

# Особенности деформации щелочно-галогидных кристаллов под действием сосредоточенной нагрузки

© З.К. Саралидзе, М.В. Галусташвили, Д.Г. Дрияев

Институт физики Академии наук Грузии,  
380077 Тбилиси, Грузия

E-mail: Zurab@iph.hepi.edu.ge

(Поступила в Редакцию 10 февраля 1999 г.  
В окончательной редакции 1 апреля 1999 г.)

Исследованы параметры, характеризующие воздействие сосредоточенной нагрузки на кристаллы, подвергшиеся различной предварительной обработке, и возможные их связи с механическими характеристиками, проявляющимися при обычной (одномерной) деформации. Показано, что значительное превышение микротвердости над значениями пределов упругости и прочности кристаллов обусловлено не столько большими значениями деформации под индентором, сколько большим значением коэффициента деформационного упрочнения при деформировании сосредоточенной нагрузкой. Показано также, что упрочнения, вызванные одноосной деформацией и реакторным облучением, по-разному влияют на микротвердость кристаллов LiF.

Метод воздействия на кристалл сосредоточенной нагрузкой (внедрение жесткого индентора с последующим измерением размера сформированного отпечатка) широко применяется для исследования механических свойств твердых тел (микротвердость). Условия деформирования кристалла под индентором существенно отличаются от условий деформирования под однородной нагрузкой, а механизмы деформации и массопереноса в области контакта острия индентора с кристаллом, где проявляются максимальные напряжения, до сих пор не известны достоверно. Разнообразны и представления о состоянии материала в области отпечатка индентора, где величина деформации должна быть значительно больше, чем при одноосном сжатии или растяжении кристаллов. По мнению некоторых авторов, деформация при индентировании обусловлена развитием под индентором дислокационной структуры большой плотности [1–3], другие считают, что массоперенос обусловлен межузельным (краудионным) механизмом [4–6]. Есть мнение, что под индентором образуется мелкодисперсное нанокристаллическое состояние [7] или все процессы, происходящие при индентировании, обусловлены фазовыми превращениями [8].

Исходя из вышесказанного видно, что поскольку нет единого и сложившегося представления о механизме формирования отпечатка при индентировании, трудно придать микротвердости ясный и однозначный физический смысл, равно как связать ее (или хотя бы найти корреляцию) с какой-нибудь обычной механической характеристикой [9,10].

Цель настоящей работы — выявление связи процессов, протекающих под индентором, с процессами, сопровождающими деформацию при одноосном сжатии, и определение тех механических характеристик, проявляющихся при обычном деформировании, которые наиболее близки к микротвердости или определяют ее.

## 1. Экспериментальная методика

Исследовались кристаллы LiF. Образцы подвергались локальной деформации с помощью прибора ПМТ-3. Укол производился алмазным индентором на плоскости спайности (001). Индентор представляет собой алмазную пирамиду с квадратным основанием и углом между гранями  $136^\circ$ . Измерялись все параметры дислокационной розетки вокруг отпечатка индентора: диагональ ( $d$ ) и глубина ( $h$ ) отпечатка, длина краевых ( $l_1$ ) и винтовых ( $l_2$ ) дислокационных лучей, а также радиус наиболее деформированной области с максимальной плотностью дислокаций ( $l_3$ ).

Минимальная нагрузка на индентор составляла  $5 \cdot 10^{-4}$  N, а максимальная — 4 N.

Для получения кристаллов (или областей кристалла) с различными прочностными и пластическими характеристиками образцы LiF подвергались: одноосному сжатию до разных степеней деформации (максимальная деформация — 15%); облучению в ядерном реакторе смешанным  $n, \gamma$ -излучением до флюенсов  $10^{14}$ ,  $10^{15}$  и  $10^{16}$  н/см<sup>2</sup> (по быстрым нейтронам); предварительному нанесению укола индентором под большой нагрузкой.

Исследовались зависимости параметров отпечатка индентора и дислокационной розетки вокруг него от величины нагрузки, зависимость этих параметров, соответствующих заданной нагрузке, от величины предварительной деформации кристалла. Кроме того, исследовались зависимости размеров отпечатков, полученных при сравнительно малых нагрузках (0.01, 0.05, 0.1 N), от расстояния до центра предварительного укола, полученного при индентировании под большими нагрузками (1 и 2 N).

## 2. Экспериментальные результаты и обсуждение

Отношение величины нагрузки на индентор  $P$  к квадрату диагонали отпечатка  $d(P)^2$ , релаксированного после снятия нагрузки,

$$H(P) = \frac{\alpha P}{d(P)^2}, \quad (1)$$

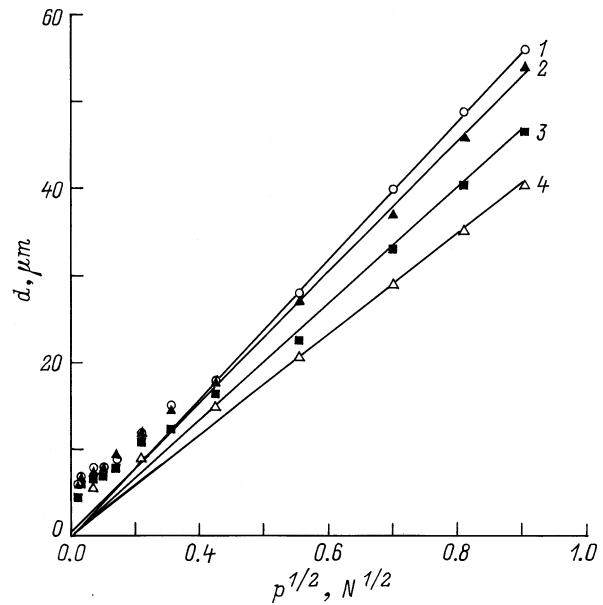
в общем случае зависит от нагрузки (в СИ  $\alpha = 1.854$ ). При достаточно больших нагрузках  $d(P)^2$  пропорциональна  $P$ , величина  $H(P) = H_m$  становится независимой от нагрузки и используется как одна из характеристик механических свойств кристаллов (микротвердость). Очевидно, что  $H_m$  слабо отличается от отношения (1) для нерелаксированного отпечатка и соответствует установившемуся под индентором уровню максимального деформационного упрочнения кристалла  $\sigma_m$ .

При сравнительно малых нагрузках, когда  $H(P)$  зависит от  $P$ , в области, непосредственно прилегающей к индентору, с уменьшением нагрузки уменьшается степень деформации материала. Соответственно должны уменьшаться достигаемый уровень деформационного упрочнения кристалла и давление, развиваемое индентором. Иными словами, при уменьшении  $P$   $H(P)$  должно уменьшаться. Что касается случаев увеличения отношения (1) с уменьшением нагрузки при очень малых нагрузках, оно должно быть связано не с особенностями деформационного упрочнения, как предполагают авторы работы [11], а, скорее, с возрастанием относительной роли упругой релаксации в уменьшении размеров отпечатка при релаксации. В наших экспериментах при уменьшении нагрузки вплоть до  $5 \cdot 10^{-4}$  N возрастания  $H(P)$  не наблюдалось.

На рис. 1 представлены зависимости длин диагоналей релаксированных отпечатков от квадратного корня из нагрузки для четырех кристаллов LiF: исходного и облученных в реакторе дозами  $10^{14}$ ,  $10^{15}$  и  $10^{16}$  п/см<sup>2</sup>. Из рисунка видно, что эти зависимости в общем нелинейны. Линейность, которая соответствует независимой от нагрузки микротвердости, наблюдается только при нагрузках 0.5 N и выше.

Из рис. 1 следует, что  $H(P)$  выходит на независимый от  $P$  уровень для нагрузок выше 0.5 N, а при уменьшении  $P$  резко падает в области нагрузок 0.5–0.01 N, замедляя скорость падения при  $P < 0.01$  N.

Тот факт, что при больших нагрузках  $H(P)$  становится независимым от  $P$  и соответственно от  $d(P)$ , указывает на то, что любой материал характеризуется некоторой максимально возможной величиной деформации  $\varepsilon_m$  и связанным с ней максимально возможным уровнем деформационного упрочнения  $\sigma_m = H_m$ . Выше этих значений кристалл деформироваться не может. Если под индентором уже достигнуты значения  $\varepsilon_m$  и  $\sigma_m$ , то с дальнейшим увеличением нагрузки может увеличиваться только объем области, где максимальные значения  $\varepsilon_m$  и  $\sigma_m$  уже достигнуты.



**Рис. 1.** Зависимость длины диагонали  $d$  релаксированного отпечатка от нагрузки  $P$  для исходного (1) и облученных дозами  $10^{14}$  (2),  $10^{15}$  (3) и  $10^{16}$  (4) п/см<sup>2</sup> кристаллов LiF.

Говоря об отличительных особенностях процесса деформирования при использовании сосредоточенной нагрузки в сравнении с деформированием при одноосном сжатии, следует отметить еще два момента. Во-первых, в области максимальной деформации под индентором деформация гораздо более однородна, чем при одноосном сжатии, когда полосы скольжения дислокаций, в которых сосредоточена основная доля деформации, соседствуют с недеформированными областями, а усредненные по объему характеристики могут сильно отличаться от локальных. Во-вторых, следует обратить внимание на тот факт, что при внедрении индентора в кристалл деформация происходит в ограниченном объеме (напряжения быстро спадают с увеличением расстояния) и в стесненных условиях. Поэтому кристалл может выдержать высокие уровни локальных деформаций и напряжений без разрушения.

В таблице для сравнения собраны все основные механические характеристики, измеренные нами при обычном деформировании (одноосное сжатие), и параметры, характеризующие локальную деформацию, вызванную индентором под нагрузкой  $P = 0.5$  N, для четырех кристаллов: исходного и облученных смешанным  $n, \gamma$ -излучением в реакторе ( $10^{14}$ ,  $10^{15}$  и  $10^{16}$  п/см<sup>2</sup>), которые по механическим свойствам сильно отличаются друг от друга.

По некоторым данным, для щелочно-галоидных кристаллов, легированных двухвалентными примесями, имеется хорошая корреляция между изменениями предела текучести  $\sigma_0$  и микротвердостью  $H_m$  [12–15], описывае-

Основные механические характеристики исследованных кристаллов LiF

№	Параметр	Исходный	Облученный 10 <sup>14</sup> н/см <sup>2</sup>	Облученный 10 <sup>15</sup> н/см <sup>2</sup>	Облученный 10 <sup>16</sup> н/см <sup>2</sup>
1	Предел текучести $\sigma_0$ , МПа	7	82	130	148
2	Предел прочности $\sigma_n$ , МПа	68	98	135	150
3	Максим. деформация $\varepsilon_c$ , %	15	10.2	3.5	1.6
4	Диагональ отпечатка $d$ , $\mu\text{m}$	28	27	23.5	20
5	Микротвердость $H_m$ , МПа	1180	1270	1710	2280
6	Длина "винтового" дислокационного луча $l_2$ , $\mu\text{m}$	98	63	25.0	15
7	Длина "краевого" дислокационного луча $l_1$ , $\mu\text{m}$	163	105	47.4	20.5

мая формулой

$$\sigma_0 = \beta(H - H_0), \quad (2)$$

где  $\beta$  и  $H_0$  — некоторые константы. В работе [16] было предложено связывать микротвердость с деформирующим напряжением при десятипроцентной деформации. На первый взгляд, также разумно предположить, что микротвердость, которая, как было отмечено выше, является максимально достижимым уровнем деформационного упрочнения, коррелирует с пределом прочности, т. е. с максимальным напряжением, которое выдерживает кристалл без разрушения при одноосном нагружении. Однако, как легко проверить, данные, приведенные в таблице, не могут описываться соотношением (2). Связь между микротвердостью и напряжениями, характеризующими одноосное деформирование кристалла, существенно нелинейна. Нам кажется, что если линейная связь и существовала бы, то она имела бы вид  $H_m = C\sigma_m$ , но никак не (2), поскольку совершенно непонятно что представляла бы собой величина  $H_0$ , которая по формуле (2) должна иметь физический смысл микротвердости при нулевом пределе прочности (или пределе текучести, или деформирующем напряжении). Так что, на наш взгляд, подобные корреляции могут быть только случайными и не следует придавать им серьезного значения. Более того, поскольку микротвердость во всех случаях существенно превосходит прочностные характеристики кристалла, и характеры определяющих их процессов радикально отличаются друг от друга, скорее всего нет смысла искать прямую связь между этими величинами.

Единственная корреляция, которая достоверно проявляется и может быть понята с физической точки зрения — это корреляция между длинами дислокационных лучей и пластичностью кристалла: чем пластичнее кристалл, тем больше  $l_1$  и  $l_2$ . Притом эта связь с довольно хорошей точностью может быть описана зависимостью вида  $l = C\varepsilon_c$  (рис. 2), где  $\varepsilon_c$  — максимальная деформация, которую выдерживает кристалл при одноосном сжатии, а коэффициенты  $C_1$  и  $C_2$  равны соответственно 11.2 и 6.8 мкм/%.

Как следует из рис. 1, величины  $H(P)$  для облученных различными дозами кристаллов существенно отличаются друг от друга и от значений, полученных

для необлученных кристаллов, т. е. для любых нагрузок на индентор  $H(P)$  сильно зависит от предварительной обработки кристалла. В этой связи представляет интерес исследовать зависимости  $H(P)$  для кристаллов, подвергнутых предварительной одноосной деформации до различных уровней деформационного упрочнения. Эти исследования показывают (рис. 3), что при нагрузках  $P \geq 0.5N$   $H_m$  вообще не зависит от величины деформации, в то время как для нагрузок  $P \leq 0.2N$   $H(P)$  довольно заметно возрастает, хотя даже при пятнадцатипроцентной деформации (это максимальная одноосная деформация, которую выдерживают без разрушения исследуемые кристаллы) не достигает уровня  $H_m$ . Из результатов этих же исследований видно, что максимально возможная деформация под индентором  $\varepsilon_m$ , которая соответствует максимальному деформационному упрочнению, равному  $H_m$ , существенно должна превосходить максимально допустимую деформацию при одноосном

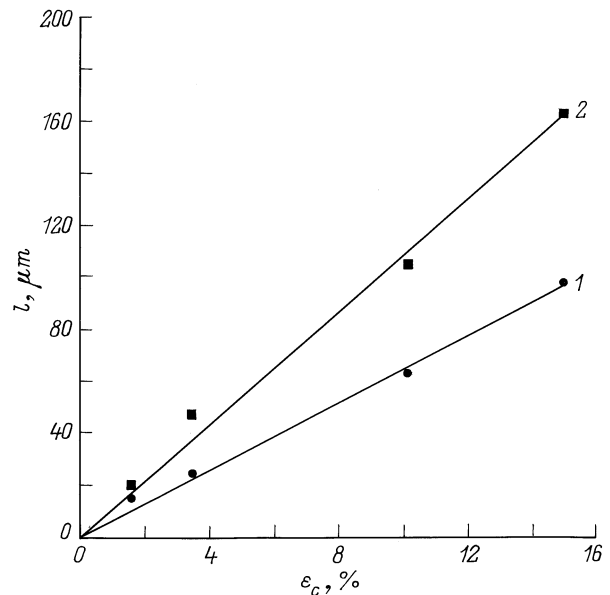
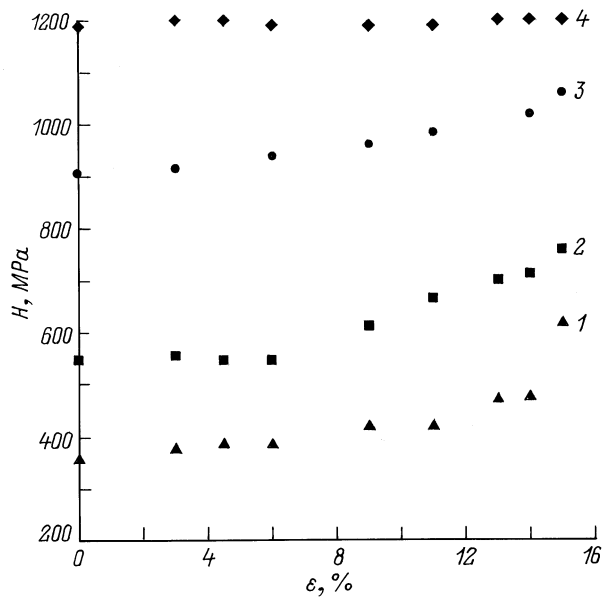


Рис. 2. Зависимость длины  $l$  "винтового" (1) и "краевого" (2) лучей дислокационной розетки от максимальной деформации  $\varepsilon_c$  кристалла LiF при одноосной деформации.



**Рис. 3.** Зависимость  $H(P)$  от предварительной деформации  $\varepsilon$  (одноосным сжатием), полученная при нагрузках 0.03 N (1), 0.05 N (2), 0.15 N (3) и 0.5 N (4).

сжатии  $\varepsilon_c$  (15%). Однако если бы деформация под индентором протекала по тому же механизму, что и при одноосном сжатии, и имела бы тот же характер и величину коэффициента деформационного упрочнения, то для локального упрочнения кристалла до наблюдаемого значения микротвердости ( $H_m \geq 1200$  МПа) необходимая величина деформации составила бы 300% и более, что никак не может соответствовать действительности. Поэтому очевидно, что при деформации под индентором и коэффициент деформационного упрочнения должен быть намного больше, чем при деформации кристалла одноосным сжатием.

Диаграммы напряжение–деформация показывают, что при одноосном сжатии исследуемые кристаллы упрочняются линейно. Поэтому предел текучести предварительно деформированных кристаллов линейно увеличивается с возрастанием величины деформации. Следовательно, зависимости  $H(P)$  от деформации должны точно повторять зависимости от предела текучести (соответствующих значений деформирующего напряжения) предварительно деформированных кристаллов. Из рис. 3 видно, что  $H(P)$  зависит от предела текучести предварительно деформированных кристаллов явно нелинейно, а  $H_m$  (кривая 4) не зависит от него. Следует также отметить, что хотя пределы текучести предварительно деформированных до различных уровней кристаллов отличаются друг от друга довольно значительно ( $\sigma_0$  изменяется от 7 до 68 МПа), микротвердости  $H_m$  у них одинаковы, т. е. пятнадцатипроцентная предварительная деформация с почти десятикратным деформационным упрочнением никак не сказывается на величине микротвердости, в то время как упрочнение, вызванное реакторным облучени-

ем, приводит к существенному увеличению микротвердости (см. таблицу). Таким образом, деформационное и радиационное упрочнения совершенно по-разному отражаются на микротвердости кристаллов LiF.

Следует особо подчеркнуть, что для всех значений нагрузок, использованных в экспериментах,  $H(P)$  существенно превосходит предел текучести исследованных кристаллов. Например, даже при такой малой нагрузке как  $P = 0.01$  N  $H_m = 270$  МПа, что значительно превосходит предел текучести  $\sigma_0 = 68$  МПа деформационно упрочненного ( $\varepsilon = 15\%$ ) кристалла. Поэтому очевидно, что в каждом случае измеренное  $H(P)$  — это то максимальное деформирующее напряжение, которое достигается за счет деформационного упрочнения при деформации, обусловленной самим индентором.

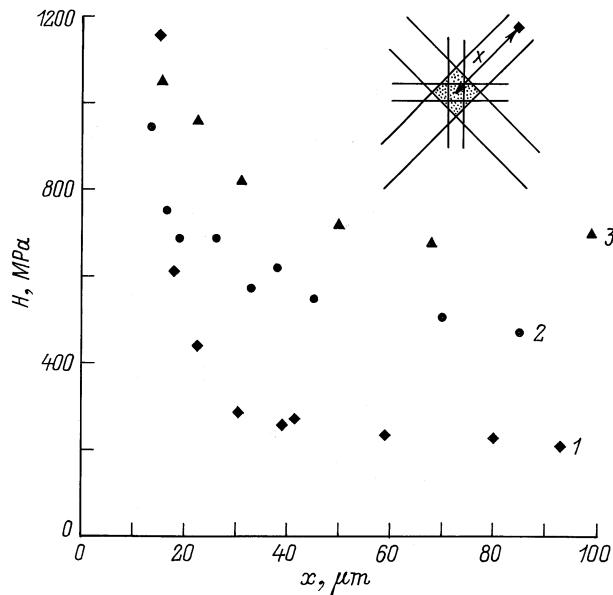
При нанесении укола под большой нагрузкой под индентором образуется деформированная область, в которой деформационное упрочнение максимально (область внутри отпечатка и вблизи него), а по мере удаления от центра отпечатка должно довольно быстро уменьшаться.

Для установления характера этой закономерности был применен способ, описанный в [15]. На грань (001) большой нагрузкой  $P_0 = 1$  N нанесился предварительный отпечаток. По направлениям  $\langle 110 \rangle$ , перпендикулярным сторонам этого отпечатка, при малых нагрузках измерялось  $H(P)$  в зависимости от расстояния  $x$  до центра предварительного отпечатка.

На рис. 4 приведены зависимости  $H(P)$  от расстояния  $x$  для трех значений нагрузки  $P = 0.01, 0.05, 0.10$  N. Как видно из рисунка, во всех трех случаях при приближении к центру предварительного укола  $H(P)$ , измеренная с помощью малой нагрузки, приближается к значению  $H_m$ , соответствующему уровню максимального деформационного упрочнения  $\sigma_m$ , а при удалении от центра приближается к значению в недеформированной области. Следует также отметить, что, в полном согласии с вышеприведенными рассуждениями, если повторные уколы делать под той же нагрузкой  $P_0$ , что и основной, то никакой зависимости от расстояния до центра предварительного укола нет.

Эти результаты несомненно подтверждают сделанный нами вывод, что  $H_m$  действительно является максимальным значением напряжения, до которого данный кристалл способен упрочняться, а кривые, приведенные на рис. 4, на восходящих участках (при приближении к центру основного укола) должны отражать зависимость уровня напряжения, достигнутого за счет деформационного упрочнения под индентором, от расстояния до центра укола —  $\sigma_D(x)$ . Из этих же результатов видно, что область, где достигнуты максимальная деформация  $\varepsilon_m$  и максимальный уровень деформационного упрочнения  $\sigma_m$ , составляет малую часть деформированной области, и ее линейные размеры незначительно превосходят размеры релаксированного следа от индентора.

Для выявления возможности получения в явном виде зависимости  $\sigma_D(x)$  были предприняты следующие шаги. Вблизи отпечатков индентора, полученных под раз-



**Рис. 4.** Зависимость  $H(P)$  от расстояния  $x$  до центра предварительного отпечатка, образованного нагрузкой  $R_0 = 1\text{ N}$ , полученная для кристаллов LiF при нагрузках  $0.01\text{ N}$  (1),  $0.05\text{ N}$  (2) и  $0.1\text{ N}$  (3).

личными нагрузками, наносились повторные уколы, по возможности малой нагрузкой. Это давало возможность получить зависимость величины  $H(P)$ , соответствующей малой нагрузке, от величин  $H(P_0)$ , соответствующих предварительным уколам индентора под различными нагрузками (т.е. от достигаемых под индентором уровней деформирующих напряжений). Сравнивая зависимости  $H(P)$  от  $x$ , подобные приведенным на рис. 4, с зависимостями  $H(P)$  от  $\sigma_D(P)$ , полученными описанным выше способом, можно воссоздать явный вид зависимости  $\sigma_D(x)$ . К сожалению, при малых нагрузках, пригодных для воспроизведения этой зависимости, точность измерений в наших экспериментах оказалась недостаточной. Поэтому, хотя мы уверены в принципиальной правильности этого пути, полученные результаты не приводим.

Как было уже отмечено, высокие значения деформирующего напряжения под индентором обуславливаются не столько высокими значениями деформации под индентором, сколько высокими значениями коэффициента деформационного упрочнения, могущими намного превосходить подобный коэффициент при одноосной деформации. Сказанное легко может быть обосновано, исходя из следующих рассуждений.

При одноосном сжатии деформация в ионном кристалле развивается по следующей схеме: сперва формируются узкие полосы скольжения в системе, наиболее выгодно ориентированной по отношению к оси нагрузки и случайно оказавшейся среди таковых наиболее слабой. Далее кристалл деформируется за счет уплотнения и расширения зародившихся полос, пока они не перекроются. Деформационное упрочнение при этом происходит с не

очень большим коэффициентом. К стадии, когда могли бы заработать другие системы, первоначальная система столь заполнена и упрочнена, что при пересечении другими системами кристалл разрушается (деформация сильно неоднородна по системам скольжения различной ориентации).

Иная картина под индентором. Здесь, ввиду сложности напряженного состояния и большой величины начальных напряжений, работать могут начать одновременно все пересекающиеся системы скольжения, обуславливая высокий коэффициент деформационного упрочнения и высокие уровни деформирующего напряжения при сравнительно невысоких величинах деформации. Способность кристалла выдерживать высокие напряжения, как было отмечено раньше, может быть обусловлена ограниченностью деформирующегося объема, который сдерживается недеформированным кристаллом, охватывающим эту область. Для установления истинной величины коэффициента деформационного упрочнения необходимо знание величины (или хотя бы масштаба) деформации кристалла под индентором.

Работа выполнена при финансовой поддержке Академии наук Грузии (грант № 2.15).

## Список литературы

- [1] М.П. Шаскольская, Ван Ян-Вень, Гу Шу-Чжао. Кристаллография **5**, 2, 277 (1961).
- [2] А.А. Предводителев, В.Н. Рожанский, В.М. Степанова. Кристаллография **7**, 3, 418 (1962).
- [3] Ю.С. Боярская. Деформирование кристаллов при испытаниях на микротвердость. Кишинев (1972). 235 с.
- [4] В.Л. Инденбом. Письма в ЖЭТФ. **12**, 526 (1970).
- [5] В.Л. Инденбом, А.Н. Орлов. ФММ **43**, 3, 469 (1977).
- [6] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. Письма в ЖЭТФ **60**, 10, 722 (1994).
- [7] М.Ш. Акчурун, В.Г. Галстян. Поверхность **3**, 119 (1983).
- [8] I.V. Grindina, Yu.V. Milman, V.I. Trefilov. Phys. Stat. Sol. (a) **14**, 177 (1972).
- [9] Л.Г. Цинзерлинг. Новое в области испытаний на микротвердость. М. (1974). С. 86.
- [10] Ю.С. Боярская. Актуальные вопросы физики микровдавливания. Кишинев (1989). С. 3.
- [11] J.B. Pethica, R. Hutchings, W.S. Oliver. Phil. Mag. **A48**, 4, 593 (1983).
- [12] G.Y. Chin, L.G. Van Viter, M.L. Green, S. Zydzik. Scr. metal. **6**, 6, 50 (1972).
- [13] Ю.С. Боярская, Р.П. Житару, М.С. Кац, М.А. Линте, С.С. Шутова. ФХОМ **6**, 75 (1981).
- [14] Yu.S. Vojaraskaja, R.P. Zhitaru, M.A. Linte. Cryst. Res. Techn. **19**, 1, 101 (1986).
- [15] Ю.С. Боярская, Д.З. Драбко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев (1986). 294 с.
- [16] С.С. Васаускас. Исследования в области изучения твердости. М.-Л. (1967). С. 33.