

Влияние термообработки на относительную подвижность краевых и винтовых дислокаций в кристаллах NaCl

© Р.П. Житару, Н.А. Палистрант

Институт прикладной физики Академии наук Молдавии,
277028 Кишинев, Молдавия

E-mail: bivol@as.md

(Поступила в Редакцию 29 июня 1998 г.
В окончательной редакции 27 октября 1998 г.)

Исследовалось влияние термообработки на подвижность дислокаций в кристаллах NaCl, легированных примесью разного типа — хорошо растворимой (Ca^{2+}) и плохо растворимой (Pb^{2+}). Полученные при старении и термообработке результаты позволяют заключить, что тип примеси и ее состояние в кристалле существенно влияют на относительную подвижность краевых и винтовых дислокаций, а также на параметры двойного поперечного скольжения.

Вопрос о влиянии точечных дефектов на механические свойства кристаллов, на подвижность дислокаций рассмотрен в ряде работ [1–5]. Однако практически не изучено различие в поведении дислокаций того или ионного типа, например краевых и винтовых, при введении подобных дефектов, при изменении их состояния под действием различных факторов, в частности под влиянием термообработки. Удобным объектом для таких исследований являются ионные кристаллы типа NaCl. На плоскости спайности (001) этих кристаллов вокруг отпечатков индентора возникают дислокационные розетки, лучи которых состоят из ансамблей краевых и винтовых дислокационных полупетель [6].

В настоящей работе проведено изучение подвижности краевых и винтовых дислокаций на кристаллах NaCl, содержащих примеси разного типа: хорошо растворимую — Ca^{2+} и плохо растворимую — Pb^{2+} .

1. Методика эксперимента

Кристаллы NaCl:Ca и NaCl:Pb были выращены методом Чохральского. Концентрация Ca^{2+} варьировалась в пределах 10^{-3} – $1.6 \cdot 10^{-1}$, а Pb^{2+} — от $2 \cdot 10^{-4}$ до $1.65 \cdot 10^{-2}$ mol.%.

Плоскость скола (001) исследуемых кристаллов деформировалась при комнатной температуре с помощью микротвердомера ПМТ-3, нагрузка на индентор равнялась 10 g. Дислокационные розетки, возникающие вокруг отпечатков индентора, выявлялись методом избирательного травления. Подвижность дислокаций характеризовалась длиной пробега краевых и винтовых дислокационных ансамблей в поле напряжений индентора l_e и l_s соответственно.

Ошибка измерения этих величин 10%. Для сравнения подвижности краевых и винтовых дислокаций применялся параметр $\xi = l_e/l_s$. Состояние примеси в исследуемых кристаллах варьировалось путем старения (12 лет при комнатной температуре) и закалки. Температура закалки T_q менялась в пределах 323–723 K, время выдержки при каждой температуре — 6 часов.

2. Результаты эксперимента и их обсуждение

Рис. 1 показывает влияние старения на параметр ξ . Видно, что для одной концентрации Ca^{2+} ($3.65 \cdot 10^{-2}$ mol.%) наблюдается значительное возрастание ξ (в 2.6 раза). Это связано с тем, что увеличение l_e ($\sim 60\%$) сопровождается уменьшением l_s ($\sim 40\%$). Такое необычное изменение подвижности краевых и винтовых дислокаций под влиянием одних и тех же дефектов (подвижность одних дислокаций увеличивается, а других уменьшается) можно объяснить следующим образом. Те и другие дислокации тормозятся диполями ион примеси–катионная вакансия, их агрегатами и преципитатами. Однако винтовые дислокации в отличие от краевых могут претерпевать двойное поперечное скольжение (ДПС). При этом образуются осколки (диполи краевых дислокаций, призматические петли, точечные дефекты), создающие дополнительное торможение винтовых дислокаций [8–10]. Точечные дефекты, их состояние в кристалле влияют на параметры ДПС [8,11]. При старении кристалла могут возникнуть примесные комплексы (приципитаты), стимулирующие ДПС винтовых дислокаций и приводящие к заметному увеличению их торможения. Поэтому подвижность этих дислокаций уменьшается, несмотря на очищение матрицы при образовании крупных дефектов. Движение краевых дислокаций в таком образце становится более облегченным, и l_e возрастает при старении.

Подобная ситуация может возникнуть лишь в кристаллах с определенным типом примеси, при определенной ее концентрации и определенных условиях старения. С этой точки зрения понятно, почему ярко выраженный максимум на концентрационной зависимости $\xi(C)$ наблюдается лишь для NaCl:Ca при одной концентрации примеси. Возможно, что в NaCl:Pb ввиду плохой растворимости Pb^{2+} примесные комплексы, преципитаты, присутствовали и до старения, поэтому этот процесс привел к менее значительным изменениям параметра ξ , чем в NaCl:Ca. Однако и в первых кристаллах вследствие старения меняется вид зависимости $\xi(C)$ (кривые 3, 4 на

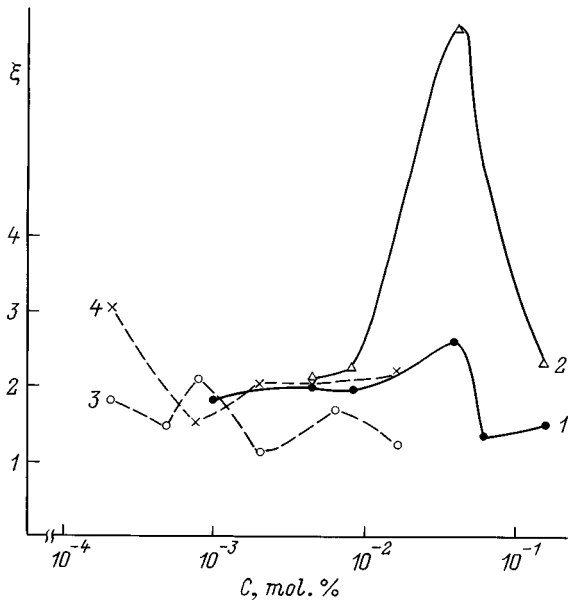


Рис. 1. Влияние старения на параметр $\xi = l_e/l_s$ для кристаллов NaCl:Ca (1, 2) и NaCl:Pb (3, 4). 1, 3 — до старения, по данным [7]; 2, 4 — после старения.

рис. 1). После старения получаем кривую 4 с минимумом при $C = 8 \cdot 10^{-4}$ mol.%. Интересно отметить, что подобный вид концентрационных зависимостей наблюдался и для других параметров пластической деформации (предела текучести, коэффициента деформационного упрочнения) кристаллов NaCl:Pb [12–14] и был объяснен развитием процессов агрегации и преципитации примеси [14].

Итак, на примере состаренных кристаллов NaCl:Ca и NaCl:Pb видим, что введение разных примесей может привести к резко различному ходу зависимостей $\xi(C)$ — кривая с максимумом в первом случае и с минимумом — во втором (кривые 2, 4 на рис. 1).

Полученные при старении результаты позволяют заключить, что тип примеси и ее состояние в кристалле существенно влияют на относительную подвижность краевых и винтовых дислокаций, на параметры ДПС. Отметим, что в работе [15], в которой для кристаллов NaCl изучалось влияние другого параметра — температуры — на отношение l_s и l_e , было высказано мнение, что изменение этого отношения связано с изменением интенсивности ДПС винтовых дислокаций.

Опыты по закаливанию состаренных кристаллов показали, что и при этой обработке четко проявляется различие в поведении NaCl:Ca и NaCl:Pb. В качестве примера на рис. 2 приведены результаты для $T = 423$ К. Видно, что после закалки кривая $\xi(C)$ для NaCl:Ca смещается вниз, а для NaCl:Pb — вверх. Эти результаты свидетельствуют о различном влиянии состояния примесей в кристаллах, содержащих Ca^{2+} и Pb^{2+} .

Особенно сильное влияние оказала закалка на изменение ξ для образцов с концентрацией примеси $C \sim 10^{-2}$ mol.% ($3.65 \cdot 10^{-2}$ для NaCl:Ca, кривые 1, 2 на

рис. 2, и $1.65 \cdot 10^{-2}$ для NaCl:Pb, кривые 3, 4 на рис. 2). В этом случае ξ менялось примерно в 2 раза, уменьшаясь для NaCl:Ca и увеличиваясь для NaCl:Pb. Причем в кристаллах NaCl:Ca происходило уменьшение l_e в 1.1 раза и увеличение l_s в 1.6 раза. В кристаллах NaCl:Pb и l_e , и l_s уменьшались, причем l_s менялось более значительно (в 2 раза, а l_e в 1.1 раза).

Эти результаты можно интерпретировать следующим образом. В кристаллах NaCl:Ca при закалке разбиваются примесные комплексы, эффективно тормозящие винтовые дислокации вследствие ДПС, поэтому l_s возрастает, несмотря на "загрязнение" матрицы кристалла. Последнее приводит к уменьшению подвижности краевых дислокаций l_e . В состаренных кристаллах NaCl:Pb, содержащих существенную концентрацию плохо растворимой примеси ($C \geq 10^{-2}$ mol.%), до закалки, по-видимому, имелись примесные комплексы большого размера (~ 500 Å и более), преципитаты, сравнительно слабо влияющие на ДПС винтовых дислокаций. После закалки, приводящей к некоторому разбиению этих дефектов, происходит увеличение количества дефектов, "загрязнение" матрицы кристалла. При этом подвижность краевых и винтовых дислокаций уменьшается. А если эти дефекты к тому же более существенно влияют на ДПС, то винтовые дислокации после закалки тормозятся сильнее, чем краевые, т.е. l_s уменьшается в большей степени, чем l_e .

На рис. 3 представлены зависимости параметра ξ от температуры закалки для кристаллов NaCl:Ca. Видно, что изменения ξ для "чистых" кристаллов (последние, конечно, содержат неконтролируемые примеси) и для кристаллов со сравнительно небольшой концентрацией примеси ($5 \cdot 10^{-3}$ mol.%) меньше, чем для образцов с

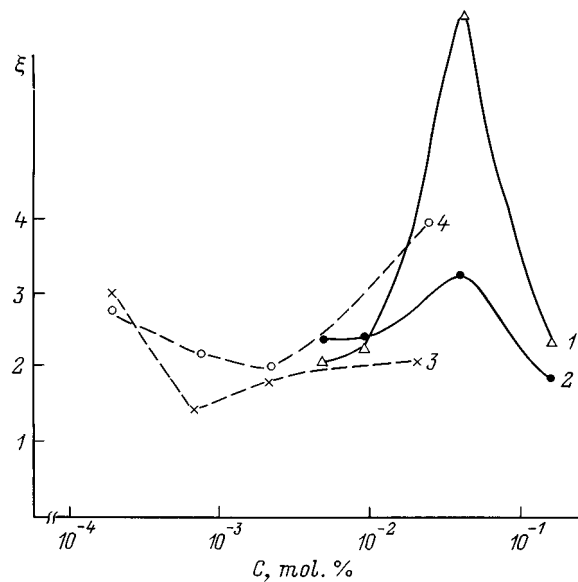


Рис. 2. Влияние закаливания ($T_q = 473$ К) на концентрационные зависимости параметра ξ для кристаллов NaCl:Ca (1, 2) и NaCl:Pb (3, 4). 1, 3 — состаренные кристаллы; 2, 4 — закаленные.

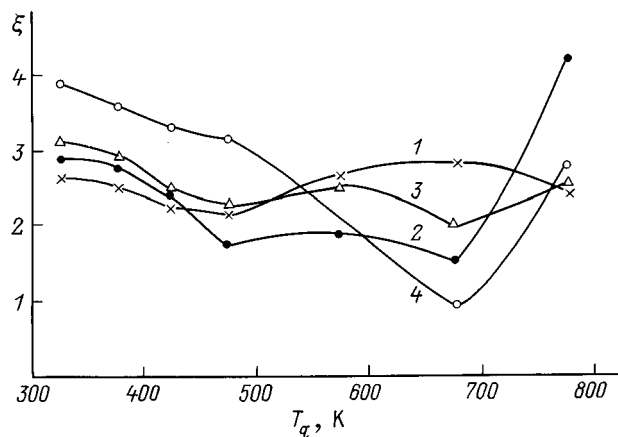


Рис. 3. Зависимость параметра ξ от температуры закалки для кристаллов NaCl:Ca. 1 — нелегированные кристаллы; 2–4 — легированные. C, mol.%: $5 \cdot 10^{-3}$ (2), $9 \cdot 10^{-3}$ (3), $3.65 \cdot 10^{-2}$ (4).

$C \sim 10^{-2}$ mol.%. В первом случае ξ меняется в пределах 2–3, во втором — в интервале 1–4. Это еще раз свидетельствует, что различие подвижностей краевых и винтовых дислокаций в исследуемых кристаллах зависит от наличия в них примеси, от ее концентрации. Видно также (рис. 3), что на это различие существенно влияет и состояние примеси. Например, для кристаллов с $C = 3.65 \cdot 10^{-2}$ mol.% ξ уменьшается в 4 раза при переходе от $T_q = 323$ К к $T_q = 673$ К (кривая 4 на рис. 3).

Для образцов с этой концентрацией примеси наблюдается плавное уменьшение ξ с ростом T_q в интервале изменений этого параметра от 323 до 673 К (кривая 4 на рис. 3). Это уменьшение связано с тем, что при увеличении температуры закалки образцов происходит, как правило, увеличение подвижности краевых и винтовых дислокаций, причем l_s меняется сильнее, чем l_e , вследствие уменьшения торможения, связанного с ДПС. Например, при переходе от образцов, закаленных при 473 К, к образцам, закаленным при 673 К, подвижность краевых дислокаций увеличивается в 3.3 раза, а винтовых — в 12 раз. При дальнейшем увеличении T_q наблюдается рост ξ (кривая 4 на рис. 3), вызванный тем, что уменьшение l_s больше, чем уменьшение l_e (в 8 и 3 раза соответственно), т.е. при изменении T_q от 673 до 773 К происходит увеличение торможения винтовых дислокаций вследствие ДПС.

Из рис. 3 следует, что вид кривых $\xi(T_q)$ для образцов с концентрацией примеси $\geq 10^{-3}$ mol.% (кривые 2, 3) подобен таковому для кристаллов с $C = 3.65 \cdot 10^{-2}$ mol.% (кривая 4).

Для NaCl:Pb, так же как и для NaCl:Ca, наблюдался немонотонный ход зависимостей $\xi(T_q)$. Однако в этом случае кривые $\xi(T_q)$ имели другой вид, и довольно значительные изменения ξ (в пределах 2–4) наблюдались даже для кристаллов с такой небольшой концентрацией примеси как $2 \cdot 10^{-4}$ mol.%.

Для обоих типов исследуемых кристаллов можно отметить общую закономерность: минимумы на кривых

$\xi(T_q)$ связаны с уменьшением дополнительного торможения винтовых дислокаций, вызванного их поперечным скольжением, а максимумы — с его увеличением. Это справедливо и для зависимостей $\xi(C)$ (рис. 1, 2). Поэтому, изучая изменения параметра ξ под влиянием примесных дефектов, можно судить о влиянии этих дефектов на дополнительное торможение винтовых дислокаций, на интенсивность ДПС.

Таким образом, на примере легированных кристаллов NaCl показано, что подвижности краевых и винтовых дислокаций меняются по-разному. На образцах, подвергшихся старению, вид концентрационных зависимостей параметра $\xi = l_e/l_s$ зависит от типа вводимой примеси. Для хорошо растворимой в NaCl примеси (Ca^{2+}) зависимость $\xi(C)$ имеет вид кривой с максимумом, для плохо растворимой примеси (Pb^{2+}) — с минимумом. Параметр ξ заметно меняется при закалке состаренных кристаллов. Эти изменения носят различный характер для NaCl:Ca и NaCl:Pb. Закономерные изменения параметра ξ при старении и закалке исследуемых кристаллов объяснены, учитывая дополнительное торможение винтовых дислокаций, связанное с их двойным поперечным скольжением. По этим изменениям можно судить о влиянии примесных дефектов на интенсивность поперечного скольжения.

Список литературы

- [1] E. Aerts, S. Amelinckx, W. Dekeyser. Acta metallurgica, 7, 1, 29 (1959).
- [2] Л.М. Сойфер. В сб.: Физика конденсированного состояния. ФТИНТ, Харьков (1973). 70 с.
- [3] P. Grau, F. Frohlich. Phys. Stat. Sol. (a) 55, 2, 479 (1979).
- [4] E. Orozco, J. Soullard, F. Agullo-Lopez. Phil. Mag. A55, 4, 513 (1987).
- [5] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Штиинца, Кишинев (1986). 294 с.
- [6] А.А. Предводителев, В.Н. Рожанский, В.М. Степанова. Кристаллография 7, 3, 418 (1962).
- [7] М.А. Линте. Влияние точечных дефектов на микротвердость и другие параметры пластической деформации монокристаллов NaCl. Канд. дисс. Ин-т прикладной физики АН МССР, Кишинев (1985). 235 с.
- [8] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). 235 с.
- [9] J.J. Gilman. Appl. Phys. 33, 9, 2703 (1962).
- [10] W.G. Jonston, J.J. Gilman. J. Appl. Phys. 31, 34, 632 (1960).
- [11] Р.П. Житару, В.О. Клявин, Б.И. Смирнов. В сб.: Физические процессы пластической деформации при низких температурах. Наук. думка, Киев (1974). 120 с.
- [12] Ю.С. Боярская, Р.П. Житару, М.А. Линте. Связь между различными параметрами пластической деформации легированных кристаллов NaCl в интервале температур 77–773 К. Штиинца, Кишинев (1983). 67 с.
- [13] Yu.S. Boyarskaya, R.P. Zhitaru, M.A. Linte. Crys. Res. Technol. 19, 1, 101 (1984).
- [14] Ю.С. Боярская, Р.П. Житару, Н.А. Палистрант. Письма в ЖТФ 19, 14, 60 (1983).
- [15] О.В. Клявин. Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. Наука, М. (1987). 255 с.