

ХАРЬКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

На правах рукописи

Мацокин Вадим Павлович

В. Мацокин

Дислокационные и диффузионные эффекты
при высокотемпературном деформировании
кристаллических твердых тел

01.04.07 - Физика твердого тела

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
доктора физико-математических наук

Харьков - 1996

539
Диссертация является рукописью
Диссертация выполнена в _____
университете.

№. 36.445
ЛННБ України ім.В.Стефаника



00760767 (X)

Официальные оппоненты:

доктор техн. наук, профессор
академик НАН Украины
Скороход Валерий Владимирович
(ИПМ НАН Украины, г. Киев)
доктор физ.-мат. наук, профессор
чл.-корр. НАН Украины
Слезов Виталий Валентинович
(ННЦ Харьковский физико-технический
институт)
доктор физ.-мат. наук, профессор,
Федоренко Анатолий Иванович
(Харьковский государственный
политехнический университет)

Ведущая организация: Физико-технический институт
им. Б.И.Веркина НАН Украины,
г. Харьков

Защита состоится 10 января 1997 г. в 14⁰⁰ часов
на заседании специализированного совета Д 02.02.15 в
Харьковском государственном университете (310077 г. Харьков,
пл. Свободы, 4, ауд. им. К.Д.Синельникова)
С диссертацией можно ознакомиться в Центральной научной
библиотеке ХГУ

Автореферат разослан 5 декабря 1996 г.

Ученый секретарь
специализированного совета

В.П.Пойда

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы и степень исследования тематики диссертации. Теоретические исследования высокотемпературной деформации кристаллических твердых тел, начатые более тридцати лет назад, продолжают оставаться актуальными и в настоящее время. Интерес к проблеме обусловлен следующими обстоятельствами. Во-первых, в виду высокой структурной чувствительности механических свойств по мере использования новых способов испытаний и методик получения современных конструкционных материалов (гидроэкструзия, высокие скорости деформации, деформация в условиях сверхпластического поведения вещества, создание композиционных материалов методами порошковой металлургии и т.д.) появилась необходимость введения в физику твердого тела новых типов дефектов (дисклинации) и новых механизмов деформации и способов их описания (зернограничное проскальзывание, ротационные моды, масштабность уровней деформации). Тем не менее физика процессов, определяющих прочность и пластичность не всегда ясна. Во-вторых, развитие современного материаловедения, в первую очередь создание материалов с заданными физикомеханическими свойствами и эксплуатация их при различных внешних воздействиях требуют знаний, необходимых для прогнозирования поведения этих материалов и целенаправленного управления их свойствами. Эксплуатационные характеристики и физические свойства, их изменение со временем обусловлены стабильностью и эволюцией структуры кристаллов, величиной и распределением внутренних напряжений, дефектами кристаллической структуры, ответственными за перенос массы.

Таким образом, возникла необходимость в исследовании причин возникновения внутренних напряжений, их распределения и способов релаксации в процессе высокотемпературной деформации, а также установлении преимущественных механизмов переноса массы. В зависимости от реальной исходной структуры кристаллических твердых тел причины внутренних напряжений, приводящих к увеличению свободной энергии кристалла, могут быть различны; различны и типы дефектов, ответственных за перенос массы в процессе деформации.

В случае однокомпонентных и однофазных монокристаллов отклонение от равновесия обусловлено полями упругих напряжений

дислокаций, и релаксация этих напряжений при высокотемпературном отжиге в свободном состоянии или при наличии внешних напряжений происходит благодаря целому ряду процессов, имеющих свои характерные времена. Дислокационные эффекты, происходящие при эволюции дислокационной подсистемы, могут вызывать макроскопическую деформацию как нитевидных кристаллов, так и массивных монокристаллов даже в отсутствие внешних напряжений и существенно влиять на высокотемпературное деформирование кристаллических твердых тел при их наличии, когда взаимодействие дислокаций с точечными дефектами обуславливает перенос массы.

В поликристалле влияние границ зерен на высокотемпературную деформацию проявляется в том, что границы являются как дополнительными источниками и стоками вакансий, так и облегченными путями диффузии. Кроме того, при наличии границ может происходить не поатомный перенос массы, а одно зерно проскальзывает относительно другого как целое - механизм зернограничного проскальзывания (ЗГП). В случае беспористых в исходном состоянии материалов процесс ЗГП должен приводить к возникновению внутренних напряжений в местах стыков зерен, и возможность релаксации этих напряжений, сопровождающаяся подстройкой формы взаимосмещающихся зерен, определяет кинетику ЗГП. Процесс ЗГП облегчается в высокопористых структурах (прессовки из дисперсных порошков и волоконные структуры), где наличие пустоты в значительной мере снимает необходимость в подстройке формы. Высокопористые структуры отклонены от термодинамического равновесия еще благодаря наличию в них развитой сетки свободных поверхностей, тенденция к уменьшению которой вызывает самопроизвольное уплотнение прессовки (спекание) под действием внутренних капиллярных (лапласовских) напряжений. При наличии внешних напряжений взаимосвязь между ними и капиллярными напряжениями должна обусловить особенности деформации, которые практически не были изучены к моменту начала исследований, выполненных в данной работе.

Получение и эксплуатация неодиноконпонентных и неодиофазных в исходном состоянии кристаллических материалов (дисперсионно-упрочненных, композиционных и т.п.) должны учитывать возможное изменение со временем их структуры, особенно в области высоких температур, близких к температуре плавления компонентов. Причиной изменения структуры многокомпонентных

веществ являются возникающие при гомогенизации внутренние напряжения диффузионного происхождения. Величина возникающих в диффузионной зоне напряжений, их распределение и механизмы релаксации зависят от граничных условий, в которых происходит выравнивание концентрации компонентов. Эффекты, сопутствующие диффузионной гомогенизации, изменяя структуру диффузионной зоны, могут повлиять на механизм и кинетику высокотемпературной деформации неоднородных по составу кристаллов.

Диссертационная работа посвящена исследованию дислокационных и диффузионных эффектов при высокотемпературной деформации, происходящей в условиях релаксации напряжений в твердых телах с различной кристаллической структурой.

Цель и основные задачи исследования. Цель работы заключалась в систематическом исследовании дислокационных и диффузионных эффектов при высокотемпературном деформировании кристаллических твердых тел с внутренними напряжениями различного происхождения как в отсутствие внешних напряжений (спекание прессовок, свободный отжиг монокристаллов), так и при их наличии (ползучесть). В связи с этим в работе ставились следующие задачи:

1) исследовать дислокационные эффекты при релаксации внутренних напряжений в неупорядоченных и упорядоченных ансамблях дислокаций в процессах свободного высокотемпературного отжига и ползучести щелочногалоидных монокристаллов;

2) выяснить взаимосвязь между спеканием (деформацией под действием внутренних капиллярных напряжений) и ползучестью (деформацией под влиянием внешних напряжений) высокопористых ($\Pi_0 \approx 0.2 \div 0.5$) в исходном состоянии однокомпонентных порошковых прессовок;

3) в условиях одновременного действия внутренних и внешних напряжений изучить изменение в процессе высокотемпературной деформации величин коэффициентов сдвиговой и объемной вязкости высокопористых прессовок (ВПП), их зависимость от реальной структуры ВПП;

4) установить общие закономерности и особенности спекания неоднородных прессовок из веществ с различным типом связи в процессе диффузионной гомогенизации, когда происходит накопление и релаксация напряжений диффузионного происхождения;

5) исследовать дислокационно - диффузионные эффекты при различных граничных условиях протекания диффузии одного компонента в другой.

Материалы и методики исследований. В зависимости от поставленной цели исследования проводились на различного типа реальных объектах: монокристаллах, поликристаллах и пористых порошковых структурах. Использовались однокомпонентные кристаллические материалы с разным типом связи и разной кристаллической структурой: щелочногалоидные монокристаллы с решетками типа NaCl (LiF, NaCl, KCl, KBr) и типа CsCl (CsI); дисперсные порошки щелочногалоидных кристаллов с решеткой типа NaCl (NaCl, KCl, KBr), солей BaCO₃; металлов с ГЦК- (Cu, Ni) и ОЦК - решетками (Fe, W); окислов CuO, NiO, BaCuO₂. Для исследования эффектов, сопутствующих гомогенизации, были выбраны компоненты пары с разным типом диаграмм состояния: с неограниченной растворимостью компонентов (KCl-KBr, Ni-Cu), с ограниченной растворимостью (KCl-NaCl, Ni-Fe, Ni-W), с эвтектикой (Pb-Sn). Отдельные опыты были выполнены на системах с очень малой ($\leq 10^{-4}$ ат.%) растворимостью компонентов (ЩГК с решеткой типа NaCl + металл).

В работе применялись следующие методики: высокотемпературная дилатометрия, оптическая микроскопия, рентгеноструктурный анализ, включая рентгенотопографические методы, рентгеноспектральный анализ, количественный рентгеновский фазовый анализ, поляризационнооптический метод исследования напряжений, компьютерное моделирование. В отдельных опытах исследования структуры проводились с использованием электронного микроскопа.

Научная новизна. Впервые на одних и тех же деформированных монокристаллах в одинаковых экспериментальных условиях проведены систематические исследования изменения основных параметров дислокационной подсистемы (плотности хаотически расположенных дислокаций, числа целых и незавершенных границ, их протяженности, распределения границ по длинам и углам дезориентации) как в условиях свободного отжига, так и при наличии внешних напряжений. Определены характерные времена релаксационных процессов в неупорядоченном ансамбле дислокаций, их зависимость от параметров дислокационной структуры. Развита методика оцен-

ки вкладов каждого релаксационного процесса в уменьшение внутренних напряжений, позволяющая прогнозировать поведение деформированных монокристаллов при отжиге.

Обнаружен эффект россыпи малоугловых дислокационных границ, являющийся, характерной чертой релаксационных процессов в кристаллах с различным типом связи. Впервые экспериментально исследованы возможные очаги россыпи дислокационных границ, проанализирована механическая устойчивость различных дислокационных конфигураций, наблюдающихся в кристаллах.

Предложена термомеханическая обработка ЦГК с решеткой типа NaCl, приводящая к созданию в кристаллах упорядоченного ансамбля сидячих дислокаций, характеризующегося чрезвычайной стабильностью при высокотемпературном отжиге вплоть до температур, близких к температуре плавления. При исследовании процесса полигонизации в кристаллах с ограниченной подвижностью дислокаций (в примесных кристаллах или при наличии ансамбля сидячих дислокаций) обнаружен эффект образования "корок" - приграничных зон, свободных от дислокаций. Исследован эффект "самопроизвольного" диффузионного разгибания предварительно изогнутых монокристалльных пластинок, выяснен механизм и проведена оценка кинетики разгибания.

Впервые систематически исследована кинетика высокотемпературной ползучести ВПП от момента приложения внешних одноосных растягивающих напряжений вплоть до разрушения; установлена взаимосвязь между спеканием и ползучестью; изучен эффект "нулевой" ползучести. Разработана методика экспериментального определения отношения эффективных коэффициентов объемной и сдвиговой вязкости ВПП и их величин по отдельности; выяснена зависимость коэффициентов вязкости от времени и величины внешних напряжений. Предложен механизм высокотемпературной ползучести ВПП при среднем уровне внешних напряжений, сравнимых с величиной капиллярных напряжений. Проанализирована возможность реализации механизма двойникования в процессах формирования контакта и рекристаллизации в дисперсных системах.

Предложены механизм и модель разрушения высокопористых структур, установлены возможные очаги разрушения, получена зависимость времени до разрушения от исходной пористости ВПП, величин внутренних и внешних напряжений.

Обнаружен эффект изгибания тонких монокристалльных плас-

тинок при односторонней диффузии в них примесных атомов, предложено объяснение эффекта. Впервые исследован процесс релаксации напряжений при диффузии чужеродных атомов в тонкие монокристалльные цилиндры, определены пространственная локализация пор и причины их появления за пределами диффузионной зоны в компоненте с меньшим парциальным коэффициентом диффузии.

При диффузионном формировании контакта между дисперсной частицей и плоской поверхностью монокристалла другого сорта обнаружены специфические дислокационные структуры (розетки двух типов), образование которых обусловлено особенностями распределения напряжений в диффузионном эксперименте. Показано, что: а) по параметрам розеток можно оценить величину несрелаксированных в диффузионной зоне напряжений; б) тип розетки определяется не выбором пар компонентов, а типом напряженного состояния (плоско- или объемнонапряженное); в) по виду дислокационных розеток на заданной поверхности монокристалла можно качественно судить о сравнительной диффузионной подвижности как атомов данного вещества (дисперсной частицы) в разных кристаллах, так и атомов различных примесей в данном кристалле-подложке.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Процесс релаксации внутренних напряжений в дислокационной подсистеме деформированных ЦГК монокристаллов при высокотемпературном отжиге происходит благодаря целому ряду процессов, имеющих свои характерные времена релаксации, зависящие от констант материала и параметров дислокационной структуры. Эффект россыпи малоугловых дислокационных границ под влиянием внутренних и внешних напряжений является одним из основных процессов, определяющих динамический характер эволюции дислокационной подсистемы в деформированных монокристаллах. В случае ограниченной подвижности дислокаций процесс полигонизации сопровождается образованием "корок" - приграничных зон, свободных от одиночных дислокаций.

2. Преимущественным механизмом ползучести ВПН является взаимное проскальзывание порошинок друг относительно друга, сопровождаемое пластическим смятием и диффузионным сглаживанием неровностей, всегда имеющих место на контактных поверхностях порошинок. Величина реальных напряжений, вызывающих проскальзывание, может значительно превышать среднюю величину внешних напряжений из-за прерывистого контакта между взаимно

смещающимися порошинками. Изменение в процессе высокотемпературной ползучести и при варьировании величины внешних напряжений эффективных коэффициентов объемной и сдвиговой вязкости пористых прессовок обусловлено эволюцией структуры прессовок: совершенствованием контакта между зернами и порошинками вследствие рекристаллизации, изменением пористости в процессе спекания и деформации под действием внешних напряжений. Величина пористости с увеличением уровня внешних напряжений σ меняется немонокотонно: при напряжениях, близких по величине к капиллярным напряжениям, пористость уменьшается из-за преобладания вклада спекания в уплотнение прессовки; с ростом σ пористость начинает возрастать вследствие роста пор деформационного происхождения.

3. Долговечность высокопористых структур определяется скоростью деформационного роста исходных пор, являющихся потенциальными очагами разрушения. Температурные зависимости скорости ползучести и времени до разрушения ВПП одинаковы, что свидетельствует о совпадении элементарных актов переноса массы в обоих процессах.

4. Процесс диффузионной гомогенизации в неоднородных материалах и сопутствующие ему эффекты определяются граничными условиями протекания диффузии, в частности, геометрией и линейными размерами области контакта компонентов, от которых зависит как уровень возникающих в процессе диффузии внутренних напряжений и их распределение, так и возможности и способы релаксации этих напряжений. Следствием особенностей распределения напряжений при различных граничных условиях фазообразования являются специфические эффекты: макроскопический изгиб тонких монокристалльных пластинок при односторонней диффузии; образование пор в образцах "замкнутой" формы в компоненте с меньшим парциальным коэффициентом диффузии и увеличение объема френкелевской пористости по сравнению с плоскопараллельными образцами; при ограниченной площади контакта между компонентами (дисперсная частица на плоской поверхности монокристалла), формирование специфических дислокационных розеток диффузионного происхождения и образование в области контакта трещин, перпендикулярных и параллельных плоскости контакта, а также трещин, окаймляющих дисперсную частицу.

Практическая ценность работы заключается в том, что в ней

выяснено влияние внутренних напряжений различной природы на высокотемпературную деформацию кристаллических твердых тел с разным типом связи между атомами и различной исходной структурой (моно- и поликристаллы, дисперсные высокопористые порошковые прессовки). Проведенный анализ характерных времен релаксационных процессов в неупорядоченных ансамблях дислокаций, обнаруженные эффекты россыпи малоугловых дислокационных границ, образования "корок" при полигонизации в кристаллах с ограниченной подвижностью дислокаций, диффузионного разгибания монокристаллических тонких пластинок могут быть использованы как для развития физических представлений о процессах высокотемпературной пластичности, так и для прогнозирования изменения эксплуатационных характеристик монокристаллов, применяемых как элементы различных приборов новой техники, в условиях повышенных температур и при наличии внешних напряжений. Предложенный и реализованный метод определения реологических свойств и характеристик высокопористых прессовок, выяснение взаимосвязи между спеканием и ползучестью, установление механизмов высокотемпературной деформации и разрушения ВПП - все это развивает представления о физических явлениях и процессах, происходящих при спекании, и может быть использовано при разработке и усовершенствовании технологии получения конструкционных деталей методами порошковой металлургии. Выясненные особенности накопления и релаксации напряжений диффузионного происхождения в многокомпонентных кристаллических материалах, зависящие от граничных условий, в которых происходит диффузия, и, следовательно, от распределения внутренних напряжений, дают новую информацию о структуре и физике процессов, протекающих в диффузионной зоне, и должны учитываться при получении и эксплуатации дисперсионно - упрочненных и композиционных материалов, островковых пленок на чужеродной подложке и т.д.

Диссертация выполнена на кафедре физики кристаллов Харьковского госуниверситета в соответствии с планами НИР по важнейшей тематике.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задачи, получении представленных в работе экспериментальных результатов и их теоретического анализа, в сопоставлении экспериментальных данных с результатами теоретических расчетов, в обсуждении результатов исследований.

Апробация работы. Материалы диссертации докладывались на: Всесоюзной межвузовской конференции по текстурам и рекристаллизации в металлах и сплавах (Днепропетровск, 1968); III Всесоюзной конференции "Сверхпластичность металлов" (Тула, 1976); Юбилейной конференции научных сотрудников и преподавателей ХГУ (Харьков, 1980); XI и XII Всесоюзных конференциях "Физика прочности и пластичности металлов и сплавов" (Куйбышев, 1986, 1989); XVI Всесоюзной научно - технической конференции "Порошковая металлургия" (Свердловск, 1989); XIII и XIV Международных конференциях "Физика прочности и пластичности металлов и сплавов" (Самара, 1992, 1995); I Межгосударственной конференции "Материаловедение высокотемпературных сверхпроводников" (Харьков, 1993); конференции "Физические явления в твердых телах" (Харьков, 1995); I International Workshop on Diffusion and Stresses (Balatonfured, Hungary, 1995); Научном совете АН СССР по физике твердого тела (Томск, 1984); школе - семинаре "Технологическая и конструкционная пластичность порошковых материалов" (Краматорск, 1986); 4 и 5 Всесоюзных школах по физике пластичности и прочности (Харьков, 1987, 1990); Всесоюзной школе - семинаре "Релаксационные явления в металлических и неметаллических материалах" (Ереван, 1987); школе - семинаре "Релаксационные явления в твердых телах" (Воронеж, 1993); Второй международной школе - семинаре "Эволюция дефектных структур в металлах и сплавах" (Барнаул, 1993); расширенных семинарах: "Диффузионный перенос массы на поверхности твердых тел" (Харьков, 1974); "Диффузионная зона" (Харьков, 1978); "Физика спекания" (Харьков, 1976, 1981, 1984); "Прогрессивные технологические процессы в машиностроении" (Луцк, 1989); "Реологические модели и процессы деформирования пористых и композиционных материалов" (Луцк, 1992); научных семинарах: Института Металлургии им. Бардина (Москва, 1970); Института Монокристаллов (Харьков, 1978); НИИ НПО "Тулачермет" (Тула, 1978, 1980, 1984); ФТИНТ (Харьков, 1987); МГУ (Москва, 1989); ИПМ (Киев, 1994); ХГУ (Харьков, 1968 - 1995).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 59 работ, основные из них (35) приведены в списке литературы.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 364 наименований; она содержит 251 страницу текста, 146 рисунков и 3 таблицы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Диссертационная работа состоит из четырех глав. Первая глава "Дислокационные эффекты при релаксации дислокационной подсистемы в деформированных монокристаллах" посвящена детальному систематическому исследованию дислокационных эффектов при релаксации внутренних напряжений, обусловленных полями упругих напряжений дислокаций, в деформированных щелочно-галоидных монокристаллах. Проанализированы основные релаксационные процессы в дислокационной подсистеме: выход дислокаций на внешнюю поверхность кристалла, аннигиляция дислокаций с антипараллельными векторами Бюргерса, полигонизация, диффузионное расползание незавершенных малоугловых границ, разрушение образовавшихся в процессе полигонизации неустойчивых стыков границ. Определены характерные времена релаксационных процессов, их зависимость от параметров реальной дислокационной структуры монокристалла. Построенные кинетические уравнения, описывающие эволюцию основных элементов дислокационной структуры, и статистическая обработка результатов исследования изменения со временем параметров дислокационной подсистемы позволили оценить вклады каждого релаксационного процесса в уменьшение внутренней энергии деформированного монокристалла и предсказать поведение деформированных монокристаллов в процессе высокотемпературного отжига как при наличии внешних напряжений, так и в их отсутствие.

Экспериментально обнаружен эффект россыпи малоугловых дислокационных границ на одиночные дислокации. Впервые установлены очаги россыпи: крестообразные, У- и И-образные стыки границ, асимметричные участки наклонных границ. Теоретически проанализирована механическая устойчивость малоугловых наклонных границ. Показано, что для дислокационных границ, состоящих из краевых дислокаций, наиболее устойчивыми по отношению к разрушению (удалению дислокаций из плоскости границы) являются совершенные симметричные наклонные границы. Любое отклонение структуры от совершенства (разворот границы относительно плоскости симметрии под действием внутренних или внешних напряжений, образование асимметричных участков границы) приводит к существенному ослаблению границы.

Выяснена роль механизмов скольжения и диффузионного пе-

реползания в разрушении малоугловых дислокационных границ, влияние внутренних и внешних напряжений на процесс россыпи. В отсутствие приложенных внешних напряжений простая наклонная незавершенная граница (НГ) с числом дислокаций в ней n может превратиться в ансамбль одиночных дислокаций только тогда, когда в результате взаимодействия между дислокациями в НГ она удлинится настолько, что расстояние между дислокациями в ней станет равным (или больше) расстояния между одиночными дислокациями $\sim \rho^{-1/2}$ (ρ - плотность хаотически расположенных дислокаций). Для того чтобы россыпь НГ на одиночные дислокации произошла, в процессе удлинения не должно произойти присоединение ее к целым границам, среднее расстояние между которыми L . При выполнении условия $n \leq L\rho^{1/2}$ энергия взаимодействия между дислокациями в НГ станет сравнимой с энергией взаимодействия их с ансамблем хаотически распределенных дислокаций. Приложение внешних напряжений способствует процессу россыпи дислокационных границ, выводя их скольжением из плоскости границы. Как показали проведенные впоследствии исследования, россыпь дислокационных границ является существенной характерной чертой дислокационной подсистемы для кристаллов с различным типом связи и во многом определяет поведение монокристаллов при отжиге, в частности, обеспечивая "ресурс" высокотемпературной ползучести.

Когда граница пересекает поверхность предварительно изогнутой монокристаллической пластинки, выход дислокаций из нее сопровождается изменением кривизны пластинки. Проведенные экспериментальные исследования эффекта разгибания монокристаллических пластинок NaCl и KCl показали, что кинетические кривые разгибания под действием внутренних напряжений имеют типичный вид кривых ползучести: за короткой неустановившейся стадией, когда кристалл покидают хаотически расположенные дислокации, следует стадия квазистационарной деформации, в течение которой дислокации выходят на поверхность кристалла из сформировавшихся в процессе полигонизации малоугловых границ. Показано, что эффект "самопроизвольного" диффузионного разгибания монокристаллических пластинок является одним из проявлений эффекта Горского, предложен механизм процесса разгибания, рассчитана кинетика.

Показано, что одновременное протекание при свободном от-

жиге или при наличии внешних напряжений процессов полигонизации и россыпи в неупорядоченных ансамблях дислокаций приводит к динамическому характеру дислокационной подсистемы, когда монотонное уменьшение со временем величины внутренней энергии деформированного монокристалла может происходить на фоне немонотонного изменения некоторых параметров дислокационной структуры: плотности одиночных дислокаций, количества и суммарной протяженности целых и незавершенных границ и т.д.

При исследовании процесса полигонизации в ЦГК с ограниченной подвижностью дислокаций (примесные кристаллы, ансамбль сидячих дислокаций) впервые экспериментально обнаружен эффект образования "корок" - зон, свободных от одиночных дислокаций.

Предложен способ термомеханической обработки, приводящий к созданию в ЦГК с решеткой типа NaCl упорядоченного ансамбля сидячих дислокаций, характеризующегося чрезвычайной устойчивостью при предплавиельных температурах в течение десятков и сотен часов. Проанализированы дислокационные реакции и условия получения упорядоченной дислокационной структуры (УДС). Показано, что по сравнению с кристаллами с неупорядоченным расположением дислокаций кристаллы с УДС характеризуются значительно меньшей скоростью ползучести (при одинаковых исходных плотностях дислокаций) и микротвердость их выше, чем кристаллов с неупорядоченной дислокационной структурой.

В интервале температур 300-510 °С исследована высокотемпературная ползучесть монокристаллов CsJ- 0,15 ат. % П (решетка типа CsCl) двух ориентаций по отношению к направлению внешних растягивающих напряжений: [001] (кристаллы "1") и [110] (кристаллы "2"). Ввиду взаимной ортогональности векторов Бюргера в системах легкого скольжения кристаллов CsJ зависимости скорости ползучести от величины внешнего напряжения существенно отличаются для кристаллов "1" и "2". Существует две области температур, где кинетика процесса ползучести изменяется: "А" - до $T^* \approx 480$ °С и "В" - $T > T^*$. Для кристаллов "1" в области "А" скорость ползучести $\dot{\epsilon}$ линейно зависит от напряжения σ , и существует некоторое пороговое напряжение $\tilde{\sigma} \approx 1.5 \cdot 10^4$ Па, ниже которого скорость ползучести не регистрируется. В области температур "В" линейность нарушается: $\dot{\epsilon} \sim \sigma^\alpha$, где показатель степени α увеличивается с температурой. Для кристаллов "2" во всем исследованном

интервале температур скорость ползучести нелинейно зависит от величины внешних напряжений, причем при $T < T^*$ зависимость $\alpha(\sigma)$ обычна, т.е. α увеличивается с ростом σ , но при $T > T^*$ наблюдается инверсия в зависимости $\alpha(\sigma)$. Обнаружена сильная анизотропия скоростей ползучести кристаллов двух ориентаций: отношение скоростей ползучести $\beta = \dot{\epsilon}_{110} / \dot{\epsilon}_{100}$, характеризующее анизотропию, всегда больше единицы, но немонотонно меняется с увеличением температуры и напряжения. Из анализа возможных механизмов ползучести монокристаллов CsJ следует, что деформация кристаллов "1" в области температур "А" контролируется диффузионным ростом и растворением междоузельных дислокационных петель, в то время как в области "В" ползучесть происходит благодаря скольжению дислокаций, так же как и кристаллов "2" во всей исследованной области температур. Немонотонные зависимости $\alpha(\sigma)$ и $\beta(\sigma, T)$ позволили сделать вывод о смене преимущественных систем скольжения в монокристаллах CsJ-0,15 ат.%Тl при $T > T^*$.

Во второй главе "Взаимосвязь между высокотемпературной деформацией и спеканием высокопористых однокомпонентных прессовок" представлены результаты проведенных систематических исследований высокотемпературной деформации высокопористых ($P_0 = 0.22 \div 0.49$) в исходном состоянии медных и никелевых прессовок в условиях одновременного действия внешних одноосных растягивающих напряжений σ и внутренних капиллярных напряжений σ_k , подобных сферически симметричному давлению всестороннего сжатия, во всем интервале существования ВПП: в режиме нагрева до температуры изотермического опыта и в изотермических условиях вплоть до разрушения. В такой постановке эксперимента, когда мощности потоков переноса массы в процессах ползучести и спекания близки, удалось наблюдать эффект "нулевой" ползучести: длительное время, несмотря на приложение внешней нагрузки, в направлении ее оси прессовка сохраняет свои размеры. Это происходит при таком уровне внешних напряжений σ^* , при котором нормальная компонента эффективных напряжений вдоль внешней силы равна нулю. Экспериментально определив величину σ^* , можно оценить эффективное значение капиллярных напряжений в реальной прессовке.

Для того чтобы установить взаимосвязь между ползучестью и спеканием на разных этапах эволюции структуры ВПП опыты про-

водились как в режиме нагрева с постоянной скоростью, когда структура не была стабилизирована, так и в изотермических условиях вплоть до разрушения прессовки, если оно происходило. Ползучесть высокопористых прессовок в условиях одноосного растягивающего напряжения можно попытаться описать в рамках следующей модели. Тангенциальная компонента напряжений, действующая в плоскости границы раздела между порошинками, может обуславливать их взаимное проскальзывание. В общем случае этот процесс должен сопровождаться пластическим смятием тех стопоров, которые на такой границе существуют, в частности, вследствие так называемой естественной шероховатости исходных порошинок. Кроме участков поверхности, на которых скольжение сопровождается смятием стопоров (бугорков), должны существовать участки, достаточно гладкие для того, чтобы вдоль них скольжение осуществлялось по диффузионно-вязкому механизму. На начальной стадии кинетику процесса ползучести определяет пластическая деформация бугорков, а на далекой стадии - диффузионно-вязкое сглаживание неровностей на контактных поверхностях порошинок. Эффективное напряжение σ_e , деформирующее бугорок, связано с внешним напряжением σ следующим образом:

$$\sigma_e \approx \sigma \frac{l_p}{l_h} \left(\frac{\lambda}{l_h} \right)^2, \quad (1)$$

где l_p и l_h - линейные размеры порошинки и бугорка соответственно, λ - среднее расстояние между бугорками. Для того чтобы бугорок деформировался пластически, необходимо, чтобы величина σ_e превысила величину напряжения, необходимого для работы источника дислокаций. Из этого условия следует, что пластическое смятие бугорков будет происходить пока отношение $\lambda/l_h \geq 3$. Соотношение (1) показывает, что эффективные напряжения, вызывающие деформацию, могут значительно превышать среднюю величину внешних приложенных напряжений. Было установлено, что вид зависимости скорости ползучести от напряжений следующий: $\dot{\epsilon} \sim (\sigma^2 - \sigma_k^2)$.

Так как процесс взаимного проскальзывания порошинок за-

висит от структуры контакта между порошинками и возможностей подстройки форм порошинок при самосогласовании внутризеренной и межзеренной деформации, были проведены модельные эксперименты на монокристаллах по исследованию дислокационной структуры плоского контакта между припекающимися кристаллами одинаковых веществ и теоретически проанализирована возможность механизма двойникового в процессах спекания и рекристаллизации мелкодисперсных объектов из высокосимметричных (ГЦК, ОЦК и т.п.) материалов, пластическая деформация в которых обычно обусловлена перемещением полных или частичных дислокаций. Показано, что величина капиллярных напряжений в области контакта может быть достаточной для зарождения, роста и расширения двойниковой прослойки, что должно приводить к росту контактной поверхности. Начальные скорости спекания и рекристаллизации благодаря механизму двойникового существенно больше, чем при рассмотрении традиционных механизмов. Возможно, предложенный механизм является ответственным как за наблюдавшуюся во многих работах и не всегда получившую однозначное объяснение начальную активную стадию спекания мелкодисперсных структур, так и за аномальный рост некоторых зерен на начальной стадии рекристаллизации ультрадисперсных объектов. Проведенный анализ предложенного механизма показал, что с уменьшением линейных размеров порошинок вероятность участия двойников в процессах спекания и рекристаллизации увеличивается и может быть определяющей в ультрадисперсных и нанокристаллических структурах.

Проведенное в работе реологическое описание поведения ВПП в условиях одновременного действия одноосных внешних и внутренних капиллярных напряжений, основанное на гидродинамической аналогии теории упругости, позволило предложить методику вычисления отношения эффективных коэффициентов сдвиговой и объемной вязкости и отдельного определения их величин, установления зависимости коэффициентов вязкости от времени и величины внешних напряжений. Методика основана на измерениях величин продольной (ϵ_{\parallel}) и поперечной (ϵ_{\perp}) деформаций прессовки на различных стадиях процесса ползучести, деформации при спекании в отсутствие внешних напряжений (ϵ_0), а также величины напряжения, соответствующего "нулевой" ползучести.

Коэффициенты сдвиговой (η) и объемной (ξ) вязкости при

$\sigma \approx \sigma_k$ не зависят от величины внешних напряжений, а при их увеличении уменьшаются. Со временем коэффициенты вязкости возрастают тем быстрее, чем меньше величина σ . Экспериментальные зависимости $\epsilon_{\parallel}(\sigma)$ и $\epsilon_{\perp}(\sigma)$ позволили установить, что во всем исследованном интервале напряжений ($0 \div 0,8$ МПа) отношение коэффициентов вязкости $\xi/\eta \approx 2/3$. Из этого следует, что скорости продольной и поперечной деформации можно представить в виде:

$$\dot{\epsilon}_{\parallel} \approx \frac{\sigma - \sigma_k}{2\eta} \quad (2)$$

$$\dot{\epsilon}_{\perp} \approx -\frac{\sigma_k}{2\eta} \approx \epsilon_0 \quad (3)$$

Соотношение (3) показывает, что скорость поперечной деформации может зависеть от величины внешних напряжений только в меру зависимости коэффициента вязкости от напряжения. Из равенства $\xi/\eta = 2/3$ следует важное соотношение:

$$\frac{\dot{\epsilon}_{\parallel}}{\dot{\epsilon}_{\perp}} = 1 - \frac{\sigma}{\sigma_k}, \quad (4)$$

позволяющее оценивать величину капиллярных напряжений двумя способами. Во первых, по точке пересечения прямой $\dot{\epsilon}_{\parallel}/\dot{\epsilon}_{\perp} = f(\sigma/\sigma_k)$ оси абсцисс ($\dot{\epsilon}_{\parallel}/\dot{\epsilon}_{\perp} = 0$) и, во-вторых, по тангенсу угла наклона прямой. Определенная указанными двумя способами величина σ_k , оказалась равной величине $\sigma^* \approx 0,12$ Мпа, измеренной в независимых экспериментах по обнаружению и исследованию эффекта "нулевой" ползучести.

Из полученного нами соотношения (4) пристокают важные практические следствия. Совместное сопоставление зависимостей (4) и $\dot{\epsilon}_{\parallel}(\sigma)$ позволяет рассматривать их как некоторые калибровочные кривые, дающие возможность провести экспресс-анализ реологического поведения высокопористых прессовок, выполнив измерения $\dot{\epsilon}_{\parallel}/\dot{\epsilon}_{\perp}$ всего при двух напряжениях.

Исследование кинетики ползучести ВПП вплоть до разрушения дало возможность определить такую важную для практики характеристику пористой прессовки, как длительную прочность (дол-

говечность). Проведенные структурные исследования с целью установления очагов разрушения и их пространственной локализации показали, что в ходе испытаний на долговечность в прессовке одновременно развивается несколько потенциальных очагов разрушения, появившихся в результате объединения и роста пор биографического происхождения. Увеличению размера пор способствует наблюдавшийся активный рост (вследствие рекристаллизации) конгломератов порошинок. Зависимость пористости от величины внешних напряжений немонотонна: при низком уровне внешних напряжений пористость уменьшается; начиная с величины $\sigma \approx 3\sigma_k$ пористость начинает увеличиваться.

Анализ температурной зависимости скорости ползучести и времени до разрушения (τ_p) показал, что энергии активации обоих процессов одинаковы, что свидетельствует о совпадении элементарных актов переноса массы при ползучести и разрушении. Предложенные в работе модель и механизм разрушения высокопористых структур позволили получить аналитическую зависимость времени до разрушения от значения исходной пористости, величин внешних и внутренних напряжений:

$$\tau_p \approx \frac{\eta}{2} (1 - \Pi_0^{1/2}) \left[\frac{1}{\sigma_0 - \sigma_k} - \frac{\sigma_0 - \sigma_k}{(\sigma_p - \sigma_k)^2} \right] \quad (5)$$

В третьей главе "Влияние внутренних напряжений на высокотемпературную деформацию неоднородных кристаллических твердых тел" приведены результаты исследования особенностей высокотемпературной деформации неоднородных кристаллических твердых тел, происходящих в условиях фазообразования, как в отсутствие внешних напряжений (спекание), так и при их наличии (ползучесть).

Исследовалась высокотемпературная ползучесть поликристаллов Pb-Sn как в области существования твердого раствора, так и сплавов эвтектической концентрации с целью выяснения механизма деформации при малых внешних напряжениях (0,1 ÷ 1 МПа) и причин возникновения внутренних напряжений, а также возможностей их релаксации. Pb-Sn является классической системой, на которой проведено достаточное количество исследований по сверхпласти-

ческой деформации, однако, подавляющее большинство экспериментов было выполнено при уровне внешних напряжений и скоростях деформации, значительно более высоких, чем использовавшиеся в нашей работе, и, как правило, в режиме активного нагружения в другой температурной области. Представленные в данной главе результаты экспериментальных исследований средних внутренних напряжений, их зависимости от величины внешних напряжений, а также проведенный анализ кинетики спадания внутренних напряжений позволили установить, что уровень внутренних напряжений в сплаве эвтектической концентрации ниже, чем в сплавах других концентраций, иной и механизм их релаксации.

Для изучения общих закономерностей и отличий в кинетике спекания и фазообразования в смесях порошков из кристаллов с разным типом связи в процессе гомогенизации, когда процесс накопления и релаксации внутренних напряжений диффузионного происхождения должен проявиться наиболее ярко, были использованы следующие смеси порошков: металлы (Ni-Cu, Ni-Fe, Ni-W), окислы (NiO-CuO), соли (KCl-NaCl, KCl-KBr), окислы и соли (CuO-BaCO₃). Установлено, что общей характерной чертой исследованных материалов является немонотонное изменение пористости, приводящее к макроскопическому увеличению линейных размеров прессовки (эффект "разбухания") на стадии, когда образование фаз не закончено. Причинами разбухания прессовок являются эффект Френкеля, эффекты, сопровождающие формирование фаз и релаксацию напряжений в образцах "замкнутой" геометрии, скачок объема при образовании новых фаз, возможный распад фаз, также сопровождающийся изменением объема.

Анализ результатов проведенных исследований концентрационной зависимости скорости $\dot{\epsilon}(C)$ ползучести смесей порошков KCl-KBr, KCl-NaCl и Cu-Ni в процессе фазообразования показал, что экспериментальную зависимость $\dot{\epsilon}(C)$ нельзя объяснить ни концентрационной зависимостью упругих модулей, ни концентрационной зависимостью коэффициентов диффузии. Особенности зависимости $\dot{\epsilon}(C)$ связаны с эффектами, обусловленными накоплением и релаксацией внутренних напряжений, сопровождающими процесс фазообразования. Проведенное реологическое описание процесса ползучести высокопористых неоднородных прессовок при одновременном действии внешних одноосных напряжений, внутренних капиллярных напряжений, а также внутренних напряжений диффу-

зионного происхождения позволило оценить величины капиллярных и несрелаксированных напряжений диффузионного происхождения.

Четвертая глава "Дислокационные и диффузионные эффекты при формировании и релаксации напряжений диффузионного происхождения" посвящена исследованию особенностей релаксации напряжений диффузионного происхождения, определяемой распределением напряжений при различных условиях протекания диффузии. В традиционной постановке экспериментов по исследованию эффектов, сопутствующих гомогенизации, применяются обычно образцы "бутербродного" типа, когда компоненты диффузионной пары приводятся в жесткий контакт по плоской поверхности, размеры которой значительно превосходят характерный линейный размер диффузионной зоны, устанавливающийся за время эксперимента, и изучается диффузионное распространение компонента, обладающего значительной растворимостью. В данной главе представлены результаты исследования особенностей изменения структуры диффузионной зоны при диффузии слабо растворимого компонента (Ni в LiF) в стандартной постановке опыта, а также результаты экспериментов и их анализа по изучению специфики релаксации напряжений диффузионного происхождения при различных граничных условиях протекания диффузии.

При диффузии в монокристалл LiF атомов Ni происходит генерация новых дислокаций, количество которых позволяет оценить предельную растворимость примесей. Вследствие взаимодействия дислокаций с примесными атомами, на дислокациях происходит образование примесных атмосфер (типа атмосфер Коттрелла), что приводит к торможению скольжения краевых дислокаций, ослаблению взаимодействия их между собой и с поверхностью кристалла. Результатом этого является, во-первых, затруднение процесса полигонизации и, во-вторых, перераспределение дислокаций. В случае образования на дислокациях насыщенных атмосфер с концентрацией примеси C^* дислокации перемещаются в область, где $C(x) = C^*$, и по мере протекания диффузии следуют за этой зоной. Так будет происходить и при диффузии из постоянного источника на поверхности и из бесконечно тонкого слоя ("мгновенный" источник). При образовании ненасыщенной атмосферы дислокации стремятся в область максимальной концентрации, т.е. к поверхности кристалла, образуя вблизи нее зону с повышенной плотностью дислокаций. Ис-

следование взаимодействия образовавшихся из-за концентрационных напряжений дислокаций с предварительно введенными в кристалл дислокациями с известными векторами Бюргерса позволяет определить ориентацию векторов Бюргерса образующихся дислокаций и знак возникающих при диффузии примесей напряжений.

Когда диффузия примесных атомов осуществляется из паровой фазы в тонкие монокристаллические пластинки с одной их поверхности ($KCl \Rightarrow KBr$, $KBr \Rightarrow KCl$), образовавшаяся вследствие релаксации концентрационных напряжений область с повышенной плотностью дислокаций, линейные размеры которой сравнимы с толщиной пластинки, вызывает макроскопический изгиб пластинок, впервые наблюдавшийся в работе на массивных монокристаллах. В экспериментах варьировалась толщина пластинок (от 200 до 600 мкм), температура и длительность отжига. По кривизне изогнутых монокристалльных пластинок можно определить величину несрелаксированных напряжений. Кривизна пластинки пропорциональна квадрату линейного размера дислоцированной зоны и обратно пропорциональна третьей степени толщины пластинки.

Впервые на монокристалльных образцах исследована специфика распределения напряжений и пространственная локализация пор в образцах "замкнутой" геометрии при диффузии в них примесных атомов (монокристалльные цилиндры KCl и KBr , диффундирующее вещество — KBr и KCl соответственно). Специфика распределения напряжений обуславливает особенности порообразования по сравнению с плоскопараллельными образцами, а именно: иными оказываются механизмы образования и локализация пор, степень активности процесса порообразования. В частности, если во внутренней области образца (ядре) действуют растягивающие напряжения, то поры могут формироваться не в диффузионной зоне, а в ядре, и в том компоненте диффузионной пары, в котором в случае плоскопараллельных образцов они не возникают. В проведенных нами экспериментах при диффузии паров KBr в монокристалльные цилиндры KCl в последних возникали четыре цепочки пор за пределами диффузионной зоны. Зарождение полостей происходит благодаря дислокационному раскрытию трещин с последующим их диффузионным преобразованием в цепочки ограненных пор, расположение которых определяется симметрией и спецификой кристаллографии скольжения в ЩГК. При диффузии паров KCl в монокристалльные цилиндры KBr образование пор в бромистом калии идет более ин-

тенсивно, чем в плоскопараллельных образцах из-за особенностей структуры поверхности и наличия в диффузионной зоне растягивающих напряжений.

В случае, если фронт диффузии значительно меньше линейных размеров кристалла, в который диффундируют примесные атомы (дисперсная частица на плоской поверхности монокристалла), релаксация напряжений диффузионного происхождения может осуществляться не только вглубь кристалла, но и параллельно контактной поверхности. Это приводит к формированию вблизи контакта специфических дислокационных структур (дислокационных розеток диффузионного происхождения), впервые обнаруженных и исследованных в работе. Особенностью начальной стадии формирования контакта между поверхностью монокристалла и дисперсной частицей является то, что вокруг последней образуются извилистые линии скольжения, характерные для изотропных материалов и определяемые контурами сдвиговых напряжений. Заметим, что такая картина не свойственна ЦГК кристаллам, деформированным сосредоточенной нагрузкой при комнатной температуре, когда направление линий скольжения задается кристаллографией скольжения в монокристалле-подложке. С целью выяснения общности и различия в картине релаксации напряжений для исследования были выбраны пары с разным типом диаграмм состояния, различным соотношением между коэффициентами теплового расширения и парциальными коэффициентами диффузии. В одних из них (КСI — KBr) компоненты неограниченно растворимы, в других (КСI — NaCl) формируется раствор, распадающийся при охлаждении, в третьих (крупинки Pb, Sn, Ni на подложках монокристаллов KCl, NaCl, LiF) — очень малая растворимость компонентов.

Независимо от выбора веществ пары качественно вид дислокационных розеток на данной поверхности монокристалла подобен и определяется видом напряженного состояния. Дислокационные розетки первого типа, состоящие из рядов краевых дислокаций, начинающихся на границе крупинки, и винтовых дислокаций, образующих характерный извилистый контур, формируются при плосконапряженном состоянии, когда глубина диффузионной зоны λ_d значительно меньше линейных размеров области контакта r . В случае объемнонапряженного состояния ($\lambda_d \cong r$) наблюдаются розетки второго типа: ряды краевых дислокаций, как и в случае розеток

первого типа, и окаймляющие крупинку на некотором расстоянии от нее параллельные ряды винтовых дислокаций. Изучение дислокационной структуры на плоскости, перпендикулярной той, на которой лежит дисперсная крупинка, показало, что в розетках первого типа дислокации распространяются на глубину меньше 1 мкм, в то время как в розетках второго типа непосредственно под крупинкой обнаруживается дислокационная структура, характерная для образцов бутербродного типа. Вблизи крупинки видны линии скольжения, распространяющиеся на расстояния, превышающие линейные размеры крупинки — как наблюдается в розетках укола. Принципиальное отличие в формировании напряжений при индентировании и при диффузионном образовании контакта в том, что в первом случае напряжения создаются достаточно быстро, а во втором — напряжения нарастают постепенно по мере увеличения концентрации атомов вещества крупинки в подложке. Вследствие последнего обстоятельства, а также из-за того, что контакт создается при повышенных температурах, роль диффузионных механизмов переноса массы в релаксационных процессах должна быть определяющей. Создание напряжений в области контакта, по-видимому, соответствует самому медленному из возможных способов "мягкого" индентирования, когда вещество в контакт постраивается (выносится) поатомно.

Заметим, что тип дислокационных розеток на плоскости $\{001\}$ исследованных нами щелочногалоидных кристаллов качественно подобен у всех выбранных пар при соответствующих температурах и временах отжига, когда толщины диффузионной зоны одинаковы, т.е. он не зависит от взаимной растворимости компонентов, а определяется видом напряженного состояния. При одинаковых толщинах диффузионной зоны $\lambda_d(T,t)$ тип дислокационных розеток не изменяется, однако, с повышением температуры наблюдается размытие контуров розеток обоих типов, состоящих из винтовых дислокаций. По виду дислокационных розеток на заданной поверхности монокристалла можно судить о сравнительной диффузионной подвижности, во-первых, атомов данного вещества (крупинки) в разных кристаллах и, во-вторых, атомов различных примесей в данном кристалле-подложке. Проведенный в работе анализ сил, действующих на дислокации, и распределения напряжений под контактом и в непосредственной близости от него позволил объяснить структу-

ру дислокационных розеток обоих типов и механизм их формирования. Если диффузия в подложку происходит в условиях недоусыщения, когда возможно испарение вещества подложки, вблизи контакта в процессе диффузии формируется специфический рельеф, дающий возможность визуализировать картину распределения напряжений.

Другим механизмом релаксации напряжений диффузионного происхождения в геометрии крупинка - массивный монокристалл является образование трещин, локализация которых также определяется видом напряженного состояния. Наблюдались три типичных вида трещин в подложке: непосредственно в области контакта перпендикулярные и параллельные его поверхности, а также трещины, окаймляющие крупинку. Трещины образуются только тогда, когда в подложке действуют растягивающие напряжения.

Анализ взаимодействия полей упругих напряжений в ансамбле дисперсных частиц на поверхности чужеродного монокристалла, например, в островковых пленках, теоретически и экспериментально исследованного в работе, позволяет предсказать особенности релаксации напряжений в подложке и повлиять на нее, варьируя расположение дисперсных частиц. Релаксация напряжений с образованием дислокационных розеток и трещин под контактом и вблизи него, взаимодействие полей упругих напряжений в ансамбле дисперсных частиц может оказать влияние на условия получения и эксплуатационные свойства дегалей плат микроэлектроники, а также определить физико-механические свойства твердотельных островковых пленок на чужеродных подложках при различных их применениях, особенно в области повышенных температур.

В заключении суммированы основные результаты, полученные в работе:

1. Оценены характерные времена основных релаксационных процессов, их зависимость от констант материала и параметров дислокационной структуры. Построена и проанализирована система кинетических уравнений, описывающая поведение неупорядоченного ансамбля дислокаций в процессе высокотемпературного отжига как при наличии внешних напряжений, так и в их отсутствие. Экспериментально показано, что монотонное уменьшение внутренней энергии деформированного кристалла может происходить на фоне немонотонного изменения основных параметров дислокационной структуры: плотности одиночных дислокаций, количе-

ства целых и незавершенных границ, их суммарной протяженности, суммарного числа дислокаций в целых и незавершенных границах. Количественное экспериментальное исследование указанных величин подтвердило динамический характер дислокационной структуры при отжиге. Экспериментально и теоретически исследован эффект "самопроизвольного" диффузионного разгибания предварительно изогнутых тонких пластинок из щелочногалоидных монокристаллов NaCl, KCl и KBr; выяснен механизм и проведена оценка кинетики разгибания. Впервые исследован эффект упорядочения ансамбля сидячих дислокаций, полученных по предложенной в работе термомеханической обработке ЩГК с решеткой типа NaCl. При изучении процесса полигонизации в кристаллах с ограниченной подвижностью дислокаций (примесные кристаллы при наличии ансамбля сидячих дислокаций) обнаружен эффект образования вблизи формирующихся границ "корок" - областей, свободных от одиночных дислокаций.

2. Обнаружен эффект россыпи на одиночные дислокации малоугловых дислокационных границ, являющийся существенной характерной чертой дислокационной подсистемы для кристаллов с различным типом связи и во многом определяющий поведение кристаллов при отжиге, в частности, обеспечивая ресурс высокотемпературной ползучести. Впервые установлены очаги россыпи малоугловых дислокационных границ: крестообразные, Y- и И-образные стыки границ, асимметричные участки наклонных границ; экспериментально и теоретически исследована их устойчивость.

3. Показано, что эффект анизотропии скорости деформации при высокотемпературной ползучести ЩГК с решеткой типа CsCl (CsJ-Tl) является следствием различных механизмов переноса массы в случаях разной ориентации монокристаллов по отношению к внешней растягивающей нагрузке: диффузионного роста и растворения межузельных и вакансионных петель (ориентация $\langle 100 \rangle$) и скольжения дислокаций (ориентация $\langle 110 \rangle$). Особенности высокотемпературной деформации указанных кристаллов обусловлены наличием в них трех взаимноортогональных направлений векторов Бюргерса ($\{110\}\langle 100 \rangle$) в системах легкого скольжения. Анализ зависимости скорости ползучести от температуры и величины внешних напряжений позволил сделать вывод о том, что в кристаллах CsJ-Tl при $T \approx 480^\circ\text{C}$ происходит смена системы легкого скольжения.

4. Установлено, что преимущественным механизмом ползучести ВПП Cu, Ni и Fe в условиях одновременного действия одноосных растягивающих напряжений и внутренних напряжений капиллярного происхождения, когда проявляется эффект “нулевой” ползучести, является взаимное проскальзывание порошинок друг относительно друга, сопровождаемое пластическим смятием и диффузионным сглаживанием неровностей на контактных поверхностях порошинок, контролируемым коэффициентом граничной диффузии. Величина реальных напряжений, вызывающих проскальзывание, может значительно превышать величину извне приложенных напряжений из-за пятнистого контакта между взаимно смещающимися порошинками.

5. Реологическое описание ползучести ВПП совместно с экспериментальными данными по исследованию эффекта “нулевой” ползучести (при $\sigma = \sigma^*$) и изменению структуры прессовок в процессе деформации позволило предложить методику отдельного определения коэффициентов сдвиговой и объемной вязкости, их зависимости от времени и величины внешних напряжений и объяснить немонотонный характер изменения пористости с ростом величины внешних напряжений.

6. Показано, что изменение пористости прессовки в процессе ползучести зависит от величины внешних напряжений, а именно: при $\sigma < 3\sigma^*$ пористость уменьшается, но тем меньше, чем выше уровень внешних напряжений; при $\sigma > 3\sigma^*$ пористость начинает расти. При $\sigma \approx 3\sigma^*$, несмотря на деформацию прессовки, уровень пористости долгое время сохраняется. Установлено, что время до разрушения определяется скоростью деформационного роста пор.

7. При исследовании спекания и ползучести прессовок из смесей порошков различных материалов (металлов, окислов, солей) в условиях, когда уменьшение поверхностной энергии происходит одновременно с выравниванием концентрации компонентов, было установлено, что общей характерной чертой кинетики процесса является немонотонность уплотнения, обусловленная эффектами, сопутствующими гомогенизации. Особенности кинетики проявляются в специфике компонентов пары: соотношении между парциальными коэффициентами диффузии, поверхностными энергиями и размерами атомов, типе диаграмм состояния, устойчивости соединений в условиях эксперимента. Оценены величины капиллярных напряжений и напряжений диффузионного происхождения, прояв-

ляющих себя при ползучести в условиях формирования твердого раствора.

8. Установлено, что при переходе через температуру распада (KCl-NaCl, Pb-Sn), когда однородность сплава нарушается, изменяются механизмы ползучести и величины эффективных энергий активации процесса деформации.

9. Показано, что процесс диффузионной гомогенизации в неоднородных материалах и сопутствующие ему эффекты определяются граничными условиями протекания диффузии, в частности, геометрией и линейными размерами области контакта компонентов, от которых зависит как уровень возникающих в процессе диффузии внутренних напряжений и их распределение, так и возможности и способы релаксации этих напряжений. Следствием особенностей распределения напряжений при различных граничных условиях фазообразования являются специфические эффекты: макроскопический изгиб тонких монокристаллических пластинок при односторонней диффузии; образование пор в образцах "замкнутой" формы в компоненте с меньшим парциальным коэффициентом диффузии и увеличение объема френкелевской пористости по сравнению с плоскопараллельными образцами; при ограниченной площади контакта между компонентами (дисперсная частица на плоской поверхности монокристалла), формирование специфических дислокационных розеток диффузионного происхождения и образование в области контакта трещин, перпендикулярных и параллельных плоскости контакта, а также трещин, окаймляющих дисперсную частицу. Независимо от выбора веществ пары (массивный монокристалл - дисперсная крупинка), отличающихся типом диаграмм состояния, соотношением между коэффициентами теплового расширения, упругими модулями и парциальными коэффициентами диффузии, качественно вид дислокационных розеток подобен и определяется видом напряженного состояния.

10. Проведенный анализ взаимодействия полей упругих напряжений в ансамбле дисперсных частиц на поверхности монокристалла другого сорта, позволяет предсказать особенности релаксации напряжений в подложке и повлиять на нее, варьируя расположение дисперсных частиц.

Список основных публикаций по теме диссертации

1. Мацокин В.П., Назаренко В.Г. Характерные времена релаксационных процессов в неупорядоченных ансамблях дислокаций // УФЖ. - 1983. - Т.28, N 12. - С. 1854-1861.
2. Мацокин В.П., Назаренко В.Г. Эволюция дислокационной структуры щелочногалоидных монокристаллов в режиме изотермического отжига // УФЖ. - 1984. - Т.29, N 1. - С. 75-79.
3. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. Об эффекте россыпи дислокационных границ при высокотемпературном отжиге кристаллов под напряжением // ФТТ. - 1966. - Т.8, в.9. - С. 2558-2565.
4. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Каролинский А.М. Исследование очагов россыпи дислокационных границ в щелочногалоидных кристаллах // УФЖ.-1971.-Т.16, N 4.- С.539-546.
5. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. Исследование дислокационных процессов при ползучести деформированных монокристаллов KCl и NaCl в режиме нагрева // ФТТ.- 1968. -Т.10, в.8.- С.2376-2380.
6. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. Исследование дислокационных эффектов при отжиге изогнутых щелочногалоидных кристаллов по методу Фудживара //ДАН СССР.-1968.- Т.182, N 5.- С.1055-1058.
7. Мацокин В.П. Релаксация избыточной энергии дислокационной подсистемы в деформированных щелочногалоидных монокристаллах //УФЖ.-1976.- Т.21, N 10.- С.1740-1742.
8. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. Об эффекте "самопроизвольного" диффузионного разгибания изогнутых кристаллов //ФТТ.-1969.- Т.11, в.5.- С.828-830.
9. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. Исследование "самопроизвольного" диффузионного разгибания изогнутых кристаллов //УФЖ .-1969.- Т.14, N 3.- С.431-438.
10. Мацокин В.П. Об устойчивой дислокационной структуре в кристаллах с решеткой типа NaCl //УФЖ.-1969.-Т.14, N 6.- С.1032-1037.
11. Мацокин В.П., Назаренко В.Г. Особенности эволюции дислокационной структуры при отжиге деформированных монокристаллов// Известия РАН. Серия физическая.-1995.-Т.59, N 10.- С.55-59.
12. Matsokin V.P., Kibets V.I., Maznichko A.B. Peculiarities of High-temperature Strain of CsJ Scintillation Single Crystals //Functional materials.-1994.- V.1, N 1.- P.68-74.
13. Ползучесть пористых прессовок под действием одноосных растя-

- гивающих напряжений в режиме нагрева. I. Механизм ползучести высокопористых прессовок / Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Плужникова Д.В., Хуссейн Ф. // Порошковая металлургия. - 1986. - N 11. - С.13-19.
14. Ползучесть пористых прессовок под действием одноосных растягивающих напряжений в режиме нагрева. II. Взаимосвязь усадки и одноосной ползучести / Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Плужникова Д.В., Хуссейн Ф. // Порошковая металлургия. - 1987. - N 2. - С.39-42.
15. Дилатация пористой прессовки под действием одноосных растягивающих напряжений в изотермических условиях / Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Плужникова Д.В., Хуссейн Ф. // Порошковая металлургия. - 1989. - N 4. - С. 37-42.
16. Длительная прочность высокопористых структур / Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Плужникова Д.В., Хуссейн Ф. // Порошковая металлургия. - 1989. - N 5. - С. 48-54.
17. Гегузин Я.Е., Дзюба А.С., Мацокин В.П. О дислокационных структурах, формирующихся в зоне контакта двух монокристаллов // УФЖ. - 1984. - Т.29, N 9. - С. 1419-1423.
18. Релаксация капиллярных напряжений двойникованием / Бойко Ю.И., Емец А.К., Клиничук Ю.И., Мацокин В.П. // Порошковая металлургия. - 1982. - N 6. - С. 98-102.
19. Мацокин В.П. Двойникование как механизм рекристаллизации // Порошковая металлургия. - 1994. - N 5/6. - С. 17-20.
20. Кибец В.И., Мацокин В.П., Гедес Н. Ползучесть высокопористых железных прессовок в условиях циклических $\alpha \leftrightarrow \gamma$ превращений // Порошковая металлургия. - 1994. - N 3/4. - С. 11-16.
21. Мацокин В.П., Эккель С.В. Внутренние напряжения в процессе высокотемпературной ползучести оловянно-свинцовых сплавов // ФММ. - 1975. - Т.40, N 1. - С. 197-199.
22. Кузьмин Н.В., Мацокин В.П., Рабинович Е.М. Спекание порошков вольфрам-никель-железо // Порошковая металлургия. - 1983. - N 2. - С. 35-40.
23. Особенности фазообразования при взаимной диффузии и спекании смесей оксидов / Мацокин В.П., Богданов В.В., Воробьева И.В. и др. // Материаловедение высокотемпературных сверхпроводников. Материалы I Межгосударственной конференции. г. Харьков, 1993. - Т.2. - С. 48-49.

24. Kibets V.I., Matsokin V.P., Pluzhnikova D.V. The Regularities of Oxide and Mixture Sintering in the Process of Phase Formation // Science of Sintering. - 1994. - V. 26, N 3. - P.251-257.
25. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. О ползучести распадающихся смешанных монокристаллов //УФЖ. - 1973. - Т.18, N 12.- С. 2080-2082.
26. Мацокин В.П. Закономерности ползучести и реологическое поведение двухкомпонентных порошковых прессовок в процессе гомогенизации // Сб. н. тр.: "Физика и механика порошковых материалов. - Киев: ИПМ НАН Украины, 1993. - С. 53-65.
27. Matsokin V.P. Creep of the Cu-Ni Mixture Powder Compacts during the Solid Solution Formation // Science of Sintering.- 1996.- V. 28, N 1.- P.27-32.
28. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П. Исследование поведения дислокаций в диффузионной зоне при диффузии малорастворимых примесей //УФЖ. - 1980. - Т.25, N 4. - С. 612 - 617.
29. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Слуцкий Л.М. Об изгибании кристаллов вследствие возникновения дислокаций в диффузионной зоне //ФТТ. - 1971. -Т.13, N 5. - С. 1474-1476.
30. Гегузин Я.Е., Клиничук Ю.И., Мацокин В.П. О порообразовании в монокристалльных образцах "замкнутой" формы вследствие релаксации напряжений диффузионного происхождения //Физика и химия обработки материалов. -1979. - N 6.- С. 136-139.
31. Гегузин Я.Е., Мацокин В.П., Витарс К. Дислокационные розетки диффузионного происхождения //ДАН СССР. - 1977. - Т.237, N 1.- С. 82-85.
32. Мацокин В.П. Релаксация напряжений с образованием дислокаций и трещин при формировании контакта между разнородными кристаллами //ФТТ. - 1993. - Т.35, N 9. - С. 2455-2565.
33. Мацокин В.П. Релаксация диффузионных напряжений в контакте при спекании разнородных кристаллов //Порошковая металлургия. - 1994. - N 3/4. - С. 11-16.
34. Kaganovskii Yu.S., Lofaj F., Matsokin V.P. Visualization of the Stress Distribution around the Contact of a Disperse Particle Sintered to the Surface // Scripta Metallurgica et Materiala. - 1993. - V.28, N 9. - P. 1089-1093.
35. Мацокин В.П. Взаимодействие полей упругих напряжений в ансамбле дисперсных частиц на поверхности монокристалла //ФТТ. - 1995. - Т.37, N 4. - С. 1254-1256.

Matsokin V.P. "Dislocation and diffusion effects at high-temperature deformation of crystal solids".

The manuscript dissertation is to achieve Doctor Degree in Physical and Mathematical Science, the speciality 01.04.07 - Solid state physics. Kharkov State University. Kharkov. Ukraine. 1996.

35 scientific works are maintained. The influence of different origin internal stresses on the high-temperature deformation of the crystals with different initial structure has been studied. The dislocation and diffusion effects which take place during the deformation of a single component crystals (the tilt boundary decay, the ordering of the "sessile" dislocation ensemble, the diffusional unbending, "zero" creep) and during deformation process at phase formation (the macroscopic bending of thin plate, the crack and pore formation in "close" form samples, the creation of the dislocation rosettes of diffusion origin) have been found and investigated.

Key words: dislocation, diffusion, strain, phase formation, stress, relaxation, sub-boundary, polygonization, recrystallization, creep, sintering, porous compact.

Мацокин В.П. "Дислокаційні і дифузійні ефекти при високотемпературному деформуванні кристалічних твердих тіл".

Дисертація у формі рукопису на здобуття наукового ступеня доктора фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 - фізика твердого тіла. Харківський державний університет. Харків. Україна. 1996.

Робота ґрунтується на 35 наукових працях. Досліджено вплив внутрішніх напружень різного походження на високотемпературне деформування кристалів, що відрізняються вихідною структурою. Виявлені і досліджені дислокаційні та дифузійні ефекти, що мають місце під час деформування в однокомпонентних кристалах (руйнування дислокаційних меж, упорядкування ансамблю "сидячих" дислокацій, дифузійного розгинання, "нульової" повзучості) і деформування при фазоутворенні (макроскопічний згин тонких пластинок, формування тріщин і пор у зразках "замкненої" форми, утворення дислокаційних роіток дифузійного походження)

Ключові слова: дислокація, дифузія, деформація, фазоутворення, напруження, релаксація, дислокаційна межа, полігонізація, рекристалізація, повзучість, спікання, пориста пресовка.

HB. 30. 442

AB 31 12

439641

АВ 36.445

Подписано в печать 04.10.96г. Формат 30х21.
Тираж 100 экз. Заказ № 1245.

Отпечатано на ризографе ООО "КиПи-РИЗО".
310166, г.Харьков, пр. Ленина 17а, к. 405.