

Влияние ориентации на характер сбросообразования монокристаллов гидрофталата калия, деформированных сжатием

© В.Р. Регель, Н.Л. Сизова, Г.С. Беликова, Т.Н. Турская

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук,
117333 Москва, Россия

(Поступила в Редакцию 19 мая 1998 г.
В окончательной редакции 20 июля 1998 г.)

Исследуется влияние температуры и скорости деформации на характер сбросообразования в монокристаллах гидрофталата калия при их сжатии в двух разных ориентациях. Показано, что механизм образования трещин при сбросообразовании зависит от ориентации образца. Подчеркивается, что сбросообразование можно считать одной из мод ротационной деформации.

Гидрофталат калия $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (ГФК) — органический монокристалл, относящийся к ромбопирамидальному классу ромбической сингонии, точечная группа $2mm$ [1]. Эти кристаллы нашли широкое применение в качестве диспергирующего элемента в рентгеноспектральных приборах для исследования длинноволнового рентгеновского излучения. Для этого кристалла характерна высокая анизотропия сил связи и, как следствие, анизотропия упругих и пластических свойств. В [2] показано, что в зависимости от направления оси сжатия по отношению к плоскости спайности кристаллы ГФК могут либо деформироваться пластически с низким пределом текучести, либо хрупко разрушаться, либо образовывать прослойки сброса. Интересно отметить, что прослойки сброса в ГФК образуются при сжатии в двух направлениях [100] и [001], причем последнее направление совпадает с полярной осью кристалла.

В работе [3] изучалось влияние граничных условий на процесс образования прослойки сброса в ГФК, деформированных сжатием вдоль направления [100]. Показано, что растягивающие напряжения вдоль границ сбросов релаксируют путем образования системы микротрещин, которая имеет фрактальный характер. Развитие полос сброса представляет собой пример проявления коллективных дислокационных эффектов, возникающих на всех масштабных уровнях при достижении некоторых критических параметров, таких как плотность дислокаций, температура и скорость деформации. В настоящей работе исследуется влияние этих параметров на процесс сбросообразования ГФК при сжатии в двух направлениях [100] и [001], а также сравниваются особенности сбросообразования при сжатии образцов в двух разных направлениях, связанные, по-видимому, с анизотропией ГФК. Такое исследование дает не только информацию о механических свойствах ГФК, но также расширяет наши представления о разнообразии ротационных мод деформации в анизотропном кристалле с низкой поверхностной энергией плоскости спайности, каковым и является ГФК.

Методика приготовления и испытания образцов описана в [3]. Размеры образцов, как и в [3], равны примерно $3 \times 4 \times 12 \text{ mm}$. Ниже приводятся результаты экспери-

ментов, иллюстрирующих влияние скорости деформирования и температуры на процесс сбросообразования при сжатии образцов в обоих указанных выше направлениях, а также и некоторые данные о сопутствующих этому процессу акустической эмиссии и увеличении плотности дислокаций вблизи границ сбросов. Затем полученные данные обсуждаются с позиций представлений о ротационной пластичности, излагаемых например в [4–6], и анализируются особенности сбросообразования в зависимости от ориентации.

1. Влияние скорости деформирования на процесс сбросообразования ГФК и акустическая эмиссия, наблюдаемая при образовании и развитии сбросов

Исследование процессов сбросообразования ГФК в обоих направлениях [001] и [100] производилось при двух скоростях деформирования 1×10^{-6} , $1 \times 10^{-5} \text{ m/s}$ на испытательной машине "Инстрон". Кривые деформирования образцов обеих ориентаций показывают, что сначала образец деформируется упруго, затем при достижении напряжения примерно 25 МПа происходит резкий спад напряжения до величины 2 МПа. Спад напряжения сопровождается хорошо различимым резким звуком. При ориентации образца вдоль оси [100] после первого сброса при дальнейшем деформировании образца развиваются осциллирующие сбросы в интервале напряжений примерно 2 МПа при обеих скоростях деформирования. При ориентации образца вдоль оси [001] образец разрушается, как правило в области сброса сразу после первого основного спада напряжений, и никаких осцилляций напряжения при малых нагрузках в этом случае не наблюдается. Влияние скорости в этом случае заключается в том, что при большей скорости деформирования образец сразу распадается на мелкие осколки в области сброса, тогда как при меньшей скорости деформирования удалось сохранить неразрушенными несколько образцов.

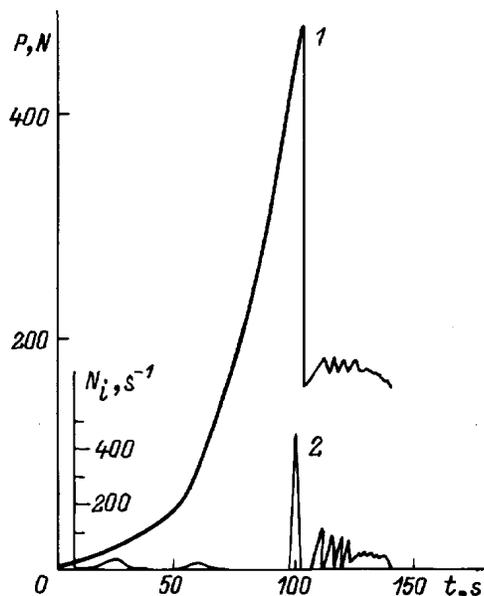


Рис. 1. 1 — кривая деформирования образца ГФК вдоль [100] (по оси ординат P — нагрузка в N , по оси абсцисс время t в s). 2 — схематическое изображение акустограммы, полученной при этом, N_i — число импульсов акустоэмиссии в течение 10 s .

Влияние скорости деформирования при обеих ориентациях проявляется также в изменении крутизны наклона кривой деформации в упругой области (чем больше скорость деформирования, тем круче наклон). К сожалению, разброс значений предела сбросообразования (τ) превышает ожидаемое влияние скорости деформирования в исследованном интервале скоростей на величину τ и его не удастся надежно зарегистрировать.

Для получения дополнительной информации о процессе сбросообразования регистрировалась акустическая эмиссия, возникающая при сбросообразовании ГФК, деформированных сжатием вдоль направления [100]. При этом был использован датчик с полосой рабочих частот 200–500 kHz . Эпоксидная смола, нанесенная на торец образца, обращенный к датчику, играла роль смазки, что, согласно [3], вызывает образование сбросов со смещением материала преимущественно в одну сторону, а не в обе, как это происходит в отсутствие "смазки". Кривые деформирования и акустограмма, приведенные на рис. 1, типичны для нескольких серий испытаний. На полученных акустограммах обнаруживается сигнал, отвечающий моменту образования полосы сброса, а также два уровня периодичности акустоэмиссии после образования прослойки сброса, что связано, по-видимому, с особенностью образования трещин у границ сброса (см. далее).

2. Влияние температуры на процесс сбросообразования ГФК

На рис. 2 приведены зависимости предела сбросообразования ГФК τ при сжатии в направлениях [100] и [001] от температуры. Несмотря на большой разброс значений τ , что, как следует из литературы [7], характерно для этого процесса, все же заметна тенденция падения τ с ростом температуры испытания. Интересно отметить, что температура влияет также и на картину трещин, образующихся в прослойке сброса и в объеме кристалла вне сброса, при разных ориентациях образцов. Так, при сжатии вдоль [001] влияние температуры на процесс сбросообразования сходно с влиянием скорости деформирования: при повышении температуры, как и при повышении скорости деформирования, образец в области прослойки сброса разрушается. Удалось сохранить образцы ориентации [001], деформированные при комнатной температуре и, как отмечалось выше, с минимальной скоростью деформирования. На рис. 3 видно, что вслед за первым сбросом сразу происходит образование трещин в прослойке сброса в двух взаимно перпендикулярных плоскостях (010) и (001). Плоскость (010) является плоскостью спайности в этом кристалле и для нее характерна низкая поверхностная энергия. Плоскость (001) является плоскостью вторичной спайности, что было ранее обнаружено при индентировании плоскости (100) при повышенных температурах [8]. Область сброса состоит из ячеек, ограниченных направлениями [010] и [001], причем протяженность ячеек в направлении [010] примерно в 3.5 раза больше, чем в направлении [001].

Как указано в [8], с увеличением температуры испытания увеличивается вероятность раскола ГФК по вторичной плоскости спайности. По-видимому, именно с этим фактом связано то, что почти все образцы при деформировании при повышенных температурах вдоль направления [001] разрушаются в области прослойки

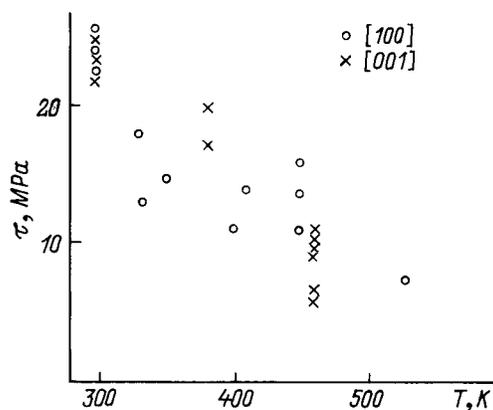


Рис. 2. Зависимость предела сбросообразования τ от температуры для [100] и [001] ориентаций монокристалла ГФК.

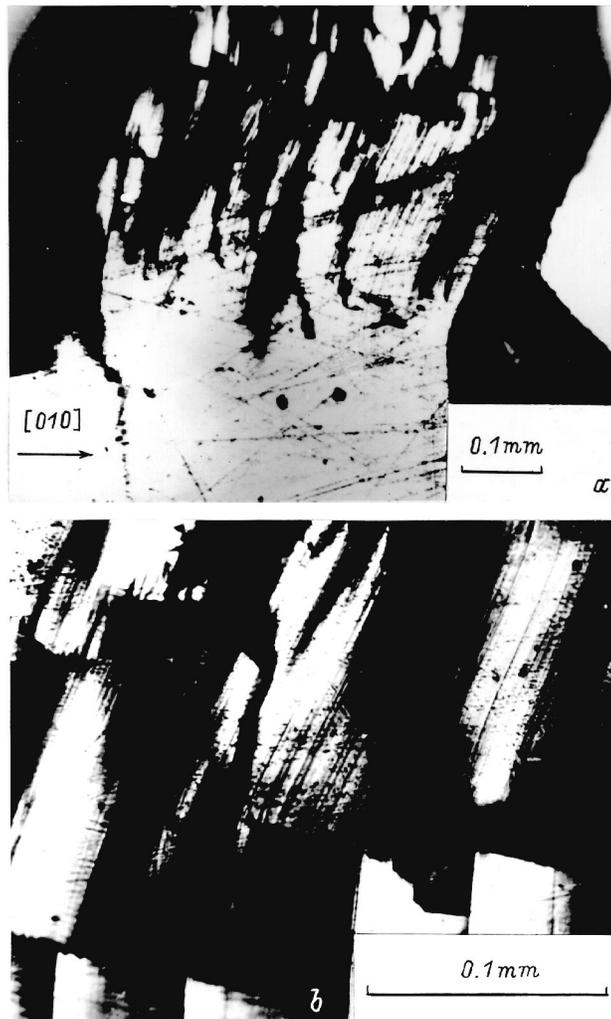


Рис. 3. *a* — общий вид кристалла после сбросообразования при сжатии ГФК вдоль [001], *b* — вид ячеек в прослойке сброса, ограниченных двумя плоскостями спайности (010) и (001).

сброса полностью, так что последующая деформация невозможна. Большая протяженность ячеек в направлении [010], по-видимому, свидетельствует о более низкой поверхностной энергии плоскости (010) по сравнению с плоскостью (001). Анализ полученных снимков показывает, что прямоугольные ячейки наклонены относительно оси сжатия примерно на 20° , причем наклон уменьшается при приближении к верхнему торцу образца, и у самого торца ячейки уже практически не наклонены. Можно заметить, что по внешнему виду наблюдаемая картина напоминает области разрушения, возникающие в результате разрывов земной коры при землетрясении.

При деформировании ГФК вдоль направления [100] наблюдавшаяся в [3] при комнатной температуре фрактальная организация систем трещин в окрестности границ полосы сброса сохраняется и при повышенных температурах. Растягивающие напряжения вдоль границ сбросов релаксируют путем образования иерархической системы микротрещин (рис. 4, *a*) с размерами

$L_1, L_2 \dots L_i$ и расстояниями между ними $d_1, d_2 \dots d_i$. Во всем последовательном интервале температур отношения $L_{i+1}/L_i \approx 4 \approx d_{i+1}/d_i$. Границы прослойки сброса представляют собой веера малоугловых дислокационных стенок, как это схематически показано на рис. 4, *b*. С ростом приложенных напряжений постепенно увеличивается кривизна решетки. При достижении этой кривизны значения равного критическому (что соответствует

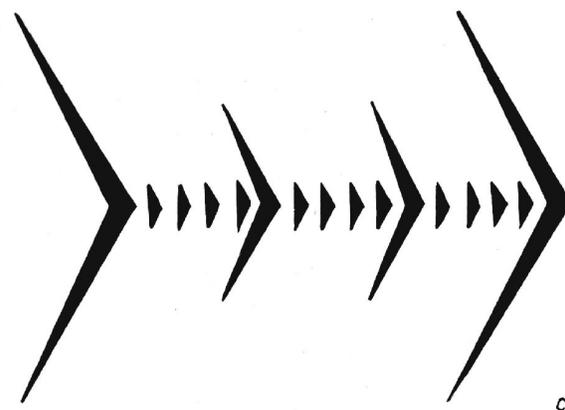
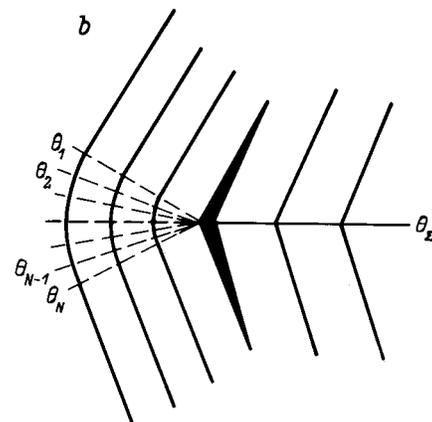
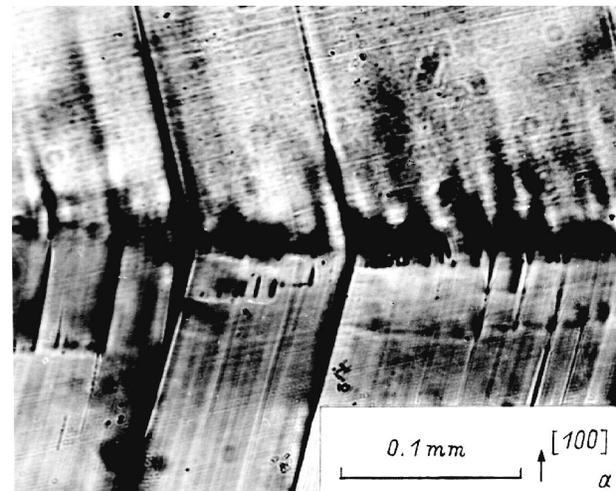


Рис. 4. *a* — картина области сбросообразования при сжатии ГФК вдоль [100], *b* — схема строения участка границы сброса: $d\theta_x$ — большеугловая граница, θ_n — веер малоугловых границ, *c* — схема иерархической организации трещин (три уровня иерархии).

достижению угла θ_ξ на рис. 4, *b*) в области кристалла с максимальными растягивающими напряжениями образуются трещины. При этом внутренним радиусом изгиба одной из частей кристалла, примыкающей к трещине, становится выпуклая поверхность трещины. Кристалл получает возможность деформироваться до такого состояния, чтобы вновь образованный внутренний радиус кривизны кристалла достиг значения равного критическому и процесс повторился бы вновь с образованием трещин первого, второго, третьего и т.д. уровня (рис. 4, *c*) до накопления критической концентрации трещин, при которой кристалл разрушается по плоскости, содержащей эти трещины, т.е. по границе сброса.

Еще одним источником неоднородности напряжений в окрестности сбросов является возможный разрыв их границ. Эти разрывы возникают, как правило, как аккомодационный процесс, но уже связанные с необходимостью дальнейшей деформации кристалла в области сброса. В литературе такой процесс хорошо известен [4]. На месте разрыва дислокационной стенки образуется дисклинационный диполь, в поле которого развивается в дальнейшем микротрещина.

Следует отметить, что сбросы в ГФК при всех исследованных температурах и скоростях деформирования всегда реализуются сблизи торцов, а толщина полосы одинакова при обеих ориентациях и равна толщине образца. Это подтверждают имеющиеся в литературе данные о том, что в случае анизотропных кристаллов, имеющих низкую удельную энергию плоскости спайности, сбросы имеют характерные размеры порядка толщины кристалла и на их зарождение и развитие требуется не только ярко выраженный концентратор приложенных напряжений, но и макроизгибающий момент в масштабах всего образца, что в совокупности и реализуется вблизи торцов кристалла. Аналогичные сбросы часто наблюдали на минеральных кристаллах [9].

3. Связь процесса сбросообразования и плотности дислокаций

Одной из причин появления в ГФК вторичной спайности (отдельности) может быть локализация остаточных напряжений по границам сбросов. Вдоль границ сбросов могут концентрироваться значительные внутренние напряжения. При проведении избирательного травления области, прилегающей к прослойке сброса, было обнаружено, что эта область быстрее подвергается избирательному травлению, чем объем основного кристалла в стороне от сброса. Деформированный образец раскалывался по плоскости спайности и на свежих сколах проводилось избирательное травление в обезвоженном (абсолютизированном) спирте в течение примерно 60 с. Выявляются ряды дислокаций в окрестности полос сброса при деформировании ГФК вдоль направлений [100] и [001]. Протяженность области с повышенной плотностью дислокаций составляет 3–5 мм. Таким образом,

эксперимент показывает, что полоса сброса окружена областью повышенной плотности дислокаций.

В заключение отметим, что в настоящей работе получена новая информация об особенностях процесса сбросообразования в кристаллах ГФК. Показано, что в кристаллах ГФК реализуются два механизма сбросообразования в зависимости от ориентации оси сжатия по направлениям [100] и [001]. В обоих случаях механизмы образования трещин в полосах сброса, а также ротации участков кристалла при сжатии вдоль [100] носят дислокационно-дисклинационный характер. В случае когда напряжения вдоль полосы сброса релаксируют путем образования трещин по плоскости спайности (010) с низкой поверхностной энергией (ось сжатия [100]), образцы сохраняют целостность при повышении скорости деформации и температуры. Во втором случае (ось сжатия — [001]), когда напряжения вдоль полосы сброса релаксируют с образованием трещин по двум плоскостям — (010) и (001) — и плоскость вторичной спайности (001) обладает большей поверхностной энергией, чем плоскость спайности (010), увеличение температуры и скорости деформирования приводит к разрушению образцов. Таким образом, вид ротаций и механизм образования трещин при сбросообразовании ГФК в значительной мере обусловлены анизотропными свойствами материала.

И работа [3], и последующее проведение настоящего исследования были инициированы В.И. Владимировым, который рассматривал процесс сбросообразования как проявление ротационной деформации, изучению которой он посвятил ряд исследований [4,5]. Мы с благодарностью вспоминаем о совместной работе с В.И. Владимировым.

Список литературы

- [1] Г.С. Беликова, Л.М. Беляев, Ю.В. Писаревский, И.М. Сильвестрова, Т.Н. Турская. Кристаллография **19**, 3, 566 (1974).
- [2] В.Р. Регель, В.И. Владимиров, Н.Л. Сизова, Л.А. Лутфуллаева, М.М. Сильвестрова, Ю.В. Писаревский, Г.С. Беликова, Т.Н. Турская, Т.М. Охрименко, М.А. Чернышева. Кристаллография **34**, 6, 1490 (1989).
- [3] В.И. Владимиров, А.А. Бирковский, В.Р. Регель, Н.Л. Сизова, Г.С. Беликова, Т.Н. Турская. ФТТ **31**, 10, 125 (1989).
- [4] В.И. Владимиров, А.Е. Романов. Дисклинации в кристаллах. Наука, Л. (1986). С. 224.
- [5] В.И. Владимиров. Физическая природа разрушения металлов. Металлургия, М. (1984). С. 280.
- [6] В.В. Рыбин. Большие пластические деформации и разрушение металлов. Металлургия, М. (1986). С. 232.
- [7] Г.В. Бережкова, В.Р. Регель. Кристаллография **6**, 1, 140 (1981).
- [8] Н.Л. Сизова, Л.А. Лутфуллаева, В.Р. Регель, С.И. Доновская, М.М. Сильвестрова, Г.С. Беликова, Т.Н. Турская. Кристаллография **37**, 4, 1047 (1992).
- [9] I.A. Bell, C.L. Wilson, A.C. McLaren, M.A. Etheridge. Tectonophysics **127**, 1, 49 (1986).