

Проявления неустойчивости пластического течения в микроструктуре кристаллов щелочных галоидов

© Е.Б. Борисенко, А.Г. Мелентьев

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черногловка, Московская обл., Россия

E-mail: borisenk@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию 15 июля 2004 г.

В окончательной редакции 8 октября 2004 г.)

Экспериментально исследованы условия пространственной локализации полос деформации, связанной с потерей устойчивости пластического течения монокристаллов LiF и KCl при деформации в диапазоне скоростей от $5 \cdot 10^{-6}$ до $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Изучены геометрические параметры полос локализованного сдвига (ПЛС) в зависимости от скорости и температуры деформации. Впервые для изучения рельефа ПЛС применен метод профилометрии поверхности, что позволило определить параметры ПЛС на ранних стадиях пластического течения (при степени деформации от 0.5 до 2%). Показано, что формирование и ветвление ступеней ПЛС на поверхности деформируемых кристаллов, связанные с процессами образования и движения дислокаций, носят иерархический характер. Экспериментально показано, что образование ПЛС является термоактивированным процессом, осуществляемым посредством скольжения дислокаций и контролируемым их переполнением.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 04-02-17140).

1. Введение

Известно, что при усилении неоднородности деформации может наступить потеря устойчивости пластического течения, что приводит к локализации деформации [1]. Начало локализованного течения обычно сопровождается возникновением зуба текучести на диаграмме деформации. Спад напряжения может быть связан с „геометрическим“ смягчением за счет поворота плоскости скольжения, с „физическим“ смягчением, связанным с интенсивным размножением дислокаций при достижении определенной нагрузки, с динамическим деформационным старением [1,2]. В этих условиях при слабом упрочнении материалов наблюдались полосы сдвига в металлах и сплавах.

В щелочно-галоидных кристаллах (ЩГК) явление локализации деформации изучалось при сжатии с постоянной скоростью в диапазоне 10^{-4} – 10^{-2} s^{-1} [3–5] или деформировании с постоянной нагрузкой [6,7] при температурах выше $0.5T_m$ (T_m — температура плавления) и степенях деформации 5–15%. Образующиеся при этом грубые следы скольжения принято называть полосами локализованного сдвига (ПЛС) (Localized

Shift Bands) [3–8]. Параметры таких полос сдвига при деформации с постоянной скоростью приведены в табл. 1. В данной работе мы исследуем закономерности формирования ПЛС в чистых кристаллах KCl и LiF в зависимости от скорости деформации (в отличие от предшествующих работ [3–8], в которых изучались параметры локализации в зависимости от степени деформации и напряжения). Использование профилометрии поверхности, впервые примененное для исследования таких объектов, позволило изучить локализацию пластического течения при степенях деформации 0.5 до 2% и установить диапазон скоростей, при которых наблюдается образование ПЛС при столь малой общей деформации.

2. Материалы и методика

Для исследований были выбраны монокристаллы чистых LiF и KCl. Уровень металлических примесей в обоих кристаллах, измеренный методом индуктивно-связанной плазмы (ICP-MS) был ниже порога обнаружения, т. е. содержание контролируемых примесей Ca, Mg, Mn, Cu, Sr, Cd, Ba, Cs составляло не более $10^{-4} \text{ wt.}\%$.

Таблица 1. Параметры ПЛС в LiF при различных условиях деформации

$T_d, \text{ K}$	Тип деформации	Скорость, s^{-1}	Степень деформации, %	Высота ступеней, μm	Ширина ПЛС, μm	Расстояния между полосами, μm	Литературная ссылка
> 600	Сжатие	10^{-4}	14–15	> 100	10–50	100–500	[3]
573–1123	Сжатие, растяжение	$10^{-3}, 10^{-2}$	12–30		10		[4]
673–1073	Сжатие	10^{-4}	15	10–160	5–20	50–100	[5]

Образцы, выколотые по плоскостям скола $\{100\}$ в виде прямоугольных призм размером $3 \times 3 \times 15$ mm, деформировались сжатием на машине Instron с постоянными скоростями в диапазоне $5 \cdot 10^{-6} - 2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ до $\varepsilon = 0.5 - 2\%$ в интервале температур $20 - 750^\circ\text{C}$ ($0.26 - 0.91T_m$) для LiF и $20 - 650^\circ\text{C}$ ($0.28 - 0.88T_m$) для KCl, а затем охлаждались со скоростью охлаждения печи. Шаг по температуре составлял 50 градусов.

Для изучения микроструктуры, а также анализа рельефа ПЛС использовались профилометрия поверхности и оптическая микроскопия.

Исследования микроструктуры на поверхности проводили, используя оптические микроскопы Docuval и Neophot. Топографические измерения на поверхности деформированных образцов были выполнены при комнатной температуре с помощью профилометра Talystep фирмы Taylor-Hobson в соответствии с методикой, разработанной в [9]. Для количественного анализа рельефа поверхности деформированных образцов их грани $\{100\}$ сканировались стандартным алмазным коническим индентором, служащим для измерения высоты ступеней. Движение индентора с радиусом кривизны $12.5 \mu\text{m}$ осуществлялось автоматически со скоростью $25 \mu\text{m/s}$ в направлении, перпендикулярном линии дефекта, на расстоянии $100 - 250 \mu\text{m}$. Профиль ступени отображался графически одновременно с помощью самописца на бумаге и на экране монитора. В зависимости от выбранной шкалы вертикального увеличения точность измерения высот составляла $\pm 0.1 \mu\text{m}$ (увеличение $5 \cdot 10^3$) и $\pm 0.01 \mu\text{m}$ (увеличение $5 \cdot 10^4$). Выбор шкалы обусловлен средним значением высот ступеней, различным для LiF и KCl. Погрешность измерений высоты ступеней не превышала 5%.

3. Результаты эксперимента

В процессе проведения эксперимента было обнаружено, что явление локализации пластической деформации начинается как в кристаллах LiF, так и в кристаллах KCl при одинаковой гомологической температуре, равной $0.51T_m$, что составляет соответственно 300 и 260°C . Причем скорости деформации, при которых было обнаружено данное явление, находились в диапазоне $5 \cdot 10^{-6} - 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. При более высоких скоростях сжатия наблюдалась деформация вследствие распространения обычных полос скольжения по всему объему образцов.

Таблица 2. Высота ступеней H_{LSB} , оставляемых ПЛС на грани выхода винтовых дислокаций

Материал	T_d, K (доля от T_m)	v, s^{-1}	$\varepsilon, \%$	$H_{\text{LSB}}, \mu\text{m}$
KCl	723 (0.70)	$5 \cdot 10^{-6}$	1	1.2
	923 (0.88)	$5 \cdot 10^{-6}$	1	1.8
LiF	573 (0.50)	10^{-5}	0.5	1.1
	993 (0.88)	10^{-5}	1	8
	993 (0.88)	$5 \cdot 10^{-6}$	1	20

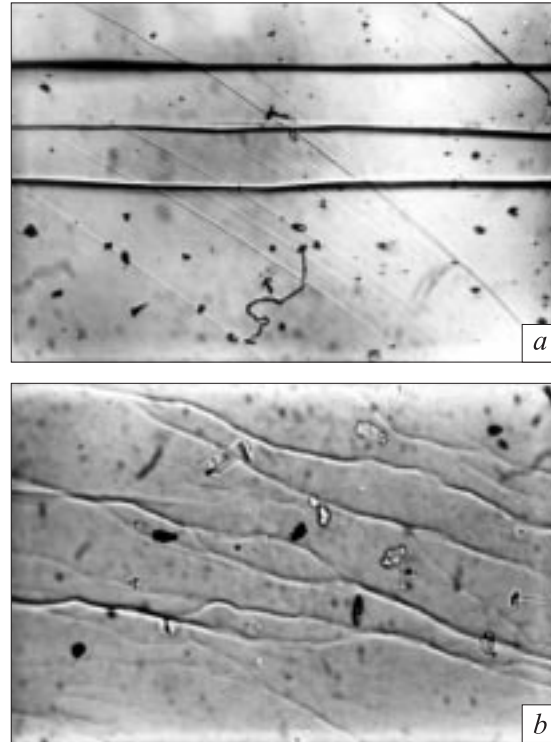


Рис. 1. Микрофотографии ПЛС на гранях выхода винтовых дислокаций в LiF (a) и KCl (b) деформированных при $T_d = 0.88T_m$, $v = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Далее будут рассмотрены закономерности формирования ПЛС на гранях выхода винтовых дислокаций (в общепринятых терминах [7]) в указанных интервалах температуры и скоростей деформации.

В процессе эксперимента было выяснено, что закономерности формирования ПЛС в зависимости от температуры, скорости и степени деформации (T_d , v , ε) в кристаллах LiF и KCl схожи. Так, высота ступеней, образуемых ПЛС на грани выхода винтовых дислокаций, увеличивается с ростом степени деформации. Например, если $T_d = 0.88T_m$, $v = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, при $\varepsilon = 0.5\%$ высота ПЛС в LiF составляет в среднем $3 \mu\text{m}$, а при деформации $\varepsilon = 1.5\%$ — $10 \mu\text{m}$, что согласуется с закономерностями изменений высоты ПЛС в LiF при больших значениях степени деформации [5]. Из табл. 2 видно, что при одной и той же степени деформации высота ступеней растет с увеличением температуры и со снижением скорости деформации. При этом, как видно из указанной таблицы, высота ПЛС в KCl в несколько раз меньше, чем их высота в LiF, при одинаковых параметрах деформации.

Измеренная высота ступеней, оставляемых на поверхности образца при прохождении ПЛС, позволила оценить число дислокаций, формирующих полосу. Согласно оценке, предложенной в [1],

$$\gamma = n^3 b \rho_0^{1/2} / z, \quad (1)$$

где $\gamma = h/d = 5 - 10$ — деформация в локализованном сдвиге, равная высоте ступени, деленной на ее шири-

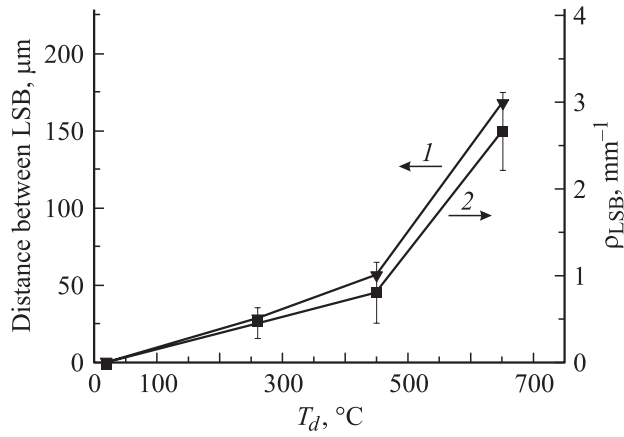


Рис. 2. Зависимость расстояний между ПЛС (1) и линейной плотности ПЛС (2) от T_d кристаллов KCl при $v = 5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, $\varepsilon = 1\%$.

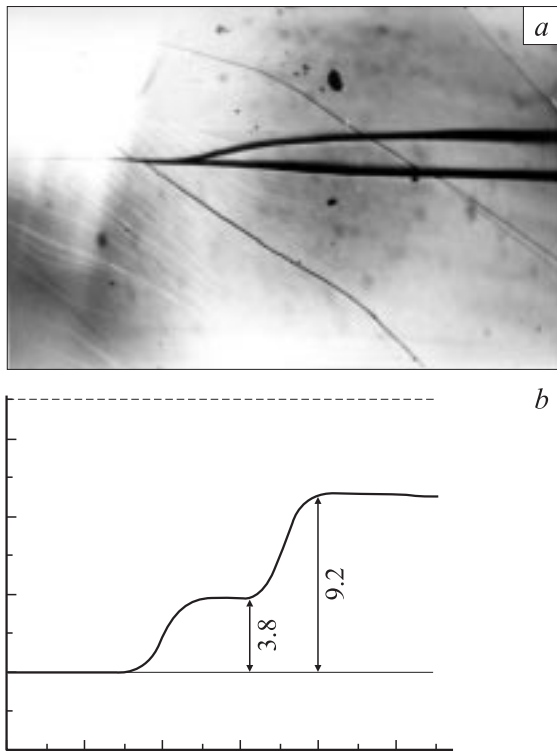


Рис. 3. Разветвленная ПЛС в LiF при $T_d = 0.88T_m$, $v = 5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\varepsilon = 1\%$. *a* — микрофотография, *b* — профилограмма. Цифрами указаны высоты ступеней ПЛС (в μm), измеренные профилометром.

ну; n — число дислокаций, сформировавших ступень; $b = 2.85 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$ — вектор Бюргерса; ρ_0 — исходная плотность дислокаций; z — число возможных систем скольжения, равное 12 в ГЦК-решетке. В LiF при температуре деформации 720°C , степени деформации 0.5% и скорости деформации 10^{-5} s^{-1} ($10 \mu\text{m}/\text{min}$) при исходной плотности дислокаций 10^6 cm^{-2} $n = 100-150$.

На рис. 1 показаны микрофотографии ПЛС на гранях выхода винтовых дислокаций в кристаллах LiF и KCl. Из этого рисунка видно, что ПЛС в KCl гораздо более волнистые, чем в LiF. Вероятно, волнистость ПЛС проявляется на гранях кристаллов в результате поперечного скольжения в объеме образцов. Такое различие очевидно, с тем, что в более мягком кристалле KCl сильнее развито поперечное скольжение, чем при тех же внешних условиях в жестком LiF. Следует отметить, что с повышением T_d волнистость ПЛС увеличивается в обоих типах кристаллов. С ростом T_d возрастает доля материала, деформируемого вследствие распространения ПЛС (кривая 2 на рис. 2). Скорость деформации также оказывает существенное влияние на вид ПЛС: как видно из рис. 3, *a*, с увеличением v наблюдается их

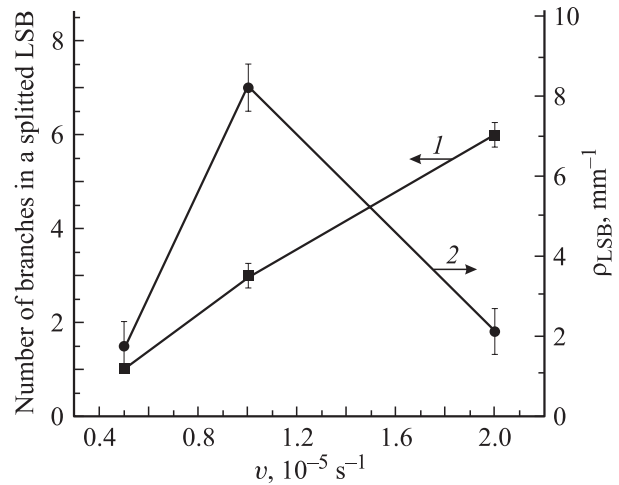


Рис. 4. Зависимости числа ветвей (1) и плотности ПЛС (2) от скорости деформации LiF при $T_d = 0.88T_m$, $\varepsilon = 1\%$.

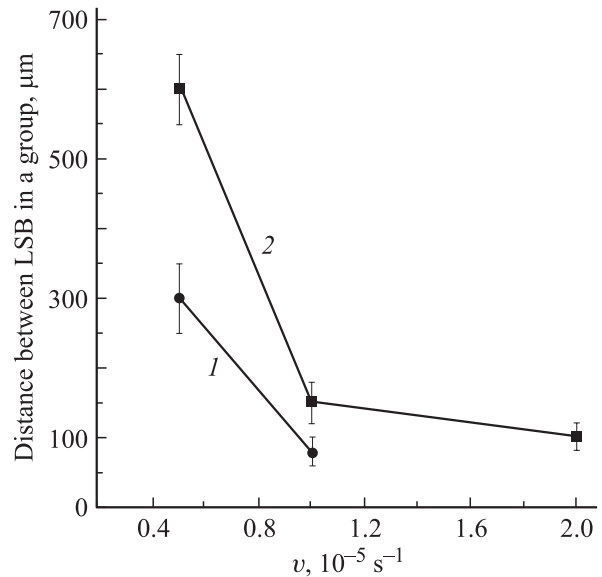


Рис. 5. Зависимость расстояний между ПЛС в группе от скорости деформации кристаллов LiF при $T_d = 0.88T_m$. $\varepsilon, \%$: 1 — 0.5, 2 — 1.

ветвление. На рис. 3, *b* показана профилограмма разветвленной ступени в LiF. Было обнаружено, что сумма высот ветвей равна высоте ступени до разветвления, что согласуется с результатами [7]. Эта закономерность наблюдается как в кристаллах LiF, так и в KCl.

При этом число ветвей в группе увеличивается с ростом скорости деформации (как это видно из рис. 4), а расстояния между ПЛС в группе сокращаются (рис. 5). Из рис. 2 (кривая 1), рис. 5 и табл. 2 видно, что рост температуры и снижение скорости деформации оказывают сходное влияние на характер ПЛС: с уменьшением v и ростом T_d расстояния между ПЛС увеличиваются, а высота ступеней, оставляемых на поверхности образца при прохождении ПЛС, растет. Плотность ПЛС в образцах меняется со скоростью немонотонно: сначала растет, а затем уменьшается (кривая 2 на рис. 4). Возрастание плотности отражает факт ветвления ПЛС в группах, а ее уменьшение связано с тем, что не вся деформация осуществляется посредством распространения ПЛС: с ростом v деформация становится более однородной по объему и реализуется вследствие развития обычных линий и полос скольжения.

4. Обсуждение результатов

Наблюдаемые зависимости формирования ПЛС от температуры и величины скорости деформации (рост высоты ступеней ПЛС, закономерности изменения их плотности при повышении T_d или снижении v) указывают на то, что неоднородная деформация, вызванная развитием ПЛС в ЩГК, носит термоактивированный характер. Этот результат согласуется с данными [4] по температурным зависимостям скорости деформации, свидетельствующими о том, что локализованная деформация в кристаллах LiF является диффузионно-контролируемым процессом и лимитируется переползанием дислокаций. Полученные в настоящей работе экспериментальные данные позволяют оценить скорость деформации в кристаллах LiF на стадии локализации деформации, происходящей при отсутствии упрочнения. Согласно [1], скорость деформации при этом

$$\varepsilon^* = \rho_\infty b \langle v_{LSB} \rangle, \quad (2)$$

где в нашем случае $\rho_\infty = 10^5 \text{ см}^{-2}$ — плотность дислокаций вдали от ПЛС, $b = 2.85 \cdot 10^{-8} \text{ см}$ — значение вектора Бюргера в LiF, $\langle v_{LSB} \rangle = h/t$ — скорость поперечного распространения ПЛС (h — ширина ПЛС, t — время ее распространения). Принимая во внимание линейную зависимость высоты ступени, оставляемой ПЛС на поверхности, от степени общей деформации [5], полагаем, как в [10], что ПЛС распространяется в течение всего времени опыта. Получим, что при $\varepsilon = 0.5\%$ и $v = 10 \mu\text{м}/\text{мин}$ время распространения ПЛС составляет 400 с; измеренное среднее значение $h = 10 \mu\text{м}$. Следовательно, $\langle v_{LSB} \rangle = 2.5 \cdot 10^{-2} \mu\text{м}/\text{с}$; $\varepsilon^* = 7 \cdot 10^{-9} \text{ с}^{-1}$. Согласно [1], такое значение скорости соответствует

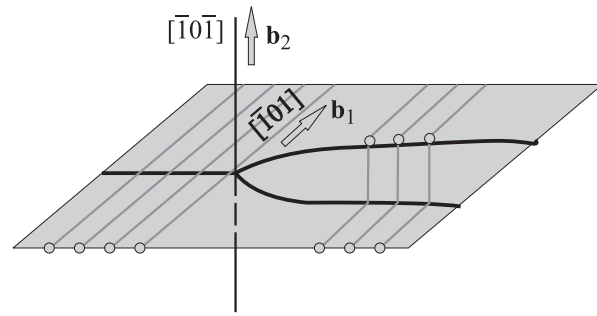


Рис. 6. Схема конфигурации дислокаций при ветвлении ПЛС.

деформации, осуществляемой посредством скольжения дислокаций, которое контролируется их переползанием.

В этой связи особого внимания заслуживает наблюдаемое ветвление ПЛС, при котором сумма высот ветвей оказывается равной высоте ПЛС до расщепления. Возможная схема образования такого разветвления ПЛС (рис. 3) представлена на рис. 6. Интересно отметить, что разветвленные в результате взаимного пересечения одиночные дислокации со ступенями имеют такую же конфигурацию [11]. Этот результат согласуется с выводами, полученными при исследовании рельефа поверхности с помощью туннельного микроскопа [12], свидетельствующими о том, что формирование ступеней на поверхности деформируемых кристаллов, связанное с процессами образования и движения дислокаций, носит иерархический характер. Из рис. 6 очевидно, что ветви после пересечения движутся на разных уровнях, т.е. пересечение дислокаций разных систем приводит к генерации ступеней. Движение ступеней является неконсервативным и контролируется диффузией вакансий [1].

5. Выводы

1) Экспериментально установлено, что потеря устойчивости течения приводит к локализации пластической деформации в ЩГК при общих малых степенях деформации (0.5–2%) в определенном интервале скоростей от $2 \cdot 10^{-6}$ до 10^{-4} с^{-1} при температурах, превышающих $0.5T_m$. Показано, что локализация пластической деформации наблюдается в кристаллах LiF и KCl при одних и тех же внешних параметрах деформации.

2) Показано, что повышение скорости деформации приводит к ветвлению ПЛС и генерации ступеней, число которых растет с увеличением скорости деформации. Из эксперимента следует, что формирование ступеней на поверхности деформируемых кристаллов, связанное с процессами образования и движения дислокаций, носит иерархический характер.

3) Экспериментальные результаты указывают на то, что процесс формирования ПЛС является термоактивированным и контролируется переползанием дислокаций.

Список литературы

- [1] М.А. Штремель. Прочность сплавов. Ч. II. МИСиС, М. (1997). С. 55.
- [2] E. Rizzi, Peter Hähner. *Int. J. Plasticity* **20**, 121 (2004).
- [3] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова, П.П. Перстнев, В.Р. Регель. *ФТТ* **26**, 4, 1074 (1984).
- [4] Н.П. Скворцова. *ФТТ* **37**, 11, 3347 (1995).
- [5] Б.И. Смирнов, Р.С. Чуднова, В.В. Шпейзман. *ФТТ* **34**, 6, 1759 (1992).
- [6] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова. *ФТТ* **36**, 6, 1724 (1994).
- [7] Б.И. Смирнов. *ФТТ* **36**, 7, 2037 (1994).
- [8] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова. *Кристаллография* **39**, 3, 567 (1994).
- [9] А.Г. Мелентьев. *Кристаллография* **40**, 4, 736 (1995).
- [10] Г.В. Бережкова, Н.П. Скворцова. *ФТТ* **33**, 2, 400 (1991).
- [11] М.А. Штремель. Прочность сплавов. Ч. II. МИСиС, М. (1999). С. 155.
- [12] В.И. Веттегрень, С.Ш. Рахимов, В.Н. Светолов. *ФТТ* **37**, 4, 913 (1995).