

УДК 539.376

Нечволод Н. К., Малеев И. В., Надточий В. А., Уколов А. И., Калимбет А. З.

**ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ ТЕРМИЧЕСКИХ ИЗМЕНЕНИЙ
НА ЛОГАРИФМИЧЕСКУЮ ПОЛЗУЧЕСТЬ МОНОКРИСТАЛЛОВ
ФТОРИСТОГО ЛИТИЯ (LiF) В ОБЛАСТИ ДЕЙСТВИЯ ФИЗИЧЕСКОГО
МЕХАНИЗМА ИСТОЩЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ**

Известно [1–7], что различные термические изменения значительно влияют на дефектную структуру кристаллических материалов, и соответственно на их физические свойства, в том числе ползучесть.

В частности, Нечволодом Н. К. с сотрудниками в результате проведенных ранее исследований [1–3] было установлено, что термоциклическая обработка (ТЦО) при температурных интервалах цикла равных 50, 100, 150 °С значительно влияет на дислокационную структуру материалов и изменяет их прочностные свойства, в том числе характеристики ползучести [3].

Однако, сведения о влиянии стационарного отжига с последующей ТЦО на логарифмическую низкотемпературную ползучесть (при $T < 0,5T_{\text{плавления}}$) в определенной степени ограничены. Особый интерес представляет выяснение зависимости деформации на переходной стадии ползучести ϵ от плотности дислокаций ρ , привнесенных в кристалл количественно различными комбинациями стационарного отжига и последующей ТЦО.

Существенно было также определить активационные параметры (активационный объем и энергию активации) низкотемпературной ступенчатой ползучести в режиме истощения дислокаций и их зависимости от длительности предварительного отжига и минимального числа циклов ТЦО с постоянным температурным интервалом термоцикла, при которых генерируются новые единичные дислокации.

Исследования проводились на монокристаллах фтористого лития (LiF). Образцы размером $4 \times 5 \times 7$ мм выкалывались по плоскостям спайности. Отжиг происходил при температуре 600 °С в течении различного времени $t_{\text{отж}} = 0,5$ ч; 24 ч. Скорость нагрева и охлаждения до и после отжига не превышала 30 град/час. В качестве дислокационного травителя использовался слабый водный раствор FeCl [8]. Наблюдения дислокационных структур осуществлялись по фигурам травления при помощи металлографического микроскопа МИМ-7, сопряженного с цифровой фотокамерой CANON-EOS 550D с последующим компьютерным анализом фотоснимков. Исходная плотность дислокаций $\sim 4 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$. Погрешность измерений плотности дислокаций не превышала 3 %.

Последующее термическое циклирование не отожженных и отожженных образцов проводилось при температурном интервале цикла $\Delta T = 50$ °С. При температуре $T = 50$ °С образцы выдерживались в муфельной печи в течение 5 минут с последующим погружением в тающий лед. Время выдержки при 0 °С составляло 5 сек. Промежуток времени между окончанием нагрева и началом охлаждения составляло не более 3-х секунд. Температура контролировалась при помощи двух термопар.

После серий термоциклов образцы испытывались на ступенчатую ползучесть путём одноосного сжатия при 300 К на установке, описанной в [9]. Установка позволяет фиксировать деформацию ползучести до 0,25 мкм. Все образцы испытывались на ползучесть при одинаковых ступенях нагружения $\Delta\sigma = 29 \text{ г/мм}^2$. Время выдержки на каждой ступени составляло 30 мин, что соответствовало выходу ползучести на установившуюся стадию со скоростью, равной нулю.

На рис. 1 показаны кривые ступенчатой ползучести образцов LiF, предварительно отожженных и термоциклированных при $\Delta T = 50$ °С с соответственно различными длительностью отжига и количеством термоциклов.

Кривые для данных образцов имеют определённые особенности:

а) для всех образцов скачок деформации и ползучесть на переходной стадии с ростом ступеней уменьшаются;

б) величина скачка и деформации на переходной стадии для образцов, отжиг и термоциклирование которых проводилось соответственно с небольшой длительностью и количеством циклов, меньше, чем образца, подвергавшегося более длительному отжигу и большему количеству термоциклов;

в) скорость ползучести на установившейся стадии для всех образцов равна нулю.

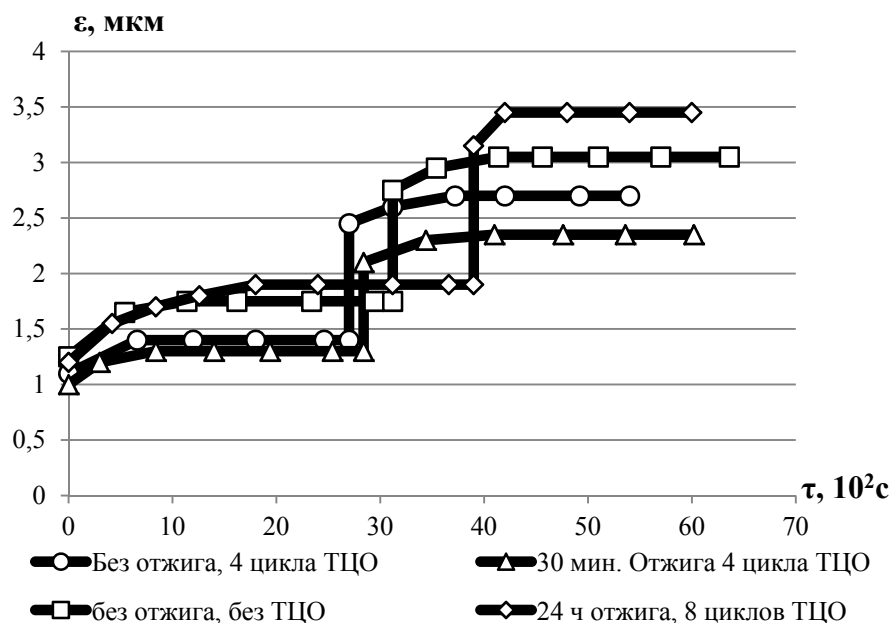


Рис. 1. Кривые ползучести образцов LiF при 300 К после предварительного отжига и ТЦО

Наблюдения за изменением дислокационной структуры по ямкам фигур травления позволяют сделать вывод, что ползучесть в выбранном режиме определялась физическим механизмом истощения дислокаций: плотность дислокаций при ползучести в выбранном режиме уменьшалась, генерация новых дислокаций не выявлена. Действие данного механизма наиболее ярко проявляется на образце, деформация которого в ходе ползучести была большей по сравнению с остальными (образец после предварительного отжига в течение 24 часов и 8 циклов ТЦО) (рис. 2).

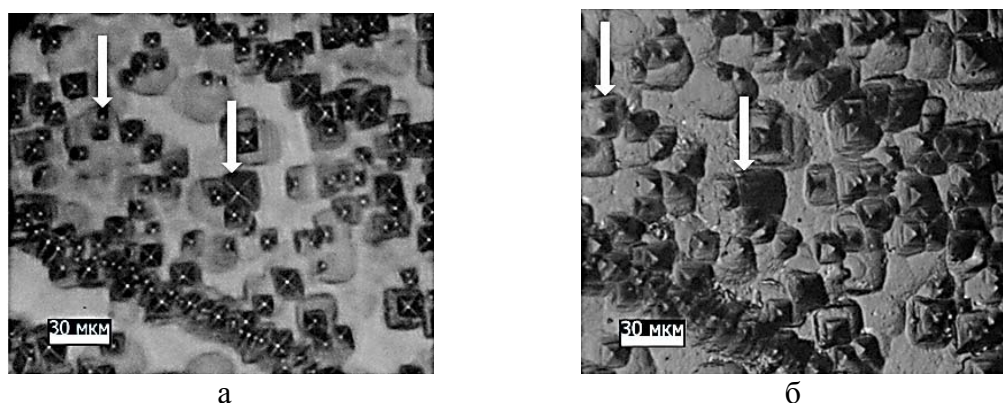


Рис. 2. Дислокационная структура, полученная на образце LiF химическим травлением: а – до испытаний на ползучесть; б – та же поверхность после испытаний на ползучесть при 300 К, стрелками указаны дислокации, ушедшие в результате испытаний

В не отожжённом образце, прошедшем 4 цикла ТЦО, плотность дислокаций после ступенчатой ползучести снизилась на 5,2 % по сравнению с исходной. Для образцов, подвергавшихся отжигу в течение 0,5 и 24 часов и соответственно 4 и 8 термоциклам, уменьшение плотности дислокаций относительно исходного состояния составило соответственно 2,5 и 12 %.

На основе экспериментальных кривых ползучести образцов LiF (рис. 1) был получен график зависимости деформации на переходной стадии ползучести ε от плотности дислокаций ρ .

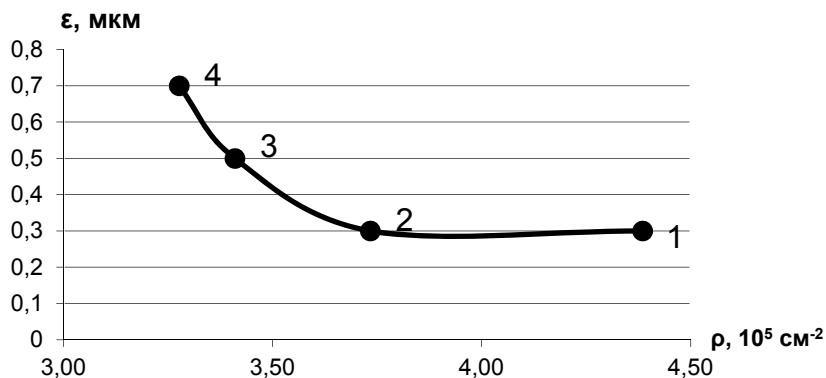


Рис. 3. Зависимость деформации на переходной стадии ползучести на первой ступени нагружения от плотности дислокаций кристаллов, предварительно подвергавшихся различным термическим изменениям, после испытаний на ползучесть:

1 – без отжига после 4-х циклов ТЦО; 2 – после 30 минут отжига и 4-х циклов ТЦО; 3 – без отжига и без ТЦО; 4 – после 24 часов отжига и 8 циклов ТЦО

Проведенный нами анализ результатов исследований на ступенчатую ползучесть образцов LiF при 300 К показал, что деформация ползучести на переходных стадиях всех образцов (см. рис. 1) подчиняется логарифмическому закону:

$$\varepsilon = \alpha \ln(t), \tag{1}$$

где α – некоторый постоянный коэффициент, равный тангенсу угла наклона прямой в координатах $\varepsilon - \ln(t)$ (рис. 4).

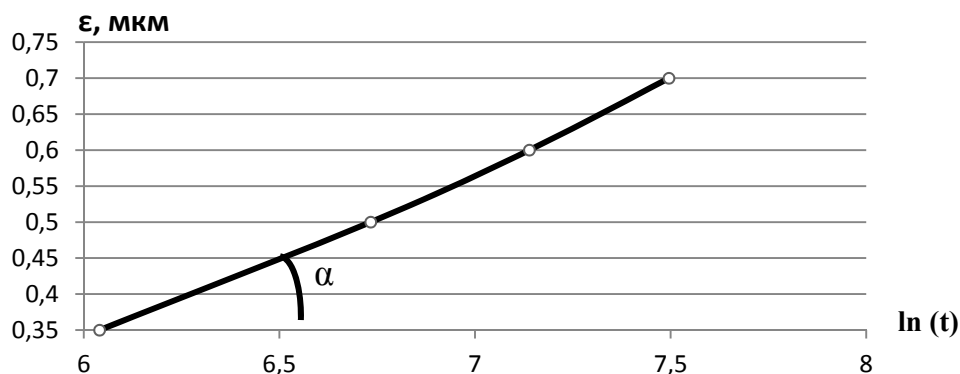


Рис. 4. Зависимость деформации ползучести на переходной стадии образца LiF после предварительного отжига в течение 24 часов и 8 циклов последующего ТЦО от логарифма времени

По полученным нами экспериментальным данным (рис. 1–4) были определены активационные параметры логарифмической ползучести (активационный объем V и энергию активации H). Для этого использовались известные [10] соотношения между ε , V , H и α :

$$\alpha = \frac{kT}{Vh}, \tag{2}$$

где h – коэффициент упрочнения, $h = \lim_{\Delta\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$;

$$V = \frac{kT}{\alpha h},$$

где k – постоянная Больцмана;

$$H = Vh\varepsilon, \tag{3}$$

где ε – деформация логарифмической ползучести на переходной стадии.

В нашем случае для исходного образца (без предварительных отжига и ТЦО) $V = 1,1 \cdot 10^{-19} \text{ см}^3$, $H = 0,199 \text{ эВ}$. Для образцов, прошедших предварительный отжиг и ТЦО активационные параметры логарифмической ползучести V и H увеличиваются по сравнению с исходным образцом. Очевидно, с изменением плотности дислокаций ρ соответственно изменяются и параметры d и l (диаметр области, где происходит термическая активация, и среднее расстояние между дислокациями), что и приводит к наблюдаемым изменениям V и H .

По-видимому, величину исходной плотности дислокаций в наших условиях можно связать с точкой A на правой ветви известной [11] кривой Бочвара-Одинга, отражающей зависимость прочности кристаллов от плотности дислокаций в них (рис. 5).

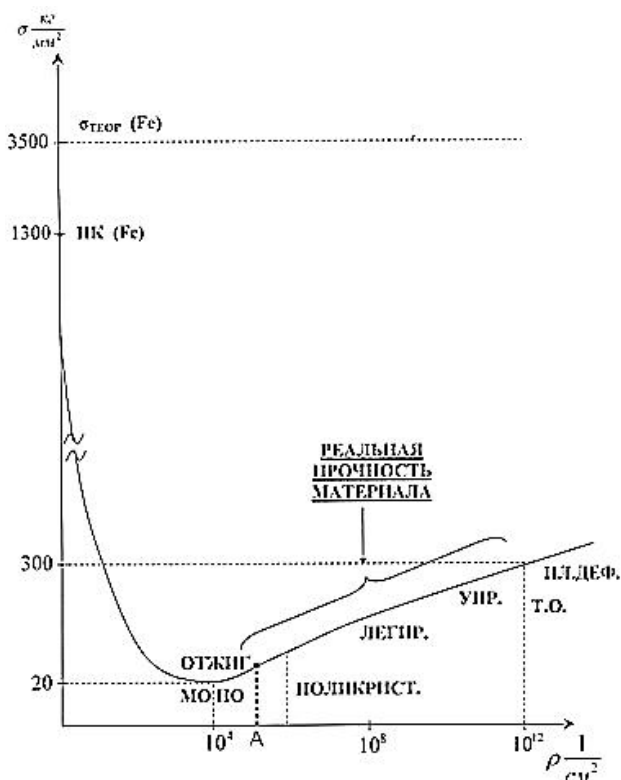


Рис. 5. Кривая Бочвара-Одинга (кривая зависимости прочности кристаллов от плотности дислокаций в них)

Как видно из приведенной кривой, предварительный отжиг и термоциклирование могут сдвигать эту точку как влево, так и вправо по кривой Бочвара-Одинга, что и наблюдается в наших исследованиях (см. рис. 1–3).

Из полученных экспериментально значений активационных параметров, по-видимому, можно также сделать вывод, что в случае кристаллов LiF, основным механизмом, контролирующим скорость движения дислокаций в ходе ползучести при $T = 300$ К, является механизм Пайерлса-Набарро (перегибная модель движения дислокационного сегмента) [12].

Как следует из рис. 1 и 3 все кривые ступенчатой ползучести предварительно отожженных и не отожженных образцов LiF, как и прошедших термоциклическую обработку, носят логарифмический характер. Причем с увеличением числа ступеней нагружения ($\Delta\sigma$) величина деформации на переходной стадии ползучести (как и величина скачка деформации) уменьшается. Соответственно с увеличением числа ступеней нагружения ($\Delta\sigma$) возрастает коэффициент упрочнения $h = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$, а скорость ползучести на переходной стадии с течением времени уменьшается, как и плотность дислокаций в кристаллах.

Динамика указанного процесса подтверждается и анализом известного [10] уравнения для скорости логарифмической ползучести:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = A e^{-\frac{H}{kT}}, \quad (4)$$

где A – некоторая постоянная, а H – энергия активации ползучести.

В наших экспериментах генерирование новых дислокаций в процессе ползучести не обнаружено, наблюдалось некоторое перераспределение и уменьшение плотности исходных дислокаций. Следовательно, логарифмическая ступенчатая ползучесть происходила в области действия физического механизма истощения дислокаций [10].

Уменьшение скорости ползучести на переходной стадии каждой ступени и увеличение коэффициента упрочнения h связано (как следует из уравнения (4)) с возрастанием энергии активации H в процессе ползучести на переходной стадии. Причем, из-за наличия известного [10] спектра распределения дислокаций по напряжениям активации, в первую очередь движутся дислокации, имеющие наиболее низкое напряжение активации старта. По этой причине напряжение активации старта дислокаций в процессе ползучести с течением времени увеличивается, скорость ползучести уменьшается, материал упрочняется.

Но в отличие от обычного наклепа (упрочнения за счет увеличения плотности дефектов в кристаллических материалах) при ступенчатой логарифмической ползучести в области действия физического механизма истощения дислокаций одновременно должны повышаться не только прочностные, но и другие физические свойства материалов (электрические, оптические и др.) вследствие значительной зависимости последних от степени дефектности структуры. Это подтверждается и в ряде ранее проведенных нами исследований [10], в том числе на металлах, полупроводниках, щелочно-галогидных кристаллах. В частности, применяя ступенчатую логарифмическую ползучесть в области действия физического механизма истощения дислокаций можно значительно улучшить наряду с прочностными и оптические свойства монокристаллов LiF, которые широко применяются в оптике инфракрасного диапазона [13].

В частности, при выводе на орбиту космических телескопов с оптикой инфракрасного диапазона на LiF возникают термические перепады, которые приводят к повышению плотности дислокаций в LiF, и соответственно к снижению оптических параметров [4]. Применение указанной выше методики ступенчатой логарифмической ползучести в режиме истощения дислокаций, позволяют и в этом случае получить положительный эффект.

ВЫВОДЫ

В исследованиях, проведенных на монокристаллах LiF, установлено, что предварительный отжиг различной длительности и последующее термоциклирование (до появления новых единичных дислокаций и постоянным температурным интервалам термоцикла) оказывают существенное влияние на ступенчатую логарифмическую ползучесть при 300 К

в области действия физического механизма истощения дислокаций в зависимости от плотности дислокаций. В процессе такой ползучести материал упрочняется за счет уменьшения плотности дислокаций.

По экспериментальным данным рассчитаны активационные параметры логарифмической ползучести: активационный объем и энергия активации. Их величина позволяет сделать вывод о том, что основным механизмом, контролирующим скорость движения дислокаций в LiF в процессе ползучести при 300 К, является механизм Пайерлса-Набарро (перегибная модель движения дислокационного сегмента).

Практическая важность проведенных исследований заключается в том, что в условиях длительного нагружения работают детали современных машин, механизмов и устройств (лопатки авиационных газотурбинных двигателей, валки станков горячей прокатки, штампы и др.). Полученные результаты необходимо также учитывать при разработке технологий получения кристаллических материалов с повышенным комплексом физических свойств, которые используются в современной технике, в частности в полупроводниковых приборах, оптических устройствах инфракрасного диапазона и других.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Влияние термических изменений на дислокационную структуру монокристаллов LiF / Нечволод Н. К., Мыкыта Р. В., Москаль Д. С., Уколов А. И., Калимбет А. З. // Вісник Донбаської державної машинобудівної академії : тематичний збірник наукових праць. – Краматорськ : ДДМА, 2011. – Краматорськ, 2011. – № 1 (22). – С. 215–220.
2. Нечволод Н. К. Дислокационная структура монокристаллов LiF в условиях резких термических изменений / Н. К. Нечволод, В. А. Надточий // Украинский физический журнал. – 1969. – № 6, Т. 5. – С. 1046–1049.
3. Влияние термоциклирования на ступенчатую ползучесть монокристаллов LiF при 300 К в области действия механизма истощения дислокаций / Н. К. Нечволод, А. Я. Белошапка, В. Я. Белошапка, В. С. Романуша, Б. Е. Шкуратов // Украинский физический журнал. – 1976. – № 12, Т. 21. – С. 2052–2054.
4. Влияние ступенчатой ползучести в режиме истощения дислокаций на инфракрасные спектры пропускания монокристаллов LiF при 300К / Нечволод Н. К., Глыва В. А., Зарва В. П., Золотухин В. А., Романенко Г. Н. // Физика и химия обработки материалов АН СССР. – 1983. – № 1. – С. 70–73.
5. Тихонов Л. В. Влияние термоциклической обработки и стационарного отжига на дислокационную структуру германиевого монокристалла / Л. В. Тихонов, Г. В. Харьковская // Украинский физический журнал. – 1970. – № 10, Т. 15. – С. 1686–1691.
6. Эйгельман Л. Г. Кинетика уменьшения плотности дислокаций в монокристаллах NaCl при изотермическом отжиге / Л. Г. Эйгельман, А. В. Гектин // Украинский физический журнал. – 1978. – № 23(9). – С. 1560–1562.
7. Попов П. А. Влияние высокотемпературного отжига на теплопроводность γ -облученных кристаллов LiF и CaF₂ / П. А. Попов, А. И. Коваленко // Вестник Брянского госуниверситета. – 2008. – № 4. – С. 50–55.
8. Джонстон В. Скорость передвижения, плотность дислокаций и пластическая деформация кристаллов фтористого лития / В. Джонстон, Дж. Гилман // Успехи физических наук. – 1960. – № 3, Т. LXX. – С. 479–512.
9. Установка для исследования ползучести и кратковременной прочности материалов при температурах 5-300К / И. А. Гиндин, С. Ф. Кравченко, Я. Д. Стародубов, Н. С. Губин // Заводская лаборатория. – 1970. – Т. 36, № 1.
10. Нечволод Н. К. Ползучесть кристаллических тел при низких температурах / Н. К. Нечволод. – К. : Вища школа, 1980. – 180 с.
11. Теория ползучести и длительной прочности металлов / Одинг И. А., Иванова В. С., Бурдукский В. В., Геминев В. И. – М. : Гос. науч. техн. узд-во по черной и цветной металлургии, 1959. – 487 с.
12. Ярошевич В. Д. // ФММ. – 1971. – № 31. – С. 856. – 1971–1971. – № 32. – С. 842.
13. Lithium Fluoride Material Properties as Applied on the NIRCам Instrument / E. Kvamme, J. Earthman, D. Leviton, V. Frey // Proc. SPIE 5904. – 2005. – P. 212–221.
14. Панин В. Е. Эффект поверхностного слоя в деформируемом твердом теле / В. Е. Панин, А. В. Панин // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т. 8. – № 5. – С. 7–15.
15. Скачки деформации микронного уровня на разных стадиях ползучести кристаллических тел / Н. Н. Песчанская, В. В. Шпейзман, А. Б. Синани, Б. И. Смирнов // Физика твердого тела. – 2004. – Том 46, вып. 11. – С. 1991–1995.