

Пластификация облученных нейтронами кристаллов LiF при термостимулировании односистемного скольжения дислокаций

© М.В. Галусташвили, М.Г. Абрамишвили, Ф.Х. Акопов, Д.Г. Дриаев, В.Г. Квачадзе, С.Д. Цакадзе

Институт физики им. Э. Андроникашвили,
Тбилиси, Грузия

E-mail: maxsvet@yahoo.com

(Поступила в Редакцию 14 апреля 2014 г.)

Показано, что в облученных большими флюенсами нейтронов (10^{15} – 10^{18} н/см²) кристаллах LiF пострadiационный отжиг при сравнительно низких температурах (300–400°С) создает оптимальные условия для односистемного скольжения дислокаций, что способствует полному восстановлению пластичности при сохранении значительной доли радиационного упрочнения.

1. Введение

В течение длительного времени объектом наших исследований были щелочно-галогидные кристаллы, подвергшиеся одновременному воздействию нескольких факторов, в частности облученные потоком нейтронов или γ -лучей в электрическом поле или в механически напряженном состоянии. Было показано, что такое сочетание препятствует сильному упрочнению кристалла и одновременно предохраняет от радиационного охрупчивания [1]. Эти исследования представляют интерес как с научной, так и с практической точки зрения: таким способом удалось повысить оптическую прочность кристалла NaCl к воздействию CO₂-лазера [2], создать устойчивые при комнатной температуре F_2^+ -центры, используемые в перестраиваемых лазерах на центрах окраски [3]. Пострадиационные исследования эволюции дефектной структуры кристаллов LiF при сопряженном воздействии температурного поля и механической нагрузки были весьма результативными; в частности, была доказана межзельная природа новых дислокационных петель [4].

Облучение кристалла в механически напряженном состоянии способствует выделению преимущественной системы скольжения дислокаций, благодаря чему кристалл радиационно упрочняется меньше, но сохраняет при этом значительную долю пластичности. Однако при всей значимости результата этот способ улучшения механических свойств облученного материала сопряжен с весьма значительными техническими трудностями при облучении.

Нами было показано [5], что сохранение пластичности при радиационном упрочнении кристалла LiF, облученного сравнительно небольшими флюенсами ($\leq 10^{15}$ н/см²) нейтронного излучения, также связано с выделением преимущественной системы скольжения. В настоящей работе, которая представляет собой продолжение этих исследований, диапазон флюенсов был расширен вплоть до 10^{18} н/см² (когда кристалл полностью теряет пластичность) и для пластификации кристалла был использован пострadiационный отжиг.

2. Методика эксперимента

Блоки фтористого лития размером $20 \times 20 \times 10$ мм облучались в ядерном реакторе смешанным (n, γ) излучением при потоке (по тепловым нейтронам) $1.2 \cdot 10^{12}$ н/см² · с и температуре не более 100°С; интервал флюенсов составил от 10^{15} до 10^{18} н/см². Из облученного блока по плоскостям спайности {100} выкалывались образцы неквадратного сечения ($2 \times 3 \times 6$ мм), которые отжигались в течение трех часов при различных температурах (от 250 до 830°С) и медленно охлаждались до комнатной температуры. Температура при отжиге поддерживалась с точностью $\pm 5^\circ\text{C}$.

Измерялись зависимости напряжение–деформация $\tau(\varepsilon)$ исходных, облученных и отожженных образцов. Испытания проводились при комнатной температуре в жесткой деформационной машине DY-22 одноосным сжатием вдоль [001] с постоянной скоростью $3 \cdot 10^{-4}$ с⁻¹.

Дислокационная картина на поверхности химически протравленного образца, а также поры, образующиеся в объеме после отжига, фиксировались с помощью оптического микроскопа, изображение с которого передавалось на монитор компьютера.

Плотность радиационных точечных дефектов и их небольших комплексов контролировалась по спектрам оптического поглощения в области 195–1100 нм.

3. Результаты эксперимента

Экспериментальные результаты, приведенные в таблице, показывают, что с повышением флюенса до 10^{18} н/см² более чем 30-кратное упрочнение образца сопровождается полной потерей пластичности. Высокотемпературный отжиг (830°С) не полностью восстанавливает значения предела текучести τ_y и максимальной пластической деформации ε_m до уровня необлученного (исходного) образца.

На рис. 1 представлены типичные кривые зависимости напряжение–деформация кристаллов LiF до и после облучения (флюенс 10^{17} н/см²), а также после отжига.

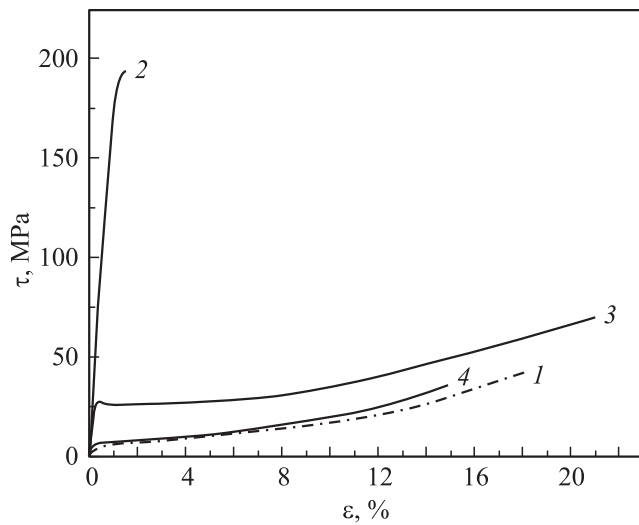


Рис. 1. Зависимость напряжение–деформация кристаллов LiF (флюенс 10^{17} н/см²). 1 — исходный необлученный образец, 2 — облученный образец, 3, 4 — облученный и отожженный в течение 3 h при 400 и 830°С соответственно.

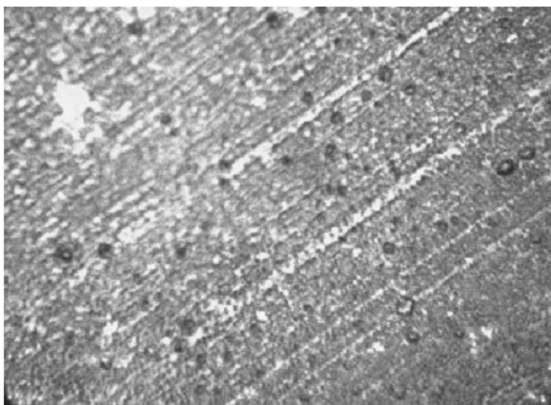


Рис. 2. Картина травления свежего скола облученного (флюенс 10^{17} н/см²) образца, отожженного при 400°С в течение 3 h и продеформированного до 4%.

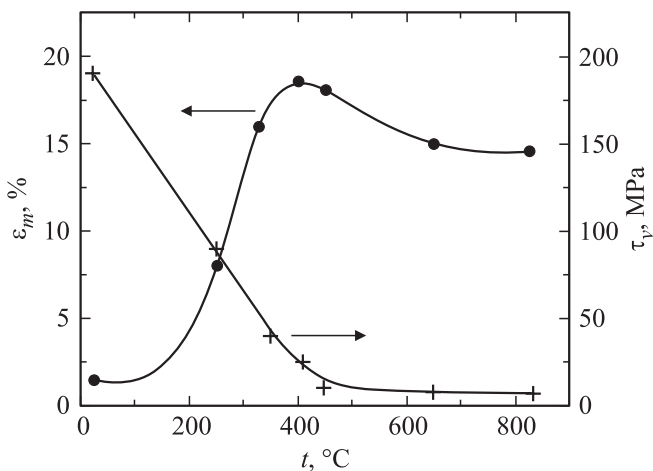


Рис. 3. Зависимость максимальной пластической деформации ϵ_m и предела текучести τ_y от температуры t пострадиационного отжига (флюенс 10^{17} н/см²).

Предел текучести τ_y и максимальная пластическая деформация ϵ_m кристаллов LiF, облученных различными флюенсами нейтронного излучения, до и после отжига при 830°С в течение 3 h

Флюенс, н/см ²	Неотожженный образец		Отожженный образец	
	τ_y , МПа	ϵ_m , %	τ_y , МПа	ϵ_m , %
0 (исходный)	6.0	17.6	5.1	18.0
10^{15}	73.0	9.1	6.5	18.1
10^{16}	145.0	5.1	7.0	16.0
10^{17}	192.0	2.1	7.5	14.9
10^{18}	230.0	0.8	7.9	13.2

На микрофотографии (рис. 2) показана дислокационная структура на площадке текучести кристалла, деформированного после пострадиационного отжига при 400°С.

Из диаграмм $\tau(\epsilon)$ кристаллов, облученных разными флюенсами и подвергшихся пострадиационному отжигу при различных температурах, извлекались величины предела текучести τ_y и максимальной пластической деформации ϵ_m (а также информация об уровне упрочнения на разных стадиях деформации) и строились зависимости ϵ_m и τ_y от температуры отжига t (на рис. 3 эти зависимости приведены для флюенса 10^{17} н/см²). Каждая из точек на графиках получена усреднением данных не менее чем по десяти образцам.

В температурном интервале 300–450°С зафиксировано интенсивное уменьшение оптического поглощения во всем исследованном диапазоне длин волн.

Начиная примерно с 400°С на свежем сколе образца наблюдаются ориентированные вдоль $\langle 100 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$ четкие пары ямок травления (рис. 1, b в [4]), соответствующие межзельным дислокационным петлям.

При дальнейшем повышении температуры дислокационные петли исчезают, и начиная с 600°С в кристаллах, облученных большими флюенсами ($> 10^{16}$ н/см²), возникают макрополости (впервые обнаруженные в [6]), имеющие форму параллелепипедов с гранями, лежащими в плоскостях $\{100\}$.

4. Обсуждение результатов

При одноосном сжатии в направлении $[001]$ образца LiF неквадратного сечения деформация протекает по двум равнонагруженным ортогональным системам плоскостей: (011) и $(0\bar{1}1)$. В силу случайных причин среднее стартовое напряжение начала формирования полос скольжения в этих системах может незначительно различаться. Как показывает опыт, в обычных условиях эта начальная асимметрия не сказывается на характере деформации: скольжение происходит по двум системам, дислокации одной системы играют роль леса с нарастающей средней плотностью для другой; в этой ситуации

площадка текучести обычно отсутствует, а коэффициент деформационного упрочнения k постепенно возрастает.

Однако в случае радиационно-упрочненных кристаллов (когда, очевидно, во всех системах относительное упрочнение одинаково) начальная асимметрия систем скольжения значительно возрастает и проявляется уже на ранней стадии деформирования: в одной системе плотность дислокаций нарастает быстрее, что приводит к блокированию другой, т.е. происходит самопроизвольное выделение преимущественной системы скольжения, способствующее сохранению пластичности кристалла. Это явление было подробно изучено в [5] при сравнительно малых флюенсах нейтронного излучения ($10^{12} - 10^{15}$ н/см²).

Исходя из этого можно, казалось бы, заключить, что при больших флюенсах данное обстоятельство должно способствовать пластификации кристалла. Однако при дальнейшем радиационном упрочнении быстро уменьшается разность между пределом текучести и пределом прочности, что даже при существенном уменьшении коэффициента упрочнения k сильно сокращает пластичность кристалла.

Отсюда следует, что для пластификации облученного кристалла необходимо создать условия, при которых радиационное упрочнение сохраняется на уровне, обеспечивающем, с одной стороны, начальную асимметрию систем скольжения (как необходимое условие выделения преимущественной системы скольжения), а с другой — существенную разность между пределами текучести и прочности.

Для достижения этой цели в случае облучения большими флюенсами (вплоть до 10^{18} н/см²) мы использовали, как было указано выше, пострационационный отжиг при различных температурах и после многочисленных опытов нашли наиболее оптимальный режим, обеспечивающий пластификацию охрупченного кристалла.

Отмеченное выше наглядно иллюстрирует кривая 3 на рис. 1, соответствующая отжигу при 400°C : наряду с длинной площадкой текучести ($\varepsilon \approx 8\%$, а в некоторых случаях и выше) наблюдается пластификация кристалла до уровня, несколько превышающего исходное значение. При этом образцы сохраняют довольно высокий предел текучести (20–30 МПа) и частично свою окраску, о чем свидетельствуют спектры оптического поглощения. Эта диаграмма нагружения является характерной для односистемного скольжения [7]: после зуба текучести при напряжении, равном пределу текучести τ_y , происходит макропластическое течение кристалла (длинная площадка текучести), после чего наступает упрочнение (напряжение на кристалле повышается, причем практически линейно). Дислокационная структура на площадке текучести (рис. 2) также четко показывает односистемное скольжение, а наклонные следы на боковой грани образца указывают на то, что это система плоскостей [011]. Существенное возрастание длины площадки текучести при односистемном скольжении в упрочненных рентгеновским облучением кристаллах LiF впервые описано в [7].

Сводные данные, полученные для всех флюенсов и температур отжига, позволяют выявить наиболее эффективные условия термообработки облученного образца с целью его пластификации: максимумы на кривых $\varepsilon_m(t)$ (аналогичных показанным на рис. 3) располагаются в области температурах от 300 до 400°C , сдвигаясь к более высокой температуре с ростом флюенса.

Приведенные результаты однозначно свидетельствуют о том, что в кристаллах LiF, облученных флюенсами $10^{15} - 10^{18}$ н/см², после отжига при $300 - 400^\circ\text{C}$ деформация происходит по одной выделенной системе плоскостей скольжения. В результате кристалл, упрочненный в несколько раз, имеет пластичность, несколько превышающую исходный уровень.

С повышением температуры $> 500^\circ\text{C}$, когда предел текучести приближается к исходному значению (рис. 3), изменяются как диаграммы деформирования, так и соответствующие им картины травления образца: на кривых отсутствует площадка текучести, возрастает коэффициент деформационного упрочнения (рис. 1, кривая 4), на узкой грани кристалла травление показывает наклонные следы от двух пересекающихся систем скольжения. Все это приводит к наблюдаемому в этой области температур понижению пластичности (рис. 3).

Проследим за температурной эволюцией радиационной дефектной структуры, ответственной за наблюдаемые изменения прочностных и пластических свойств облученных кристаллов.

Реакторное облучение в обеих подрешетках ионного кристалла создает большое количество разделенных френкелевских пар, дальнейшая судьба которых зависит от температуры. В кристаллах LiF, содержащих изотоп ^6Li , на котором идет ядерная реакция (n, α), интенсивность генерации френкелевских пар значительно возрастает, при этом происходит внедрение в решетку газовых продуктов реакции (He).

При реализованных в наших экспериментах температурах облучения ($\geq 100^\circ\text{C}$) межузельные атомы (ионы) обладают достаточно высокой подвижностью, тогда как вакансии можно считать практически неподвижными. При достижении определенной степени пересыщения начинается конденсация межузельных атомов с образованием призматических дислокационных петель (зарождающиеся в процессе облучения петли имеют малые размеры и химическим травлением не выявляются). Таким образом, в облученном нейтронами кристалле LiF имеется высокая плотность вакансионных центров и их малых комплексов, а также межузельных дислокационных петель малых размеров, которые и обуславливают наблюдаемое в эксперименте повышение предела текучести и охрупчивание образца (см. таблицу).

Пострадиационный отжиг вплоть до 450°C интенсивно уменьшает плотности вакансионных центров и их небольших комплексов (о чем свидетельствует понижение оптического поглощения в соответствующих областях спектра). Параллельно с этим идет процесс восстановления механических свойств (рис. 3).

При дальнейшем повышении температуры отжига равновесные концентрации точечных дефектов возрастают, что приводит к понижению пересыщения и соответственно к увеличению критического размера дислокационных петель; ансамбль петель попадает в режим коалесценции, и они укрупняются настолько, что их следы в виде парных ямок травления (рис. 1, *b* в [4]) начиная с 400°C становятся наблюдаемыми в микроскоп. Вблизи 550°C междузельные дислокационные петли растворяются, соответствующие им парные ямки травления не наблюдаются. При более высоких температурах (> 600°C) в кристалле появляются прямоугольные полости, ограниченные плоскостями {100}. Особенно четко и в большом количестве они видны после отжига при 830°C; это макропустоты плоской формы, ширина которых на 1–2 порядка меньше длины. Вопрос о природе этих макродефектов является дискуссионным, но множество фактов свидетельствует в пользу того, что они представляют собой результат коагуляции вакансий. Появление дислокационных петель, а затем макропустот, служащих потенциальными очагами разрушения, очевидно, является причиной спада пластичности (рис. 3) при температурах отжига выше 450°C.

5. Заключение

Полученные в работе экспериментальные результаты показали, что в кристаллах LiF, облученных высокими флюенсами ($10^{15}–10^{18}$ н/см²) нейтронного излучения, пострadiационный отжиг при сравнительно низких температурах (300–400°C) не только полностью восстанавливает, но и несколько повышает исходный уровень пластичности вместе с сохранением значительной доли радиационного упрочнения; пластификация кристалла обуславливается стимулированием односистемного скольжения дислокаций.

Список литературы

- [1] E.L. Andronikashvili, M.V. Galustashvili, R.D. Dokhner. Proc. Int. Conf. „Defects in Insulating Crystals“. Riga (1981). P. 439.
- [2] Э.Л. Андроникашвили, И.М. Паперно, М.В. Галусташвили, Э.М. Бархударов, М.И. Тактакишвили. ФТТ **21**, 9, 2739 (1979).
- [3] V. Kvachadze, M. Galustashvili. Mechanical and optical properties of ionic crystals, exposed to the combined action of various external fields. Review. New Developments in Materials Science. Nova Science Publ., Inc, NY (2012). P. 59–82.
- [4] М.В. Галусташвили, Д.Г. Дриаев, З.К. Саралидзе. ФТТ **29**, 1, 130 (1987).
- [5] М.В. Галусташвили, Д.Г. Дриаев, З.К. Саралидзе. ФТТ **27**, 8, 2320 (1985).
- [6] J.J. Gilman, W.G. Jonston. J. Appl. Phys. **29**, 6, 877 (1958).
- [7] Б.И. Смирнов. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Наука, Л. (1981). С. 29.