilon}$. Образование локальных сдвигов происходит на стадии установившегося течения в отсутствие упрочнения (III стадия упрочнения) и связано с резким спадом напряжения после достижения напряжения σ_{tr} при некоторой критической деформации ϵ_{tr} (рис. 2). Переход к локализованному течению в ПЛС отмечается небольшим «зубом» текучести на деформационной кривой (отмечен стрелкой), что свидетельствует о потере пластической устойчивости и сопровождается резким увеличением предельной пластической деформации до разрушения. В принятых условиях опытов образцы деформировались без разрушения до степеней деформации $\epsilon > 80\%$.

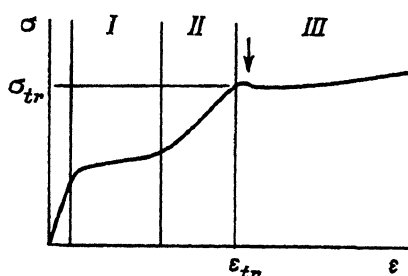
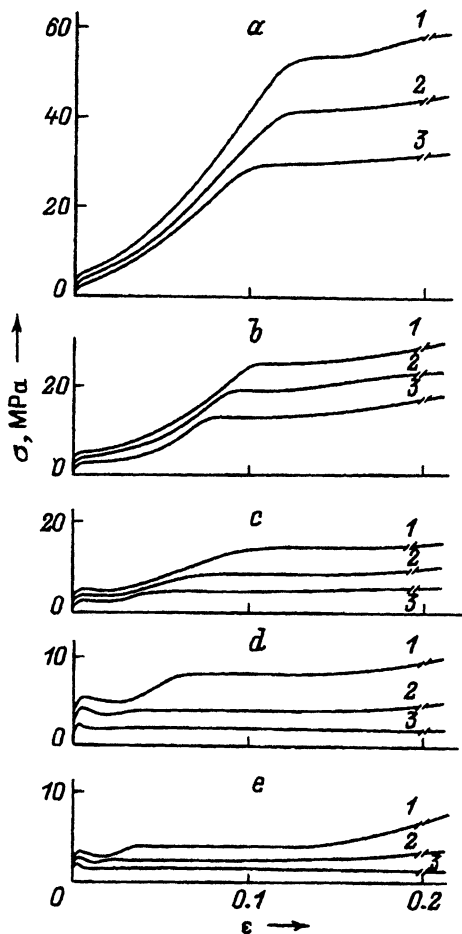


Рис. 2. Типичная диаграмма течения монокристаллов LiF с указанием параметров перехода к локализованному течению.

Рис. 1. Диаграммы сжатия вдоль $\langle 100 \rangle$ монокристаллов LiF при температурах 603 (а), 733 (б), 873 (с), 973 (д), 1073 К (е) при разных скоростях деформации.

Кривые рис. 1, е — данные [2]. $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}): 1 — $0.84 \cdot 10^{-2}$, 2 — $0.84 \cdot 10^{-3}$, 3 — $0.84 \cdot 10^{-4}$ — данные [2].

На рис. 3,а представлены температурные зависимости сдвигового напряжения перехода к локализованному течению τ_{tr} при разных скоростях деформации $\dot{\epsilon}$, построенные по данным рис. 1. С ростом температуры напряжение течения τ_{tr} экспоненциально уменьшается для всех значений $\dot{\epsilon}$. Атермическая компонента $\tau_{i13\%}$ уменьшается примерно на порядок в интервале температур $T = 603-873$ К ($0.53-0.76T_m$), что связано, по-видимому, с изменением состояния примесей [13,14] и практически не меняется при более высоких температурах деформирования (рис. 3,б). Уровень горизонтального участка зависимостей $\tau_{i13\%}(T)$ понижается с уменьшением $\dot{\epsilon}$, и при температуре $T \approx 1073$ К ($0.94T_m$) значения τ_i примерно одинаковы во всем исследованном интервале $\dot{\epsilon}$. В наших опытах мы наблюдали примерно двукратное увеличение вклада эффективных напряжений в величину τ_{tr} с повышением температуры для различных значений $\dot{\epsilon}$ (рис. 3,с). Повышение $\dot{\epsilon}$ аналогично понижению температуры деформирования.

Температурные зависимости второго параметра перехода к локализованному течению — критической деформации ϵ_{tr} — для трех скоростей деформации $\dot{\epsilon}$ приведены на рис. 4. С ростом температуры и

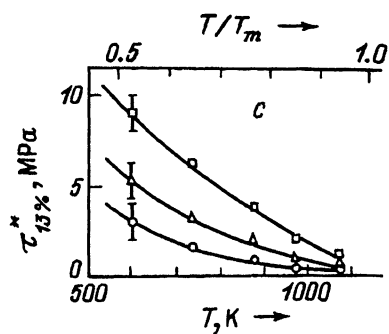
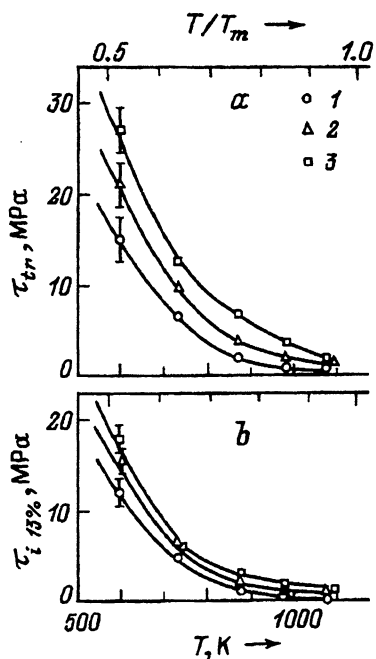


Рис. 3. Температурные зависимости сдвигового напряжения перехода к локализованному течению τ_{tr} (а), дальнодействующих внутренних напряжений $\tau_{i13\%}$ (б) и эффективных напряжений $\tau_{i13\%}^*$ (с) на стадии деформационного разупрочнения в ПЛС при $\epsilon \cong 13\%$ при разных скоростях деформации.

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1}): 1 — $0.84 \cdot 10^{-4}$, 2 — $0.84 \cdot 10^{-3}$, 3 — $0.84 \cdot 10^{-2}$.

уменьшением $\dot{\epsilon}$ величина ϵ_{tr} уменьшается, и при температурах больше 873 К ($0.76T_m$) и малых скоростях деформации ($\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} s^{-1}$) на кривых деформации остается только III стадия, напряжение течения которой практически постоянно вплоть до больших степеней деформации (кривые 3 на рис. 1, d, e).

Согласно [15], пластическая деформация в отсутствие упрочнения при постоянном напряжении τ_{tr} контролируется механизмом квазивязкого течения материала. Скорость диффузионно-вязкого деформирования пропорциональна приложенному напряжению σ и определяется

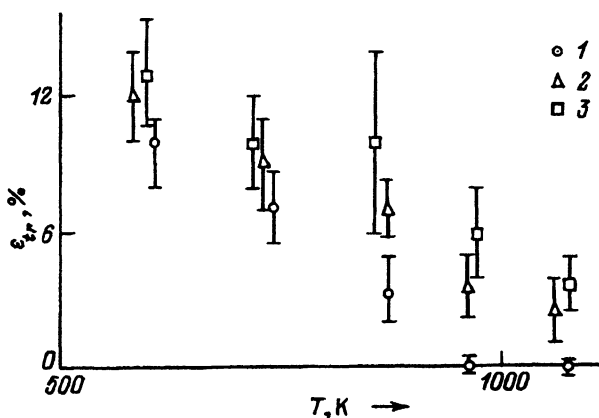


Рис. 4. Температурные зависимости критической деформации перехода к локализованному течению ϵ_{tr} при разных скоростях деформации.

$\dot{\epsilon}$ (s^{-1}): 1 — $0.84 \cdot 10^{-4}$, 2 — $0.84 \cdot 10^{-3}$, 3 — $0.84 \cdot 10^{-2}$.

Значения параметров, необходимых для вычисления скорости деформации $\dot{\epsilon}_{tr}$, контролируемой диффузионно-вязким течением в ПЛС в кристаллах LiF

Параметр	Значение
$D_{sd}, m^2 \cdot s^{-1}$	10^{-12} [16]
b, m	$2.8 \cdot 10^{-10}$
$k, J \cdot K^{-1}$	$1.38 \cdot 10^{-23}$
T, K	1073 ($0.94T_m$)
d, m	10^{-5} [1]
σ, MPa	1

Примечание. D_{sd} — коэффициент самодиффузии, b — величина вектора Бюргера $|b|$, k — постоянная Больцмана, T — абсолютная температура, d — эффективная ширина ПЛС, σ — приложенное напряжение.

уравнением

$$\dot{\epsilon} \approx \frac{D_{sd}\Omega\sigma}{kT d^2}, \quad (1)$$

где D_{sd} — коэффициент самодиффузии, Ω — атомный объем, k — постоянная Больцмана, d — размер зерна. Значения различных параметров, необходимых для вычисления теоретической скорости деформации $\dot{\epsilon}_{th}$, контролируемой диффузионно-вязким течением в ПЛС в LiF, приведены в таблице. Для образования больших локальных сдвигов путем квазивязкого течения в случае приложенной скорости деформации $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ теоретическая скорость Херринга должна была быть $\dot{\epsilon}_{th} \approx 10^{-5} s^{-1}$, что на четыре порядка меньше экспериментально наблюдаемой скорости деформации в ПЛС ($\dot{\gamma} > 10^{-1} s^{-1}$ при $T \approx 0.92T_m$ [3]). Отметим, что приведенная оценка $\dot{\epsilon}_{th}$ согласуется с данными по высокотемпературной ползучести поликристаллического Al и монокристаллов NaCl [17] в области температур, близких к плавлению, при напряжениях 0.09 и 2.5 МПа соответственно. Показано, что наблюдаемая скорость деформации превосходит теоретическую скорость Херринга на три порядка для Al и на пять порядков для NaCl.

Активационная теория деформации описывает зависимость скорости деформации $\dot{\epsilon}$ от напряжения τ^* и температуры T уравнением Аррениуса [18]

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 (\tau^*)^n \exp(-E/kT), \quad (2)$$

где $\dot{\epsilon}_0$, k — постоянные, E — кажущаяся энергия активации процесса, контролирующего скорость деформации. Из рис. 3,с следует, что в исследованном температурном интервале изменение скорости деформации $\dot{\epsilon}$ на два порядка увеличивает $\tau_{13\%}^*$ незначительно. На рис. 5 приведены результаты обработки зависимостей $\tau_{13\%}^*(\dot{\epsilon})$ при разных температурах в двойных логарифмических координатах. Видно, что показатель степени при напряжении является постоянной, равной $n = 3.6 \pm 0.3$. Построение зависимостей $\ln \dot{\epsilon}$ от $1/T$ для различных $\tau_{13\%}^*$ показало, что график Аррениуса имеет перегиб при $T \approx 873 K$

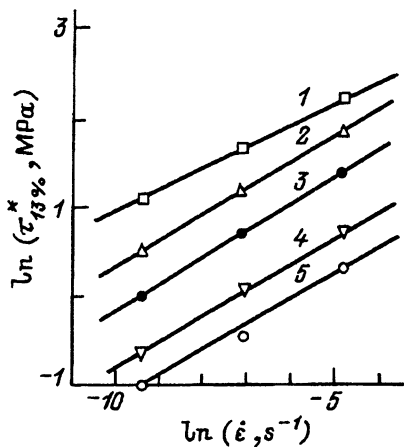


Рис. 5. Зависимости эффективных напряжений $\bar{\sigma}$ от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ на стадии деформационного разупрочнения в ПЛС в двойных логарифмических координатах при разных температурах.

T , (K): 1 — 603, 2 — 733, 3 — 873, 4 — 973, 5 — 1073.

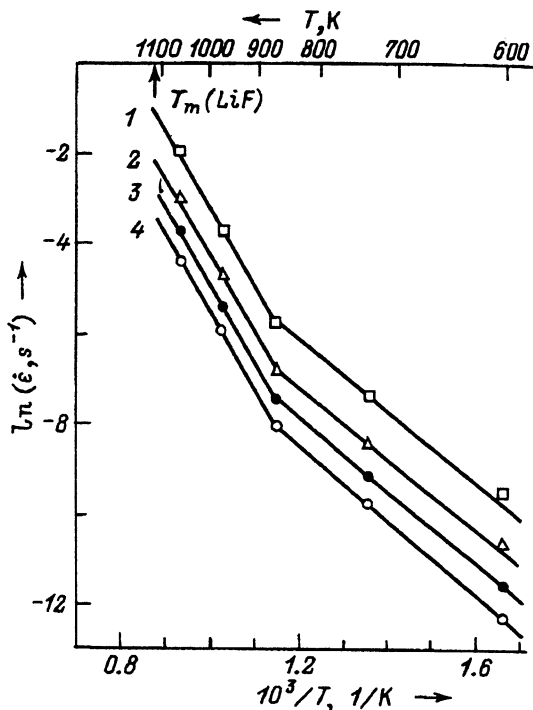


Рис. 6. Температурные зависимости скорости деформации $\dot{\epsilon}$ в аррениусовских координатах на стадии установившегося течения в ПЛС при разных напряжениях.

$\tau_{13\%}^*$ (МПа): 1 — 3.0, 2 — 2.23, 3 — 1.82, 4 — 1.49.

($0.76T_m$), что свидетельствует о наличии двух параллельно протекающих процессов (рис. 6). Один из них доминирует в интервале температур $T = 0.53-0.76T_m$ и имеет энергию активации, определенную по наклону зависимости $\ln \dot{\epsilon}$ от $1/T$, равную ~ 0.7 eV, а второй — при более высоких температурах и имеет энергию, равную ~ 1.3 eV. При температуре $T \sim 0.76T_m$ активности обоих процессов примерно одинаковы. Полученные значения энергии активации согласуются с энергией миграции катионных и анионных вакансий в LiF (0.65 и 1.1 eV соответственно) [19]. Постоянство наклона зависимостей $\ln \dot{\epsilon}$ от $1/T$ в обоих температурных интервалах свидетельствует о независимости энергии активации от напряжения. Полученные экспериментальные данные показывают, что скорость высокотемпературной локализации пластической деформации контролируется процессами переползания дислокаций и их аннигиляции, которые зависят от диффузии вакансий. Таким образом, избыточная концентрация неравновесных точечных дефектов (деформационных вакансий) является необходимым условием для образования больших локальных сдвигов при высоких температурах.

В заключение отметим, что экспериментальное определение показателя степенного закона и энергии активации в изученных интервалах температур и скоростей деформации дает, по-видимому, лишь некоторую первоначальную информацию о наиболее предпочтительных процессах высокотемпературной деформации, которые определяют также и величину напряжений перехода к локализованному течению τ_{tr} . Полное понимание дислокационных, диффузионных, порообразующих, рекристаллизационных и других процессов, параллельно протекающих и действующих одновременно при высоких температурах, а также оценка их относительного вклада в высокотемпературную локализацию пластической деформации требуют дополнительных тщательных исследований.

Автор выражает глубокую благодарность Б.И.Петухову за обсуждение результатов работы.

Автор также благодарен Международному научному фонду (грант № MN 9000) за финансовую поддержку исследований.

Список литературы

- [1] Бережкова Г.В., Скворцова Н.П., Перстнев П.П., Регель В.Р. ФТТ **26**, 4, 1074 (1984).
- [2] Skvortsova N.P., Berezhkova G.V. Cryst. Res. Techn. **21**, 7, 939 (1986).
- [3] Бережкова Г.В., Скворцова Н.П. Латв. ЖФТН, **4**, 34 (1991).
- [4] Смирнов Б.И., Чуднова Р.С., Шпейзман В.В. ФТТ **34**, 6, 1759 (1992).
- [5] Смирнов Б.И., Николаев В.В. ФТТ **35**, 7, 1840 (1993).
- [6] Смирнов Б.И. ФТТ **36**, 7, 2037 (1994).
- [7] Vavra F., Ševčík Z., Janeček M. Czech. J. Phys. **37**, 886 (1987).
- [8] Demchenko V.V., Urusovskaya A.A. Cryst. Res. Techn. **28**, 3, 415 (1993).
- [9] Urusovskaya A.A., Demchenko V.V. Cryst. Res. Techn. **27**, 8, 1121 (1992).
- [10] Старенченко В.Н., Абзаев Ю.А., Конева Н.А. ФММ **64**, 6, 1178 (1987).
- [11] Michalak J.T. Acta Met. **13**, 3, 213 (1965).
- [12] Gibbs G.V. Phil. Mag. **13**, 122, 317 (1966).
- [13] Lilley E., Newkirk J.B. J. Mater. Sci. **2**, 6, 567 (1967).
- [14] Reppich B. Acta Met. **20**, 4, 557 (1972).
- [15] Poirier J.-P. Creep of Crystals. Cambridge (1985). 272 p.
- [16] Matzke H.J. J. Phys. Chem. Sol. **32**, 2, 437 (1971).
- [17] Гегузин Я.Е., Рабец В.Л., Чернышев А.А. ФТТ **5**, 7, 1900 (1963).
- [18] Friedel J. Dislocations. Oxford-London (1964). 644 p.
- [19] Suptitz F., Teltow J. Phys. Stat. Sol. **23**, 9, 9 (1964).