

АКТИВАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДЕФОРМАЦИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ LiF С ВЫДЕЛЕННЫМИ СИСТЕМАМИ СКОЛЬЖЕНИЯ

© В.В.Шнейцман, Н.Н.Песчанская, Р.С.Чуднова

Физико-технический институт им.А.Ф.Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия
(Поступила в Редакцию 5 июня 1995 г.)

Дифференциальным методом с помощью лазерного интерферометра были определены эффективные энергия активации и активационный объем (Q_{ef} и V_{ef}) процесса пластической деформации монокристаллов LiF при одиночном и множественном скольжении. Показано, что в общем случае Q_{ef} и V_{ef} изменяются с деформацией и напряжениями, но определяются в первую очередь величиной скорости деформации. Обнаружена тенденция к сохранению постоянства Q_{ef} на двух уровнях: в области малых и сравнительно больших деформаций. Положение и ширина переходной зоны зависят от геометрии скольжения. Обсуждаются связь энергии активации и активационного объема процесса деформации и вид зависимости энергии активации от напряжения.

Использование дифференциальных методик определения активационных характеристик является одним из наиболее информативных способов анализа процесса пластической деформации [1,2]. Однако, несмотря на ясность заложенных в них идей и кажущуюся простоту их экспериментального воплощения, испытания с быстрым изменением какого-либо параметра (напряжения σ , температуры T или скорости деформирования $\dot{\epsilon}$) часто вызывали критику из-за того, что результаты могли отражать возможное изменение структуры образца как во время самого скачка, так и при измерении новых значений скорости деформации после скачка [3]. Если за критерий изменения структуры принять деформацию $\Delta\epsilon$, прошедшую за время между двумя измерениями скорости, то для приближения к условию постоянства структуры необходимо проводить измерения при как можно меньшей величине $\Delta\epsilon$. В настоящей работе использовали сконструированный в ФТИ им.А.Ф.Иоффе лазерный интерферометр [4]. Интерферометрическая запись деформации позволяет измерить ее скорость на базе линейных перемещений всего 0.3–1 μm , что по крайней мере на порядок меньше, чем в других, обычно применяемых методах. Ранее такая методика была использована в серии работ [5,6] для изучения кинетики ползучести полимеров. Увеличение точности измерений дало возможность обнаружить ряд особенностей и новых закономерностей в кинетике деформации полимеров, в том числе и в поведении активационных характеристик.

Целью настоящей работы было измерить активационные параметры деформации монокристаллов LiF с заданной геометрией скольжения, используя преимущества, которые дает интерферометрическая запись деформации.

1. Методика проведения опытов

Образцы в виде прямоугольного параллелепипеда подвергались одноосному сжатию при комнатной температуре в области напряжений как выше, так и ниже предела текучести σ_s . Образцы выкалывались из большого монокристалла по плоскостям спайности $\{100\}$ и имели размер $4 \times 4 \times 15$ mm. Известно, что в образцах LiF при одноосном сжатии вдоль $[100]$ одновременно могут действовать до четырех систем скольжения $\langle 110 \rangle \{110\}$. С целью облегчения трактовки результатов нами кроме обычных образцов использовались образцы, в которых деформация могла осуществляться только в одной или в двух ортогональных системах скольжения (см. рис. 1, образцы типа 1 и 2 соответственно) [7]. Выделенная для деформации зона закрывалась свинцовой полоской, а остальная (заштрихованная на рис. 1) часть образца подвергалась рентгеновскому облучению, что приводило к ее упрочнению. Для образцов типа 3 (рис. 1) ориентированная по (110) область деформации не выделялась, а облучению подвергались только торцы для предотвращения возможного влияния их неоднородной деформации или растрескивания на результаты измерений.

Расчет эффективных энергии активации Q_{ef} и активационного объема V_{ef} деформации проводился по обычным для термоактивационного анализа формулам [1]

$$Q_{ef} = kT^2 (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial T)_{\sigma},$$

$$V_{ef} = -dQ/d\sigma = kT (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \sigma)_T, \quad (1)$$

частные производные в которых вычислялись как отношение приращений логарифма скорости деформации $\Delta \ln \dot{\epsilon}$ к вызвавшему ее изменению приращению температуры ΔT или напряжения $\Delta \sigma$.

Опыты проводились следующим образом: в заданном интервале напряжений образец нагружался ступенчато возрастающей нагрузкой с длительностью ступеньки 10–30 с и высотой $\Delta \sigma = 10$ –100 kPa. Информация о процессе деформации записывалась в виде синусоиды, частота которой пропорциональна скорости, а число колебаний — величине

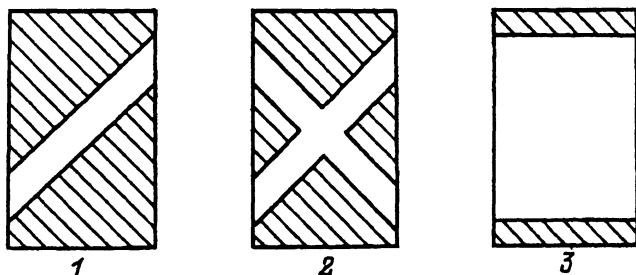


Рис. 1. Внешний вид образцов для одиночного скольжения (1), скольжения по ортогональным плоскостям (2) и с упрочненными торцами (3).

деформации [4]. Для получения энергии активации деформации на горизонтальном участке ступеньки проводили скачки температуры ΔT и измеряли скорости деформации до и после скачка. Величина ΔT составляла 3–5 К. При этом длительность действия постоянной нагрузки возрастала до нескольких минут. Для определения эффективного активационного объема использовали соотношение скоростей, измеренных вблизи вертикального участка ступеньки нагрузки.

2. Результаты опытов и их обсуждение

На рис. 2 показаны зависимости энергии Q_{ef} от деформации при заданном уровне напряжений (близком к пределу текучести) для образцов трех типов. Как следует из экспериментальных данных, величина энергии активации изменяется в широких пределах (от 0.4 до 1.6 eV). Однако и для одиночного, и для множественного скольжения можно выявить следующую закономерность: зависимость $Q_{ef}(\varepsilon)$ выражается S-образной кривой с участками с относительно низкой и более высокой энергиями в исследованном интервале деформаций, а также с промежуточным, переходным участком. Последний для образцов трех типов различается по ширине и по области деформаций, где он расположен. Так, для одиночного скольжения он занимает интервал 0.6–0.9%, т.е. соответствует площадке текучести при испытании с постоянной скоростью деформации. Для кристаллов типа 2 с выделенными ортогональными плоскостями скольжения он примыкает к оси ординат. Малые значения Q_{ef} в этом случае могут быть замечены только при очень малых напряжениях. На рис. 2, *b* значения Q_{ef}

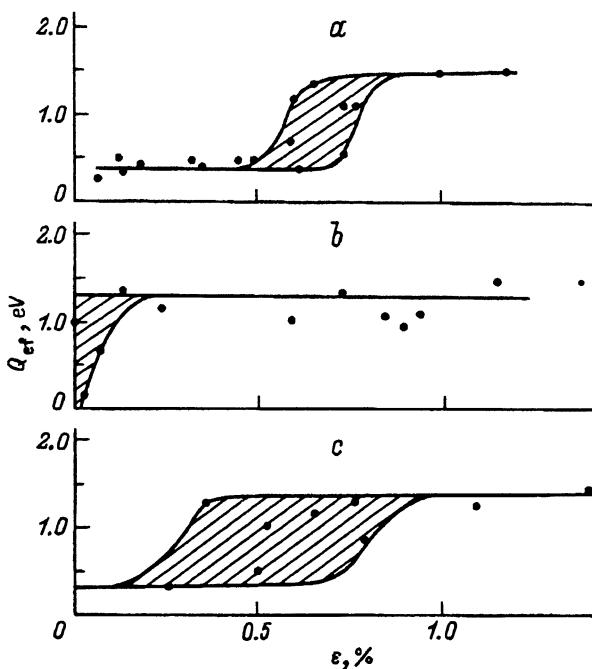


Рис. 2. Зависимость энергии активации от деформации $Q_{ef}(\varepsilon)$ для образцов типа 1 (а), 2 (b) и 3 (с).
Напряжение $\sigma = 6.5$ МПа.

при малых ϵ (до 0.12%) получены при напряжениях 0.2 МПа, что составляет примерно 1/30 от предела текучести. Для обычных кристаллов (тип 3) переходная зона очень широкая, начинается она при $\epsilon \approx 0.2\%$, а заканчивается там же, что и для образцов с одиночным скольжением.

Если придавать измеренным величинам Q_{ef} смысл энергетических барьеров, препятствующих движению дислокаций в кристаллах, то подобную зависимость от деформации и от структуры (геометрии скольжения) можно в принципе связать с движением не взаимодействующих между собой дислокаций (малые деформации и малые энергии) и взаимодействием между ними (движением по пересекающимся плоскостям при множественном скольжении и взаимным влиянием дислокаций в близко расположенных параллельных плоскостях при одиночном скольжении), что приводит к увеличению энергии активации. Очевидно, для одиночного скольжения процесс независимого движения дислокаций распространяется до больших значений деформаций, чем в случае множественного скольжения. Как уже отмечалось, эти значения соответствуют деформации на площадке текучести, где она осуществляется путем расширения полос скольжения [8]. Следовательно, уже на этой стадии полосы скольжения оказывают влияние друг на друга. Для кристаллов типа 2 с ортогональными плоскостями скольжения пересечение полос происходит на самых ранних стадиях деформации, а в кристаллах типа 3 в разных частях образца случайным образом могут реализовываться условия одиночного или множественного скольжения, поэтому малые и большие энергии активации могут сосуществовать в довольно широком интервале деформаций. Однако верхняя граница деформации переходного участка будет находиться вблизи ее положения для кристаллов с одиночным скольжением.

Положение переходной зоны может изменяться при варьировании действующих напряжений. Чем они больше, тем при больших деформациях она расположена. На рис. 3 в качестве примера приведено положение правой границы зависимости $Q_{ef}(\epsilon)$ для кристаллов типа 3. Возможно, смещение зоны при изменении напряжений связано с тем, что при больших напряжениях выше плотность дислокаций в полосах и условие их взаимного влияния (например, пересечения полос) реализуется в области более высоких деформаций.

Как видно из рис. 2, с, величина Q_{ef} для обычных кристаллов определяется с большим разбросом, т.е. величина деформации в этом случае не определяет энергию активации. Если те же самые данные перестроить в координатах энергия-скорость деформации, то разброс значений Q_{ef} существенно уменьшается (рис. 4). Более того, оказывается, что зависимость $Q_{ef}(\dot{\epsilon})$ не чувствительна к напряжению. Данные, показанные

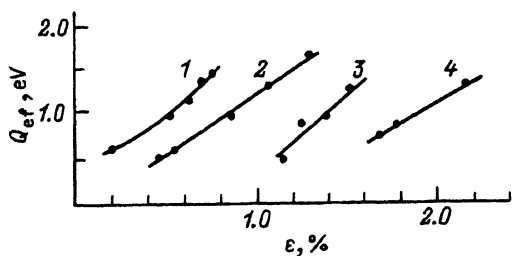


Рис. 3. Положение правой границы зависимости $Q_{ef}(\epsilon)$ для кристаллов типа 3.

Напряжения σ (МПа): 1 — 5.6, 2 — 6.6, 3 — 7.4, 4 — 8.0.

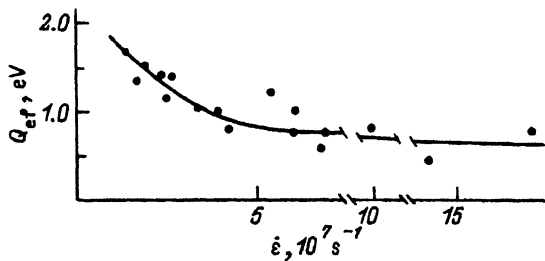


Рис. 4. Зависимость энергии активации для кристаллов типа 3 от скорости деформации. Напряжения σ от 5.6 до 8.0 МПа.

на разных кривых на рис. 3, в этих координатах лежат на одной кривой. Этот факт, казалось бы, прямо свидетельствует о справедливости формулы $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp(-Q_{ef}/kT)$, лежащей в основе термоактивационного анализа процесса деформации. Однако рассчитанные по этой формуле величины $\dot{\epsilon}_0$ заставляют усомниться в традиционной трактовке смысла энергии Q_{ef} . Так, в наших опытах Q_{ef} изменяется от 0.4 до 1.6 eV, что дает для $\dot{\epsilon}_0$ значения от 30 до 10^{23} s^{-1} , а это, во-первых, противоречит «базовой» формуле $\dot{\epsilon}(T)$ и, во-вторых, делает невозможным описание $\dot{\epsilon}_0$ как некоторого частотного множителя.

Рассмотрим, к чему может привести предположение о том, что деформация на начальных стадиях ее развития, о которых идет речь в настоящей работе, определяется не одним, а по крайней мере двумя механизмами. Пусть

$$\dot{\epsilon} = \alpha \dot{\epsilon}_1 + (1 - \alpha) \dot{\epsilon}_2 = \alpha \dot{\epsilon}_{01} \exp(-Q_1/kT) + (1 - \alpha) \dot{\epsilon}_{02} \exp(-Q_2/kT), \quad (2)$$

причем вклад α первого и $(1 - \alpha)$ второго механизмов в деформацию может изменяться. В простейшем случае этими механизмами могут быть генерация дислокаций (начало работы некоторого источника) и движение (скольжение) дислокаций от источника (или упоминавшееся движение невзаимодействующих и взаимодействующих дислокаций). Оба процесса могут быть термоактивированными, а их активационные характеристики могут различаться.

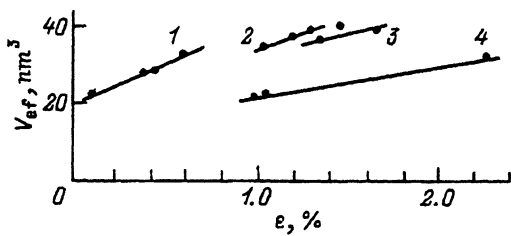
Если справедлива формула (2), то с учетом (1) получим

$$Q_{ef} = \frac{kT^2}{\dot{\epsilon}} d\dot{\epsilon}/dT = \frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}} (Q_1 + kT^2 d\alpha/dT) + \frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}} (Q_2 - kT^2 d\alpha/dT). \quad (3)$$

Формула (3) позволяет снять противоречие между обнаруженным в опыте отсутствием зависимости функции $Q_{ef}(\dot{\epsilon})$ от σ и большим изменением значений Q_{ef} для сравнительно небольшого интервала изменений скорости деформаций. Так, малые измеренные значения энергии могут быть связаны не только с тем, что истинные энергии активации малы, но и с изменением α при скачке температуры, например, в случае, если $d\alpha/dT < 0$, а вклад первого процесса в деформацию является определяющим. Для области малых деформаций, следовательно, при положительном скачке температуры вклад основного, определяющего скорость деформации процесса уменьшается и эффективная энергия активации падает. Аналогичным образом можно объяснить и завышенные значения эффективной энергии активации. Поэтому представляется преждевременным приписывать полученным величинам энергий активации на начальных стадиях деформации смысл истинных энергий взаимодействий дислокаций с решеточными барьерами или между собой по каким-либо известным механизмам.

Рис. 5. Зависимость активационного объема от деформации для кристаллов типа 3.

Напряжения σ (МПа): 1 — 5.6, 2 — 6.6, 3 — 7.4, 4 — 8.0.



Рассмотрим результаты опытов со скачком напряжений. В отличие от приведенных выше данных, показывающих, что при постоянном напряжении по мере роста деформации эффективная энергия активации лишь в некоторой переходной зоне изменяет свои значения (рис. 2), активационный объем ($V_{ef} = -dQ_{ef}/d\sigma$) монотонно возрастает с деформацией (рис. 5). Это справедливо для кристаллов всех типов, однако темп роста активационного объема оказывается наименьшим для кристаллов с одиночным скольжением. Таким образом, функции $V_{ef}(\epsilon)$ не имели участков, где их значения были бы постоянными. Следует заметить, что деформация ползучести в наших опытах быстро затухала, особенно при больших напряжениях; кроме того, при малых скоростях деформации в кристаллах с выделенными одной или двумя полосами на результат могли влиять эффекты в облученных зонах, поэтому возможно, что максимальные полученные в опытах значения V_{ef} являются предельными или близкими к предельным для этих кристаллов. Однако отсутствие корреляции в ходе зависимостей $Q_{ef}(\epsilon)$ и $V_{ef}(\epsilon)$ свидетельствует, с нашей точки зрения, о том, что величина деформации не является параметром, определяющим активационные характеристики

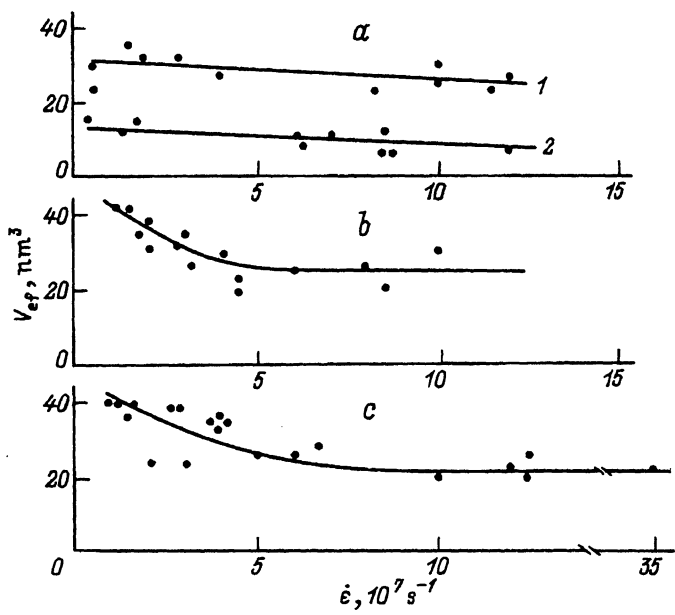


Рис. 6. Зависимость активационного объема от скорости деформации для кристаллов типа 1 (a), 2 (b) и 3 (c).

Напряжения: a — $\sigma > 6.5$ МПа (1), $\sigma < 6.0$ МПа (2), b и c — $5.0 < \sigma < 10.0$ МПа.

процесса ползучести кристаллов LiF. Более определенными представляются результаты, если их представить в координатах $V_{ef} - \dot{\epsilon}$ (рис. 6). Как видно из рис. 6, для кристаллов с множественным скольжением данные при всех напряжениях лежат на одной кривой $V_{ef}(\dot{\epsilon})$, и ход ее напоминает зависимость $Q_{ef}(\dot{\epsilon})$ (см. рис. 4). Для кристаллов с одиночным скольжением экспериментальные данные разделились на две группы: высокие значения V_{ef} , близкие к полученным для других кристаллов, соответствуют напряжениям, бóльшим предела текучести, а низкие значения V_{ef} измерены при напряжениях, меньших предела текучести. В некоторой степени эти результаты соответствуют приведенным на рис. 2, а, где величины энергий активации также группируются в основном около двух значений. Тот факт, что критерием принадлежности к одной из двух групп в случае V_{ef} являются напряжения, а для Q_{ef} деформации, по-видимому, не может считаться противоречием, так как из-за быстрого затухания ползучести малым напряжениям, как правило, соответствуют малые деформации. Тем не менее представляется, что детальный анализ роли напряжений и деформаций (как предварительной, так и накопленной в процессе ползучести) может привести к более определенным выводам.

Для кристаллов с множественным скольжением (типы 2 и 3) зависимости $V_{ef}(\dot{\epsilon})$ подобны уже обсуждавшимся зависимостям $Q_{ef}(\dot{\epsilon})$. То, что обе эти зависимости являются едиными для разных напряжений, свидетельствует о справедливости кинетических представлений и термоактивационного анализа. Если считать в первом приближении, что Q_{ef} и $V_{ef} = -dQ_{ef}/d\sigma$ пропорциональны, т.е.

$$dQ_{ef}/d\sigma = -Q_{ef}/\sigma_0, \quad (4)$$

где $\sigma_0 = \text{const}$, то получим следующую зависимость энергии активации от напряжения

$$Q_{ef} = Q_0 \exp(-\sigma/\sigma_0). \quad (5)$$

Здесь Q_0 — барьер, соответствующий ненагруженному состоянию.

Использувавшийся в [6] вариант зависимости (4)

$$Q_{ef} + \sigma dQ_{ef}/d\sigma = -\sigma_0 dQ_{ef}/d\sigma, \quad (6)$$

где σ_0 играет роль параметра q_i — энергии выбранной элементарной единицы объема, приводит к

$$Q_{ef} = Q_0/(1 + \sigma/\sigma_0). \quad (7)$$

Зависимости (5) и (7) мало отличаются друг от друга, а при $\sigma = 0$ имеют одну и ту же производную $dQ_{ef}/d\sigma = -Q_0/\sigma_0$.

Таким образом, в настоящей работе с помощью более совершенной методики дифференциального термоактивационного анализа показано, что на начальной стадии деформации кристаллов LiF активационные характеристики, измеренные одним и тем же способом, сложным образом зависят от деформации, напряжения и скорости деформации. Для кристаллов с одиночным и множественным скольжением обнаружены две области деформаций, в которых величину эффективной энергии активации можно считать постоянной. Особенностью одиночного

скольжения является более строгое (т.е. с меньшим разбросом и узкой областью перехода) разделение значений Q_{ef} и V_{ef} на некоторые фиксированные для выбранных условий испытания величины. Продемонстрирована универсальность зависимостей $Q_{ef}(\dot{\epsilon})$ и $V_{ef}(\dot{\epsilon})$.

В заключение отметим, что, хотя в последние годы интерес к термоактивационному анализу заметно снизился, мы считаем его возможности далеко не исчерпанными. Дифференциальная методика определения активационных характеристик, несмотря на то что некоторые заложенные в ее основу представления являются спорными, дает богатый фактический материал, осмысление и интерпретация которого, безусловно, будут полезными для понимания процесса деформации твердых тел.

Авторы выражают благодарность Б.И.Смирнову за обсуждение результатов работы и И.Н.Зимкину за помощь в облучении образцов.

Список литературы

- [1] Ивенс А., Роулингс Р. В кн.: Термически активированные процессы в кристаллах. М. (1973). С. 172-206.
- [2] Krausz A.S., Eyring H. Deformation kinetics. Wiley N.Y. (1975). 398 p.
- [3] Ярошевич В.Д., Владимирова Г.В., Рывкина Д.Г., Чучман Т.Н. ФММ 42, 6, 1266 (1976).
- [4] Песчанская Н.Н., Пугачев Г.С., Якушев П.Н. Механика полимеров, 2, 357 (1977).
- [5] Песчанская Н.Н., Степанов В.А. ФТТ 20, 7, 2005 (1978).
- [6] Peschanskaya N.N., Yakushev P.N., Sinani A.B., Bershtein V.A. Thermochim. Acta 238, 429 (1994).
- [7] Смирнов Б.И. ФТТ 10, 9, 2689 (1968).
- [8] Смирнов Б.И. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л. (1981). 236 с.