

Нечволод М.К., Малєєв І.В., Надточій В.О., Уколов О.І.,
Калімбет А.З.

¹ доктор фіз.-мат. наук, професор кафедри фізики, СДПУ

² студент 5 курсу фізико-математичного факультету СДПУ

³ доктор фіз.-мат. наук, професор, завідувач кафедри фізики, СДПУ

⁴ аспірант кафедри фізики, СДПУ

⁵ старший викладач кафедри фізики, СДПУ

e-mail: student_299@ukr.net

ВПЛИВ РІЗНИХ ТЕРМІЧНИХ ЗМІН НА ЛОГАРИФМІЧНУ ПОВЗУЧІСТЬ МОНОКРИСТАЛІВ LiF В ОБЛАСТІ ДІЇ ФІЗИЧНОГО МЕХАНІЗМУ ВИСНАЖЕННЯ ДИСЛОКАЦІЙ

Досліджений вплив попереднього відпалу і термоциклічної обробки на ступінчасту логарифмічну повзучість в області дії фізичного механізму виснаження дислокацій. Встановлено, що цей вплив залежить від щільності дислокацій в кристалі, а зміцнюючий ефект такої повзучості пов'язаний зі зменшенням щільності дислокацій в процесі повзучості. Проведений теоретичний аналіз отриманих експериментальних результатів і вказані можливі перспективи їх використання в техніці.

Ключові слова: *LiF, дислокація, відпал, термоциклічна обробка, логарифмічна повзучість.*

Вступ

Відомо [1-7], що різні термічні зміни істотно впливають на дефектну структуру кристалічних матеріалів, і відповідно на їх фізичні властивості, у тому числі повзучість. Зокрема, Нечволодом Н.К. із співробітниками в результаті проведених раніше досліджень [1-3] було встановлено, що термоциклічна обробка (ТЦО) при температурних інтервалах циклу рівних 50, 100, 150⁰C значно впливає на дислокаційну структуру матеріалів і змінює їх механічні властивості, у тому числі характеристики повзучості [3]. Проте, відомості про вплив стаціонарного відпалу з подальшою ТЦО на логарифмічну низькотемпературну повзучість (при $T < 0,5T_{\text{плавлення}}$) певною мірою обмежені. Особливий інтерес представляє з'ясування залежності деформації на перехідній стадії повзучості ϵ від щільності дислокацій ρ , привнесених до кристала кількісно різними комбінаціями стаціонарного відпалу і подальшої ТЦО. Істотно було також визначити активаційні параметри (активаційний об'єм

та енергію активації) низькотемпературної ступінчастої повзучості в режимі виснаження дислокацій і їх залежності від тривалості попереднього відпалу та мінімального числа циклів ТЦО з постійним температурним інтервалом термоцикла, при яких генеруються нові одиничні дислокації.

Основна частина

Дослідження проводилися на монокристалах фтористого літію (LiF). Зразки розміром $4 \times 5 \times 7$ мм виколовалися по площинах спайності. Відпал відбувався при температурі 600°C протягом різного часу $t_{\text{відп}} = 0,5$ год; 24 год. Швидкість нагріву і охолодження до і після відпалу не перевищувала 30 град/годину. Як дислокаційний травник використовувався слабкий водний розчин FeCl [8]. Спостереження дислокаційних структур здійснювалися по фігурах травлення за допомогою металографічного мікроскопа МІМ-7, з'єднаного з цифровою фотокамерою CANON - EOS 550D з подальшим комп'ютерним аналізом фотознімків. Початкова щільність дислокацій $4,5 \cdot 10^5 \text{см}^{-2}$. Погрішність вимірів щільності дислокацій не перевищувала 3%. Подальше термоциклування зразків, що не відпалювалися і відпалювалися, проводилося при температурному інтервалі циклу $\Delta T = 50^{\circ}\text{C}$. При вказаній температурі зразки витримувалися в муфельній печі 5 хвилин з подальшим зануренням в танучий лід. Час витримки при 0°C складало 5 секунд. Проміжок часу між закінченням нагріву і початком охолодження складало не більше 3-х секунд. Температура контролювалася за допомогою двох термопар.

Після серій термоциклів зразки випробовувалися на ступінчасту повзучість шляхом одновісного стиснення при 300K на установці, описаній в [9]. Установка дозволяє фіксувати деформацію повзучості до $0,25$ мкм. Усі зразки випробовувалися на повзучість при однакових ступенях вантаження $\Delta\sigma = \text{г/мм}^2$. Час витримки на кожному ступені складав 30 хвилин, що відповідало виходу повзучості на стаціонарну стадію, зі швидкістю, рівною нулю.

На рис. 1 показані криві ступінчастої повзучості зразків LiF, відпалених і термоциклованих при $\Delta T = 50^{\circ}\text{C}$ з відповідно різними тривалістю відпалу і кількістю термоциклів. Криві для цих зразків мають певні особливості: а) для усіх зразків стрибок деформації і повзучість на перехідній стадії із зростанням ступеней зменшуються; б) величина стрибка і деформації на перехідній стадії для зразків, відпал і термоциклування яких проводилося відповідно з невеликою тривалістю і кількістю циклів, менше, ніж зразка, що піддавався тривалішому відпалу і більшій кількості термоциклів; в) швидкість повзучості на стаціонарній стадії для усіх зразків дорівнює нулю.

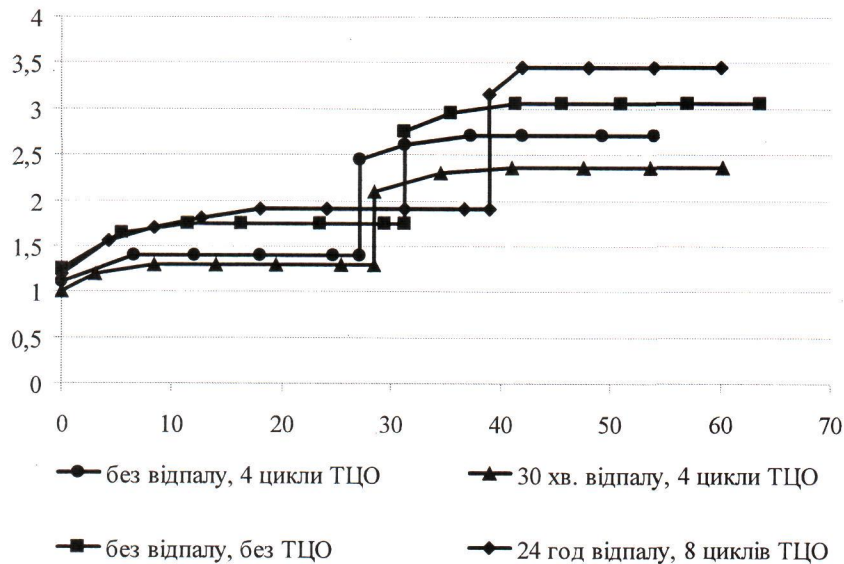


Рис. 1: Криві повзучості зразків LiF при 300K після попереднього відпалу і ТЦО.

Спостереження за зміною дислокаційної структури по ямках фігур травлення дозволяють зробити висновок, що повзучість у вибраному режимі визначалася фізичним механізмом виснаження дислокацій: щільність дислокацій при повзучості у вибраному режимі зменшувалася, генерація нових дислокацій не виявлена. Дія цього механізму найяскравіше проявляється на зразку, деформація якого в ході повзучості була більшою в порівнянні з іншими (зразок після попереднього відпалу впродовж 24 годин і 8 циклів ТЦО) (рис. 2).

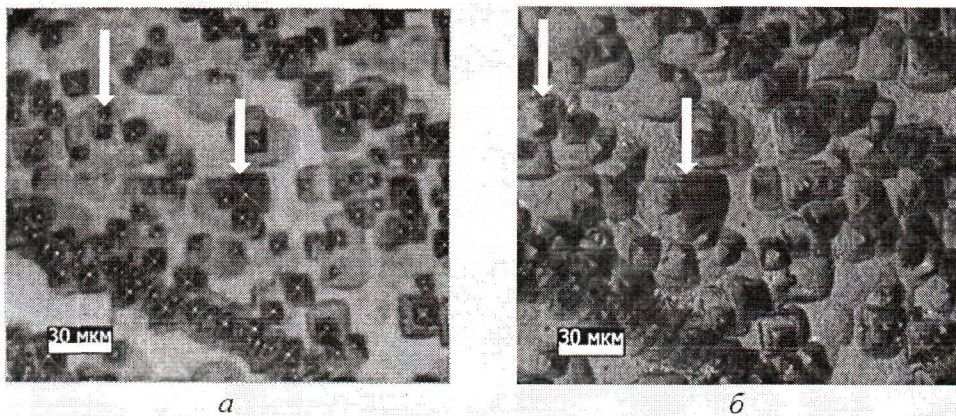


Рис. 2: Дислокаційна структура, отримана на зразку LiF хімічним травленням: а – до випробувань на повзучість; б – та ж поверхня після випробувань на повзучість при 300K, стрілками вказані дислокації, що вийшли в результаті випробувань.

У зразку, що не відпалювався і пройшов 4 цикли ТЦО щільність дислокацій після ступінчастої повзучості знизилася на 5,2 в порівнянні з початковою. Для зразків, що піддавалися відпалу впродовж 0,5 і 24 годин і відповідно 4 і

8 термоциклам, зменшення щільності дислокацій відносно початкового стану складо відповідно 2,5 і 12. На основі експериментальних кривих повзучості зразків LiF (рис. 1) був отриманий графік залежності деформації на перехідній стадії повзучості ε від щільності дислокацій ρ (рис. 3).

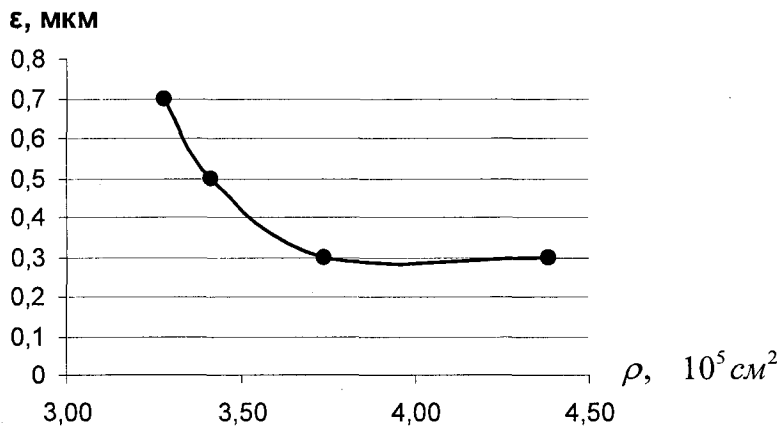


Рис. 3: Залежність деформації на перехідній стадії повзучості на першій ступені навантаження від щільності дислокацій кристалів, що піддавалися різним термічним змінам, після випробувань на повзучість: 1 - без відпалу після 4 циклів ТЦО; 2 - після 30 хвилин відпалу і 4 циклів ТЦО; 3 - без відпалу і без ТЦО; 4 - після 24 годин відпалу і 8 циклів ТЦО;

Проведений нами аналіз результатів досліджень на ступінчасту повзучість зразків LiF при 300K показав, що деформація повзучості на перехідних стадіях усіх зразків (див. рис. 1) підкорюється логарифмічному закону:

$$\varepsilon = \alpha \ln(t) \quad (1)$$

де α – деякий постійний коефіцієнт, рівний тангенсу кута нахилу прямої в координатах $\varepsilon - \ln(t)$ (рис. 4).

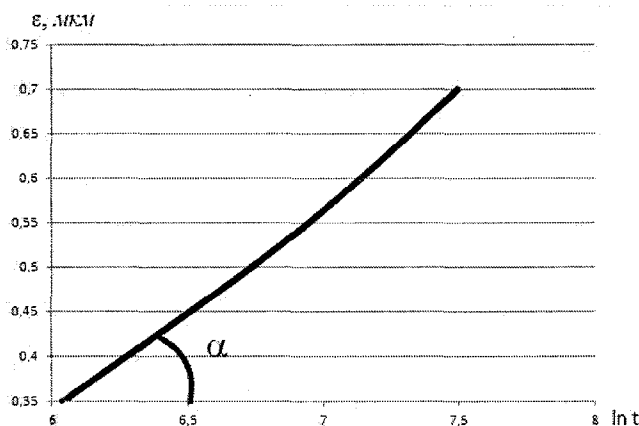


Рис. 4: Залежність деформації повзучості на перехідній стадії зразка LiF після попереднього відпалу впродовж 24 годин і 8 циклів подальшого ТЦО від логарифма часу.

За отриманими нами експериментальними даними (рис. 1-4) були визначені активаційні параметри логарифмічної повзучості (активаційний об'єм V і енергію активації H). Для цього використовувалися відомі [10] співвідношення між ε , V , H і α :

$$\alpha = \frac{kT}{Vh}; \quad (2)$$

де h – коефіцієнт зміцнення,

$$h = \lim_{\Delta\varepsilon \rightarrow 0} \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} = \frac{d\sigma}{d\varepsilon},$$

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

де k – стала Больцмана,

$$H = Vh\varepsilon. \quad (3)$$

У нашому випадку для початкового зразка (без попередніх відпалу і ТЦО) $V = 1,1 \cdot 10^{-19} \text{ см}^3$, $H = 0,199$ эВ. Для зразків, що пройшли попередній відпал і ТЦО активаційні параметри логарифмічної повзучості V і H збільшуються в порівнянні з початковим зразком. Очевидно, зі зміною щільності дислокацій ρ відповідно змінюються і параметри d і l (діаметр області, де відбувається термічна активація, і середня відстань між дислокаціями), що і призводить до спостережуваних змін V і H . Мабуть, величину початкової густини дислокацій в наших умовах можна зв'язати з точкою А на правій гілці відомої [11] кривої Бочвара-Одінга, що відображає залежність міцності кристалів від щільності дислокацій в них (рис. 5).

Як видно з приведеної кривої, попередній відпал і термоциклування можуть рухати цю точку як вліво, так і вправо на кривій Бочвара-Одінга, що і спостерігається в наших дослідженнях (див. рис 1-3). З отриманих експериментально значень активаційних параметрів, очевидно, можна зробити висновок, що у разі кристалів LiF, основним механізмом, контролюючим швидкість руху дислокацій в ході повзучості при $T = 300\text{K}$, є механізм Пайерлса-Набарро (перегинна модель руху дислокаційного сегменту) [12].

Як видно з рис. 1 і 3, усі криві ступінчастої повзучості зразків LiF носять логарифмічний характер. Причому зі збільшенням числа ступеней навантаження $\Delta\sigma$ величина деформації на перехідній стадії повзучості (як і величина стрибка деформації) зменшується. Відповідно зі збільшенням числа ступеней навантаження $\Delta\sigma$ зростає коефіцієнт зміцнення $h = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$, а швидкість повзучості на перехідній стадії з часом зменшується, як і щільність дислокацій в кристалах. Динаміка вказаного процесу підтверджується

і аналізом відомого [10] рівняння для швидкості логарифмічної повзучості:

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = Ae^{\frac{-H}{kT}} \quad (4)$$

де: A – деяка стала, а H – енергія активації повзучості.

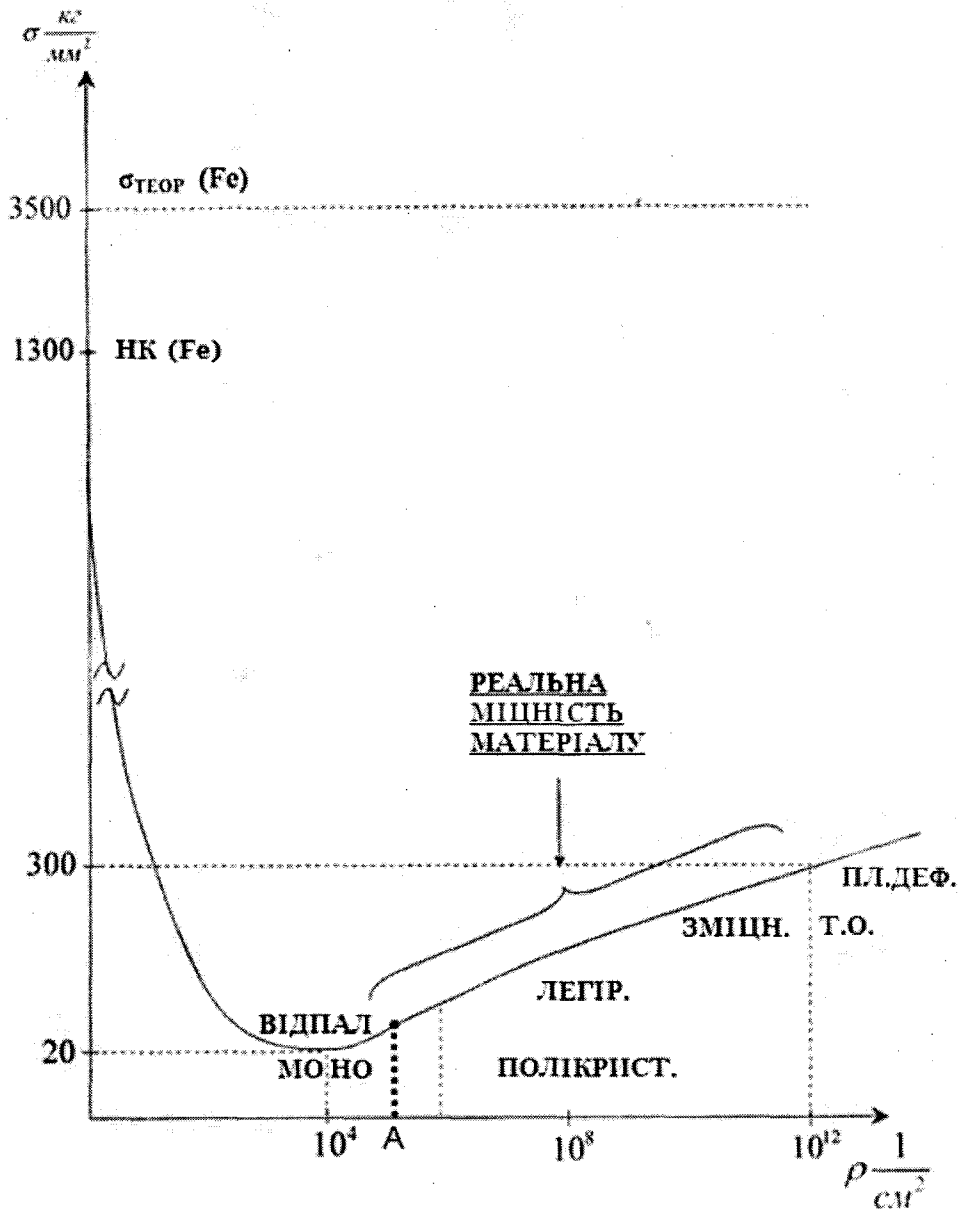


Рис. 5: Крива Бочвара-Одінга (крива залежності міцності кристалів від густини дислокацій в них)

У наших експериментах генерування нових дислокацій в процесі повзучості не виявлене, спостерігався деякий перерозподіл і зменшення щільності початкових дислокацій. Отже, логарифмічна ступінчаста повзучість відбувалася в зоні дії фізичного механізму виснаження дислокацій [10]. Зменшення

швидкості повзучості на перехідній стадії кожного ступеня і збільшення коефіцієнта зміцнення h пов'язане (як випливає з рівняння (4)) зі зростанням енергії активації H в процесі повзучості на перехідній стадії. Причому, через наявність відомого [10] спектру розподілу дислокацій за напругами активації, в першу чергу рухаються дислокації, що мають найбільш низьку напругу активації старту. З цієї причини напруга активації старту дислокацій в процесі повзучості з часом збільшується, швидкість повзучості зменшується, матеріал зміцнюється. Але на відміну від звичайного наклепу (зміцнення за рахунок збільшення щільності дефектів в кристалічних матеріалах) при ступінчастій логарифмічній повзучості в зоні дії фізичного механізму виснаження дислокацій одночасно повинні підвищуватися не лише механічні, але і інші фізичні властивості матеріалів (електричні, оптичні і ін.) внаслідок значної залежності останніх від міри дефектності структури. Це підтверджується і у ряді раніше проведених нами досліджень [10], у тому числі на металах, напівпровідниках, лужно-галоїдних кристалах. Зокрема, застосовуючи ступінчасту логарифмічну повзучість в зоні дії фізичного механізму виснаження дислокацій можна значно поліпшити разом з механічними і оптичними властивості монокристалів LiF, які широко застосовуються в оптиці інфрачервоного діапазону [13]. Зокрема, при виведенні на орбіту космічних телескопів з оптикою інфрачервоного діапазону на LiF виникають термічні перепади, які призводять до підвищення щільності дислокацій в LiF, і відповідно до зниження оптичних параметрів [4].

Застосування вказаної вище методики ступінчастої логарифмічної повзучості в режимі виснаження дислокацій, дозволяють і в цьому випадку отримати позитивний ефект.

Висновки

1. У дослідженнях, проведених на монокристалах LiF, встановлено, що попередній відпал різної тривалості і подальше термоциклування (до появи нових одиничних дислокацій і постійним температурним інтервалам термоцикла) істотно впливають на ступінчасту логарифмічну повзучість при 300K в зоні дії фізичного механізму виснаження дислокацій залежно від щільності дислокацій. В процесі такої повзучості матеріал зміцнюється за рахунок зменшення щільності дислокацій.

2. За експериментальними даними розраховані активаційні параметри логарифмічної повзучості: активаційний об'єм і енергія активації. Їх величина дозволяє зробити висновок про те, що основним механізмом, контролюючим швидкість руху дислокацій в LiF в процесі повзучості при 300K є механізм

Пайерлса-Набарро (перегинна модель руху дислокаційного сегменту).

3. Практична важливість проведених досліджень полягає в тому, що в умовах тривалого навантаження працюють деталі сучасних машин, механізмів і пристроїв (лопатки авіаційних газотурбінних двигунів, вали верстатів гарячої прокатки, штампи та ін.). Отримані результати необхідно також враховувати при розробці технологій отримання кристалічних матеріалів з підвищеним комплексом фізичних властивостей, які використовуються в сучасній техніці, зокрема в напівпровідникових приладах, оптичних пристроях інфрачервоного діапазону і інших.

Література

- [1] *Нечволод Н.К.* Влияние термических изменений на дислокационную структуру монокристаллов LiF / Н.К. Нечволод, Р.В. Мыкыта, Д.С. Москаль, А.И. Уколов, А.З. Калимбет // Вісник Донбаської державної машинобудівної академії : тематичний збірник наукових праць. – 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 // Укр. физ. журнал. – 1969. – Т. 5, № 6. – С. 1046 – 1049.
- [3] *Нечволод Н.К.* 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 // Укр. физ. журнал. – 1976. – Т. 21, № 12. – С. 2052 – 2054.
- [4] *Нечволод Н.К.* Влияние ступенчатой ползучести в режиме истощения дислокаций на инфракрасные спектры пропускания монокристаллов LiF при 300К / Н.К. Нечволод, В.А. Глыва, В.П. Зарва, В.А. Золотухин, Г.Н. Романенко // 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. Харькова // Украинский физический журнал. – 1970. – Т. 15, № 10. – 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 CaF_2 / 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 физ. наук. – 1960. – Т. LXX, № 3. – С. 479 – 512.
- [9] *Гиндин И.А.* 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] *Одинг И.А.* Теория ползучести и длительной прочности металлов / И.А. Одинг, В.С. Иванова, В.В. Бурдукский, В.И. Геминев. – М.: Гос. науч. техн. изд. по черной и цветной металлургии, 1959. – 487 с.
- [12] *Ярошевич В.Д.* О механизме термоактивируемой пластической деформации металла при низких температурах / В.Д. Ярошевич // Физика металлов и металловедение. – 1971. – Т. 31, № 4. – С. 856 – 865.
- [13] *Kvamme E.* Lithium Fluoride Material Properties as Applied on the NIRCам Instrument / E. Kvamme, J. Earthman, D. Leviton, B. Frey. – 2005. – Proc. SPIE 5904. – 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] *Песчанская Н.Н.* Скачки деформации микронного уровня на разных стадиях ползучести кристаллических тел / Н.Н. Песчанская, В.В. Шпейсман, А.Б. Синани, Б.И. Смирнов // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46, № 11. – С. 1991 – 1995.