

ИССЛЕДОВАНИЕ ЯВЛЕНИЯ ПОЛИГОНИЗАЦИИ
В МОНОКРИСТАЛЛАХ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ

З. Ф. ЗАЗЯН, О. И. МАРТЫЩЕНКО, А. А. ХАНОНКИН

С целью исследования явления полигонизации получены количественные данные об образовании наклонных субграниц в изогнутых и отожженных после деформации изгиба монокристаллах хлористого натрия.

Впервые явление полигонизации в монокристаллах каменной соли было обнаружено Конобеевским и Мирером [1] в 1932 г. при отжиге этих кристаллов после деформации путем изгиба. Поскольку в [1] был использован метод лауэграмм, который дает усредненную картину процесса полигонизации и по своей чувствительности может только констатировать факт образования полигональных субграниц, представляет интерес более детально изучить этот процесс с помощью метода избирательного травления на дислокационные ямки.

В работах [2, 3] имеются экспериментальные данные по полигонизации щелочно-галоидных кристаллов. Однако ввиду особого интереса, который в последнее время проявляется к процессу полигонизации как одному из способов упрочнения, представляется целесообразным дальнейшее развитие полученных в [2, 3] результатов.

В настоящей работе использовались кристаллы, выращенные по методу Киропулоса из расплава. Все кристаллы предварительно подвергались отжигу в течение 20 часов при температуре, близкой к температуре плавления. Скорость нагревания и охлаждения, равная 0,5 град/мин, поддерживалась с помощью специального автоматического терморегулятора. Плотность дислокаций в отожженных кристаллах составляла не более $3 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ без учета дислокаций в границах блоков. Исследования проводились на образцах с размерами $3 \times 3 \times 20 \text{ мм}^3$, свежевыколотых по плоскостям спайности.

Для выявления дислокационной структуры был использован метод химического избирательного травления. В качестве травителя использовался насыщенный раствор $PbCl_2$. Травление производилось в течение 5 мин. Для наблюдения травленных поверхностей кристаллов использовалось косое освещение. Наблюдения велись в отраженном свете на металлографическом микроскопе МИМ-7. Фигуры травления фотографировались фотоаппаратом «Зенит», насаженным на тубус микроскопа.

Свежевыколотые и протравленные образцы изгибались по методу четырехпорного изгиба. Нормальное напряжение σ_{\max} , действующее на слой материала вблизи поверхности кристаллов, рассчитывалось в приближении теории упругости [4]

$$\sigma_{\max} = \frac{M}{W}, \quad (1)$$

где M — действующий изгибающий момент, W — момент сопротивления площади сечения.

В данном случае

$$W = \frac{bh^2}{6}, \quad (2)$$

где b — ширина, а h — высота сечения образца.

Связь между σ_{\max} и нагрузкой P определяется следующим соотношением:

$$\sigma_{\max} = \frac{3kP}{bh^2}, \quad (3)$$

где

$$k = \frac{s_1 - s_2}{2},$$

s_1 — расстояние между нижними опорами, s_2 — расстояние между верхними опорами.

Критическое напряжение сдвига τ в плоскости скольжения и направлении скольжения имеет наибольшую величину, когда плоскость скольжения наклонена под углом 45° к оси растяжения. Направлением скольжения для монокристаллов является направление (110) в плоскостях [110]. Для NaCl, как известно из [5],

$$\tau = 0,5\sigma. \quad (4)$$

Для изучения процесса полигонизации был выбран следующий интервал напряжений ($\Gamma/\text{мм}^2$):

τ	80	100	120	140	160	180	200	240	300	400	450
σ	160	200	240	280	320	360	400	480	600	800	900

Статическое нагружение образцов в течение 10 сек производилось в специальном устройстве. После деформации образцы снова протравливались в течение 5 мин. После деформации и повторного травления образцы отжигались в лабораторной муфельной электропечи МП-2УМ при температуре 750°C в чистом сухом воздухе. Исследовались следующие режимы отжига: $T = 750^\circ\text{C}$, продолжительность — 1 час, 4 часа, 10 и 20 часов.

Во всех случаях образцы остывали медленно в печи. Затем остывшие до комнатной температуры образцы протравливались. Четкость проявления и плотность фигур травления на гранях деформированного образца находятся в определенной зависимости от действующего напряжения. Начальная плотность дислокаций, полученная при подсчете больших ямок, не превышала $3 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$. Плотность дислокаций, возникших в результате деформации, определяемая величиной действующего напряжения, подсчитывалась по числу мелких ямок травления. При этом в данной работе основное внимание уделялось исследованию деформированных кристаллов после отжига.

На микрофотографии (рис. 1) кристалла, деформированного при $\tau = 80 \Gamma/\text{мм}^2$, а затем отожженного в течение 1 часа, можно видеть ряды

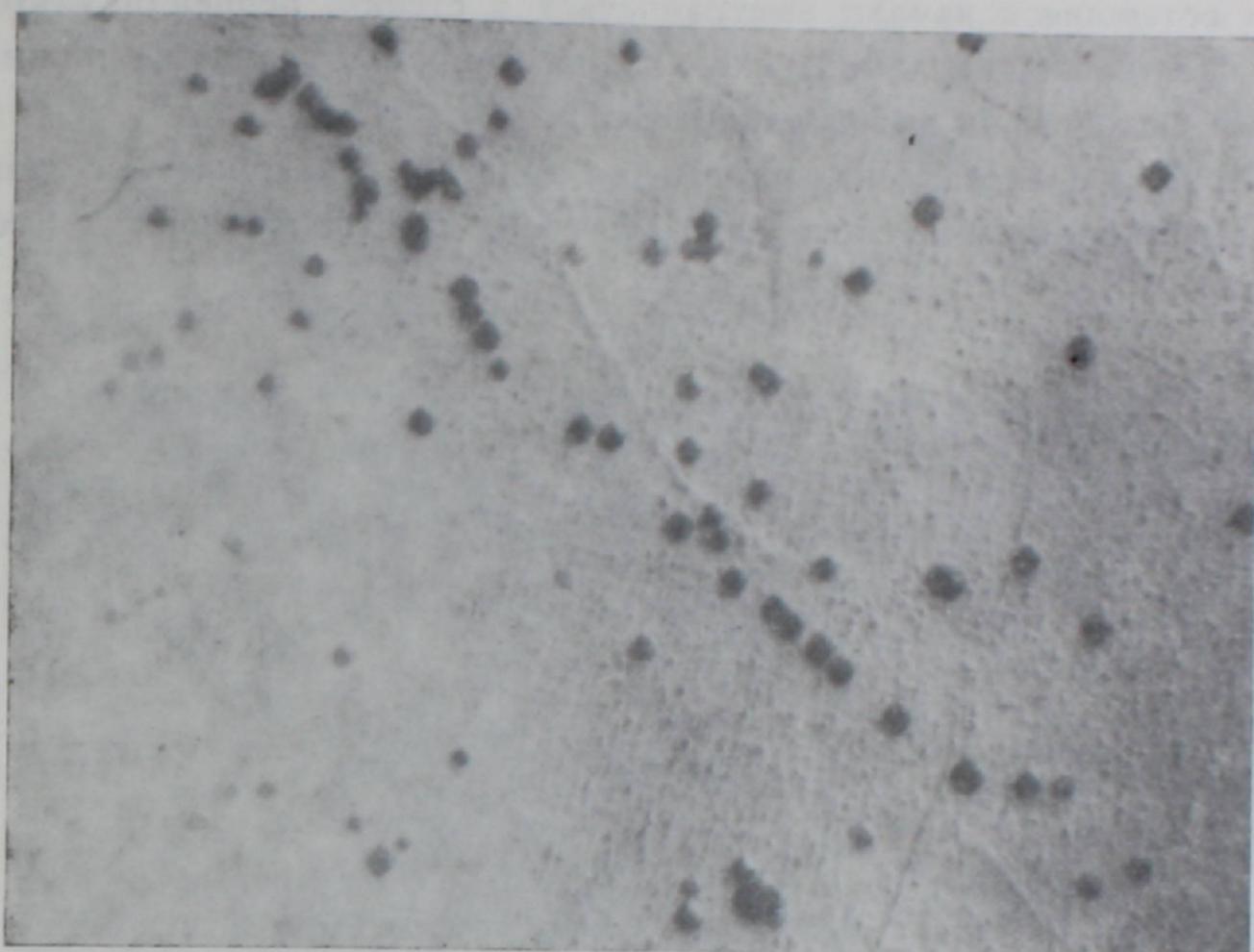


Рис. 1. Фрагмент из общей картины образования полигональных блоков (время отжига — 1 час, $\tau = 80 \text{ Г/мм}^2$).

дислокаций, расстояние между которыми в среднем равно 0,03 мкм.

На рис. 2 показан кристалл с царапиной. В результате отжига дислокации аннигилировали или ушли на поверхность (на фотографии хорошо видны следы ушедших дислокаций — расплывшиеся ямки травления и ли-

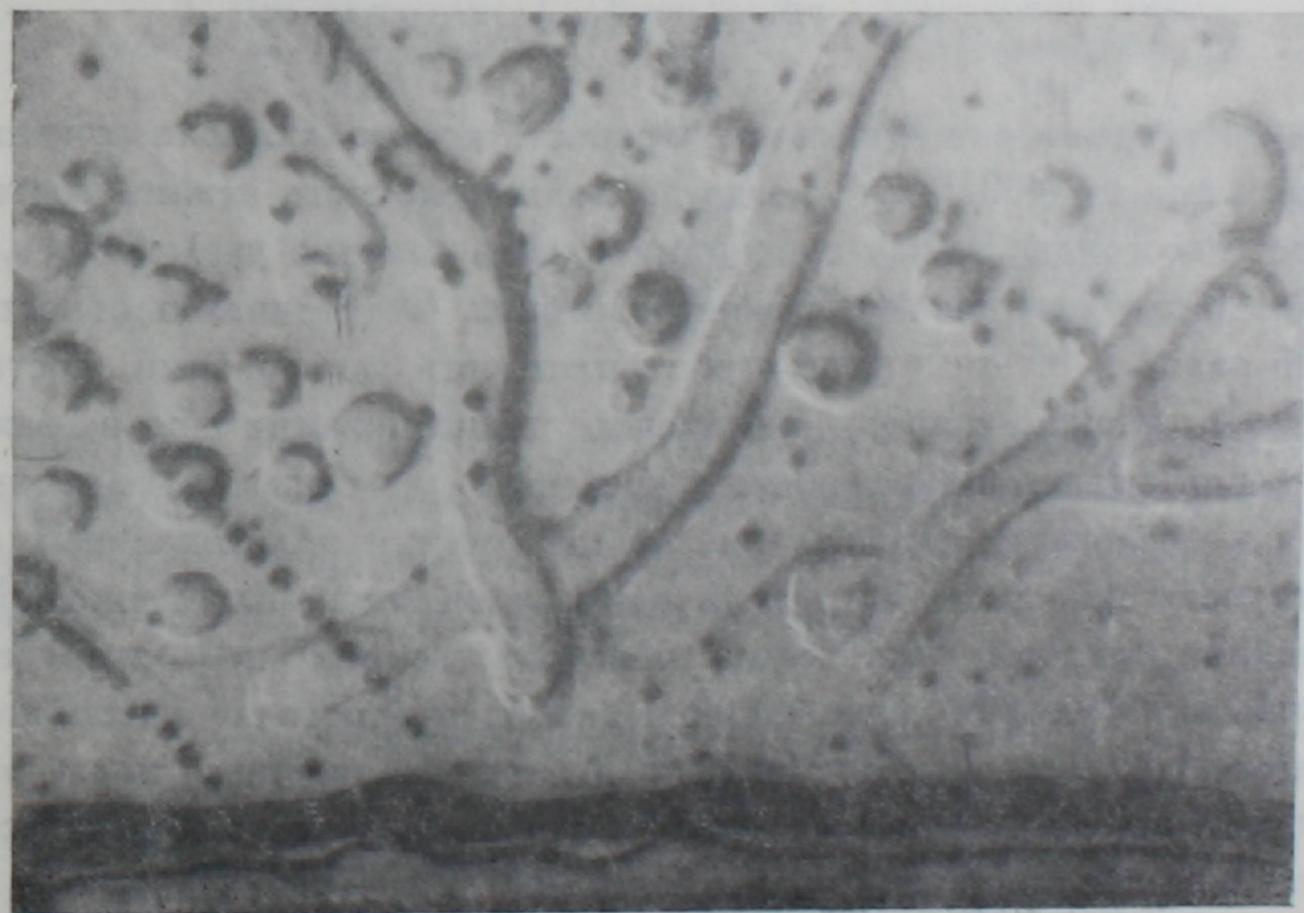


Рис. 2. Распределение дислокаций на растянутой поверхности кристалла (время отжига — 1 час, $\tau = 80 \text{ Г/мм}^2$).

нии), а оставшиеся начали выстраиваться в стенки, перпендикулярные к ранее существовавшим линиям скольжения. В правом верхнем и нижнем левом углах фотографии видны такие стенки.

На рис. 3 представлена фотография кристалла, нагруженного так, что касательное напряжение составляло 200 Г/мм^2 , и отожженного в течение 4 часов.

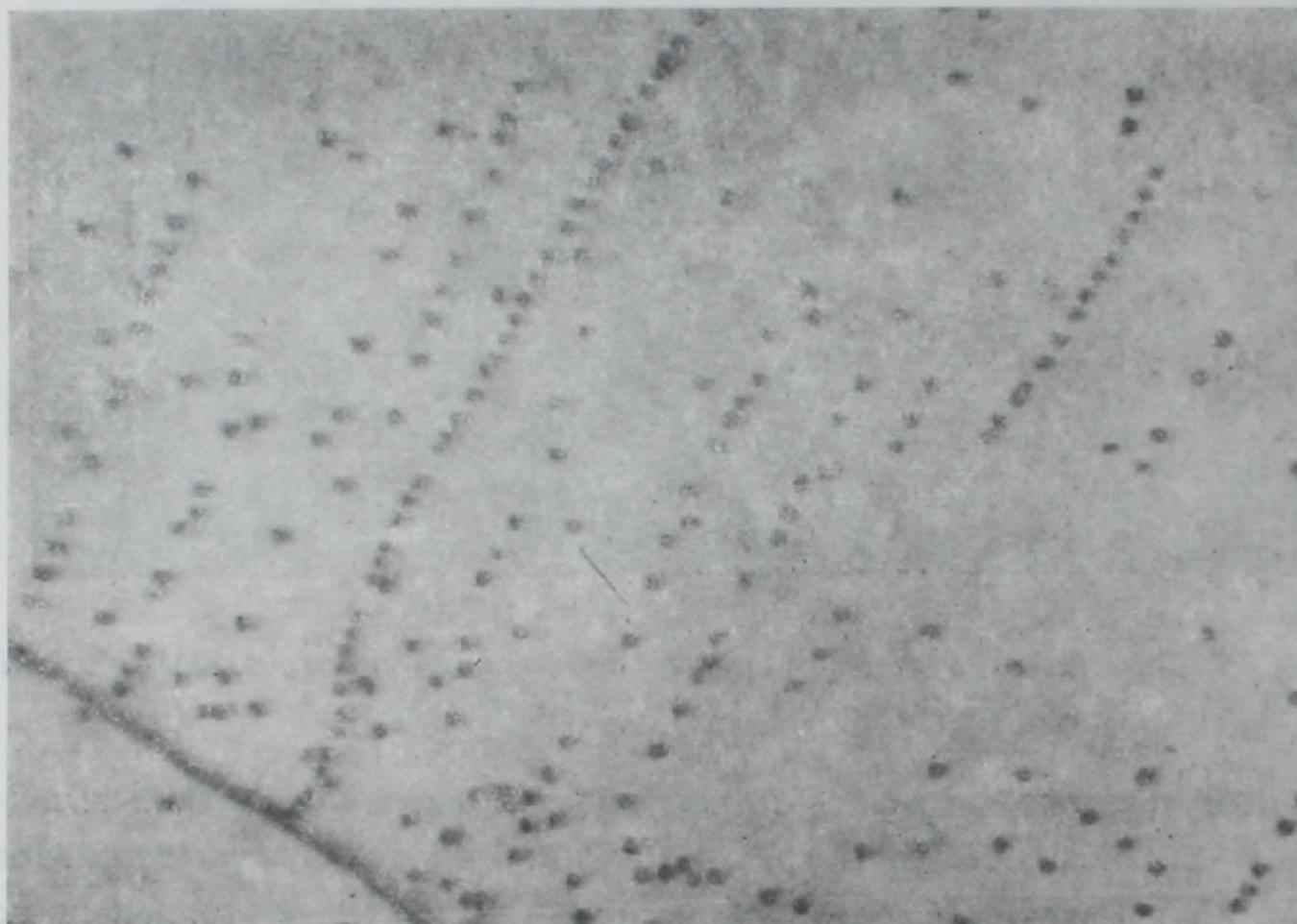


Рис. 3. Распределение дислокаций после отжига изогнутого при $\tau = 200 \text{ Г/мм}^2$ кристалла (время отжига — 4 часа).

На фотографии рис. 4 видна поверхность кристалла, подвергнутого деформации при $\tau = 400 \text{ Г/мм}^2$, когда продолжительность отжига составляла 10 часов. Расстояние между границами блоков заметно увеличилось, однако не все дислокации ушли в стенки полигонов. Остаточная плотность дислокаций равна $3 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ (до отжига плотность дислокаций составляла $2 \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$). Можно сказать, что процесс полигонизации еще не закончен.

Как показывают приведенные выше результаты опытов, заметные изменения в дислокационной картине при получении полигональных структур наступают при температуре, близкой к температуре плавления. На первых стадиях процесса происходит пространственное перераспределение, частичная аннигиляция дислокаций и разбивка кристалла на полигональные блоки. Параллельные границы полигонов, появившиеся после отжига, перпендикулярны к линиям скольжения, что согласуется с общеизвестными представлениями о процессе полигонизации [1, 2, 6—9].

Процесс перестройки дислокационных стенок неизменно сопровождается увеличением плотности дислокаций в этих стенках, т. е. сокращением расстояний между дислокациями в стенке при возрастании напряжения деформации, однако при одном и том же напряжении с увеличением времени

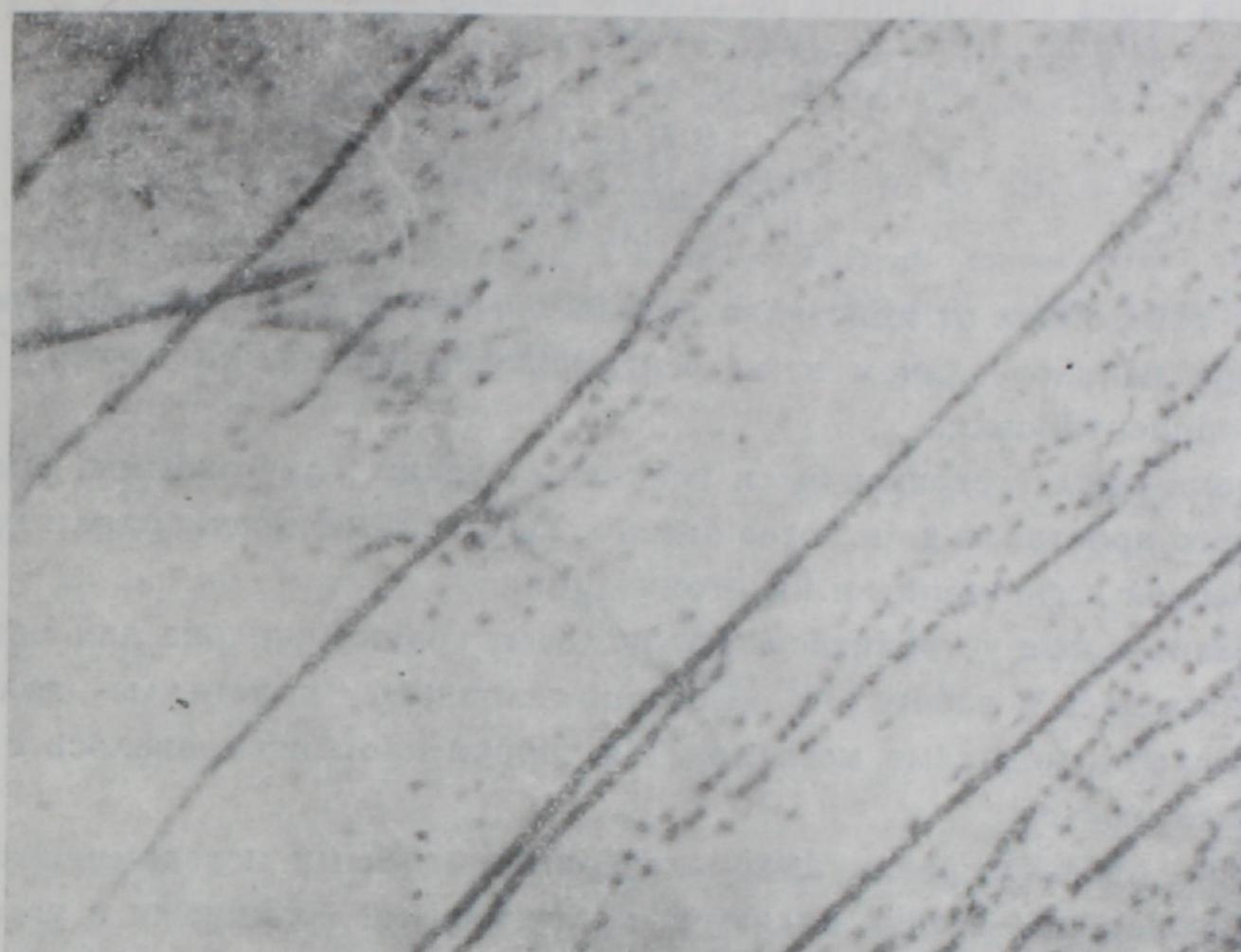


Рис. 4. Полигональная структура, наблюдаемая на поверхности изогнутого при $\tau=400 \text{ Г/мм}^2$, а затем отожженного кристалла (время отжига — 10 часов).

отжига расстояние между дислокациями в стенках изменяется незначительно, что и отражено в табл. 1.

Таблица 1

№	Продолжительность отжига (час)	Температура отжига (Т°С)	Расстояние между дислокациями (мм)
1	1	750	0,009
2	4	750	0,009
3	10	750	0,006
4	12	750	0,004—0,006

С помощью рентгеновских рефлексограмм по методу Вайнштейна [10] были также измерены углы разориентировки полигональных границ. Данные, свидетельствующие о том, что полученная структура содержит малоугловые границы полигонов, приведены в табл. 2.

Таблица 2

№	l (мм)	$\text{tg } \frac{\alpha}{2}$	α (мин)
1	1	0,00638	44'
2	0,9	0,00574	40'
3	0,7	0,00447	30'
4	0,5	0,00319	20'

Если через l обозначить расстояние между максимумами на рефлексограмме, то для данной установки

$$l = \frac{2R \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2}}{\sin \theta}, \quad (5)$$

где R — расстояние от кристалла до пленки, θ — угол Вульфа-Брэгга; для NaCl при использованном нами рентгеновском излучении $\theta = 20^\circ 8'$, α — угол разориентировки.

Кроме рефлексограмм были получены также лауэграммы, снятые с изогнутого кристалла до и после отжига. Лауэграммы подтвердили процесс пластической деформации и полигонизации.

Механическая устойчивость малоугловых границ наклона для металлов рассматривалась в работе [11]. Щелочно-галоидные кристаллы являются своеобразными моделями металлов. Их упрочнение фиксировалось с помощью релаксометра.

Таким образом, различными экспериментальными методами показано, что полигональные стенки являются малоугловыми границами с углом наклона менее 1° .

Ереванский политехнический институт
Одесский государственный университет

Поступила 10.X.1974

ЛИТЕРАТУРА

1. S. Konobejewski, Y. Mirer. Zs. f. Krist., 81, 69 (1932).
2. S. Amelinckx, R. Strumane. Acta Metallurgica, 8, 312 (1960).
3. Л. Г. Цинзерлинг, М. П. Шаскольская. Кристаллография, 9, 701 (1964).
4. С. П. Тимошенко. Теория упругости, ОНТИ, М., 1937.
5. Ван-Бюрен. Дефекты в кристаллах, ИЛ, М., 1962.
6. F. L. Vogel. Trans. AJME, 206, 946 (1956).
7. W. R. Hibbard, C. G. Dunn. Acta Metallurgica, 4, 306 (1956).
8. R. W. Cahn. The Journal of the Institute of Metals, 76, 121 (1949).
9. А. Х. Коттрелл. Дислокации и пластическое течение в кристаллах, Металлургиздат, М., 1958.
10. Э. Е. Вайнштейн. Светосильная аппаратура для рентгеноспектрального анализа, Изд. АН СССР, 1957.
11. Л. К. Гордиенко. Субструктурное упрочнение металлов и сплавов, Наука, М., 1973.

ՊՈԼԻԳՈՆՆԻԶԱՑԻԱՅԻ ԵՐԵՎՈՒՅԹԻ ՀԵՏԱԶՈՏՈՒՄԸ ՆԱՏՐԻՈՒՄԻ ՔՆՈՐԻԳԻ ՄԻԱԲՅՈՒՐԵՂՈՒՄ

Զ. Ֆ. ԶԱԶՅԱՆ, Ի. Օ. ՄԱՐՏԻՇՉԵՆԿՈՒ, Ա. Ա. ԽԱՆՈՆԿԻՆ

Զորս հենարանների վրա նատրիումի բլորիգի միաբյուրեղը ճկելուց հետո բյուրեղի մեջ ստացվում է պոլիգոնալ սուբստրուկտուրա՝ ի հաշիվ նմուշի ջերմային մշակման նրա հալման ջերմաստիճանին մոտ ջերմաստիճանում:

INVESTIGATION OF POLYGONIZATION EFFECT
IN MONOCRYSTALS OF SODIUM CHLORIDE

Z. F. ZAZYAN, O. I. MARTYSCHCHENKO, A. A. KHANONKIN

Owing to the thermal treatment of a sodium chloride monocrystal at nearly the fusion temperature, a polygonal structure was obtained after flexural deformation of the crystal on four supports.