

**XVIII Петербургские
чтения по проблемам
прочности
и роста кристаллов,**

посвященные 100-летию
со дня рождения
члена-корреспондента АН СССР
профессора А.В.Степанова

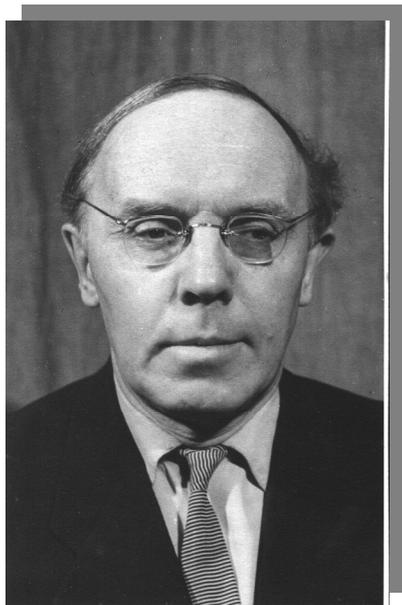
*21-24 октября 2008 г.
Санкт-Петербург*

Сборник
материалов

Часть I



Санкт-Петербург, 2008



А. В. СТЕПАНОВ И ЕГО МЕТОД

Говорить и писать об Александре Васильевиче Степанове (1908–1972) трудно, как о всяком талантливом ученом с широким кругом интересов. И все-таки очень хочется рассказать о нем и как об ученом, и как о человеке, ибо эти две его стороны были нераздельны. За какое бы дело он ни брался, его подход к нему всегда был оригинальным и необычным. Удивительно, что еще 15-летним юношей в своем дневнике он писал, что, выбирая себе профессию, он просит Бога помочь ему, так как не знает, чему себя посвятить, что ему одинаково интересны и математика, и физика, и биология, и музыка. И действительно, его талант

мог бы проявиться в любой области. Его выбор пал, однако, на физику, с которой он никогда не расставался.

Вся научная деятельность А.В. Степанова была связана с Ленинградским Физико-техническим институтом, где он работал препаратором, инженером, старшим научным сотрудником, заведующим лабораторией. Одновременно он занимался преподавательской деятельностью и был сначала доцентом, а затем заведующим кафедрой теоретической физики Ленинградского Педагогического института им. А.И. Герцена. Профессор, доктор физико-математических наук, член-корреспондент Академии Наук СССР – таковы его научные звания. И при всем при этом он оставался ученым - тружеником. Приходил на работу Александр Васильевич, как правило, в 11 часов. К этому времени его сотрудникам необходимо было выполнить работы, задания намеченные им накануне. Его рабочий день был насыщен до предела. Уходил из института поздно вечером.

Мыслил А.В.Степанов масштабно, и ему всегда хотелось как можно скорее воплотить в жизнь свои планы. Многие его идеи намного опережали время. Он чем-то напоминал физика-фантаста.

Научный дар А.В. Степанова гармонично сочетался с его выдающимися личными качествами. Отзывчивый, внимательный, никогда не поднимающий голос в разговоре, какими бы острыми не оказывались затронутые в нем вопросы. Он часто напоминал, что главным достоинством человека является умение слушать собеседника и не перебивать его. Давать возможность договорить до конца. На неудобства и жалобы в командировках действовал его целительный совет: как бы мало Вы не находились в новых трудных обстоятельствах, всегда устраивайтесь так, словно Вам жить в них долго, и тогда все будет не в тягость.

Советы Александра Васильевича актуальны и ценны и сегодня: в науке особенно необходима пунктуальность и точность; в любом деле необходимо ставить точку над «и»; в работе не проходить мимо мелочей и особенностей (даже единичное наблюдение может стать открытием); не быть в работе только описывающим

результаты (как пастух в поле – вижу облака, вижу овец...), а надо искать связь между явлениями.

В жизни института всегда бывают положительные и отрицательные моменты. Александра Васильевича неоднократно постигало и то и другое. И уж с этим, как он говорил, надо смириться. Жизнь облегчается в контакте с людьми. Для поддержания контактов надо чаще встречаться. Если встретился сегодня, а потом через год, то говорить не о чем, а если через неделю, то связь налаживается, и легче находить выход из трудных ситуаций. Очень любил молодежь и принимал живое участие в веселых институтских вечерах. Всю жизнь любил спорт: судил футбольные матчи сотрудников института, неплохо играл в теннис, зимой постоянно выезжал в Кавголово кататься на слаломных лыжах, увлекался и водными лыжами. Был очень сильным. В довоенные годы на демонстрации по Дворцовой площади нес в одной руке тяжелое институтское знамя. Но, вероятно, больше всего он любил море. Почти все свои отпуска он проводил на берегу Черного моря. Не случайно, в мае 1972 года в Ялте на набережной у моря внезапно оборвалась его жизнь.

Говорят, что «большое видится на расстоянии». В полной мере это относится к А.В.Степанову. Сейчас многие его идеи интенсивно воплощаются в жизнь, другие же ждут своего решения.

Научную и практическую деятельность А.В.Степанова можно условно разделить на два направления, которые взаимосвязаны:

- Основы практической прочности кристаллов.
- Новый способ выращивания профилированных кристаллов и изделий.

1. Практическая прочность кристаллов

Работая над проблемой прочности и пластичности твердых тел, А.В.Степанов в 1933–34 гг. показал, что очаги «хрупкого» разрушения возникают в кристалле в процессе нагружения за счет пластической деформации, которая, хотя бы в самой ничтожной степени, всегда предшествует излому. Эта идея А.В.Степанова в свое время не встретила одобрения среди ученых, поскольку считалось, что трещины, приводящие к «хрупкому» разрушению, существует в кристалле на его поверхности еще до нагружения образца. Представление о том, что сама пластическая деформация, упрочняя материалы, одновременно подготавливает условия для разрушения, противоречило установившимся тогда понятиям и воззрениям. Ныне эти положения лежат в основе дислокационных теорий, доказывающих важную роль пластической деформации в разрушении кристаллов. Эти научные основы, заложенные А.В. Степановым, получили практическое развитие. В последние годы получили развитие работы по созданию прозрачных защитных высокопрочных систем. Установлено, что при быстропотекающих процессах высокоскоростного соударения твердых хрупких тел, в зоне контакта реализуется и твердость, и пластическая деформация.

А.В.Степанова нельзя было назвать узким специалистом в области физики твердого тела. Перечислить все сделанные им открытия в короткой заметке просто невысказимо. Изучая пластическую деформацию ионных кристаллов, он открывает эффект электризации полос скольжения. И вот в научной литературе появляется «Эффект Степанова».

В институте сохранился колокольчик, которым академик А.Ф.Иоффе, основатель и первый директор Физико-технического института, извещал о начале заседаний ученого совета. Колокольчик был изготовлен А.В.Степановым в 1934 году из хлористого серебра. Этот уникальный прозрачный металл был открыт им при изучении механических свойств кристаллов. Позднее, кристалл хлористого серебра получил большое применение при разработке новых поляризационно-оптических методов исследования напряженных состояний кристаллических, поликристаллических и анизотропных сред.

И увлечение биологией в юности тоже не прошло даром для А.В. Степанова. Он развивает учение о разрушении композиционных материалов, рассматривая их как периодические неоднородные структуры. Здесь им проделана большая работа по изучению механических свойств дерева и костей, которые, несмотря на свое неоднородное пористое строение, имеют высокие механические свойства. Степанов видит причину этого в своеобразной тончайшей структуре этих материалов, порождающей анизотропию упругости и прочности. Анизотропия механических свойств может привести к затруднению развития разрушений в некоторых направлениях и, тем самым, создать предпосылки для реализации более высоких прочностей. Сегодня эти положения реализуются при разработке новых композиционных материалов.

Загадочно, что спустя пол века, идеи А.В.Степанова о композитах объединились с его же идеей выращивания композиционных материалов на основе предложенного самим Степановым метода выращивания профилированных волокон из расплава. Действительно, уникальна судьба «степановского наследия в композитоведении» (С.Т. Милейко. Изв. РАН сер. физ. Т. 63, № 9 19099, С. 1866-1871).

Мало кому известна теоретическая работа А.В. Степанова о свойствах кристаллов с гипотетическими плотноупакованными структурами. В ней он впервые выдвигает фантастическую идею о создании сверхтвердых материалов на основе водорода, углерода и других веществ, механические и термические свойства которых превосходят характеристики обычного алмаза примерно в таком же отношении, как, например, механические свойства обычного алмаза превосходят свойства каменной соли. Эта идея и сегодня кажется невыполнимой. Но ведь многие догадки, например Жюль Верна, также казались невероятными в свое время.

Сегодня пионерские работы А.В. Степанова развились в целые научные направления, развиваемые его учениками, среди которых следует назвать С.П. Никанорова, О.В. Клявина, Б.К. Кардашева. К их числу относятся исследования упругих и неупругих свойств кристаллов, изучение механических свойств твердых тел при гелиевых температурах. Сейчас эти работы приобретают особую актуальность в связи с освоением космоса. Школой А.В. Степанова внесен большой вклад в развитие дислокационных представлений природы твердых тел.

2. Способ Степанова

Даже если бы Александр Васильевич выполнил только то, о чем писалось выше, он бы вошел классиком в физику. И все же любимым детищем А.В. Степанова с довоенных времен и до конца его жизни оставался способ получения изделий непосредственно из расплава. Сегодня этот способ в научной литературе известен как «Способ Степанова».

Сохранился научно-популярный фильм «Способ Степанова», получивший премию на фестивале в Болгарии в 1960 году. На киноленте зафиксирован интересный эпизод. А.В.Степанов наблюдает за движением водомерки по поверхности воды. Водомерка держится на воде и передвигается по ней за счет сил поверхностного натяжения. Вот эти-то силы и лежат в основе способа капиллярного формообразования.

Новый принцип формообразования кристаллов формулировался Степановым так: «Форма или элемент формы, которую желательно получить, создается в жидком состоянии за счет различных эффектов, позволяющих жидкости сохранить форму; затем эта форма, или ее элемент, переводится в твердое состояние в результате подбора соответствующих условий кристаллизации». Метод Степанова отличается от других методов кристаллизации наличием в нем нового элемента – формообразователя, создающего жидкий столбик в свободном состоянии, используя поверхностные свойства самого расплава. Различные формы кристаллических изделий со сложным поперечным сечением, с заданными геометрией и размерами, получаются, благодаря

кристаллизации сформированного формообразователем жидкого столбика. На данный момент можно считать, что в этом случае кристаллизация осуществляется в наиболее контролируемых условиях из всех известных.

Идеи и работы А.В.Степанова по кристаллизации открыли для нас мир профилированных кристаллов и изделий и привели к созданию индустрии их производства.

А начинались они в Педагогическом институте им. А.И. Герцена на алюминии и его сплавах. (А.С. Костыгов, Б.Н. Корчунов, В.А. Татарченко, В.В. Пеллер и др.). Позднее они были перенесены в ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН. В 1972 г. по решению Президиума АН СССР был создан сектор выращивания профилированных кристаллов и изделий (С.П. Никаноров), а координационная и организационная работа в этой области возложена на ФТИ им. А.Ф. Иоффе. Казалось, что внедрение должно пойти быстро, ибо изделия столь сложной формы просто невозможно получить существующими методами. Правда, прочностные характеристики можно улучшить за счет оптимизации конструкции изделия. Скорость процесса невелика, но зато отсутствуют промежуточные этапы. Но самым трудным оказалось преодолеть устоявшиеся традиции. Для прежних методов уже имеется большой парк готового оборудования и рабочие кадры. А для способа Степанова все это нужно создавать. И, тем не менее, получены обнадеживающие результаты внедрения металлических изделий, прежде всего, в теплоэнергетику. Перспективными оказываются сплавы алюминий–кремний и новые композиционные соединения.

Работы по выращиванию профилированных монокристаллов были начаты на германии аспирантом С.В. Цивинским. Им была выполнена прекрасная кандидатская диссертация и впервые получены и исследованы ленточные кристаллы.

В дальнейшем в ФТИ был выполнен большой цикл исследований закономерностей образования формы и структуры профилированных кристаллов германия, антимонида индия, кремния, фторидов лития и кальция, лейкосапфира и сплавов с памятью формы. (Исследование экспериментальных закономерностей - П.И. Антонов, С.И. Бахолдин, В.М. Крымов, Ю.Г. Носов; теоретические исследования и численное моделирование – Э.А. Тропп, В.С. Юфев и др.). Были разработаны новые варианты способа Степанова, основанные на принципе, сформулированном самим Степановым – кристаллизация из элемента формы (GES метод), а также вопросы одновременного управления формой, структурой и качеством выращиваемых кристаллов.

Позднее учеником Степанова В.А. Татарченко работы по выращиванию профилированных изделий были перенесены в Институт Физики Твердого Тела Академии наук. Там были продолжены исследования по капиллярному формообразованию и устойчивости процесса, разработке новых вариантов.

Были развиты работы по вариационному формообразованию. Развитие GES метода, названное локальным формообразованием, позволило получить изделия из лейкосапфира сложной формы (полусферы). Примечательно, что в Черноголовке создан завод Экспериментального приборостроения, где было организовано производство специализированного оборудования для способа Степанова, налажено опытно-промышленное производство профилированных кристаллов лейкосапфира и создана технология группового выращивания на основе автоматизации процесса (В.А. Бородин и др.).

Чрезвычайно интересным и важным для выращивания монокристаллов лейкосапфира оптического качества, сложной формы и большого поперечного сечения, явился вариант некапиллярного формообразования (NCS), предложенный В.Н. Курловым. В этом варианте, в отличие от EFG варианта, отсутствует подъем жидкого расплава по капилляру, т.е. классический вариант способа Степанова, но только применяется смачиваемый расплавом формообразователь. Им же была разработана

технология получения пространственных слоистых структур переменного состава на основе лейкосапфира.

А.В. Степанов понимал, что внедрение способа на промышленные предприятия должно идти через специализированные научно-исследовательские институты. Одним из первых был Всесоюзный научно-исследовательский институт электротермического оборудования (ВНИИЭТО). Внедрение способа Степанова для производства стержней германия в промышленных условиях производилось на Запорожском Титано-магниево-комбинате. Эта цепочка была завершена организацией производства германиевых транзисторов из профилированных кристаллов на Воронежском заводе полупроводниковых приборов.

Производство солнечных преобразователей на основе ленточных кристаллов кремния было организовано на НПК "Сатурн" в г. Краснодаре..

Работами по выращиванию профилированных кристаллов лейкосапфира занимался ряд организаций: НПО "Луч" (Подольск), НПО "Элма" (Зеленоград). ВНИИ Монокристаллов (Харьков) внес значительный вклад в развитие способа Степанова и организовал изготовление медицинских изделий из профилированного лейкосапфира.

Мировой всплеск работ, посвященных выращиванию и изучению профилированных монокристаллов лейкосапфира, начался с сообщений Ла-Белле и Млавского в 1971 г. во Франции на Международной конференции по росту кристаллов. Предложенный ими вариант EFG, который фактически явился одним из вариантов способа Степанова, оказался чрезвычайно удобным для выращивания профилированных кристаллов лейкосапфира, когда материалом формообразователя служил молибден, хорошо смачиваемый расплавом лейкосапфира, а расплав постоянно поступал из тигля к сформированному столбу расплава за счет подъема по капилляру.

А.В. Степанов первый увидел большое будущее возможностей получения профилированных изделий. Здесь и экономия материала, автоматизация процесса, новые конструкционные материалы. Не случайно его книга, изданная в СССР в 1963 году, называлась «Будущее металлообработки». Сегодня, как и в будущем, на основе способа Степанова расширяется как номенклатура материала, так и сферы применения профилированных кристаллов и изделий.

Но внедрение способа шло нелегкими путями. Многие отрицали его новизну. Хотя заявка на авторское свидетельство была подана А.В. Степановым еще до войны, только в 1956 году ему было выдано первое авторское свидетельство на получение полупроводниковых кристаллов, а лишь после смерти А.В. Степанова в 1972 году – на сам способ (с приоритетом 1941 года).

Развитию своего способа А.В.Степанов уделял большое внимание. По его инициативе, начиная с 1967 года, регулярно проводились Всесоюзные совещания по получению профилированных кристаллов и их применению в народном хозяйстве. Работы по получению профилированных монокристаллов нашли отражение в отдельном выпуске журнала *J. Crystal Growth* (1980 г.). Способу Степанова был посвящен также ряд монографий. В Венгрии, в 1986 и в 1989 гг. состоялись Международные конференции по выращиванию профилированных монокристаллов.

С 2000 года на Международных конференциях по росту кристаллов в Москве, постоянно работает секция «Профилированные кристаллы». Последнее совещание по способу Степанова состоялось в 2003 году, как всегда в Санкт-Петербурге, в Физико-техническом институте им. А.Ф.Иоффе РАН. Как и прежде, благодаря большой работе редакторского коллектива, материалы всех совещаний публикуются в журналах Известия РАН, серия физическая. Всего издано 17 номеров журнала. Они составляют «Золотой фонд» способа Степанова.

ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Фадин Ю. А., Киреенко О. Ф., Крымов В. М., Никаноров С. П.

Институт проблем машиноведения РАН, г. Санкт-Петербург, Россия,

fadin@wear.ipme.ru

Физико-технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия,

V.Krymov@mail.ioffe.ru

Неметаллические материалы все шире используются для различных применений. Особенно часто используются материалы на основе оксидов. Первое место среди них по разнообразию областей применения и по объемам производства занимает оксид алюминия. В последние годы все большее внимание уделяется его трибологическим свойствам. Из него изготавливают упорные подшипники к часам и к погружным насосам; он используется в суставах [1] и зубных протезах; в качестве покрытий работает во многих деталях в условиях трения при высоких температурах, является наполнителем для многих композиционных материалов, в том числе, тормозных. Способ Степанова позволяет получать изделия из монокристаллического оксида алюминия в форме труб, стержней и пластин, что расширяет сферы применения этого материала. Очевидно, что монокристалльные материалы, обладая анизотропией механических свойств, будут обладать по сравнению со спеченными поликристаллическими материалами более разнообразным спектром трибологических свойств. Однако по литературным данным, монокристалльные материалы в трибологическом отношении изучены значительно слабее, чем поликристаллические.

В настоящем докладе приводятся результаты определения коэффициента трения и относительной интенсивности изнашивания для оксида алюминия, полученного по способу Степанова. Эксперименты по трению проводились на установке, работающей по схеме палец-диск. Исследовалось сухое трение, трение в воде и трение в индустриальном масле И40. Износ определялся с помощью взвешивания образцов. Изучались образцы монокристаллического оксида алюминия, поверхности трения, в которых совпадали с кристаллографическими поверхностями $\{0001\}$, $\{11\bar{2}0\}$, $\{01\bar{1}2\}$. В процессе исследования испытывались различные трибологические пары, в которых трение осуществлялось как между одинаковыми кристаллографическими поверхностями оксида алюминия, так и между разными. Большой практический интерес представляет трение оксида алюминия в смешанных парах с другими материалами. Такие эксперименты проводились при трении оксида алюминия в парах со сталью 45, с нержавеющей сталью X12, с титановым сплавом ВТЗ-1, с полиэтиленом со сверхвысоким молекулярным весом, с поликристаллической оксид-алюминиевой керамикой ХС-22. Результаты некоторых испытаний по определению коэффициентов трения показаны на рис.1 и рис.2., а по определению износостойкости монокристаллов оксида алюминия приведены в таблице.

Обнаружено существенное влияние кристаллографической ориентации монокристаллов оксида алюминия и состава среды испытания на величину коэффициента трения и износа. Трение по базисной плоскости в воде для пары монокристалл-монокристалл сопровождается минимальным коэффициентом трения и минимальным износом. В таком режиме наблюдается исключительно высокая износостойкость близкая к 10^{11} .

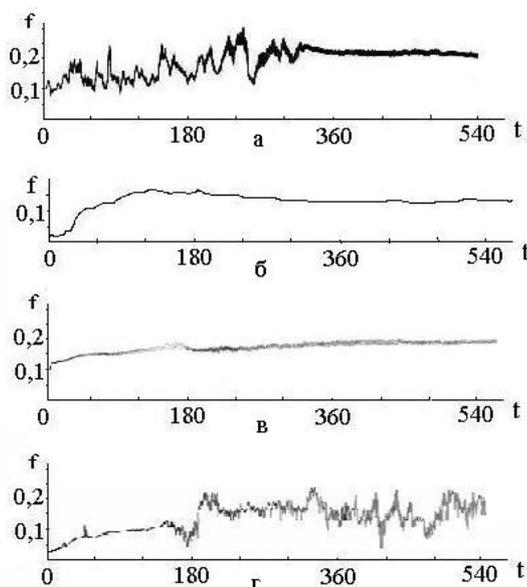


Рис. 1. Кинетика изменения коэффициента трения пары оксид алюминия-оксид алюминия без смазочного вещества. Давление 2.2 МПа, линейная скорость скольжения 0,09 м/с. а) плоскость базиса, б) призматическая плоскость, в) ромбоэдрическая плоскость, г) контакт поликристаллической керамики ХС-22. (Время в секундах)

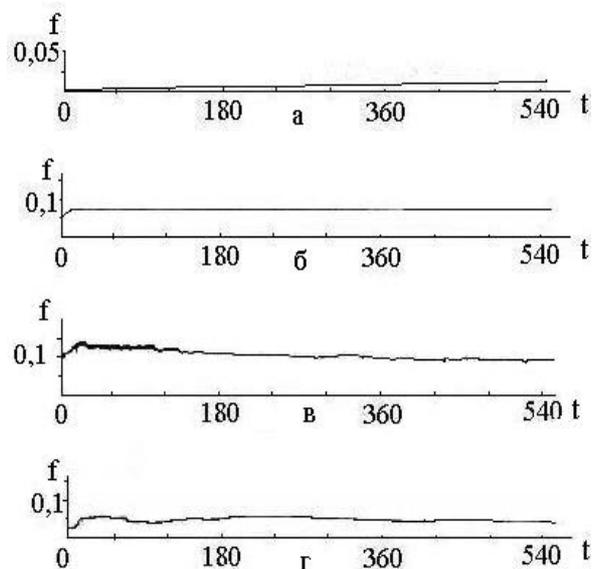


Рис. 2. Кинетика изменения коэффициента трения пары оксид алюминия-оксид алюминия в воде. Давление 2.2 МПа, линейная скорость скольжения 0,09 м/с. а) плоскость базиса, б) призматическая плоскость, в) ромбоэдрическая плоскость, г) контакт поликристаллической керамики ХС-22. (Время в секундах)

Таблица. Износостойкость кристаллографических поверхностей монокристаллов оксида алюминия при разных условиях испытания

Плоскость трения неподвижного Al_2O_3	Материал, плоскость трения подвижного образца	Среда	Износостойкость, отн. ед.
Базисная, $\{0001\}$	$Al_2O_3, \{0001\}$	Без смазки	$3 \cdot 10^6$
Призматическая, $\{11\bar{2}0\}$	$Al_2O_3, \{11\bar{2}0\}$	Без смазки	10^7
Ромбоэдрическая, $\{01\bar{1}2\}$	$Al_2O_3 \{01\bar{1}2\}$	Без смазки	$2 \cdot 10^8$
Базисная, $\{0001\}$	$Al_2O_3 \{0001\}$	Вода	$9 \cdot 10^{10}$
Призматическая, $\{11\bar{2}0\}$	$Al_2O_3 \{11\bar{2}0\}$	Вода	$3 \cdot 10^8$
Ромбоэдрическая, $\{01\bar{1}2\}$	$Al_2O_3 \{01\bar{1}2\}$	Вода	$4 \cdot 10^8$
Базисная, $\{0001\}$	Сталь, X12	Без смазки	$3 \cdot 10^7$
Призматическая, $\{11\bar{2}0\}$	Сталь, X12	Без смазки	10^8
Ромбоэдрическая, $\{01\bar{1}2\}$	Сталь, X12	Без смазки	$2 \cdot 10^7$

Для хрупких материалов, работающих в условиях переменных нагрузок, усталостные свойства становятся определяющими в оценке ресурса по долговечности. В данной работе была проведена сравнительная оценка усталостной прочности монокристаллов и поликристаллов оксида алюминия. Известно, что при трении двух поверхностей выступы, имеющиеся на каждой поверхности, внедряются в противоположную плоскость. При наличии большого числа выступов на обеих поверхностях контакта материал может довольно быстро достигать значений предела усталости, что, в конечном счете, приводит к образованию подповерхностных и поверхностных трещин и отделению частиц износа. Количество ударов необходимых для отделения частицы можно оценить по данным акустической эмиссии. Основу метода составляет специальная процедура отбора сигналов ответственных за износ [2].

Анализ данных акустической эмиссии показывает, что отделение вещества начинается не сразу, а только через некоторое время после начала трения (инкубационный период). Зная это время можно оценить общий путь трения и среднее количество шероховатостей на этом пути (по данным профилометрии), и в итоге, подсчитать общее количество ударов (циклов сжатие-растяжение), которые вызывают разрушение поверхностной шероховатости. Данные о размерах шероховатостей и их расположении на поверхностях образцов в исходном состоянии и после трения были получены на профилометре K201. В итоге, для монокристалла оксида алюминия в данных условиях испытания предельное количество циклов составило $\approx 5 \cdot 10^5$, а для поликристаллической керамики $\approx 10^5$. Таким образом, монокристаллический материал имеет усталостную прочность в пять раз больше, чем поликристаллический. Однако сравнение данных по изменению отношения шероховатости поверхности материалов после трения к начальной шероховатости показывает, что это отношение увеличивается для монокристалла в 15 раз, а для поликристаллической керамики примерно в 4 раза. По-видимому, разрушение поверхности монокристаллов связано с отколом довольно крупных кусков по благоприятно ориентированным кристаллографическим плоскостям. В керамике же крупность частиц износа ограничивается размерами зерен.

Список литературы

1. Волошин А.В., Литвинов Л.А., Островская Е.Л., Юхно Т.П., Тимченко И.Б. Влияние кристаллографической ориентации на трибологические характеристики монокристаллов корунда // Материалы электронной техники. 2004. №1 с.16-19.
2. Фадин Ю.А. Применение акустической эмиссии для оценки массового износа // Трение и износ. 2008, Т.29, №1, С.29-32

УДК 548.55:549.517.14

ОГРАНИЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ САПФИРА, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Носов Ю. Г., Бахолдин С. И., Крымов В. М., Антонов П. И.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия,
yu.nosov@mail.ioffe.ru

В способе Степанова управление формой растущего кристалла достигается за счет использования специального элемента – формообразователя, который формирует жидкий столб расплава с сечением, соответствующим сечению выращиваемого

кристалла. Однако для монокристаллов характерно развитие на поверхности естественных граней, которые также влияют на форму кристаллического изделия. Так, наличие плоских граней на круглом стержне – это отклонение от цилиндричности. В других случаях гранная форма является желательной, например, для базисноограниченных лент сапфира [1–2], поверхность которых образована атомно-гладкой базисной гранью $\{0001\}$. Такие кристаллические пластины могут быть использованы без какой-либо дополнительной обработки как оптически прозрачные изделия или в качестве подложек в микроэлектронике. Однако ограничение профилированных кристаллов сапфира изучено недостаточно.

В данной работе исследуется ограничение цилиндрических стержней сапфира различной кристаллографической ориентации. Целью работы было определение кристаллографических индексов проявляющихся граней, их размеров, а также зависимости ограничения от конструкции формообразователя.

Методика эксперимента. Цилиндрические монокристаллы сапфира диаметром до 10 мм выращивались в атмосфере аргона со скоростями 0.5–1.2 mm/min. Использовалась стандартная осесимметричная тепловая зона с цилиндрическим графитовым нагревателем. Тигель и формообразователь были выполнены из молибдена. Выращены кристаллы следующих кристаллографических ориентаций: $[0001]$, $[11\bar{2}0]$ и $[10\bar{1}0]$. Ориентация выставлялась с точностью нескольких минут. Ограничение боковой поверхности цилиндрических монокристаллов сапфира изучалось с помощью оптического фотогониографа [3]. Принцип действия прибора состоит в следующем (рис.1).

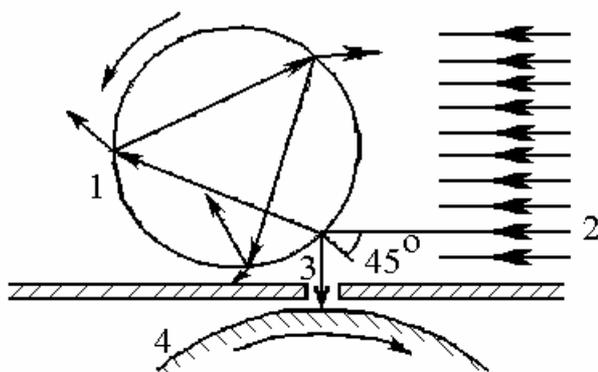


Рис. 1.

Исследуемый кристалл 1 освещается параллельным пучком света 2. Луч, падающий на поверхность кристалла под углом 45° и отражающийся от нее, попадает через щель 3 на барабан с фотобумагой 4. При синхронном вращении кристалла и барабана на фотобумаге регистрируется фотограмма боковой поверхности кристалла. Зеркальные грани, параллельные направлению вытягивания, проявляются на фотограммах в виде узких

черных полос. Ширина граней измерялась с помощью оптического микроскопа с увеличением $28\times$.

Ограничение боковой поверхности кристаллов ориентации $[0001]$, выращенных с использованием формообразователей различной конструкции. Использовались три варианта конструкции формообразователя. Все они имели внешний диаметр 9.2 мм, но отличались формой рабочей поверхности. Эта поверхность была либо плоской (ФОпл), либо имела форму конуса с углом при вершине 150° (ФО150) или 90° (ФО90). Фотограммы кристаллов сапфира, выращенных с использованием этих формообразователей, представлены на рис.2 *a, b, c*, соответственно. Использованы обозначения граней, принятые в [4]. Найдено, что в ограничении боковой поверхности принимают участие грани только трех типов: ромбоэдра r $\{10\bar{1}1\}$, гексагональной призмы a $\{11\bar{2}0\}$ и дигексагональной призмы d $\{14\bar{5}0\}$. Ромбоэдр r дает на поверхности кристалла три дорожки из наклонных ступеней, обозначенные на рис.2 как $r\bar{c}$. При переходе ФОпл \rightarrow ФО150 \rightarrow ФО90 ширина этих дорожек уменьшается 2.0-2.5 \rightarrow 1.4-1.7 \rightarrow ~1 (мм). На всех выращенных кристаллах нами обнаружено при

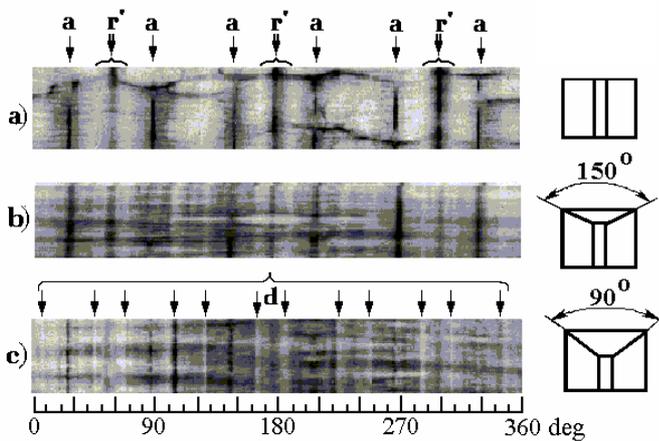


Рис. 2.

формообразователя к конусному и при уменьшении угла конуса.

Ограничение боковой поверхности кристаллов сапфира ориентаций $[11\bar{2}0]$ и $[10\bar{1}0]$. Ориентация $[11\bar{2}0]$ дает уникальную возможность сравнения роста граней c и r , поскольку в этом случае обе грани ориентированы вдоль цилиндрической поверхности кристалла и в процессе роста находятся в одинаковых капиллярных и тепловых условиях. На фотограмме кристалла этой ориентации диаметром 10 мм, (рис.3а) проявляются четко выраженные рефлекссы от двух граней базиса и двух граней ромбоэдра. Ширина этих граней оказалась различной на различных участках кристалла, но грань c всегда шире. Максимальные значения ширины составили ≈ 3 мм для грани c и $\approx 1,5$ мм для грани r , т.е., в первом приближении грань базиса в два раза шире грани ромбоэдра. На фотограмме этого кристалла наблюдается также значительное количество слабо выраженных рефлекссов. Указанные рефлекссы идентифицированы нами как принадлежащие формам $s \{20\bar{2}1\}$, $t \{40\bar{4}1\}$, $q \{20\bar{2}5\}$ и ряду ромбоэдров, не имеющих общепринятых обозначений и указанных на рис.3а цифрами: 1 – $\{40\bar{4}3\}$, 2 – $\{40\bar{4}5\}$, 3 – $\{40\bar{4}7\}$, 4 – $\{40\bar{4}9\}$, 5 – $\{10\bar{1}6\}$ и 6 – $\{10\bar{1}3\}$.

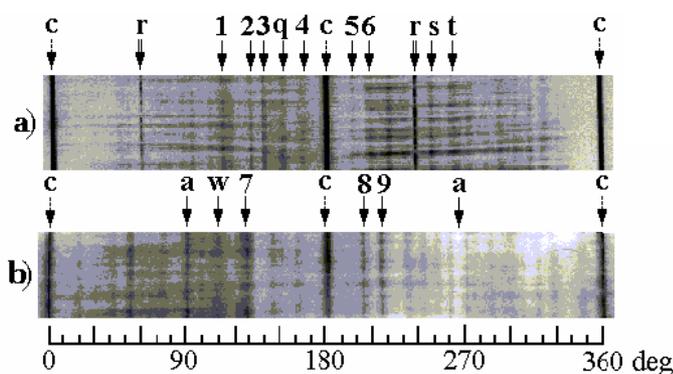


Рис. 3.

ре грани a . Как и в предыдущем случае, на фотограмме также наблюдается ряд слабо выраженных рефлекссов. В соответствии с кристаллографией сапфира, они могут принадлежать только семейству гексагональных бипирамид $\{hh2\bar{h}l\}$. На рис.3b отмечены рефлекссы $w - \{11\bar{2}1\}$, а также 7 – $\{11\bar{2}2\}$, 8 – $\{11\bar{2}6\}$ и 9 – $\{11\bar{2}4\}$, от граней пирамид, не имеющих общепринятых обозначений.

существование граней призмы a , причем ширина этих граней также убывает $0.8-0.9 \rightarrow \sim 0.3 \rightarrow 0.1-0.2$ (мм) при указанной смене формообразователей. На всех фотограммах также наблюдаются 12 слабых рефлекссов, которые по угловому положению идентифицированы как отражения от граней $d \{14\bar{5}0\}$. Ширина этих граней мала. Приведенные результаты показывают, что развитие граней зависит от конструкции формообразователя, уменьшаясь при переходе от плоского

Аналогичную возможность сравнения граней c и a дает ориентация $[10\bar{1}0]$. Исследования ограничения были выполнены на кристалле диаметром 6,4 мм. Его фотограмма приведена на рис.3b. Присутствуют грани базиса c шириной до 0,7–0,8 мм и слабые грани призмы a , ширина которых не превышает 0,1 мм. Таким образом, по огранке данного кристалла можно сделать вывод, что грань c в 7–8 раз шире грани a .

Заключение. В огранении боковой поверхности профилированных монокристаллов сапфира принимают участие, в основном, грани базиса (c), ромбоэдра (r) и призмы (a), причем по относительной ширине они могут быть выстроены в ряд $c > r > a$ в соотношении 8 : 4 : 1.

Список литературы

1. Антонов П.И., Бахолдин С.И., Крымов В.М. и др. // Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2001. № 10. С. 21-27.
2. Антонов П.И., Крымов В.М., Носов Ю.Г., Шульпина И.Л. // Изв. Акад. Наук, сер. физ. 2004. Т.68. № 6. С. 777-783.
3. Антонов П.И., Григорьев Н.С., Вахмянин Л.П. // Изв.АН СССР. Сер. физ. 1972. Т. 36. № 3. С. 501-506.
4. Рубин и сапфир. М.: Наука. 1974. 236 С.

УДК 548.55:549.517.14

ТОНКАЯ СТРУКТУРА ГРАНЕЙ МОНОКРИСТАЛЛОВ САПФИРА, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Носов Ю. Г., Бахолдин С. И., Крымов В. М., Москалев А. В.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия,
yu.nosov@mail.ioffe.ru

Известно, что при росте кристалла его кристаллографически различные грани могут иметь различный поверхностный рельеф [1, 2]. Под поверхностным рельефом обычно понимается наличие на гранях слоев (ступеней) роста различной геометрии и толщины. Применительно к сапфиру систематического изучения рельефа различных граней профилированных монокристаллов не проводилось.

В работе [3] показано, что на базисноограненных лентах $\{0001\}$ сапфира, полученных по способу Степанова, можно без дополнительной обработки выращивать слои GaN, AlGa_N, AlN методом газотранспортной эпитаксии. При этом ступени микрорельефа подложки не влияют на морфологию слоев толщиной более 10 мкм. Возникает вопрос – можно ли использовать для целей эпитаксии другие грани сапфира? Дело тут не только в других межплоскостных расстояниях и в возможности выращивания граней большой площади, но и в другом микрорельефе поверхности граней. Кроме того, изучение морфологии граней, возможного их полицентрического роста, позволяет глубже проникнуть в механизм кристаллизации и получить дополнительные данные для понимания этого процесса.

Сравнение микрорельефа различных граней проще всего проводить на кристаллах круглого сечения различной кристаллографической ориентации. В данной работе изучается тонкая структура граней базиса c $\{0001\}$, ромбоэдра r $\{10\bar{1}0\}$ и призмы a $\{11\bar{2}0\}$ на боковой поверхности кристаллов сапфира. С этой целью способом Степанова выращены цилиндрические монокристаллы сапфира диаметром 10 мм. Кристаллографические ориентации затравок выбирались таким образом, чтобы в выращенных кристаллах исследуемые грани располагались вдоль цилиндрической боковой поверхности. Кристаллы сапфира выращены в двух ориентациях: $[11\bar{2}0]$ и $[0001]$. В ориентации $[11\bar{2}0]$ вдоль цилиндрической поверхности распола-

гаются 2 грани c и 2 грани r , а в ориентации $[0001]$ – 6 граней a . Грани c и r , находящиеся на боковой поверхности кристалла сапфира ориентации $[11\bar{2}0]$, особенно удобны для сравнения, т.к. в процессе роста находятся в одинаковых тепловых и капиллярных условиях. Чтобы исключить возможное влияние ошибки ориентации затравки на огранение, использовались затравки, ориентированные с особой точностью (3-5'). Изучение тонкой структуры граней и измерение высот ступеней на них производилось с использованием интерференционного микроскопа МИИ-4 с увеличением $500\times$.

Грань базиса c . На рис.1 показана часть поперечного сечения кристалла ориентации $[11\bar{2}0]$ в области грани c и микроструктура отдельных участков поверхности.

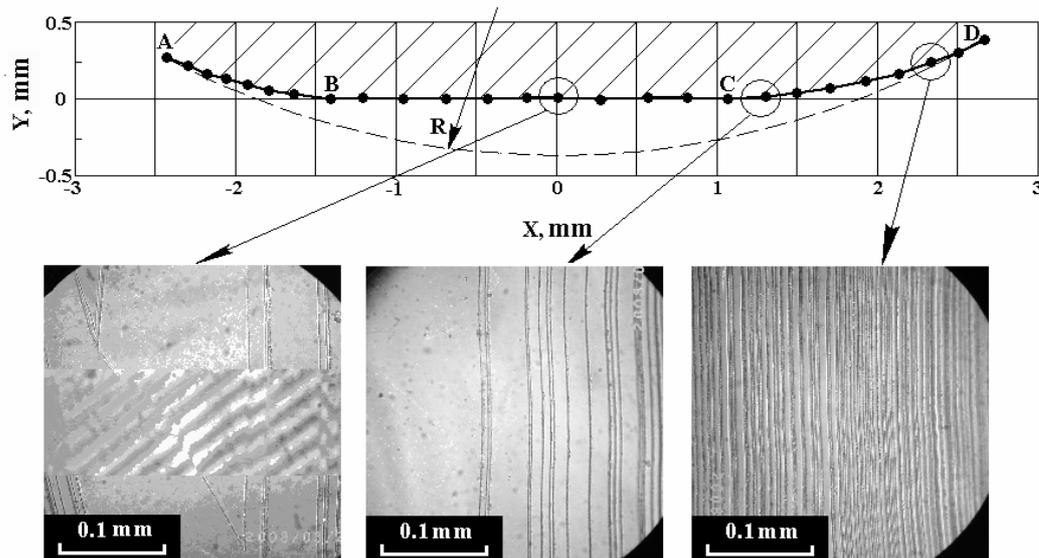


Рис. 1.

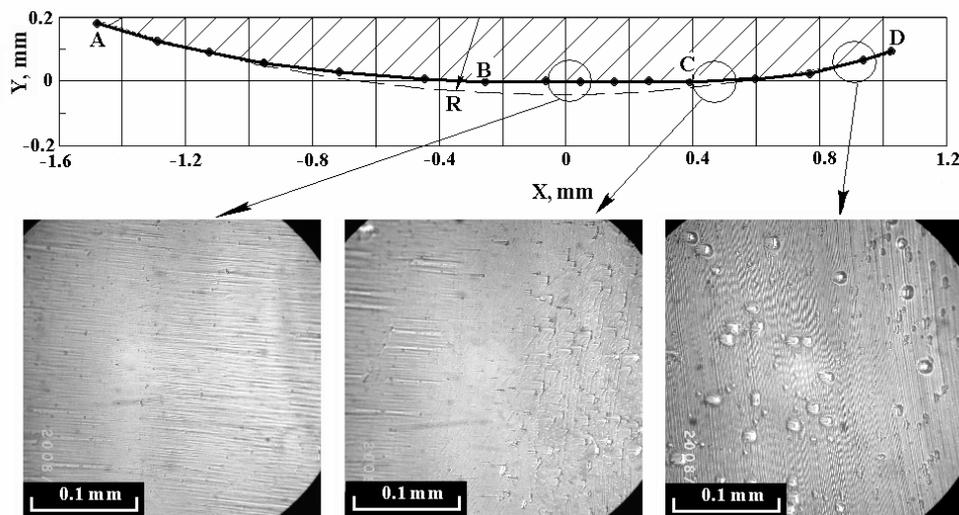


Рис. 2.

Профиль грани определен экспериментально. Видно, то в центральной части профиля имеется плоский участок BC зеркальной грани. Этот участок шириной до 3 мм может содержать отдельные ступени высотой 0.1–0.3 мкм. На краях зеркального участка плотность ступеней быстро возрастает, и грань переходит в ступенчатые поверхности AB или CD, которые постепенно выходят на круговое сечение кристалла радиуса $R = 5$ мм. Поверхности ступеней являются участками грани c .

На рис.3 приведены средний шаг Δ (кривая 1) и средняя высота ступеней h (кривая 2). Координата X отсчитывается вправо от точки C . Видим, что по мере удаления от зеркального участка грани, средний шаг ступеней падает, в то время как высота ступеней остается на одном и том же уровне 0.3–0.4 мкм.

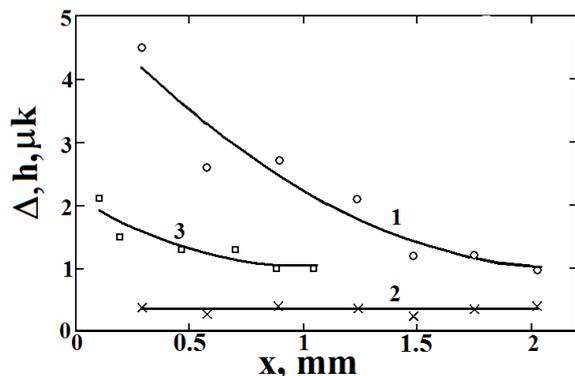


Рис. 3.

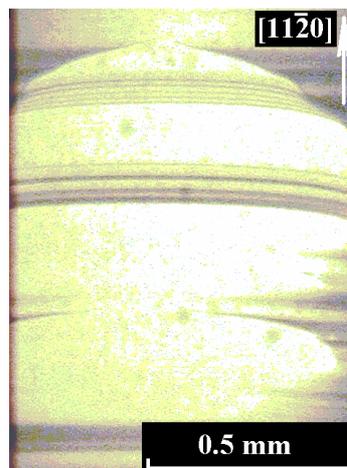


Рис. 4.

Грань призмы a . Тонкая структура этой грани изучалась на кристалле ориентации $[0001]$. Подобно грани c , эта грань также состоит из плоского и двух ступенчатых переходных участков, как показано на рис. 2. Плоская часть грани a имеет штриховку в виде горизонтальных полос с шагом около 2 мкм. Ступени переходных участков AB и CD имеют меньший шаг (рис.3, кривая 3) и более неровное очертание, чем ступени аналогичных участков грани c .

Грань ромбоэдра r . Тонкая структура грани ромбоэдра изучалась на кристалле ориентации $[11\bar{2}0]$. Грань состоит из отдельных зеркальных участков, разделенных дугообразными ступенями, обращенными выпуклостью в направлении выращивания (рис.4). Высота ступеней лежит в пределах 0.4–1.6 мкм. Более тонких слоев, в пределах разрешения оптического микроскопа, на грани r не наблюдается. Ширина этой грани меняется в значительных пределах, следуя, по-видимому, небольшим изменениям диаметра кристалла. На краях эта грань переходит в округлую неограниченную поверхность без каких-либо ступенчатых переходных участков.

Таким образом, изучение микрорельефа основных граней профилированных монокристаллов сапфира показало, что их тонкая структура существенно различается. Наиболее гладкой, с минимальной высотой ступеней является грань c . Грань a является штрихованной, а для грани r характерно наличие высоких ступеней плавного очертания.

Список литературы

1. Мокиевский В.А. // Морфология кристаллов. Докторская диссертация, Ленинградский горный институт, Ленинград, 1970, 313 С.
2. Чернов А.А., Гиваргизов Е.И., Багдасаров Х.С. и др. // Современная кристаллография. 1980. Т.3, 408 С.
3. Николаев В.И., Тимашов Р.Б., Бахолдин С.И., Крымов В.М. // Изв.Акад.Наук, сер. физ. 2004. Т.68. № 6. С. 902-906.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ВЫРАЩИВАНИЯ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА САПФИРОВЫХ СТЕРЖНЕЙ БОЛЬШОГО ДИАМЕТРА

Андреев Е. П., Сафронов Р. И., Литвинов Л. А.

Институт монокристаллов НАНУ, г. Харьков, Украина
yevgeniy.andreyev@gmail.com

Сапфировые стержни большого диаметра получают высверливанием из слитков, выращенных методом Киропулоса, или выращивают методом Чохральского. Основным достоинством этих методов является высокое структурное совершенство получаемых кристаллов. Однако, низкие скорости роста, затраты на обработку повышают себестоимость изделий из таких кристаллов.

Расширение областей использования сапфировых изделий ставит задачу не только повышения их оптических характеристик, но и снижение их себестоимости. Одним из путей решения задачи является использование метода Степанова для выращивания массивных профилей. Такие изделия могут быть использованы в качестве заготовок при изготовлении сапфировых окон, стекол для часов, медицинских имплантатов и т.п.

В [1] описан способ не капиллярного формообразования (noncapillary shaping), который позволяет получать стержни большого диаметра. Однако затравление сразу по всему периметру формообразователя и высокие радиальные скорости роста кристалла на участке разращивания не позволяют получать кристаллы высокого структурного совершенства.

Целью работы является получения методом Степанова сапфировых стержней большого диаметра оптического качества.

Кристаллы выращивались на установке индукционного типа «Кристалл – 606» в графитовой тепловой зоне в среде аргона с избыточным давлением 0,2 атм. В качестве сырья использовали сырье HPDA фирмы EMT (США).

Для управления осевым градиентом температуры и снижения термоупругих напряжений в кристаллах разработана графитовая тепловая зона модульного типа, которая состоит из основной зоны и сменных модулей. Сменные модули позволяли варьировать градиент температуры вдоль кристалла от 5 до 50 град/см. Это дало возможность получить на скоростях от 20 до 30 мм/час безблочные, свободные от газовых включений сапфировые стержни диаметром до 35 мм с толщиной приповерхностного дефектного слоя 0,05 – 0,1 мм.

Съемный формообразователь устанавливался на торец капиллярной системы и был выполнен в виде «лейки» с конусной формозадающей поверхностью (см. рис).

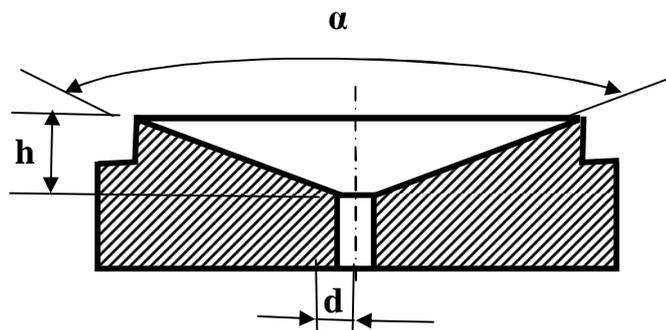


Рис. Формообразователь для выращивания сапфировых стержней

Угол раствора конуса α и его высота h (глубина «лейки») определяли форму фронта кристаллизации, а диаметр питающего канала d – количество расплава, подаваемого в зону роста. Было установлено, что оптимальными параметрами формообразователя для стержней 20 – 40 мм являются: угол $\alpha = 120 - 130^\circ$, h от 7 до 10 мм и $d = 2,5 - 3,0$ мм. При таких параметрах изменение диаметра кристалла находилось в пределах от $\pm 0,2$ до $\pm 0,5$ мм на всей его длине.

После затравления формировалась «шейка Деша». Конструкция формообразователя в виде «лейки» позволяет проводить этот прием без перегрева расплава, что улучшает структурные и оптические характеристики выращиваемого кристалла [2]. При выращивании стержней диаметром более 25 мм без подпитки тигля сырьем не удавалось после затравления получить плавное разращивание кристалла. В начальный момент вокруг затравки образуется спонтанно кристаллизующаяся корка, обусловленная быстрым отводом тепла от фронта кристаллизации через затравку. Повышение температуры расплава и/или изменение диаметра затравки давали только незначительное уменьшение размеров корки. Формирование «шейки Деша» сразу же после такого участка затравления позволяло получать безблочные кристаллы но не гарантировало сохранение кристаллом ориентации затравки. Решить проблему плавного разращивания и сохранения ориентации удалось снижением гидростатического давления в пленке расплава между фронтом кристаллизации и поверхностью формообразователя (уменьшение начальной загрузки тигля сырьем) и использование подпитки в процессе роста.

Таким образом, разработанная графитовая тепловая зона и капиллярная система дает возможность получения Методом Степанова совершенных сапфировых стержней заданной ориентации.

Список литературы

1. Kurlov V. N., The noncapillary shaping (NCS) method: a new method of crystal growth. // J. Cristal Growth, 1997, Vol. 179, P. 168 - 174.
2. Ye. P. Andreev, Ye.V. Kryvonosov, L.A. Lytvynov S.D. Vyshnevskiy. Growth of long sapphire crystals of optical quality // Functional Materials 2005, Vol. 12, №1.

УДК 536.421

ТЕРМОУПРУГИЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ТОНКИХ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ПЛАСТИНАХ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Бородин В. А., Жданов А. В., Юдин М. В.

*Институт физики твердого тела РАН. Россия, 142432, Московская обл.,
г. Черноголовка; zhdan@issp.ac.ru*

Крупногабаритные кристаллические пластины имеют большое практическое применение, при этом требования, предъявляемые к их качеству, возрастают. Дефекты, такие как дислокации, возникающие при кристаллизации из расплава, образуются как результат термоупругих напряжений в неравномерно нагретом кристалле. Поэтому было бы полезно, используя математическое моделирование, определить их значение и проследить тенденции их поведения в зависимости от геометрии теплового узла и степеней черноты поверхностей, участвующих в теплообмене.

Итак, рассмотрим рост тонкой крупногабаритной кристаллической пластины, получаемой из расплава способом Степанова. Упрощенная схема роста, система координат и используемые обозначения приведены на рис. 1 (в силу симметрии относительно плоскости $z = 0$ изображена лишь правая сторона).

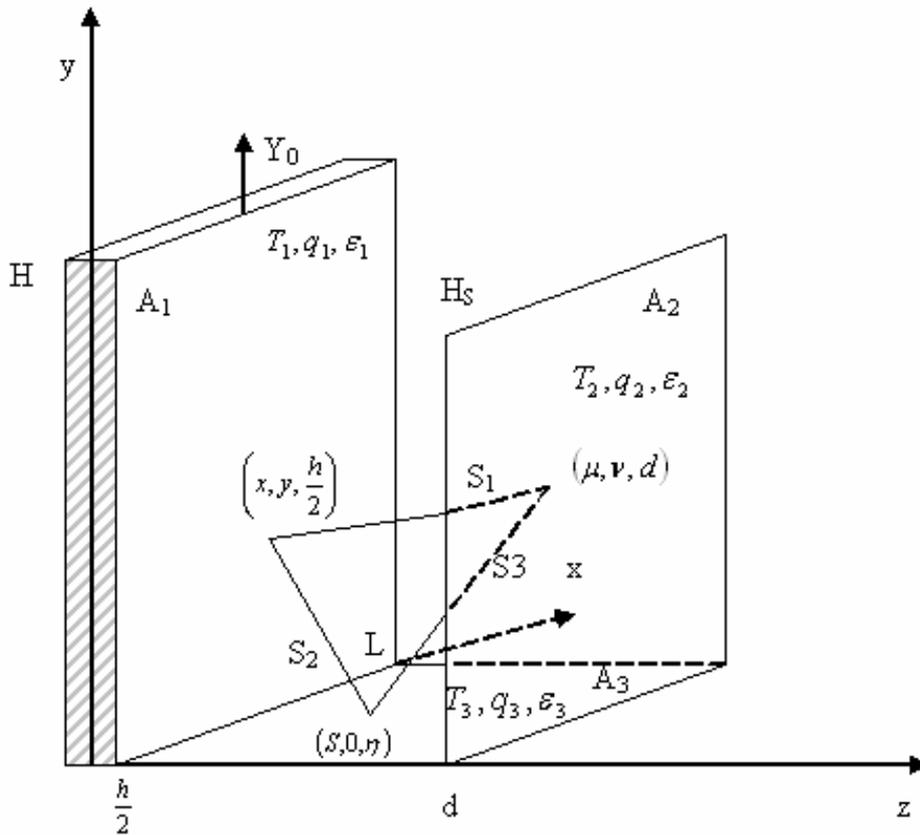


Рис. 1. A_1, A_2, A_3 – поверхности кристалла, экрана и формообразующего устройства соответственно; T_i, q_i, ϵ_i ($i = 1, 3$) – температура, плотность теплового потока и степень черноты i -й поверхности A_i ; S_i ($i = 1, 3$) – расстояния между элементарными площадками.

На поверхности пластины при $z = -h/2, h/2$, заданы плотности теплового потока, выходящего в окружающую среду:

$$k \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=-h/2} = q_1, \quad k \frac{\partial T}{\partial z} \Big|_{z=h/2} = -q_1.$$

Определение температурного поля T_1 такой пластины сводится к решению уравнения:

$$k \left(\frac{\partial^2 T_1}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_1}{\partial y^2} \right) - V_0 r c \frac{\partial T_1}{\partial y} = \frac{2q_1}{h}, \quad (1)$$

где T_1 есть средняя по толщине пластины температура.

$$T_1(x, y) = \frac{1}{h} \int_{-h/2}^{h/2} T(x, y, z) dz.$$

При постановке задачи сделаем следующие предположения, облегчающие ее решение: все участвующие в теплообмене поверхности A_i являются диффузно-

серыми; фронт кристаллизации – нижняя кромка кристалла ($y = 0$, $-h/2 \leq z \leq h/2$) является плоским; теплообменом с поверхности мениска расплава и с боковых кромок кристалла ($x = 0$, $x = L$, $0 \leq y \leq H$) в силу малости их площадей можно пренебречь.

Граничные условия для уравнения (1) в соответствии со сделанными предположениями выглядят так:

На нижней границе области A_1 температура T равна температуре плавления $T_{пл}$.

$$T_1(x,y) = T_{пл} \quad \text{при } y = 0, \quad 0 \leq x \leq L. \quad (2)$$

На боковых границах A_1 плотности тепловых потоков обращаются в нуль, т.е.

$$\frac{\partial T_1}{\partial x} = 0 \quad \text{при } x = 0; L, \quad 0 \leq y \leq H. \quad (3)$$

И, наконец, на верхней границе задается температура T_0 , исходя из опытных данных

$$T_1(x,y) = T_0, \quad y = H, \quad 0 \leq x \leq L. \quad (4)$$

Интегральные уравнения, связывающие плотности результирующих излучений и температур, имеют вид

$$\begin{aligned} \frac{q_1(x,y)}{e_1} - \frac{1-e_2}{e_2} \int_0^H \int_0^L \frac{1}{p} \frac{(d-h/2)^2}{S_1^4} q_2(m,n) dm dn - \frac{1-e_3}{e_3} \int_0^d \int_{h/2}^d \frac{(h-h/x)y}{pS_2^4} q_3 dx dh \\ sT_1^4(x,y) - s \int_0^H \int_0^L \frac{1}{p} \frac{(d-h/2)^2}{S_1^4} T_2^4(m,n) dm dn - s \int_0^d \int_{h/2}^d \frac{(h-h/2)y}{pS_2^4} T_3^4(x,h) dx dh \\ \frac{q_2(m,n)}{e_2} - \frac{1-e_1}{e_1} \int_0^H \int_0^L \frac{1}{p} \frac{(d-h/2)^2}{S_1^4} q_1(x,y) dx dy - \frac{1-e_3}{e_3} \int_{h/2}^d \int_0^L \frac{1}{p} \frac{n(d-h)}{S_3^4} q_3 dx dh = \\ sT_2^4(m,n) - \frac{1-e_1}{e_1} s \int_0^H \int_0^L \frac{1}{p} \frac{(d-h/2)^2}{S_1^4} T_1^4(x,y) dx dy - \frac{1-e_3}{e_3} s \int_{\frac{h}{2}}^d \int_0^L \frac{1}{p} \frac{n(d-h)}{S_3^4} T_3^4(x,h) dx dh, \end{aligned} \quad (5)$$

$$\begin{aligned} \frac{q_3(x,h)}{e_3} - \frac{1-e_1}{e_1} \int_0^H \int_0^L \frac{1}{p} \frac{(h-h/2)y}{S_2^4} q_1(x,y) dx dy - \frac{1-e_2}{e_2} \int_0^d \int_0^L \frac{1}{p} \frac{n(d-h)}{S_3^4} q_2(m,n) dm dn = \\ sT_3^4(x,h) - \frac{1-e_1}{e_1} s \int_0^H \int_0^L \frac{1}{p} \frac{(h-h/2)y}{S_2^4} T_1^4(x,y) dx dy - \frac{1-e_2}{e_2} s \int_0^d \int_0^L \frac{1}{p} \frac{n(d-h)}{S_3^4} T_2^4(m,n) dm dn. \end{aligned}$$

Температуры $T_2(m,n)$ и $T_3(x,h)$ являются известными функциями. $T_3(x,h)$ считается равной температуре расплава T_0 , содержащегося в формообразующем устройстве. Температура $T_2(m,n)$ линейно изменяется по высоте экрана от T_0 при $v=0$ до T_S , при $v=H_S$.

После определения температуры $T_1(x,y)$ находим соответствующие ей термоупругие напряжения s_x , s_y , s_{xy} по формулам

$$s_x = \frac{\partial^2 F}{\partial y^2}, \quad s_y = \frac{\partial^2 F}{\partial x^2}, \quad s_{xy} = -\frac{\partial^2 F}{\partial x \partial y}, \quad (6)$$

где $F(x,y)$ – функция напряжений, удовлетворяющая уравнению

$$\Delta^2 F = -\frac{Ea_T}{k} \left(V_0 r c \frac{\partial T_1}{\partial y} + \frac{2q_1}{h} \right)$$

с граничными условиями

$$F=0, \quad \frac{\partial F}{\partial n} = 0 \quad \text{на границе } A_1.$$

Результаты вычислений представлены на рис. 2 в виде поверхностей, расположенных над областью, занимаемой кристаллом.

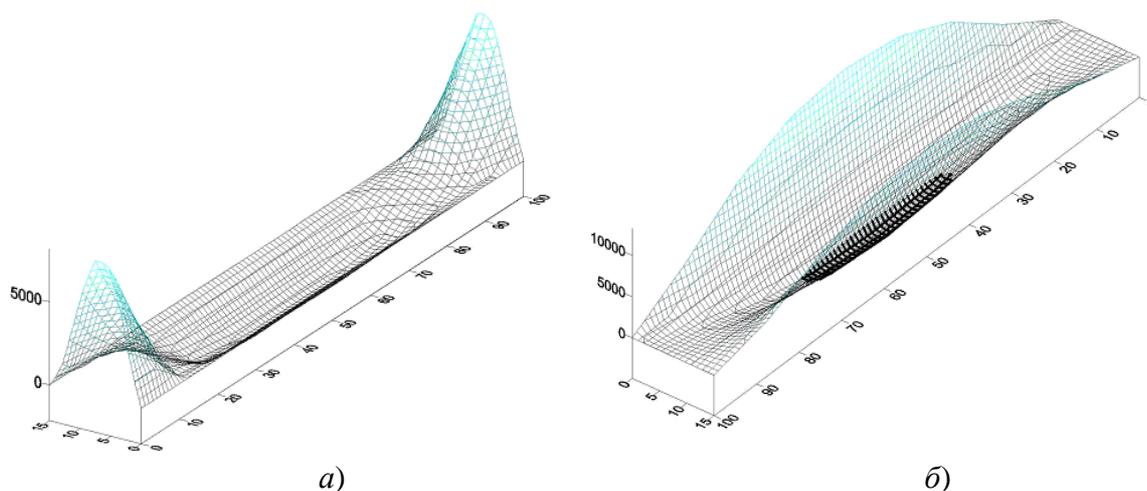


Рис. 2. Типичное распределение термоупругих напряжений S_x и S_y : а) S_x , б) S_y

Из этих рисунков видно, что максимальные значения напряжений S_x достигаются на верхней и нижней краях пластины на расстоянии ее полуширины, а максимальные значения S_y достигаются на боковых границах, причем и то и другое напряжения резко спадают от границ пластины области A_1 по направлению к ее центру. На основании полученных результатов можно исследовать поведение термоупругих напряжений в зависимости от таких параметров как расстояние между пластинами, высоты экрана и др., что в конечном счете дает возможность выбрать параметры так, что бы S_x и S_y принимали минимальные значения.

Список литературы

1. Зигель Р., Хауэлл Дж. Теплообмен излучением. М.: Мир, 1975.
2. Митчел Э., Уэйт Р. Метод конечных элементов для уравнений с частными производными. М.: Мир, 1981.
3. Подстригач Я. С., Швец Р. Н. Термоупругость тонких оболочек. Киев, 1978.

МЕНИСКИ РАСПЛАВА В РОСТЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ТРУБ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Жданов А. В., Юдин М. В.

Институт физики твердого тела РАН. Россия, г. Черноголовка;
zhdan@issp.ac.ru

В последнее время проблема устойчивости жидких менисков расплава приобретает все больший интерес в связи с развитием различных методов выращивания кристаллов, основанных на принципе капиллярного формообразования, таких, как способ Степанова, способ Чохральского, метод плавающей зоны. Форма менисков и их устойчивость определяются условиями роста, а именно: геометрией формообразователя, давлением в мениске и его высотой. Присутствие большого числа факторов, влияющих на поведение жидкого мениска, сильно усложняет исследование его устойчивости. Обычно для упрощения этой задачи пренебрегают гидродинамикой расплава в области, занимаемой жидким мениском. В отличие от многих публикаций, целью которых являлось исследование устойчивости процесса роста в зависимости от условий кристаллизации, сводящиеся, как правило, к исследованию поведения радиуса кристалла и формы фронта кристаллизации, мы исследовали устойчивость менисков при выращивании труб, менисков образующихся в методе плавающей зоны в зависимости от механических возмущений, поскольку сам рост кристалла просто невозможен, если мениск будет неустойчивым. Отметим, что метод, применяемый авторами других публикаций, использующий понятие сопряженной точки как нуля нетривиального решения неоднородного уравнения Якоби, не может быть прямо применен для исследования устойчивости менисков при выращивании труб т.к. он предполагает, что мениск представляет собой односвязную область. А в нашем случае устойчивость зависит от формы внутренней и внешней профильных кривых, ограничивающих его. Однако если использовать функционал $J(r_1, r_2)$, представляющий собой свободную энергию мениска, и зависящий от внутренней и внешней профильных кривых, то можно определить границу устойчивости мениска и в этом случае. Мениск считается устойчивым, если профильные кривые $r_1(z)$ и $r_2(z)$, являющиеся экстремальными функционала $J(r_1, r_2)$, доставляют ему локальный минимум. Возникающие граничные задачи для определения профильных кривых менисков будем решать методом “стрельбы”, т.е. решать ряд задач Коши, добиваясь изменением угла наклона профильной кривой выполнения второго граничного условия – зацепления мениска за торцевую поверхность кристалла. В конечном счете, задача сводится к исследованию знака первого собственного значения квадратичного функционала $\delta^2 J$, представляющего собой вторую вариацию функционала $J(r_1, r_2)$.

Список литературы

1. Татарченко В.А. Устойчивый рост кристаллов. М.: Наука, 1988
2. Цлаф Л.Я. Вариационное исчисление и интегральные уравнения. М.: Физматгиз, 1966
3. Михлин С.Г. Вариационные методы в математической физике. М.: Наука, 1970

**ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ПОЛЯ В ТОНКИХ КРУПНОГАБАРИТНЫХ
ПЛАСТИНАХ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА,
В НЕСИММЕТРИЧНЫХ УСЛОВИЯХ РОСТА**

Бородин А.В., Жданов А.В., Юдин М.В.

*Институт физики твердого тела РАН. Россия, 142432, Московская обл.,
г. Черноголовка; zhdan@issp.ac.ru*

В реальных условиях роста кристалла обязательно присутствует некоторая несимметрия в расположении растущего кристалла относительно нагревателей и системы экранировки, которая приводит к значительному изменению температуры по толщине пластины. Настоящая работа посвящена исследованию влияния конструкции экранировки на температурные поля растущего кристалла. Схема роста и используемые обозначения приведены в нашей статье “Термоупругие напряжения в тонких крупногабаритных пластинах, получаемых из расплава способом Степанова” настоящего сборника.

Аппроксимируем изменение температуры T вдоль толщины пластины по степеням z

$$T = \sum T^{(i)}(x, y)z^i,$$

тогда для коэффициентов разложения $T^{(i)}$, ограничиваясь двумя членами, можно получить систему уравнений

$$\Delta T^{(0)} - \frac{V_0 c r}{k} \cdot \frac{\partial T^{(0)}}{\partial y} = \frac{1}{kh} (q_1 + q_2)$$

$$\Delta T^{(1)} - \frac{V_0 c r}{k} \cdot \frac{\partial T^{(1)}}{\partial y} - \frac{12}{h^2} T^{(1)} = \frac{6}{kh^2} (q_1 - q_2)$$

где q_1 и q_2 – плотности потоков излучения с правой и левой боковых поверхностей пластины, соответственно.

Граничные условия для $T^{(0)}$, $T^{(1)}$:

$$T^{(0)}(x, y) = T_{пл}, \text{ при } y = 0, \quad 0 \leq x \leq L, \quad \frac{\partial T^{(0)}}{\partial x} = 0 \text{ при } x = 0; L, \quad 0 \leq y \leq H$$

$$T^{(0)}(x, y) = T_0, \quad y = H, \quad 0 \leq x \leq L.$$

$$T^{(1)}(x, y) = 0, \text{ при } y = 0, \quad 0 \leq x \leq L, \quad \frac{\partial T^{(1)}}{\partial x} = 0 \text{ при } x = 0; L, \quad 0 \leq y \leq H$$

$$T^{(1)}(x, y) = 0, \quad y = H, \quad 0 \leq x \leq L.$$

Решая полученную систему, можно получить распределение температуры по всему объему пластины и проследить ее изменение в зависимости от величины несимметрии расположения экранов относительно растущего кристалла в условиях различных внешних температур.

Список литературы

1. Зигель Р., Хауэл Дж. Теплообмен излучением. М.: Мир, 1975.
2. Митчел Э., Уэйт Р. Метод конечных элементов для уравнений с частными производными. М.: Мир, 1981.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА
КРИСТАЛЛИЗАЦИИ НА ГАЗОВЫЕ ВКЛЮЧЕНИЯ В ЛЕНТАХ САПФИРА,
ВЫРАЩИВАЕМЫХ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА**

Камынина В. Е., Бородин А. В., Юдин М. В., Францев Д. Н.

*ФГУП ЭЗАН, Россия, 142432, Московская обл., г. Черноголовка,
kamynina@ezan.ac.ru*

В настоящей работе проводится исследования влияния параметров процесса роста на два основных типа газовых включений в лентах сапфира - пузыри в объеме кристалла и приповерхностные поры. Целью исследования являлось определение параметров обеспечивающих минимальное количество пузырей и толщины слоя поверхностных пор. Экспериментальные данные были получены в ходе промышленного производства монокристаллов сапфира методом Степанова с помощью экспертно программного комплекса (ЭПК), обеспечивающего автоматический сбор и обработку данных процесса и результатов исследования качества кристаллов. Было рассмотрено влияние следующих параметров: производной сигнала датчика веса, косвенно характеризующей температуру формообразующей поверхности и высоту мениска расплава, мощности затравливания, времени выдержки расплава в тигле до затравливания, технологии изготовления формообразующих устройств.

Список литературы

1. K. Wada and K. Hoshikawa, J. Cryst. Growth 50, 151 (1980).
2. V. A. Borodin et al. Izv. Akad. Nauk. SSSR, Ser. Fiz. 49, 2380 (1985).
3. V. A. Borodin, T. A. Steriopolu, V. A. Tatarchenko, and T. N. Yalovets, Cryst. Res. Technol. 20, 301 (1985).
4. O. M. Bunoiu, I. Nicoara, J. L. Santailler, F. Theodore, and T. Duffar, Cryst. Res. Technol. 40, No. 9, 852 – 859 (2005).

**ОТ ЭКСПЕРИМЕНТОВ В.А. СТЕПАНОВА ПО ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКИМ
ЭФФЕКТАМ В КРИСТАЛЛАХ NaCl К СОВРЕМЕННЫМ
ИССЛЕДОВАНИЯМ ЭЛЕКТРОЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ
ТРЕЩИНООБРАЗОВАНИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ**

**Богомолов Л. М., Боровский Б. В., Закупин А. С., Мубассарова В. А.,
Сычев В. Н., Сычева Н. А.**

*Научная станция РАН в г. Бишкеке, Киргизстан,
bleom@mail.ru*

Идея невзрывного, вибросейсмического либо электромагнитного инициирования слабых сейсмических событий для ускорения разрядки избыточных напряжений в геосреде и снижения риска катастрофического землетрясения приобретает все большую популярность. Определенный вклад в решение вопросов, тематически связанных с этим замыслом, может внести лабораторное моделирование процессов раз-

рушения материалов земной коры при дополнительных воздействиях импульсов физических полей (так называемых энерговоздействиях). Влияние физических полей (в частности, электроимпульсов и вибраций) на скорость роста микротрещин в образцах горных пород исследовалось в ряде работ при помощи метода акустической эмиссии, АЭ (обзор в [1]). Был выявлен эффект прироста активности АЭ, стимулированного внешними электромагнитными полями [1,2], который свидетельствует об их влиянии на скорость трещинообразования.

Активность АЭ оказалась весьма информативным параметром, отражающим как сам процесс накопления структурных дефектов в нагруженной среде, так и вариации его скорости под влиянием внешних полей. Но не только удобство расчета и визуализации временных зависимостей АЭ при обработке большого объема данных сделали его основным предметом исследования. Сыграло роль то, что именно по вариациям активности прослеживается аналогия между эффектами отклика АЭ на действие физических полей и наведенной сейсмичности (в том числе инициированной электромагнитными импульсами естественной и техногенной природы). Отметим, что наблюдения влияния нестационарных физических полей на разных масштабах: от лабораторного при характерной длине 1–10 см, до натурального – километрового [2–4] взаимно дополняют друг друга.

Влияние электромагнитных полей, ЭМП на деформационные процессы определяется их взаимодействием со структурными дефектами в диэлектрических материалах (в частности, в ионных кристаллах). Это обратный эффект по отношению к увеличению ионной проводимости в процессе пластической деформации (эффект Дьюлаи-Хартли) и появлению электрического потенциала на поверхности деформируемых образцов в отсутствие внешнего электрического поля (эффект Степанова). Интерес к подобной тематике проявлялся уже в работах А.Ф.Иоффе, А.В. Степанова, З. Дьюлаи, Д. Хартли, выполненных в 20-х – 30-х годах прошлого века (обзор в [5]). В дальнейшем было отмечено, что проводимость растёт не во всём объёме кристалла, а только в области полос скольжения, т.е. по месту локализации пластической деформации. В частности, в опытах Руэды [5] был продемонстрирован перенос электрического заряда дислокациями, который реализуется, в отдельных полосах скольжения, по месту избыточной плотности подвижных дислокаций.

Известны также работы, где исследовалось влияние электровоздействий на скорость пластической деформации. Первоначально эффект повышения пластичности в результате облучения ускоренными электронами во время деформации или воздействии импульсным током был обнаружен в кристаллах цинка в 1963 г. Механизм явления сводился к ускоренному движению дислокаций в районе имеющихся и вновь инициируемых источников дислокаций, что и могло быть причиной увеличения пластичности.

В другой серии работ, обобщенных в [6], выполнены исследования влияния электрического и магнитного полей на пластичность и неупругие свойства щелочно-галогенных кристаллов. Показано, что магнитное поле с индукцией выше пороговой и электрическое поле напряженностью порядка 1–10 МВ/м существенно влияют на внутреннее трение и дефект упругих модулей. Взаимосвязь электрических полей обусловленных поляризацией горных пород, с релаксационными процессами, определяющими выравнивание неоднородностей напряжения, убедительно продемонстрирована в [7]. В этой работе рассмотрен случай образцов без пьезоэлектрических свойств находящихся при относительно небольших нагрузках, меньше половины разрушающих.

Высокая чувствительность метода акустической эмиссии позволила обнаружить отклики нагруженных образцов на импульсы ЭМП с электрической напряженностью существенно меньшей, чем в случае [6]. В данном докладе представляются результаты исследований вариаций АЭ образцов различных геоматериалов: гранита,

габбро, мрамора, кварцита и каменной соли под воздействием импульсов ЭМП. Представлен материал о влиянии электрических, магнитных, а также скрещенных электрических и магнитных полей на кинетику дефектообразования, отражающуюся в режиме акустической эмиссии (АЭ). Дополнительные воздействия импульсными полями осуществлялись в ходе сеансов при испытаниях образцов на ползучесть на бесшумных реологических прессах с максимальным усилием в 100 тонн. Сигналы акустической эмиссии регистрировались в широком частотном диапазоне от 80 кГц до 2,5 МГц, что позволяло контролировать волновую форму сигналов АЭ.

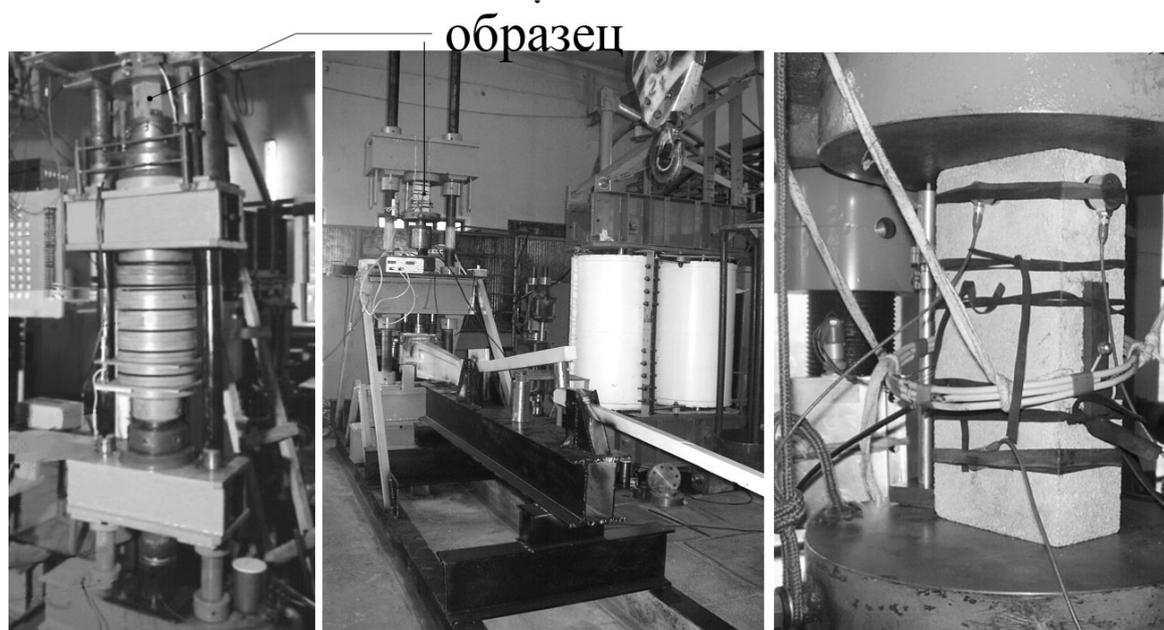


Рис. 1. Общий вид пружинного пресса УДИ разработки ВНИМИ РАН (слева); рычажно-гравитационного пресса УДИ-Л (в центре) и исследуемого образца с токоподводящими электродами и датчиком АЭ (справа).

Установлен эффект кратковременного прироста активности АЭ, стимулированный внешними воздействиями на полухрупкие и псевдопластичные материалы, находящиеся в условиях одноосного сжатия. Изучены особенности откликов акустической эмиссии, аналогичные эффектам памяти (задержка, последствие, деградация отклика на повторные воздействия). Определен диапазон значений сжимающих напряжений, в котором имеет место эффект кратковременной активации АЭ, не связанной с образованием макроскопических трещин в образце или сколами на его поверхностях. Показано, что при нагрузках 70–95 % от максимальных (для конкретного образца) отдельно взятый отклик не приводит к изменению деформации, свыше 10^{-5} , (т.е. соответствующие изменения размеров образцов меньше микрона). В качестве примера на рис 2 показан отклик АЭ образца каменной соли на воздействие прямоугольных импульсов с амплитудой напряженности электрического поля $\sim 1,5$ кВ/м (источник- генератор Г5-54, нагруженный на электроды, закрепленные на свободной поверхности образца). До начала электровоздействия и после спада вызванного всплеска активности поток событий АЭ описывается распределениями Пуассона или (более точно) Пойа. При резкой активации в течение примерно 650 с имеет место отклонение от указанных стандартных распределений, что свидетельствует о неслучайном характере отклика.

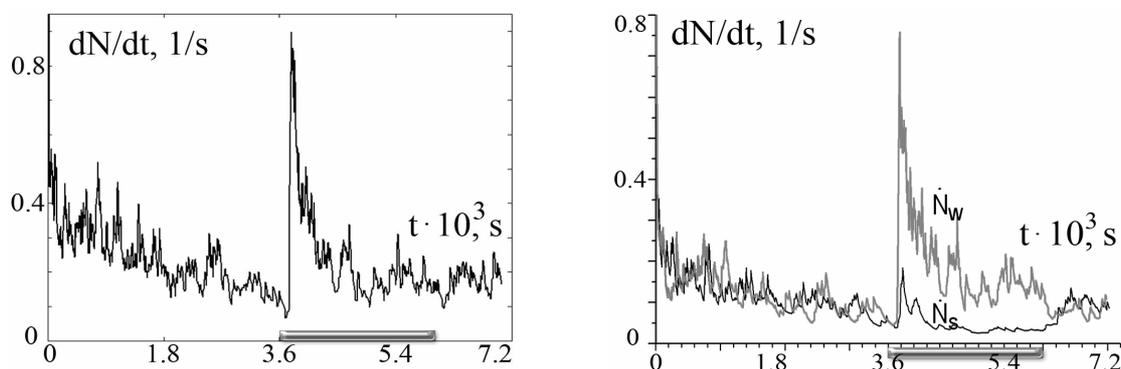


Рис. 2. Временные зависимости активности АЭ в сессии с подачей электроимпульсов при постоянной нагрузке. Нагрузка – 067 от разрушающей. Полоса указывает время воздействия импульсов с напряжением 60 В, длительностью 5 мкс, частотой 2 кГц. Слева – активность, рассчитанная для всего потока событий, справа – активность по выборкам событий с меньшей (N_w) и большей N_s амплитудами, $N(t) = N_w(t) + N_s(t)$

Обращено внимание на то, что по данным АЭ геоматериалы с различными пьезоэлектрическими свойствами сходным образом реагируют на воздействие электрических полей. Показателен пример сходства откликов образцов кварцита (явный пьезоэлектрик), гранита (пьезоэлектрические модули на несколько порядков меньше, чем у кварцита), мрамора и каменной соли (пьезоэлектрические свойства отсутствуют). Необходимым условием для возникновения отклика на электромагнитные импульсы у материалов без пьезоэлектрических свойств является неоднородность и неизотропность распределения дефектов на стадии дилатантного деформирования. Итогом работы, имеющим практическое значение, является развитие методики неразрушающего контроля неметаллических материалов: демонстрация возможности диагностики зон неупругой деформации (дилатансии) по появлению откликов АЭ на тестирующие электроимпульсы.

Проведенные исследования электрочувствительности АЭ образцов горных пород высветили с еще одной стороны значение идеи А.В. Степанова о важнейшей роли пластической деформации в процессе подготовки разрушения и связанных с ним явлениях взаимодействия различных физических полей.

Список литературы

1. Соболев Г.А., Пономарев А.В. Физика землетрясений и предвестники. М.: Наука. 2003. 270 с.
2. Bogomolov L.M., Il'ichev P.V., Novikov V.A. et al. AE response of rocks to electric power action as seismic- electric effect manifestation // Annals of Geophysics. 2004. V.47. No 1. P. 65-72.
3. Закупин А.С., Аладьев А.В., Богомоллов Л.М. и др. Взаимосвязь электрической поляризации и акустической эмиссии образцов геоматериалов в условиях одноосного сжатия // Вулканология и сейсмология. 2006. №6. С. 22-33.
4. Тарасов Н.Т., Тарасова Н.В., Авагимов А.А., Зейгарник В.А. Воздействие мощных электромагнитных импульсов на сейсмичность Средней Азии и Казахстана // Там же. 1999. № 4-5. С. 152-160.
5. Урусовская А.А. Электрические эффекты, связанные с пластической деформацией ионных кристаллов // УФН. 1968. Т.96. №1. С. 38-60.
6. Зуев Л.Б. Физика электропластичности щелочно-галогенных кристаллов. Новосибирск: Наука. 1990. 120 с.
7. Куксенко В.С., Махмудов Х.Ф., Пономарев А.В. Релаксация электрических полей, индуцированных механической нагрузкой в природных диэлектриках // ФТТ. 1997. Т. 39. №7. С. 1202-1204.

СТАБИЛЬНОСТЬ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ СТРУКТУРЫ СОСТАВА Al–Mn, ПОЛУЧЕННОЙ МОДИФИЦИРОВАННЫМ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Осипов В. Н. Корчунов Б. Н.

ФТИ им. А. Ф. Иоффе РАН, С-Петербург, Россия
korbon@mail.ioffe.ru

В варианте способа с использованием подвижных элементов формообразователя возникает ряд дополнительных факторов, влияющих на структуру изделия: переменная скорость кристаллизации участков растущего изделия, несовпадение направления роста элементов сечения, перемешивание расплава вблизи фронта кристаллизации [1].

В работе исследовали микротвердость (H_V) участков поперечного и продольного сечения поликристаллических образцов состава Al–Mn, полученных с помощью формирующего устройства, имеющего в своем составе подвижные элементы. Было проведено сравнение величин микротвердости участков изделия, сформированных подвижными и неподвижными элементами формирующего устройства с целью определить влияние изменений в структуре на прочностные свойства образцов. В качестве объектов для исследования использовали изделия с толщиной стенок и ребер 2÷3 мм в виде трубы с наружными ребрами и в виде панели с ребрами (рис. 1). Ребра этих изделий в процессе опыта получены движущимися частями формообразователя.

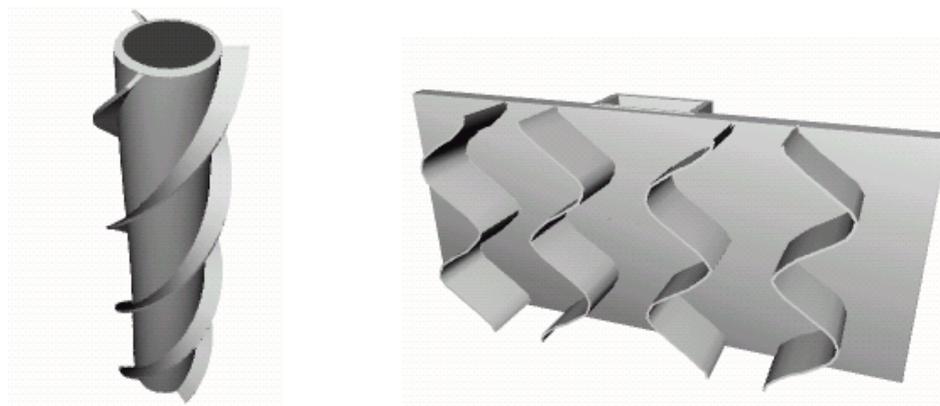


Рис. 1. Труба и панель с ребрами

В первом случае (труба) в процессе опыта подвижная часть формирующего устройства вращалась в плоскости, перпендикулярной вертикальному направлению выращивания. Во втором (панель) – подвижная часть устройства, формирующая ребра, совершала возвратно-поступательные движения по закону $L = A \sin(\omega t)$ в плоскости, перпендикулярной вертикальной оси выращивания, в направлении, параллельном направлению широкой части панели. В результате были получены образцы в виде трубы с ребрами, закрученными относительно вертикальной оси с шагом 0,4 метра, и панель с ребрами, имеющими форму синусоиды с периодом 0,02 метра вдоль направления вытягивания.

Измерения твердости проведены на приборе ПМТ-3 методом микроиндентирования алмазной пирамидой Виккерса при нагрузке, равной 20Г. Величины погреш-

ностей, связанных с измерением отпечатка, оценивали по методике, описанной в [2].

Микротвердость H_V (Па) вычисляли по формуле

$$H_V = \frac{1854P}{d^2},$$

где P – нагрузка на индентор (Г), d – диаметр отпечатка (мкм).

Отпечатки наносили индентором на поверхности образцов в местах, где подвижные элементы формирующего устройства имели наибольшую скорость перемещения и где наблюдали в [1] значительные изменения вида структуры. Для трубы с ребрами – это края внешних ребер и тело трубы, для панели с ребрами в виде синусоид – “нулевая точка” и “точка возврата”. Для сравнения определяли микротвердость также H_V трубы и панели. Результаты измерений микротвердости представлены в виде табл. 1 и 2.

Таблица 1. Микротвердость ребер трубы (поперечное сечение) ($H_V \times 10^{-7}$ Па)

Позиция	Вращение	Без вращения
Вершина ребра	35,74±0,61	37,28±1,43
Центр ребра	34,89±1,55	36,27±2,49
Основание ребра	35,52±1,12	36,63±0,71

Микротвердость трубы в поперечном сечении составила $36,71 \pm 0,83 \times 10^7$ Па

Таблица 2. Микротвердость ребер панели ($H_V \times 10^{-7}$ Па)

Сечение	Точка возврата	Нулевая точка
Вдоль напр. вытяг.	34,21±0,78	34,76±0,58
Попер. сечение	36,44±0,96	35,68±1,14

Микротвердость самой панели в поперечном сечении составила $35,12 \pm 0,24 \times 10^7$ Па.

Проведенные измерения микротвердости позволили сделать следующие выводы:

Величина микротвердости на поперечных и продольных сечениях образцов сплава Al–Mn, полученных модифицированным способом Степанова, независимо от метода формирования структуры, не выходит за пределы погрешности, рассчитанной для условий нормального распределения величин измерений. Этот результат свидетельствует о сохранении прочностных свойств изделий, сформированных как неподвижными, так и подвижными элементами формирующего устройства. Использование модернизированного формирующего устройства для получения изделий со стабильными прочностными свойствами из алюминиевых сплавов позволяет расширить возможности метода.

Список литературы

1. Корчунов Б. Н., Костыгов А. С., Пеллер В. В., Хохлов Г. Г., Осипов В. Н. // Известия АН СССР (сер. физическая), 1988, 52, 10, с. 2045-2053
2. Элементарные оценки ошибок измерений. А. Н. Зайдель. Ленинград, «Наука», 1968г.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОФИЛЬНЫХ КРИВЫХ МЕНИСКОВ ДЛЯ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ ПО СПОСОБУ СТЕПАНОВА

Россоленко С. Н., Курлов В. Н., Асрян А. А.

*Институт физики твердого тела (ИФТТ) РАН,
г. Черноголовка Московской области, Россия.*

ross@issp.ac.ru

На основе численного решения капиллярного уравнения Лапласа был проведен сравнительный анализ формы профильных кривых менисков и их характеристик при различных знаках угла контакта с формообразователем, характерных для случаев скошенных и обычных (горизонтальных) рабочих поверхностей формообразователей. «Сканирование» угла контакта с формообразователем приблизительно от $-\pi/2$ до $+\pi/2$ показало существование двух решений уравнения Лапласа: одно – в области отрицательных углов, другое – в области положительных углов.

Анализ вторых производных для этих случаев показал, что, если знак угла контакта с формообразователем такой, что мениск сразу уходит «вверх» от формообразователя, то вблизи рабочих кромок формообразователя мениск имеет участок «выпуклости вверх», т.е. «от расплава», а затем, по мере приближения профильной кривой к краю кристалла, проходя точку перегиба, мениск становится «вогнутым» в сторону расплава. Если угол контакта с формообразователем «направляет» мениск сначала вниз (к расплаву), то «выпуклость» профильной кривой, имея один и тот же знак на всем ее протяжении, – всегда в сторону расплава. Такое различие в форме менисков объясняется различными краевыми условиями зацепления за рабочие кромки формообразователя.

Получено различие в высотах внешних и внутренних менисков трубы при прочих равных условиях. Это объясняется тем, что для внешнего и внутреннего менисков азимутальная кривизна имеет разные знаки и, соответственно, по-разному влияет на высоту мениска в том или ином случае. Как известно, высота мениска пропорциональна сумме главных кривизн в рассматриваемой точке, что следует из вида уравнения Лапласа.

Установлены прямо противоположные поведения высот внешних и внутренних менисков в зависимости от одновременного изменения радиусов кристалла и формообразователя с постоянным зазором между ними. Главным образом, это также объясняется разным знаком азимутальной кривизны внешних и внутренних менисков.

Получено сходство поведения высоты менисков с различными знаками углов зацепления за край формообразователя в зависимости от величины внешнего гидростатического давления. Эта зависимость носит нелинейный характер, как отмечалось в работах [1, 2]. Увеличение высоты подъема мениска с уменьшением абсолютной величины внешнего давления (отрицательного – в рассматриваемых случаях) связано с уменьшением действующей на мениск силы, «притягивающей» мениск к поверхности формообразователя.

Построены зависимости высоты менисков и углов профильных кривых вблизи края кристалла от углов контакта с формообразователем, не требующих согласования менисков вблизи края кристалла с условием постоянства угла роста. Показана довольно сильная «чувствительность» высоты мениска и угла вблизи края кристалла при больших модулях угла контакта с формообразователем, и малая «чувствитель-

ность» этих параметров при близких к нулю значениях угла контакта с формообразователем.

Для рассмотренных параметров моделирования процесса выращивания цилиндрической трубы для известного диапазона значений угла роста найден диапазон значений угла контакта с формообразователем, соответствующий реальным условиям формообразования. Для найденного диапазона углов контакта с формообразователем находится диапазон значений высоты мениска. В соответствии с этими расчетами, абсолютная величина реального угла контакта с формообразователем может быть в пределах от 45° до 50° , а высота мениска – в пределах от 0.045 до 0.055 капиллярных постоянных, или для сапфира от 0.27 мм до 0.33 мм. Приведенные численные значения получены для радиуса внешнего кругового мениска в 0.97 капиллярных постоянных, радиуса рабочей поверхности формообразователя в 1 капиллярную постоянную и внешнего гидростатического давления в – 4 капиллярных постоянных. Значения угла контакта с формообразователем и высоты мениска необходимо задавать в автоматизированной системе управления формой и качеством кристаллов для определения программной массы, взвешиваемой датчиком веса.

Рассчитывались диапазоны изменения частных производных углов контакта с кристаллом и формообразователем по внешнему давлению, радиусу кристалла и высоте мениска, которые необходимы для построения динамических моделей способа Степанова. Динамические модели системы «кристалл-расплав» необходимы для разработки и оптимизации автоматизированных систем управления процессами выращивания кристаллов из расплава с использованием датчика веса.

Установлены различия в форме «больших» и «малых» менисков, образующих капилляры и волокна. Отличие формы «малых» менисков от формы соответствующих «больших» менисков обусловлено небольшим весом «малых» менисков. Показано, что профильные кривые малых менисков, обеспечивающие стационарный рост капилляра или волокна, имеют значительно бóльшие модули углов контакта с рабочими кромками формообразователя, чем соответствующие «большие» мениски.

Кроме того, различаются формы профильных кривых «малых» внутренних (капиллярных) и внешних (волоконных) менисков. Указанные отличия обусловлены различными знаками азимутальной кривизны для внутренних и внешних «малых» менисков, имеющей больший вклад в форму профильных кривых по сравнению с «фактором веса».

Список литературы

1. Татарченко В. А. Устойчивый рост кристаллов. 1988. М.: Наука. Гл. ред. физ. – мат. лит. 240 с.
2. Kuandykov L.L., P.I. Antonov. Shaped melt column optimal choice on the basis of an equilibrium growth angle value // J. Cryst. Growth. 2001. V. 232. P. 852-861.

ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ В РАСПЛАВЕ АЛЮМИНИЯ НА РОСТ И СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Корчунов Б. Н., Федоров В. Ю., Осипов В. Н., Голяндин С. Н.

ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

v.fedorov@mail.ioffe.ru

Внедрение мелкодисперсных частиц в металлические матрицы приводит к созданию композиционных материалов, обладающих повышенной прочностью. Упрочнение матрицы производится внедрением в нее тугоплавких мелкодисперсных частиц, не растворяющихся в основном металле. В отличие от волокнистых композитов, в дисперсно-упрочненных материалах матрица является основным элементом, несущим нагрузку, а дисперсные частицы тормозят движение дислокаций в матрице [1].

Практика выращивания профилированных изделий из расплавов, содержащих крупные частицы 0,1x0,1x3 мм Al_2O_3 показала полное отеснение этих частиц фронтом кристаллизации в расплав. Задачей настоящей работы являлось исследование процесса роста изделий из расплава, содержащего частицы существенно меньших размеров. В качестве упрочняющей фазы использованы частицы карбида кремния (SiC) со средним размером 20 мкм.

Эксперимент

1. Приготовление дисперсно-армированной композиции производилось по стандартной технологии [2]. В качестве основы матрицы использован технически чистый алюминий. Замешивание порошка карбида кремния в перегретом расплаве производилось в три этапа по 30 минут с выдержкой между этапами в течение часа. В результате был получен расплав с примерным весовым содержанием 4 – 4,5% частиц кремния.

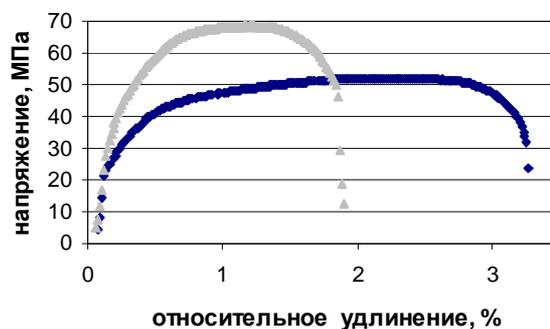
2. Изучение особенностей выращивания лент (сечение 2x8 мм) из дисперсно-армированного сплава производилось в сравнении выращиванием аналогичных лент из чистого материала матрицы. Скорости выращивания варьировались в пределах 1,5 – 2,45 м/час.

Из выращенных лент изготавливались образцы для исследования механических свойств и микроструктуры изделий.

Результаты

На рисунке представлена диаграмма растяжения образцов, выращенных способом Степанова, из технического чистого алюминия (черные точки) без упрочняющей фазы и образцов, содержащих частицы SiC (точки серого цвета). Из рисунка видно, что введение в исходный сплав даже малого количества дисперсных частиц карбида кремния приводит к заметному увеличению прочности сплава – примерно на 25%.

Из дисперсно-армированного расплава, оставшегося после выращивания контрольных образцов, были сделаны плоские отливки. Оказалось, что прочность этих отливок выше, чем у ленточных образцов, выращенных из этого же расплава способом Степанова. Из этого следует, что не все частицы карбида кремния, содержащиеся в расплаве, оказываются захваченными направленно растущей твердой фазой.



Выводы

В результате работы показано, что при выращивании способом Степанова изделий из дисперсно-армированного расплава происходит частичное оттеснение упрочняющей фазы фронтом кристаллизации. Часть порошка из расплава захватывается растущей твердой фазой, что повышает ее прочность примерно на 25%. Увеличение дисперсности армирующих частиц приводит к увеличению их количества в твердой фазе в процессе направленной кристаллизации по способу Степанова. В дальнейшей работе необходимо использовать порошки с еще большей дисперсностью и применять специальные физические процессы, повышающие эффективность внедрения дисперсных частиц в расплав.

Список литературы

1. Браутман Л.Н. //Композиционные материалы с металлической матрицей, т.4 1978, с.504
2. Чернышова Т.А. //Перспективные материалы, №1, 1977

УДК 548.5

ДИСПЕРСНОСТЬ И КИНЕТИКА РОСТА КРИСТАЛЛОВ K_2SO_4 В КАПЛЯХ ИСПАРЯЮЩЕГОСЯ РАСТВОРА

Федоров В. Ю.

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
v.fedorov@mail.ioffe.ru

Наблюдение за ростом неметаллических кристаллов в растворах может оказаться полезным для понимания закономерностей формирования их дисперсности. Это тем более актуально потому, что дисперсность кристаллических продуктов для химической и фармацевтической промышленности [1], для производства минеральных удобрений [2], получаемых многообразными методами массовой кристаллизации из растворов [3], также оказывает существенное влияние на многие физические и химические свойства кристаллических продуктов массового производства [3, 4]. Простым и удобным методом кристаллизации для исследования дисперсности может стать кристаллизация соли в капле испаряющегося раствора. При этом рост кристаллов в испаряющейся капле имеет все признаки массовой кристаллизации [5], но в отличие от промышленных методов, происходит в более простых условиях лишь при одном переменном параметре – величине пересыщения раствора. При кристаллизации в капле механизмы и формы роста дендритных кристаллов хлористого аммония [5], тетраоксида углерода [6] и других неметаллических соединений оказываются аналогичными дендритным кристаллам металлов [6], растущих в переохлажденных расплавах. Учитывая известную в литературе аналогию роста дендритных кристаллов металлов и неметаллических соединений, а также одинаковый характер зависимости дисперсности дендритов α -твердого раствора (металл) и частиц кремния (неметалл) от условий затвердевания сплава [7], можно предположить сохранение аналогии в процессах кристаллизации полиэдрических кристаллов солей и металлов.

Поэтому целью настоящей работы являются исследование закономерностей роста кристаллов K_2SO_4 в испаряющейся капле первоначально насыщенного раствора, оценка дисперсности полученных кристаллов в зависимости от условий испарения раствора, и сравнение этих результатов с зависимостями, полученными для металлов.

Экспериментальная часть работы заключалась в наблюдении за испаряющимися каплями различной начальной высоты, фотографировании растущих кристаллов через фиксированные промежутки времени, измерении времени полного испарения капель. Насыщенный раствор готовился из химически чистой соли K_2SO_4 и дистиллированной воды. Концентрация насыщения при комнатной температуре $20^{\circ}C$ составляла 10 г соли на 90 г чистой воды [8].

1. Зависимость размеров кристаллов от времени их роста

На рис.1 представлен характерный вид зависимостей длины L и ширины W кристаллов №3 и №4 от времени их роста в капле. Эти кристаллы образовались уже после появления самых первых кристаллов в капле. Характерной особенностью кривых роста всех кристаллов K_2SO_4 в каплях является их строение из трех участков, имеющих различные углы наклона. Таким образом, из характерного вида кривых роста следует, что любой кристалл в своем развитии последовательно претерпевает три различных режима роста. Режим быстрого роста А, режим остановки в росте В, режим медленного роста С.

На рис.1 границы этих режимов отмечены соответствующими буквами. Три режима роста, характерные для всех кристаллов, растущих в капле, являются следствием смены трёх концентрационных режимов раствора в капле по мере её испарения.

В режиме А испарения капли сначала происходит увеличение концентрации раствора и степени его пересыщения за счет постоянного испарения воды, а после возникновения и свободного роста кристаллов в пересыщенном растворе – уменьшение концентрации раствора вплоть до равновесной.

Режим В испарения капли интересен тем, что в этом режиме все кристаллы, как самые первые, так и более поздние, полностью или частично останавливаются в своем развитии. Вместе с тем, во время остановки роста кристаллов соли, поверхность капли продолжает непрерывно терять испаряющуюся воду, что способствует непрерывному пересыщению раствора. Поэтому даже частичная остановка роста кристалла (в одном направлении) кажется не очень понятной. Простое объяснение этого экспериментального факта состоит в том, что концентрации насыщения K_2SO_4 при комнатной температуре отвечает соотношение 1 молекула соли на 87 молекул воды, и при кристаллизации некоторого количества соли в растворе высвобождается в десятки раз большее количество молекул чистой воды ранее связанных с молекулами соли. В слабо пересыщенных растворах кристаллизация нескольких сотен "лишних" молекул соли может привести не только к полному снятию пересыщения, но и к некоторому локальному разбавлению раствора ниже концентрации насыщения. Локально разбавленный раствор, имеющий меньшую плотность, всплывает к поверхности капли и замещается насыщенным раствором, в котором кристалл расти не может. Таким образом, наблюдаемая остановка роста кристаллов K_2SO_4 в режиме В является следствием локального разбавления раствора в конце предыдущего режима.

В режиме С испарения капли кристаллы конкурируют между собой в поглощении избыточного количества соли, поступающего в объём раствора с его поверхности. В этом режиме объём соли, кристаллизующейся на поверхности всех кристаллов в единицу времени в точности равен объёму избыточной соли, появляющемуся в

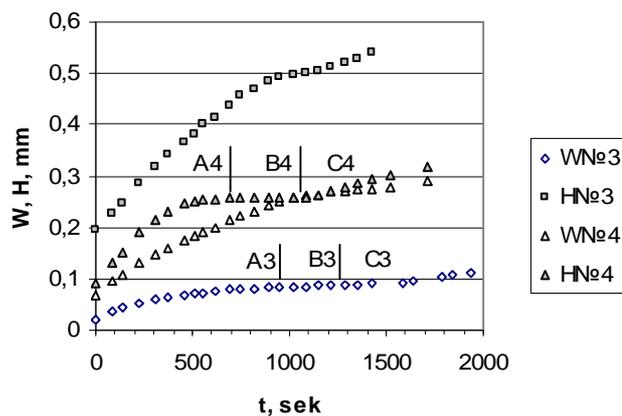


Рис. 1.

растворе в результате испарения воды. В этом режиме рост кристаллов происходит в условиях квазиравновесной концентрации раствора.

2. Дисперсность кристаллов K_2SO_4

Дисперсность кристаллов D находим отношением суммарной поверхности всех кристаллов ΣS_i к их суммарному объёму ΣV_i . После полного испарения растворителя вся площадь дна бывшей капли с кристаллами последовательно фотографируется под микроскопом. Площади отдельных кристаллов на плоскости подложки ΣF_i находим методом планиметрии [9]. Суммарную поверхность кристаллов ΣS_i находим как $\Sigma S_i = 3 \cdot \Sigma F_i$. Суммарный объём кристаллов на дне капли ΣV_i всегда равен объёму соли, растворенной в капле с известной начальной высотой. $\Sigma V_i = V_h \cdot C_0 / \rho$, где V_h – начальный объём капли насыщенного раствора с концентрацией C_0 , ρ – плотность соли. Поскольку начальные высоты капель не превышали половину диаметра их основания, капли можно считать сферическими сегментами. V_h рассчитывается по формуле для сферического сегмента $V_h = \frac{\pi \cdot h \cdot (3a^2 + h^2)}{6}$, где h – начальная высота капли, a – радиус основания капли.

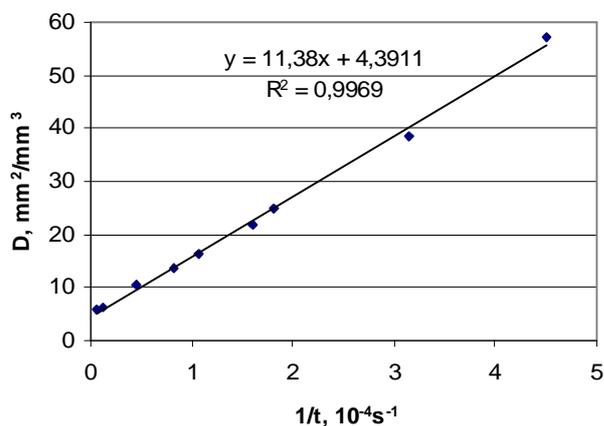


Рис. 2.

На рис. 2 представлена зависимость дисперсности кристаллов D от величины $1/t$, где t – время роста первых обнаруженных кристаллов в каплях, имевших различную начальную высоту либо различную интенсивность испарения. Из рис.2 видно, что дисперсность кристаллов, сформировавшихся в различных условиях, определяется главным образом временем их роста.

$$t \cdot (D - D_0) = k \quad (1)$$

где k – коэффициент пропорциональности между дисперсностью кристаллов и обратным временем их роста, является константой для данной соли. D_0 – постоянная величина для исследуемой соли, отвечает минимальной дисперсности кристаллов при бесконечном времени роста в естественных условиях – без добавления новых порций пересыщенного раствора, затравочных кристаллов и других технологических приемов. Интенсивность испарения воды и начальная высота капли оказывают противоположное влияние на время роста кристаллов и их дисперсность. Величина средней дисперсности кристаллов D , выросших после полного испарения растворителя, стремится к дисперсности кристаллов примерно одинаковых размеров, представленных в наибольшем количестве.

Оказалось, что зависимость (1) дисперсности кристаллов сульфата калия и зависимости дисперсности микроструктур алюминиевых сплавов от времени затвердевания [7] имеют аналогичный характер. Поэтому и процессы формирования дисперсности кристаллов соли в результате полного испарения растворителя можно считать аналогичными процессам, происходящим при затвердевании металлических сплавов.

Список литературы

1. Vekilov P.G. //Crystal Growth & Design 2007. Vol.7, No.12, p.2796-2810
2. Трейбус Е.Б. Кинетика роста и растворения кристаллов. Л.: Изд. ЛГУ.,1979. 248 с.
3. Клубович В.В., Толочко Н.К. Методы выращивания кристаллов из растворов. Минск: Наука і тэхніка,1991. 296 с.
4. Хамский Е.В. Кристаллические вещества и продукты. М.:Химия,1986. 286 с.

5. Шубников А.В., Парвов В.Ф. Зарождение и рост кристаллов. М.: Наука.,1969. 74 с.
6. Галенко П.К. Автореферат ...д.физ.-мат. наук, Ижевск. 2006. 42 с.
7. Федоров В.Ю.// Изв. РАН, сер. физ., 2004. Т.68. №6. с. 859-864
8. Перельман В.И. Краткий справочник химика. М.: ГХИ. 1955. 560 с.
9. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М.: Metallургия. 1970. 376 с.

УДК 539.4

СХОДСТВО И РАЗЛИЧИЯ В ПРОЦЕССАХ МЕХАНИЧЕСКОГО И ТЕПЛОВОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Федоров В. Ю.

ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
v.fedorov@mail.ioffe.ru

Идеи энергетической аналогии процессов плавления, пластической деформации и разрушения использованы в большом количестве работ [1–4]. В работе [2] рассмотрен процесс разрушения металлов с точки зрения взаимодействия дислокаций и предложено считать предельную величину энергии упругой деформации равной скрытой теплоте плавления. Авторы [3] установили прямую зависимость между теплосодержанием на 1 г-атом твердого металла в точке плавления ΔH_{T_s} и механическими свойствами металлов. Авторами [4] так же рассматривается энергетическое подобие процессов плавления и динамического разрушения. Предельная плотность энергии деформации локального объема разрушаемого тела принимается равной

$$Q = \int_T^{T_m} C_p(T) dT + L_m, \quad (1)$$

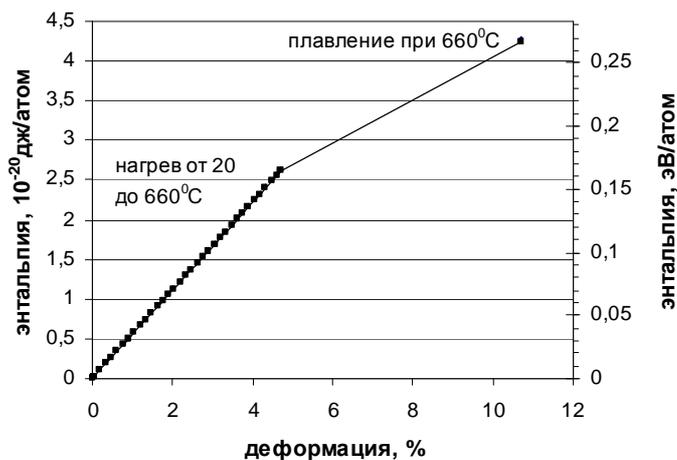
где C_p – теплоемкость при постоянном давлении, T – температура, ниже которой можно пренебречь вкладом тепловых колебаний атомов в плотность внутренней энергии, T_m – температура плавления, L_m – скрытая теплота плавления кристаллической решетки. Первое слагаемое в этой формуле есть энтальпия. По мнению авторов [4] энергетическое подобие в поведении системы металл - внешнее воздействие при тепловом и механическом воздействии определяется тем, что, как при механическом нагружении, так и при тепловом воздействии, возникают переходы (изменения) кристаллической фазы в квазиаморфную.

Однако существование квазиаморфного состояния не подтверждается результатами исследования микроструктуры разрушенных металлических образцов вблизи магистральной трещины. В работе [5] показано, что в местах наибольших напряжений в эвтектическом силумине происходит некоторый рост размеров частиц кремния, что в большей степени характерно для процесса кристаллизации, а не плавления. Если бы повышение плотности энергии деформирования приводило к "локальному плавлению", то вблизи места разрушения силуминовых образцов частицы кремния были бы должны измельчаться, а не расти.

Вместе с тем, сходства в процессах плавления и механического разрушения имеются. При нагревании металла от комнатной температуры до температуры плавления наблюдается линейная зависимость температуры от времени. Этот участок "теплового" деформирования похож на участок упругости на диаграмме растяжения. По мере дальнейшего нагрева металла и достижения им температуры T_k начинается процесс плавления металла, в котором вся теплота кристаллизации расходуется на полное разрушение его кристаллической решетки и "кристаллических связей". На

диаграмме растяжения площадку текучести или область равномерной пластической деформации условно можно сравнить с процессом плавления, поскольку разрываются не все, а наиболее "напряженные" связи. При дальнейшем механическом нагружении во многих металлах происходят процессы их упрочнения. В процессах нагревания и плавления металлов аналогии с процессом упрочнения металла под нагрузкой не существует.

Сравним затраты механической и тепловой энергии, необходимые для достижения одинаковой степени деформации образца. На рисунке представлена зависимость приращения энтальпии алюминия (в сравнении с комнатной температурой) от величины относительного увеличения объема δ , вызванного ростом температуры. Величину относительной объемной деформации находили как $\delta = 3 \cdot \alpha \cdot \Delta T$ – утроенное произведение α – коэффициента теплового линейного расширения алюминия – на температуру ΔT , отсчитываемую от комнатной. Зависимость состоит из двух линейных участков. Первый участок (толстая линия) отвечает нагреву металла от комнатной температуры до температуры плавления алюминия. Второй участок характеризует увеличение теплосодержания и объема алюминия непосредственно в процессе его плавления.



Из рисунка видно, что плотность "тепловой энергии" деформирования алюминия прямо пропорциональна величине относительной деформации. Эта зависимость качественно справедлива для любых металлов, увеличивающихся в объеме при нагревании. Найдем коэффициент пропорциональности между плотностью "тепловой энергии" деформирования и величиной относительной деформации, вызванной нагреванием металла.

$$G = \frac{\Delta H}{\Delta \delta} = \frac{c_p \cdot \rho \cdot 10^6}{3 \cdot \alpha_l \cdot M}, \text{ где } c_p \text{ – изобарная теплоемкость, измеряемая}$$

мая в Дж/моль, ρ – плотность металла, α_l – коэффициент теплового линейного расширения металла, M – молярная масса металла. В сравниваемых процессах теплового и механического деформирования константу G можно считать модулем "теплового объемного расширения". Для алюминия коэффициент теплового линейного расширения равен $\alpha = 0,238 \cdot 10^{-4}$. Тогда $G = 25,1 \cdot 2,7 \cdot 10^6 / 3 \cdot 0,238 \cdot 10^{-4} \cdot 27 = 3,5154 \cdot 10^{10}$ Дж/м³. Это значение почти в два раза меньше, чем объемный модуль упругости B , по данным [6], $B = 7,22 \cdot 10^{10}$ Дж/м³.

Плотность упругой энергии всестороннего сжатия или растяжения прямо пропорциональна квадрату деформации $U = B \cdot \delta^2 / 2$ [6]. Тогда отношение энергий теплового и механического деформирования будет равно $\frac{U_{\text{т}}}{U} = \frac{2 \cdot G}{B \cdot \delta}$. Учитывая прибли-

женную зависимость $G = B/2$, можно найти приближенное отношение $\frac{U_{\text{т}}}{U} = \frac{1}{\delta}$. Из

последней зависимости следует несколько выводов. 1. Чем выше степень деформации, тем меньше отношение тепловой энергии к механической. 2. Для одинаковой относительной деформации затраты тепловой энергии оказываются большими в $1/\delta$ раз в сравнении с энергией всестороннего механического деформирования. Так для

деформации алюминия на 0,1% ($\delta = 0,001$) изменение энтальпии ($\Delta H = 3,517 \cdot 10^7$ Дж/м³) оказывается почти в 1000 раз большим, чем плотность энергии упругого деформирования ($U = 3,61 \cdot 10^4$ Дж/м³) на такую же величину. Таким образом, в процессах деформирования, происходящих при малых скоростях нагружения и при комнатной температуре, вкладом энтальпии в плотность энергии деформации можно пренебречь.

Использование "квазихимического подхода" [7], согласно которому вся теплота кристаллизации расходуется на разрушение кристаллических связей, позволило рассчитать энергии связей на единицу площади для различных плоскостей ГЦК ячейки алюминия. Считая, что в процессе пластической деформации основные затраты энергии связаны с разрывом наиболее напряженных связей и соответствующим удлинением образца, можно оценить величину работы деформирования U для различных кристаллографических направлений в монокристаллическом образце.

$$U = C \cdot \frac{L_{at}}{a^3} \cdot \Delta l \cdot F_0 \quad (2),$$

где C – множитель, связанный с кристаллографическим направлением, L_{at} – теплота кристаллизации в расчете на один атом, a – размер ГЦК ячейки, Δl – величина пластической деформации, F_0 – начальное значение поперечного сечения образца. Произведение $C \cdot \frac{L_{at}}{a^3}$ характеризует максимальные напряжения. Для поликристаллических образцов необходимо принимать некоторое усредненное значение коэффициента C . Для алюминия максимальное напряжение отрыва равно примерно 705 МПа, а максимальное напряжение сдвига составляет 352 МПа.

Сравнивая работу разрушения поликристаллических образцов из технически чистого алюминия, определяемую по кривым деформирования, со значениями, найденными по формуле (2), находим, что теоретические оценки дают значения в 7 – 8 раз большие.

Таким образом, для пластичных металлов, деформируемых при комнатной температуре, величина их теплоты кристаллизации может служить основой для приближенной оценки величины предельной плотности энергии деформации и прочности образцов.

Список литературы

1. Иванова В.С. Усталостное разрушение металла.- М.:Металургиздат, 1963.- 258с.
2. Одинг И.А. /Изв. АН СССР. Металлургия и топливо, 1960.- №3.- С.3-10.
3. Осипов К.А. Вопросы теории жаропрочности металлов и сплавов. М.: Изд-во АН СССР, 1960.- 285с.
4. Илькаев Р.И., Учаев А.Я., Новиков С.А., Завада Н.И., Платонова Л.А., Сельченкова Н.И. Универсальные свойства металлов в явлении динамического разрушения // ДАН. 2002. Т.384. № 3.с. 328-333.
5. Федоров В.Ю., Кустов С.Б., Шаллер Р. //Изв. РАН. Сер. физ.,2004.Т. 68. №6. С.865
6. Киттель Ч. Введение в физику твердого тела. М.:Наука. 1978. 792 с.
7. Чалмерс Б. Теория затвердевания. (пер. с англ.) М.:Металлургия, 1968. 288 с.

ПРИЧИНЫ ВОЗНИКНОВЕНИЯ РЕГУЛЯРНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ ДЕФЕКТОВ В ПРОФИЛИРОВАННОМ САПФИРЕ

Андреев Е. П., Гайдук А. И., Литвинов Л. А.

НТК «Институт монокристаллов» НАНУ, г. Харьков, Украина
gaiduk@isc.kharkov.ua

Особенностью метода Степанова является рост из тонкой пленки расплава, что делает невозможным оттеснение примесей в свободный объем расплава. Примесь оттесняется фронтом кристаллизации и переносится конвективным потоком расплава от центра к периферии, где скапливается и захватывается кристаллом [1]. Захват примеси приводит к образованию дефектных зон с повышенным содержанием примесей и пор на поверхности сапфира [2, 3]. Целью работы является определение факторов, влияющих на образование поверхностных дефектов в процессе выращивания и отжига сапфира.

Сырье для выращивания сапфира по суммарному содержанию неконтролируемых примесей можно разделить на три класса:

I – $1 \cdot 10^{-4}$ масс. %;

II – $(4,2-11) \cdot 10^{-3}$ масс. %;

III – $(39-86) \cdot 10^{-3}$ масс. % и более.

Из каждого класса сырья выращивались сапфировые стержни диаметром 9 мм в кристаллографическом направлении $\langle 0001 \rangle$ со скоростью 20–60 мм/час из формообразователя с одноканальной подпиткой расплава. Кристаллы отжигались в вакууме при 1500–1950°C в течение 4 часов в среде с химическим потенциалом 180 кДж/моль и – 30 кДж/моль. Химический потенциал среды выращивания (отжига) определялся как разность химических потенциалов алюминия и кислорода в продуктах химической диссоциации корунда и технологической среды [4].

В кристаллах, выращенных из сырья с суммарной концентрацией примесных элементов более $7 \cdot 10^{-2}$ масс. %, образуется приповерхностный дефектный слой с регулярным характерным рельефом, который представляет собой скопления пор и примесей (рис. 1). Ширина и шаг его изменяются от 0,05 до 0,8 мм и зависят прямо пропорционально от скорости выращивания.

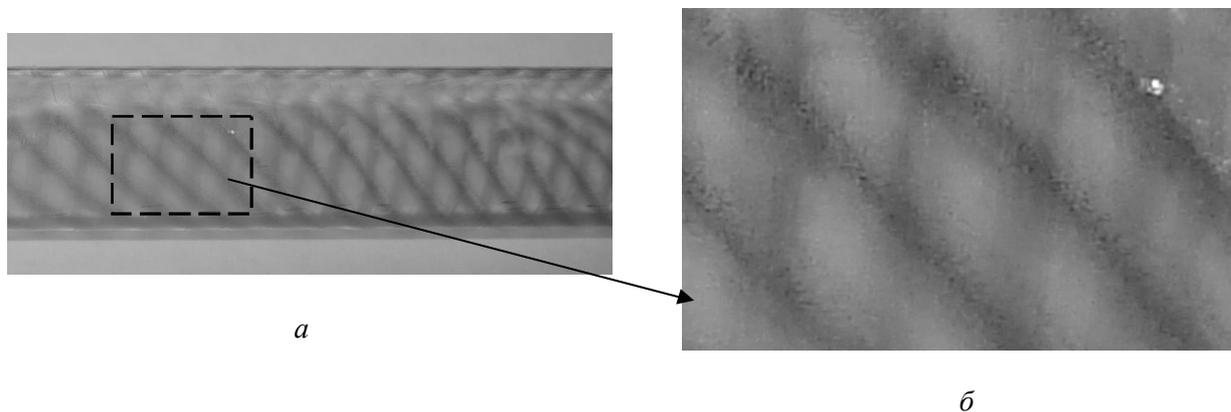


Рис. 1. Приповерхностный дефектный слой с регулярным характерным рельефом стержня, выращенного из сырья II класса: *а* – поверхность стержня, *б* – фрагмент поверхности стержня (x12).

Периодичность рельефа определяется оттеснением инофазных включений кристаллизационным давлением, их переносом к периферии потоком расплава и их периодическим захватом фронтом кристаллизации при достижении критической концентрации (рис. 2).

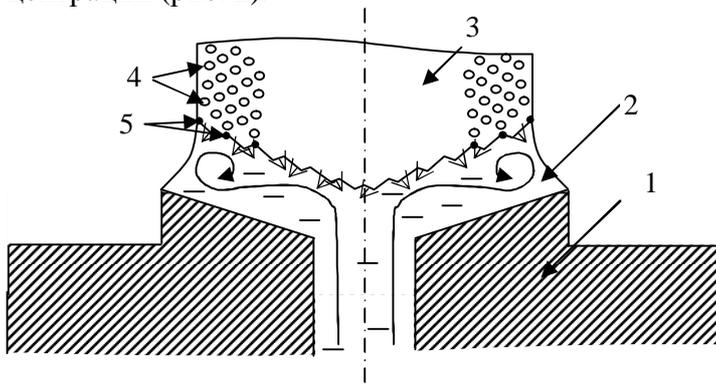


Рис. 2. Схема формирования приповерхностного дефектного слоя с регулярным характерным рельефом: 1 – формообразователь, 2 – расплав, 3 – кристалл; 4 – скопления пор, 5 – впадины, в которых формируются скопления пор.

При отжиге в среде с химическим потенциалом -30 кДж/моль при $1700\text{--}1950$ °С в приповерхностном слое кристаллов, выращенных из сырья II и III классов, наблюдалось разрушение приповерхностного слоя на глубину до $0,6$ мм (рис. 3).



Рис. 3. Разрушение приповерхностного слоя стержня, выращенного из сырья III класса, после отжига в вакууме (-30 кДж/моль, $T = 1950$ °С).

верхностном дефектном слое кристаллов.

При отжиге с химическим потенциалом 180 кДж/моль, когда стехиометрия не восстанавливается, разрушение приповерхностного слоя в кристаллах не наблюдалось.

Список литературы

1. Андреев Е. П., Литвинов Л. А., Пищик В. В. Влияние характера распределения потоков расплава на образование пор в профилированном сафире. // Материалы Всесоюзного совещания по получению профилированных кристаллов и изделий способом Степанова и их применению в народном хозяйстве. – Л, ФТИ, 1986. – С. 87 – 90.
2. Березина И.Е., Цивинский С.В., Затуловский Л.М. Некоторые закономерности формирования дефектов в профилированных кристаллах сафира. Изв. АН СССР. Сер. Физ., 1985, т. 49, с. 2398.
3. Добровинская Е.Р., Литвинов Л.А., Пищик В.В. Энциклопедия сафира. –Харьков: НТК «Институт монокристаллов», 2004, 508 с.
4. Кривоносов Е.В. Окислительно-восстановительный потенциал среды выращивания монокристаллов корунда // Функциональные материалы. – 1994. – Т.1, №2. С. 105 – 109.

РАЗРУШЕНИЕ САПФИРА ПРИ ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ

Коневский П. В.¹, Литвинов Л. А.¹, Андреев Е. П.¹, Синани А. Б.²¹Институт монокристаллов НАНУ, г. Харьков, Украинаkopamas@gmail.com²Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе, РАН, С.-Петербург

Цель работы исследовать влияние анизотропии твердости сапфира и термообработки на механические характеристики при экстремальных динамических нагрузках и возможности улучшения функциональных параметров сапфировых изделий.

В литературе [1] приведены данные о микротвердости сапфира при нагрузке 0,1–1 кг: $HV = 23$ ГПа вдоль оптической оси. В связи с использованием сапфира в экстремальных условиях в эксперименте выбраны нагрузки 10–100 кг. При измерении твердости по Викерсу глубина проникновения индентора составляет примерно 3 мкм, что соответствует глубине поврежденного слоя при механической обработке, поэтому основной вклад в значение твердости дает дефектный приповерхностный слой, а не объем кристалла. При нагрузках 10–100 кг индентор проникал в кристалл на глубину от 5 до 50 мкм. Сапфир хрупок, поэтому измерения затруднены тем, что после снятия нагрузки с индентора отпечаток разрушается, и невозможно определить его истинный размер. Для устранения этого эффекта отпечаток фиксировался тонким (2 мкм) слоем алюминия на поверхности образца. Точность при таком измерении размеров отпечатка составляет 3% [2].

Для измерений было изготовлено 2 группы пластин кристаллографических ориентаций (0001) , $(10\bar{1}0)$, $(11\bar{2}0)$, $(10\bar{1}2)$ из лейкосапфира. Образцы прошли одинаковую механическую полировку, одна серия образцов была упрочнена отжигом в водороде при 1750 °С, в течение 4 часов.

После отжига в водороде наблюдается максимальная твердость сапфира в кристаллографическом направлении $(10\bar{1}0)$, равная 20 ГПа при нагрузке 10 кг (рис.), что, по-видимому, связано с меньшим межплоскостным расстоянием в направлении $\langle 10\bar{1}0 \rangle$. При испытании исходных образцов наблюдался меньший разброс результатов измерений и меньшие на 1–2 ГПа значения твердости. С ростом нагрузки величина твердости падала медленнее, чем в отожженных в водороде образцах. Это объясняется поверхностными дефектами, оставшимися после механической полировки (в отожженном кристалле, эти дефекты исчезли после рекристаллизации поверхности), которые служили

стопорами движения дислокаций и трещин.

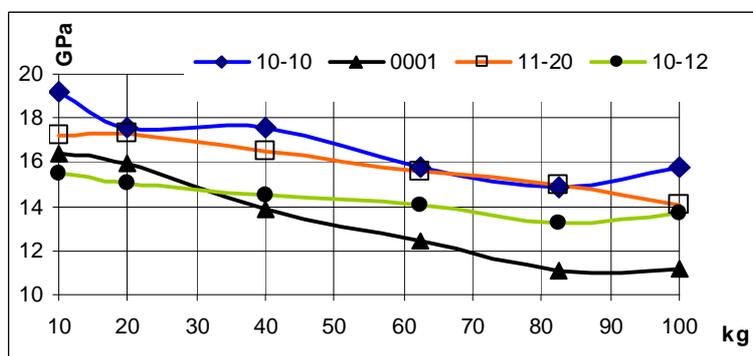


Рис. Влияние ориентации на твердость по Викерсу в зависимости от приложенной на индентор нагрузки

Разрушение (фрагментация) при динамических нагрузках исследовалось на кристаллах, выращенных методом Степанова вдоль оптической оси. Образцы отжигались в среде с различными химическими потенциалами. Кристаллы дробились в

одинаковых условиях и после фотометрирования строились распределения по размерам частиц.

Измерения подтверждают эффект упрочнения сапфира дополнительными водородными связями [3]. Количество осколков в 5–10 раз меньше, чем в шлифованных образцах (не прошедших термообработку), и в 3–5 раз меньше, чем в образцах, прошедших отжиг в окислительно-восстановительной среде.

Экспериментально показано различие в твердости разных кристаллографических плоскостей, в том числе характер изменения твердости при больших нагрузках. Наиболее прочная плоскость в сапфире (10-10) – твердость 19–20 ГПа. С увеличением нагрузки твердость в плоскости (10-10) снижается медленнее, чем в других кристаллографических плоскостях (с 19 до 16 ГПа). За ней идет плоскость (11-20), и плоскости (0001) и (10-12).

Список литературы

1. E.Dobrovinskaya, L.Lytvynov, V.Pischik//Sapphire in science and engineering – Kharkov STC “Institute of Single Crystal” NAS of Ukraine, 2007, p.480
2. А.Б. Синани//Об измерении твердости хрупких тел – Письма в ЖТФ 2003, том 29, вып. 19
3. Коневский В.С. Литвинов Л.А.//Особенности восстановления корунда отжигом в водороде - «Проблемы получения и использования материалов» ВНИИМ, Харьков 1988 №21, стр.90-93

ЗАВИСИМОСТЬ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ САПФИРА ОТ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ

Литвинов Л. А., Волошин А. В., Розенберг О. А.*

Институт монокристаллов НАН Украины, Харьков

** Институт Сверхтвердых Материалов НАНУ, Киев, Украина*

Voloshina@isc.kharkov.com

Ресурс эндопротеза тазобедренного сустава и других пар трения зависит от физико-механических свойств контактирующих материалов и качества обработки поверхностей.

Из неметаллических элементов пар трения наибольшее распространение получили поликристаллы на основе оксидов циркония и алюминия. Эти керамики работают в агрессивной среде, выдерживая высокие контактные нагрузки. Однако поликристаллы состоят их хаотически ориентированных зерен. Межзеренные границы существенно отличаются по структуре, твердости и примесному составу от зерен. Поэтому поликристалл уступает по качеству полировки и ряду других параметров аналогичному монокристаллу, состоящему из одного зерна [1].

Улучшение механических свойств – важная задача, т.к. изделия должны выдерживать прямые и боковые усилия в сотни килограмм (эндопротез тазобедренного сустава испытывается при нагрузке в 1,5 т.) и не изнашиваться десятки лет [2]. В большинстве конструкций сферическая часть эндопротеза (головка) контактирует с эластичной частью, выполненной из высокомолекулярного полиэтилена. Появление при трении частиц износа полиэтилена размером 0,5–5 мкм является первичным фактором прогрессирующей потери костной массы (остеолиза) [3]. Износ полиэтилена при работе металл–полиэтиленовой пары достигает 200 мкм/год. Замена метал-

лической сферы более твердой сапфировой снижает износ полиэтилена более чем в два раза, но не ликвидирует его. Проведенные ранее исследования [4] и анализ пары сапфир–полиэтилен, проработавшей 7 лет *in vivo*, не обнаружили следов износа сапфира. Таким образом, при использовании сапфир–полиэтиленовой пары задача состоит в минимизации последствий износа полиэтилена.

Рельеф задавали на стадии грубой шлифовки с помощью углублений. Углубления занимают не более 2–3 % от площади поверхности образца. Поэтому эти отклонения от плоскостности практически не изменяют опорную поверхность. Этот тип рельефа может играть роль карманов для смазывающей жидкости (при исследовании – раствор Рингера, при работе в организме человека – биологическая жидкость) и карманов для накопления продуктов износа. Последние скапливаются в карманах, не распространяясь по рабочим поверхностям, и не способствуя еще большему износу, системным и отдаленным реакциям организма на продукты износа. При сравнении пар трения полиэтилен-сапфир в жидкой среде с различным рельефом поверхности сапфирового образца, было установлено, что пара с углублениями имеет более низкий коэффициент трения. Изменение коэффициента трения в зависимости от рельефа обработанной поверхности составляет 19–25% и не зависит от количества циклов испытаний (рис.).

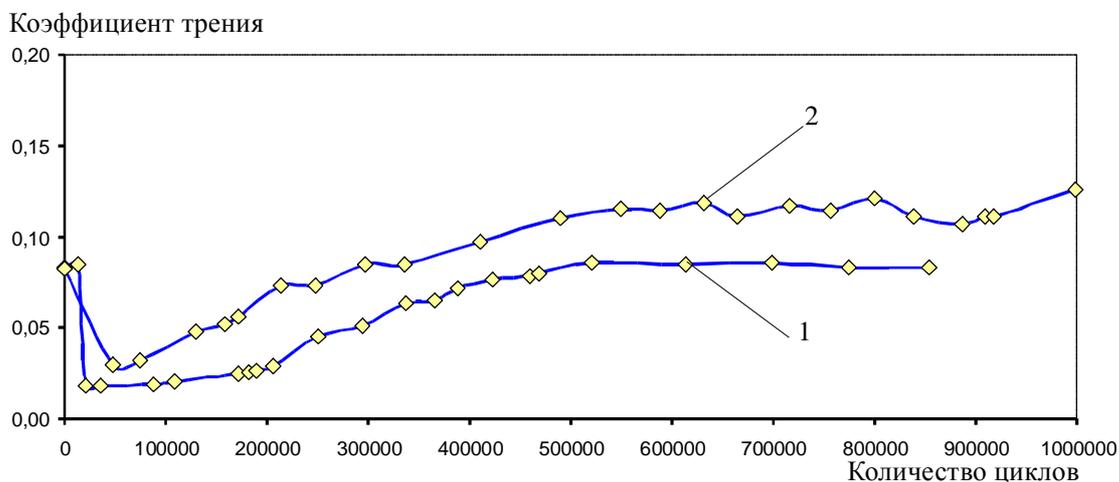


Рис. Зависимость коэффициента трения пары сапфир/полиэтилен от количества циклов испытания: 1 — поверхность сапфира с углублениями, выполненными на стадии предварительной обработки; 2 — поверхность сапфира без углублений

Список литературы

1. Е.Р. Добровинская, Л.А. Литвинов, В.В. Пищик. Энциклопедия сапфира. – Х.: НАНУ, Институт монокристаллов.- 2004. - 510 с.
2. Корж Н.О., Філіпченко В.А., Островська О.Л., Юхно Т.П., Литвинов Л.А., Севидова О.К., Тимченко І.Б., Глухова А.Г., Похил Ю.В., Волошин О.В. Трібологічні дослідження монокристалічних пар тертя для ендопротезів штучних суглобів // Вісник ортопедії, травматології та протезування.– 2003.–Т. 3,№38.– С.34-37.
3. Shanbhad A.S., Jacobs J.J., Black J. et al. Effects of particles on fibroblast proliferation and bone resorption *in vitro*.// Clin.Ortho.- 1997. p.205-217
4. Voloshin A.V., Lytvynov L.A. Effect of sapphire crystal structure peculiarities on attrition wear// Functional materials.– 2002.–Vol.9,№3.– P.554-555.

УПРАВЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫМ ПОЛЕМ И ОСТАТОЧНЫМИ НАПРЯЖЕНИЯМИ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ САПФИРОВЫХ ЛЕНТ ШИРИНОЙ 30 ММ

Крымов В. М., Бахолдин С. И., Москалев А. В., Мамедов В. М., Юферев В. С., Антонов П. И., Денисов А. В.*, Саллум М. И.*, Пунин Ю. О.*

*Физико-технический институт им.А.Ф. Иоффе РАН,
* Санкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург, Россия
V.Krymov@mail.ioffe.ru*

Известно, что дефектная структура (остаточные напряжения, блочность, дислокации) в кристаллах, выращиваемых из расплава, связана, главным образом, с пластической деформацией под действием термических напряжений, появляющихся вследствие нелинейности температурного поля в растущем кристалле. Особенно это проявляется при выращивании профилированных кристаллов в форме лент, поскольку термические напряжения увеличиваются пропорционально квадрату ширины ленты и обратно пропорционально ее толщине. Кроме того, оказалось, что касательные компоненты термических напряжений, действующие в системах скольжения, в лентах сильно зависят от кристаллографической ориентации. В лентах с плоскостями, совпадающими с кристаллографической плоскостью (0001) (базисноограниченных), наблюдается тенденция к блокообразованию. В [1, 2] была исследована дислокационная и блочная структура и рассмотрены причины образования боков в лентах этой ориентации. Оказалось, что в данном случае не работает легкая базисная система скольжения, которая в других ориентациях снимает возникающие термические напряжения. Это приводит к тому, что дислокации, образующиеся при работе более жесткой призматической системы, перестраиваются в границы блоков.

Таким образом, базисноограниченные ленты оказываются более чувствительными к кривизне температурного поля в процессе выращивания, и в обычных тепловых зонах, в которых можно легко выращивать ленты других ориентаций, базисноограниченные ленты растут блочными. Поэтому возникает задача создания тепловой зоны, в которой распределение температуры вдоль оси ленточных кристаллов будет существенно более линейным.

В данной работе представлены результаты работы по целенаправленному подбору температурного распределения за счет изменения тепловой экранировки. Использовались три варианта экранировки тепловой зоны с резистивным нагревом. Нагреватель и тигель имели цилиндрическую форму, а управление распределением температуры в зоне осуществлялось за счет различных экранов, расположенных выше формообразователя. Конфигурация и расположение экранов представлены на рис.1: (а) – горизонтальные экраны, (б) – наклонные экраны и (в) – наклонные экраны без крышки формообразователя.

Распределение температуры вдоль оси выращивания ленты, измеренное с помощью вращаемой термопары, показано на рис.2. Видно, что изменение экранировки приводит к существенному перераспределению тепловых потоков в зоне, уменьшению времени пребывания кристалла при предплавильных температурах и некоторому снижению кривизны температурного профиля.

В кристаллах, выращенных в трех тепловых зонах, были измерены поля остаточных напряжений по методике, разработанной в [3].

Проведены также численные расчеты распределения температуры в тепловой зоне и термоупругих напряжений по модели глобального теплообмена, разработанной в [4].

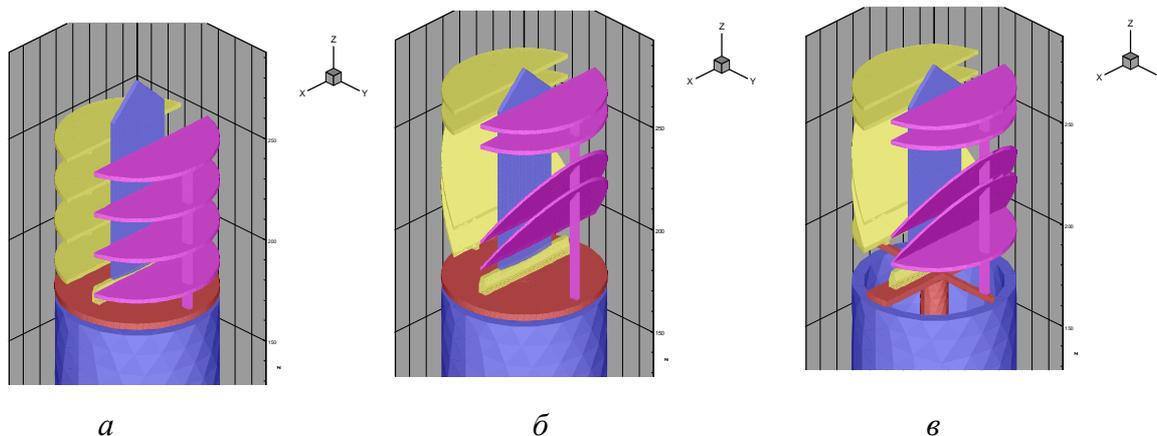


Рис. 1. Схемы тепловых экранов для выращивания базисноограненной ленты, шириной 30мм.

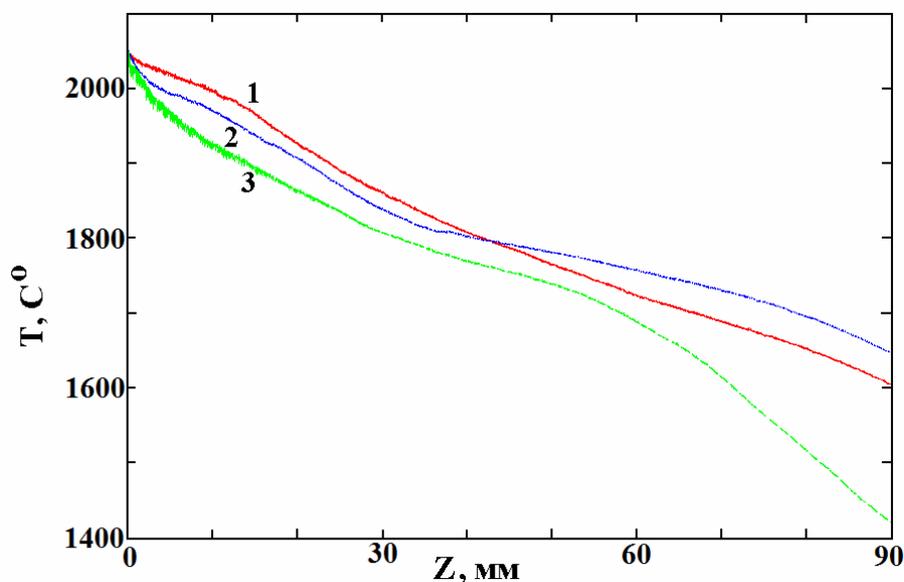


Рис. 2. Распределение температуры вдоль оси выращивания лент для трех примененных экранировок. Кривые 1,2,3 соответствуют вариантам *a*, *б*, *в* (рис.1)

Результаты выращивания лент в тепловых зонах с тремя различными экранировками показали:

1. В зоне с плоскими горизонтальными экранами ленты всегда растут блочными, уровень остаточных напряжений достигает 25 МПа в середине ленты.
2. Применение наклонных экранов привело к существенному перераспределению остаточных напряжений в выращиваемых лентах: в середине ленты напряжения не превышают 3–5 МПа, а на краях могут достигать и 30 МПа. В этой тепловой зоне устойчиво растут базисноограненные ленты без блоков.
3. Третий вариант экранировки позволил еще больше снизить уровень остаточных напряжений в лентах (не более 3 МПа по всей ленте). Блоков в лентах также не образуется.

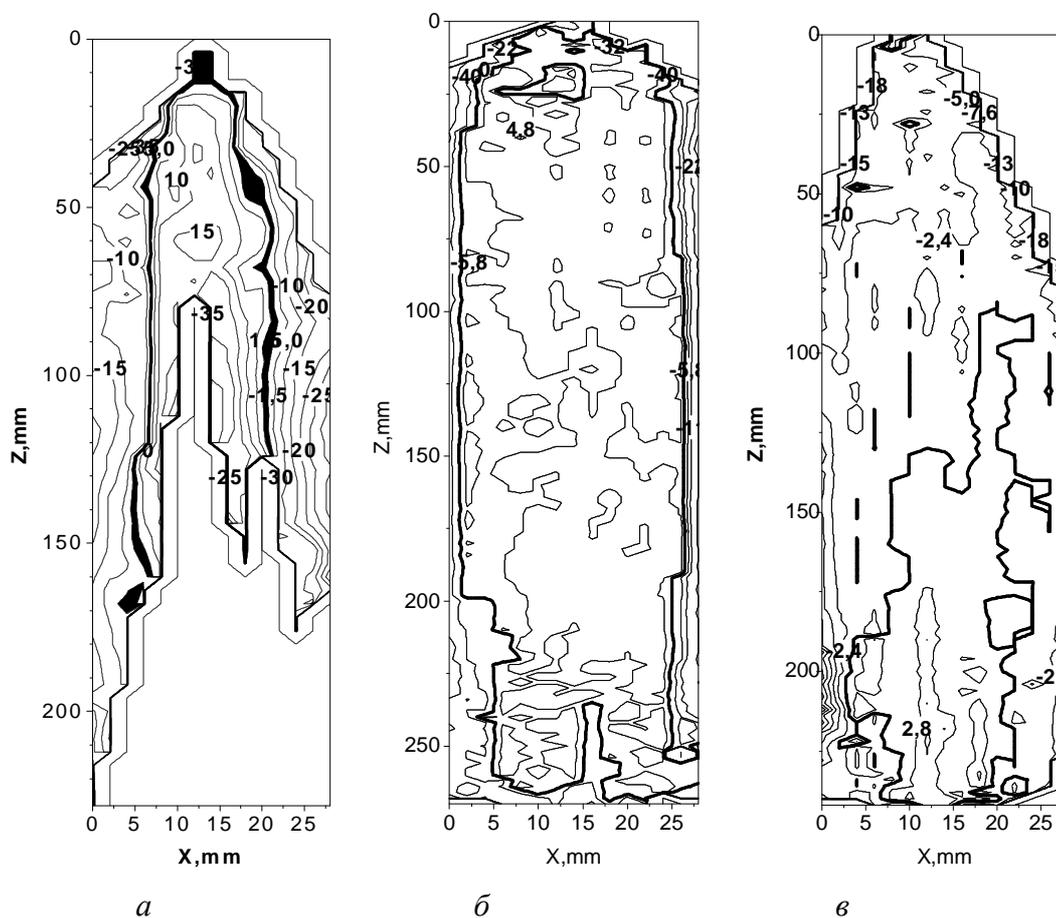


Рис. 3. Эпюры остаточных напряжений в лентах, выращенных в тепловых зонах, соответствующих рис.1. Цифрами обозначены значения разности главных напряжений в МПа.

Таким образом, изменение конфигурации экранов позволило снизить уровень термических напряжений, что привело к снижению остаточных напряжений и позволило получить безблочные базисноограниченные ленты шириной 30 мм при сохранении общей конфигурации тепловой зоны и без значительного изменения общей мощности нагрева.

Список литературы

1. П.И.Антонов, В.М.Крымов, Носов Ю.Г., И.Л.Шульпина // Изв РАН, сер.физ. 2004.Т.68, № 6.С.777-783.
2. Л.Л.Куандыков, С.И.Бахолдин, И.Л.Шульпина, П.И.Антонов //Изв .РАН, сер.физ., 2004, Т.68., №6., С 784-789
3. А.В.Денисов, В.М.Крымов, Ю.О.Пунин // ФТТ, 2007, Т. 49, вып.3,С.454-459
4. В.М.Мамедов, В.С.Юферев, С.И. Бахолдин, Ю.Г.Носов// Кристаллография, 2007 (в печати)

РЕНТГЕНТОПОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ ЛЕНТОЧНЫХ КРИСТАЛЛОВ САПФИРА

Шульпина И. Л., Бахолдин С. И., Крымов В. М., Антонов П. И.

*Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия
V.Krymov@mail.ioffe.ru*

Базисноограниченные ленточные кристаллы сапфира весьма перспективны для применения в качестве подложек и оптических устройств. Кроме того, они представляют собой уникальный объект для физических исследований формирования дислокационной структуры при различных условиях выращивания. Это связано с тем, что, во-первых, поверхность ленты представляет собой зеркально-гладкую базисную грань, и для исследования ленты различными методами не требуется дополнительной резки, шлифовки и полировки. Во-вторых, ленточные кристаллы этой ориентации весьма чувствительны к тепловым условиям выращивания, и для них, в отличие от лент любых других ориентаций, характерно образование блочной структуры. В [1,2] методом Степанова были выращены базисноограниченные сапфировые ленты шириной 30 мм и методами избирательного химического травления и рентгеновской топографии изучено образование в них блочной и дислокационной структуры. Было показано, что в лентах только этой ориентации не работает легкая базисная система скольжения, которая в лентах других ориентаций снимает возникающие термические напряжения. В базисных лентах начинает работать более жесткая призматическая система скольжения, и в результате образуются дислокации, при перестройке которых возникают блоки, вытянутые вдоль направления вытягивания. Показано, что, целенаправленно изменяя тепловые условия выращивания, можно получать безблочные базисноограниченные ленты. В [3] были исследованы остаточные напряжения в таких лентах с помощью поляризационно-оптического метода и показано, что величина и распределение остаточных напряжений в целом коррелирует с дислокационной структурой лент.

В данной работе приведены основные результаты рентгенотопографического исследования дислокационной структуры базисноограниченных лент шириной 30 и 50 мм и толщиной 1.5 мм и длиной до 350 мм. Использовались методы проекционной топографии в геометрии Брега (Cu K α -излучение) и Ланга (Mo K α -излучение). Для исследования распределения дислокаций по толщине образцов применялся так называемый метод стоп-кадров [4].

На рис.1 приведена типичная топограмма базисноограниченной ленты шириной 30 мм. Анализ топограмм показывает, что для лент характерны следующие типы структурных дефектов:

- полосы роста, обозначавшиеся рядами газовых включений и повторяющие форму фронта кристаллизации;
- отдельные дислокации, распространяющиеся в разных плоскостях скольжения;
- малоугловые границы, образовавшиеся в центральной части ленты в результате взаимодействия дислокаций разных плоскостей скольжения в поле термоупругих напряжений;
- границы блоков, формирующиеся в результате накопления разориентации по обе стороны от малоугловых границ.

Анализ топограмм показал, что в базисноограниченных лентах присутствуют дислокации двух типов. Большую часть составляют дислокации с вектором Бюргера, не лежащим в плоскости базиса, т.е. принадлежащие к призматической или пирамидальной системе скольжения. Они имеют характерный прямолинейный вид, часто начинаясь на газовых включениях. В основном наблюдается две плоскости скольжения этих дислокаций. Они наклонены друг к другу на угол 120 град, образуя сначала редкие, а затем плотные малоугловые границы в центре ленты. На фотограммах проявляется несимметрия противоположных сторон ленты, поэтому наблюдаемые дислокационные линии нельзя рассматривать как прямолинейные отрезки, пересекающие ленту по толщине, они имеют более сложную конфигурацию, возможно, образуя полупетли. Именно эти дислокации и формируют малоугловые границы, а в дальнейшем и границы блоков.

В лентах также наблюдаются базисные дислокации, которые выявляются только при съемке на просвет. Они имеют характерный криволинейный вид и образуют запутанную сетку. Замыкаясь друг на друге, они практически не выходят на поверхность, образуя заглубленный слой, лежащий приблизительно посередине толщины ленты. Плотность этих дислокаций невысока, а их происхождение пока остается не установленным, поскольку с точки зрения термоупругости скольжение по плоскости базиса в лентах этой ориентации невозможно.

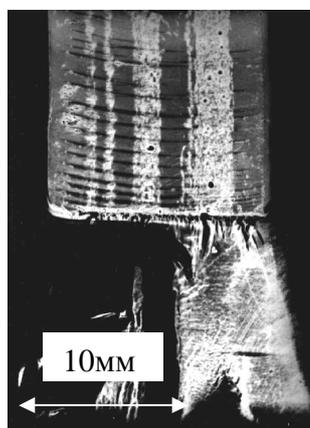
Основные типы дефектов и общие закономерности формирования структуры для лент шириной 30 и 50 мм совпадают, но в целом плотность дефектов в более широких лентах выше, несмотря на тщательный подбор тепловых условий. Этот результат соответствует представлениям о возрастании термических напряжений пропорционально квадрату ширины ленты.

Практика выращивания базисноограниченных лент показала, что они особо чувствительны не только к конфигурации теплового поля, но и к качеству затравочных кристаллов и режиму разращивания, что особенно сильно проявилось при выращивании лент шириной 50 мм. На рис.2 *а,б* приведены топограммы начальных участков выращивания лент, в которых в качестве затравок использовались выращенные ранее базисноограниченные ленты шириной 8 мм. Такие узкие ленты стабильно росли безблочными до длины 450 мм. При выращивании ленты, показанной на рис.2а затравление производилось на полную ширину затравки без выполнения перетяжки. Несмотря на тщательный прогрев и оплавление затравки блоки в этой ленте возникли непосредственно на линии затравления. Но и при выполнении узкой перетяжки (рис.2б) вскоре после затравления наблюдается быстрый рост плотности дислокаций и их выстраивание в границы, вытянутые в направлении выращивания. При дальнейшем росте в таких лентах всегда происходило образование блочной структуры.

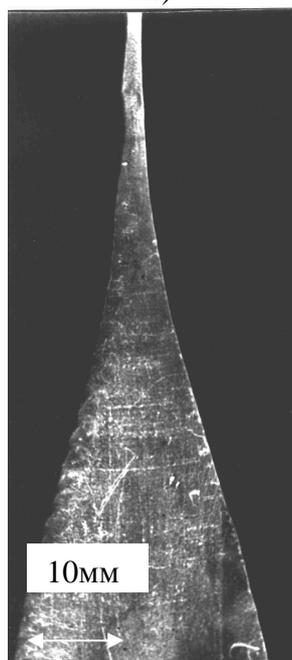
На рис.2в приведена топограмма кристалла, при выращивании которого в качестве затравки также использовалась выращенная ранее безблочная лента, но не базисноограниченная, а с плоскостью призмы $(11\bar{2}0)$ по широкой стороне. Плоскость базиса в этой ленте-затравке выходила на узкую сторону. Для выращивания базисноограниченной ленты такая затравка устанавливалась поперек формообразователя. Из рисунка видно, что при плавном разращивании начальный участок базисноограниченной ленты оказывался почти бездислокационным, а формирования малоугловых границ сразу после затравления не происходило. При выходе на полную ширину плотность дислокаций в таких лентах возрастала, но не достигала критических значений, характерных для формирования блочной структуры.



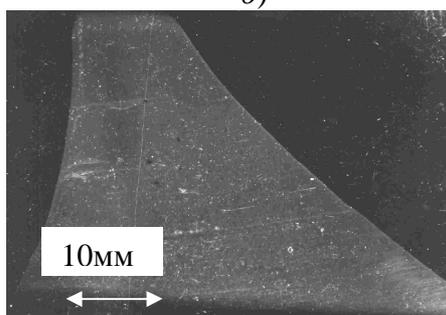
Рис. 1



a)



б)



в)

Рис. 2

Список литературы

1. П.И.Антонов, В.М.Крымов, Носов Ю.Г., И.Л.Шульпина //Изв РАН, сер. физ. 2004. Т.68, № 6. С. 777-783.
2. Л.Л.Куандыков, С.ИБаходдин, И.Л.Шульпина, П.И.Антонов //Изв .РАН, сер.физ., 2004, Т.68., №6., С 784-789.
3. А.В.Денисов, В.М.Крымов, Ю.О.Пунин //ФТТ, 2007, Т. 49, вып.3, С. 454-459.
4. И.Л.Шульпина //Кристаллография, 1992, Т.37, № 2, С. 451-457.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПОЛЕЙ И ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕПЛОВОЙ ЗОНЫ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ ЛЕНТ САПФИРА ШИРИНОЙ 50 ММ

Мамедов В. М., Юферев В. С., Бахолдин С. А., Крымов В. М., Носов Ю. Г.

*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург,
vasifm@mail.ru*

Базисно ограниченные (БО) ленты сапфира являются чрезвычайно привлекательным материалом как для использования в качестве подложек при эпитаксии нитридных структур, так и при изготовлении различного рода оптических изделий. Такие ленты обладают зеркально-гладкой поверхностью, что снижает до минимума потребность в их дорогостоящей механической обработке. Однако в нашей стране проблема производства подобных лент до сих пор остается нерешенной, поскольку не удается надежно предотвращать образование в таких лентах блочной структуры. В тоже время, при выращивании лент сапфира другой ориентации подобные проблемы не возникают. Модель, объясняющая образование блоков в БО лентах, была предложена в работе [1]. Основная идея модели состояла в том, что в БО и близких к ним лентах работает призматическая система скольжения, дающая дислокации, которые пересекают плоскость базиса и образуют границы экспериментально наблюдаемых блоков. В тоже время, при всех других ориентациях работает базисная система, которая, с одной стороны, не дает дислокаций, образующих блочные границы, а с другой, снижает уровень действующих напряжений настолько, что скольжение в призматической системе не происходит. Поэтому, чтобы предотвратить образование дислокаций в призматической системе скольжения, требования к однородности распределения температуры по ширине вытягиваемой БО ленты и к кривизне температурного поля в ней должны быть существенно выше, чем в лентах другой ориентации, и необходимо предпринимать специальные меры, чтобы удовлетворить этим требованиям. С этой целью в работе [2] для снижения уровня термических напряжений была проведена модификация тепловой зоны. При сохранении общей осевой симметрии зоны горизонтальные молибденовые экраны были заменены на наклонные, и это сразу же позволило получить безблочные БО ленты шириной 30 мм и толщиной 1.5 мм. Отметим, что снижение кривизны температурного поля и соответствующее снижение уровня термических напряжений в данном случае было достигнуто за счет перераспределения тепловых потоков без существенного изменения мощности нагрева. Однако, использование подобных экранов при выращивании БО лент шириной 50 мм не дало положительных результатов. Процесс оказался недостаточно воспроизводимым.

Чтобы разобраться в причинах этого явления, в работе [3] было выполнено численное моделирование глобального теплообмена при выращивании 50 мм БО лент сапфира с двумя видами экранировки: горизонтальной и наклонной. Расчеты показали, что хотя переход к наклонным экранам действительно приводит к уменьшению кривизны температурного поля, а, следовательно, должен приводить и к уменьшению величины термоупругих напряжений, однако, в расчетах этот эффект выразался не столь ярко, как он проявился в эксперименте при выращивании 30 мм лент. Конечно, как модель тепловой зоны, так и модель теплообмена, использованные в [3], содержали весьма большие упрощения, поскольку строгое решение подобной задачи в настоящее время не представляется возможным, так как требует

решение трехмерной задачи радиационно-кондуктивного теплообмена (РКТ) в такой сложной области, какой является установка для выращивания кристаллов. Тем не менее, вопрос о возможности выращивания БО лент шириной 50 мм в круговой цилиндрической тепловой зоне с наклонными экранами остался открытым. Поэтому настоящая работа является продолжением исследований процессов теплообмена, начатых в [3], с целью нахождения тепловых условий, позволяющих существенно снизить уровень термических напряжений в БО лентах шириной 50 мм и тем самым создать предпосылки для практического получения таких лент.

Расчетная схема установки показана на рис.1. Как и в работе [3], моделирование разбивалось на два этапа. На первом из них решалась задача глобального теплообмена во всей установке в двумерном осесимметричном приближении. При этом лента сапфира из рассмотрения исключалась, а система экранов заменялась эквивалентной ей осесимметричной кольцевой системой. Найденные на этом этапе температуры, использовались далее в качестве граничных условий на втором этапе, на котором уже решалась трехмерная задача РКТ в области, включающей в себя саму ленту, формообразователь, тонкий слой расплава между формообразователем и кристаллом, систему молибденовых экранов и часть свободного пространства внутри тепловой зоны. Специальное внимание было уделено моделированию джоулева тепловыделения в резистивном графитовом нагревателе. Расчеты показали, что, хотя в нагревателе имеются разрезы, которые приводят к неоднородности тепловыделения, указанные неоднородности слабо сказываются на распределении температуры по поверхности нагревателя благодаря высокой теплопроводности графита.

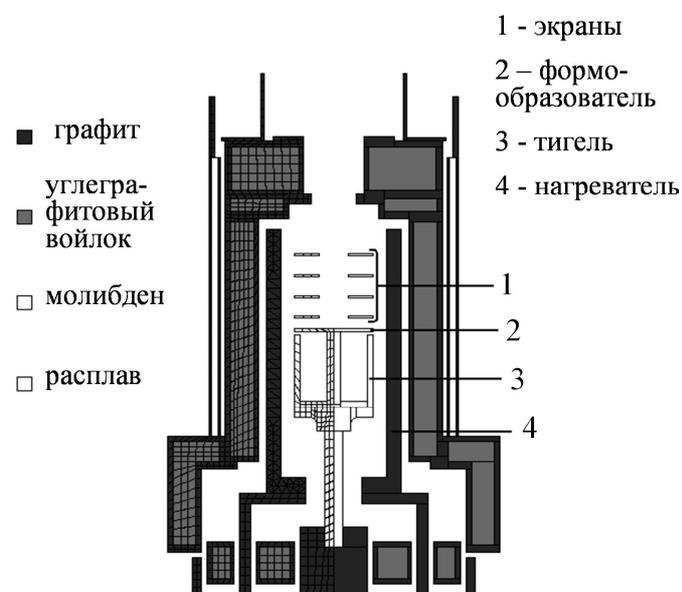


Рис. 1. Схема установки

Было рассмотрено большое число различных вариантов конфигурации внутренних тепловых экранов. Для оценки их эффективности тепловые расчеты сопровождались расчетами термоупругих напряжений. Один из видов экранировки представлен на рис.2, а на рис.3 показаны распределения температуры по оси ленты и x -компоненты термоупругих напряжений в ее нижней части. Видно, что в данной экранировке осевое распределение температуры является практически линейным кроме узкой области вблизи фронта, где кривизна температурного поля достигает весьма значительной величины. В результате тепловые напряжения вблизи фронта достигают 40 МПа, что существенно выше критического уровня.

Как показало моделирование, применение различных видов экранов не позволяет добиться необходимого снижения кривизны температурного поля, а, следовательно, и величины напряжений только за счет перераспределения радиационных потоков во внутренней части круговой тепловой зоны существующей конструкции.

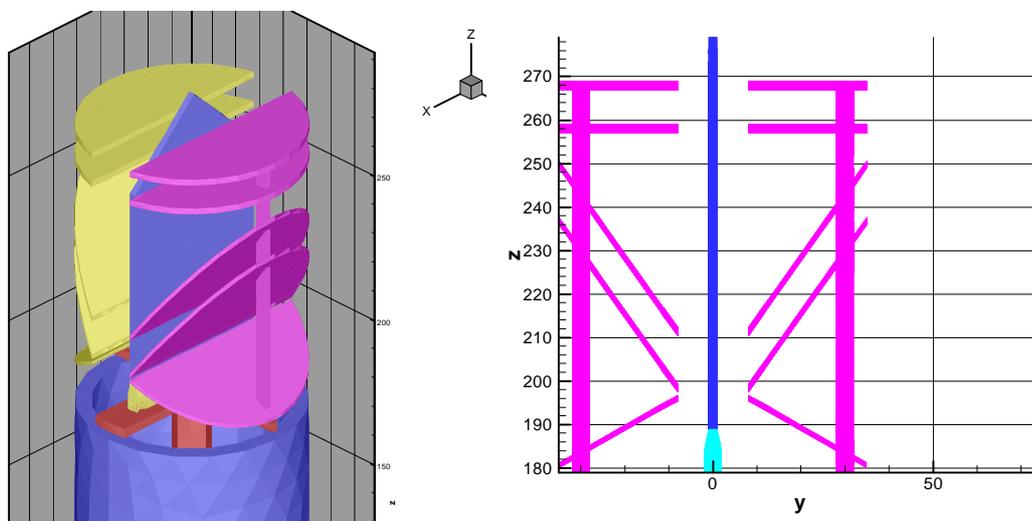


Рис. 2. Один из видов экранировки

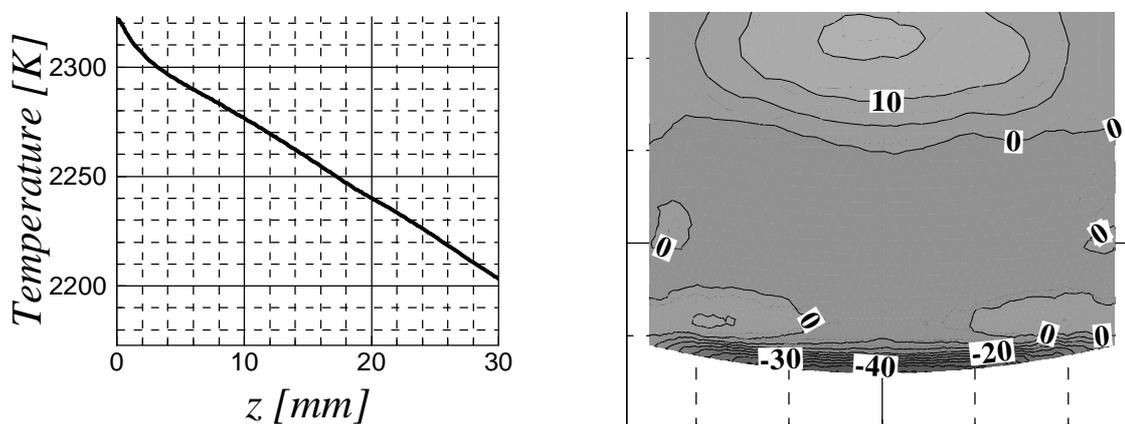


Рис.3. Распределение температуры по оси ленты (слева) и распределение компоненты напряжения S_{xx} в нижней части ленты.

Поэтому можно предположить, что выращивание широких (>50 мм) БО лент в круговой цилиндрической тепловой зоне оказывается невозможным, по крайней мере, без существенного увеличения ее габаритов и связанного с этим возрастания потребляемой мощности. Решение этой проблемы следует искать на пути перехода к тепловой зоне с плоской геометрией.

Список литературы

1. Л.Л.Куандыков, С.И.Бахолдин, И.Л.Шульпина, П.И. Антонов //Известия РАН. Серия физическая. 2004. Т. 68. № 6. С. 784-790.
2. П.И.Антонов, В.М.Крымов, Ю.Г.Носов, И.Л.Шульпина //Известия РАН. Серия физическая. 2004. Т. 68. № 6. С. 777-783.
3. В.М. Мамедов, В.С. Юферев, С.А. Бахолдин, Ю.Г.Носов //Кристаллография, 2008 (в печати).

ПРОФИЛИРОВАННЫЕ КРИСТАЛЛЫ САПФИРА ДЛЯ МЕДИЦИНЫ**Курлов В. Н., Шикунова И. А.**

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка Московской области, Россия
kurlov@issp.ac.ru

Кристаллы сапфира обладают способностью пропускания в широком диапазоне длин волн (от ультрафиолета до средней инфракрасной области), высокими термостойкостью, твердостью, прочностью и теплопроводностью, химической инертностью к крови и тканям человека, коррозионной стойкостью и биосовместимостью. Уникальное сочетание физико-химических свойств самого материала и возможность получения кристаллов заданной формы, в т.ч. достаточно сложной, открывают широкие перспективы по использованию профилированных кристаллов сапфира в различных областях медицины.

Режущий инструмент. Сапфировые скальпели применяются как в офтальмологии, нейрохирургии, челюстно-лицевой хирургии, так и в общей хирургии. Прозрачность сапфирового лезвия дает уникальную возможность - вводить луч лазера через гибкий световод и лезвие непосредственно в зону резания. Это позволяет с помощью подсвечивания определять точное расположение капиллярных сосудов, нервов и других анатомических образований в зоне реза и по ходу движения лезвия, более точно дозировать глубину разреза. Острота сформированного сапфирового скальпеля значительно превышает реализуемую остроту заточки металлического лезвия. Радиус скругления на кромке может не превышать 250\AA , что, в сочетании с полной биоинертностью материала, снижает потерю эндотелиальных клеток, уменьшает вероятность образования послеоперационных рубцов.

Наряду с хирургическими, также изготавливают сапфировые лезвия для получения срезов для гистологических исследований биологической ткани различной толщины – в микротомах (толщина среза $1\div 5\text{ мкм}$) и ультратомах ($0,08\div 0,1\text{ мкм}$). Возможность получения тонких срезов используется при лечении ожогов. Для аккуратного иссечения мертвых тканей из обожженного участка применяются дерматомы, которые также используются при проведении операций по пересадке кожи.

Лазерная хирургия и терапия. Использование современных лазерных технологий в медицине (лазерной хирургии, лазерной стереотаксии, лазерной эндоскопии, интерстициальной лазерной термотерапии и др.) позволяет снизить травматичность операции, улучшить результаты хирургического лечения, повысить качество жизни больных в послеоперационный период.

Выбор типа лазера и световода определяется соответствием целей и задач применения лазерной техники ожидаемому результату. Излучение эрбиевого лазера с длиной волны $2,94\text{ мкм}$ поглощается в очень тонком поверхностном слое биоткани (около 10 мкм), что открывает новые перспективы по лечению кожных и глазных заболеваний. Для передачи излучения эрбиевого лазера используются сапфировые волокна (рис.1), которые обладают очень высоким порогом разрушения (1250 Дж/см^2 на длине волны $2,94\text{ мкм}$), низкими потерями ($\sim 1\text{ дБ/м}$), они нетоксичны, негигроскопичны, обладают достаточной гибкостью, (минимальный допустимый радиус изгиба сапфировых волокон диаметром 150 мкм около 2 см).

Для лазерной хирургии используются световоды на основе кварцевых волокон с сапфировыми наконечниками, которые допускают концентрирование излучения для контактного рассечения ткани. Использование низкоэнергетических лазеров позволяет проводить лазеротерапию для лечения плохо заживающих ран или крови человека.



Рис. 1. Сапфировые волокна для средств доставки лазерной энергии.

ции его отторжения. Сапфир принадлежит к числу очень немногих материалов, способных сохранять свои характеристики при функционировании в организме, что привело к его широкому использованию для изготовления различных видов имплантатов (интраокулярные линзы для офтальмологии, пластика позвоночника, нейроимпланты, эндопротезы, стоматологические и челюстно-лицевые протезы и т.д).

Разработка сапфировых имплантатов поддерживает общее направление современной имплантологии на материалы, близкие по строению к естественным твердым тканям организма, т.к. структура сапфира хорошо сочетается со структурой гидроксиапатита, молекулы которого образуют минеральный каркас костной ткани.

Криохирургия и криотерапия. Благодаря высокой теплопроводности сапфир является перспективным материалом для использования его в качестве наконечников в криодеструкторах, обеспечивающих локальное воздействие низких температур на различные типы тканей. Прозрачность сапфира в большом диапазоне длин волн позволяет совмещать криотерапию с лазерным нагревом, что очень эффективно в риносептопластике, дерматокосметологии, лечении келоидных рубцов и терапии некоторых типов онкологических заболеваний.

В частности, совместное использование гипертермии и криодеструкции эффективно для лечения пациентов с ранней стадией рака легких.

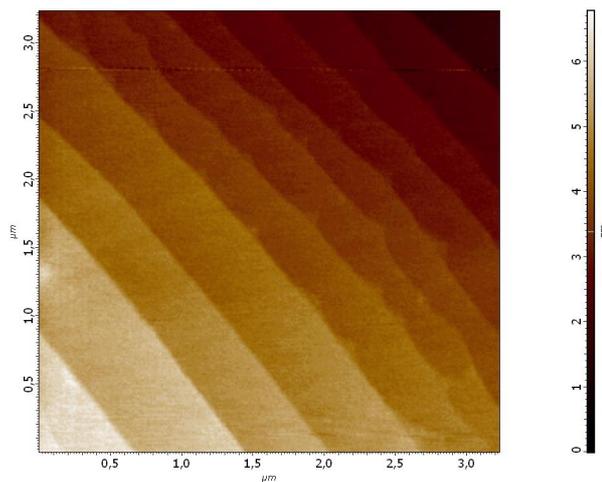


Рис. 2. Вициальная поверхность сапфира с высотой ступеней 5 Å.

Нанобиотехнологии. Благодаря возможностям формирования определенного рельефа поверхности и высокой стабильности при работе в воздухе и воде на протяжении долгого времени сапфировые подложки используются для методов синтеза и исследования ДНК-структур и других биоорганических объектов, маркировки вирусов.

В качестве шаблона для формирования и закрепления упорядоченных низкоразмерных структур используется рельеф на специально приготовленных ступенчатых (вициальных) поверхностях сапфира с заданным размером террас от нескольких ангстрем (рис. 2) до десятков нанометров.

Для получения ступенчатых атомно-упорядоченных двумерных структур на поверхностях сапфировых подложек проводится их специальная химическая, термическая и термовакуумная обработка. При этом высоту и ширину ступеней можно менять в большом диапазоне контролируемым образом. Дополнительно для создания необходимых конфигураций цепей ДНК (или других биоорганических объектов) можно использовать наноманипулирование с применением сканирующей зондовой микроскопии.

Протезирование сердечных клапанов. В последнее десятилетие сапфир исследуется как материал для изготовления механических протезов сердечных клапанов. Выбор материала обусловлен хорошим сопротивлением механическому и структурному износу (сердце делает 40 миллионов сокращений в год), с возможностью получения поверхностей высокого класса чистоты для снижения травмирования кровяных телец и уменьшения вероятности образования тромбов. Химическая инертность и биосовместимость сапфира обеспечивают отсутствие деградации материала в физиологической среде, абсорбции составляющих крови и выделение в кровь инородных организму субстанций.

Онкология (диагностика, терапия, хирургия). Одним из приоритетных направлений в онкологии является ориентация на органосохраняющие методы терапии раковых заболеваний. Развиваются методы направленного воздействия на опухоль с максимальным сохранением окружающих тканей, совершенствуются средства доставки деструктирующего воздействия в объем опухоли, развиваются методы визуализации и диагностики измененных тканей. В последнее время широкое распространение получили малоинвазивные методы лазерной местной терапии, такие как фотодинамическая терапия и лазер-индуцированная гипертермия. Значительно повысить эффективность этих методов, а также расширить их номенклатуру возможно благодаря активно развивающимся направлениям по использованию профилированных кристаллов сапфира в диагностике и терапии раковых опухолей.

В частности, на основе сапфировых игловых капилляров разрабатываются средства внутритканевой доставки непрерывного лазерного излучения для проведения внутритканевой фотодинамической терапии и гипертермии злокачественных новообразований целого ряда локализаций (печень, простата, щитовидная железа и т.д.). На рис. 3 показан вариант использования сапфировых игловых капилляров для лечения рака простаты с использованием оборудования для брахитерапии под контролем ультразвука.

На основе сапфировых лент с капиллярными каналами разработан принципиально новый тип хирургического скальпеля с возможностью одновременной резекции и флуоресцентной диагностики состояния резецируемой ткани в окрестности режущей кромки. Скальпель с высокой точностью управляет распределением рассеянного лазерного излучения и индуцированной им флуоресценции на границе и в приграничной области контакта сапфирового лезвия и биологической ткани, содержащей флуоресцирующие компоненты. Получаемые спектры флуоресценции позволяют хирургу отличать раковую ткань от нормальной непосредственно в процессе операции.

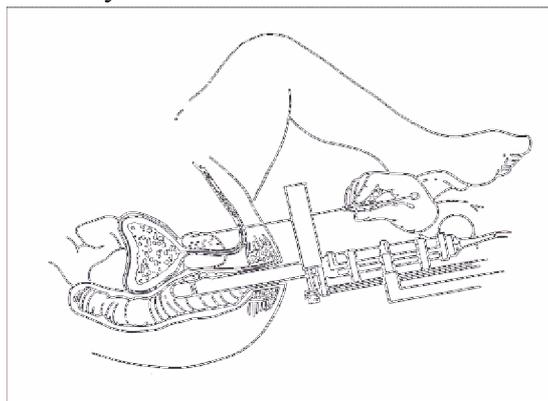


Рис. 3. Сапфировые игловые капилляры для лечения рака простаты.

САПФИРОВЫЙ ДИАГНОСТИЧЕСКИЙ СКАЛЬПЕЛЬ

Курлов В. Н., Шикунова И. А., Рябова А. В.* , Лощенов В. Б.*

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка Московской области,
*Центр естественно-научных исследований, Институт общей физики РАН, Москва
kurlov@issp.ac.ru*

Успешное выполнение оперативных вмешательств обусловлено, с одной стороны, искусством хирурга, а с другой стороны – возможностями инструментария. Одним из наиболее перспективных материалов для хирургического скальпеля является сапфир, благодаря его уникальному сочетанию оптических и механических свойств. Сапфир обладает широкой полосой оптического пропускания, высокой температурой плавления, теплопроводностью, прочностью, химической инертностью и биосовместимостью. Высокая твердость сапфира позволяет получить режущую кромку скальпеля с радиусом закругления острия 25 нм (для сравнения – радиус закругления острия металлического скальпеля составляет 500 нм), что существенно снижает травматичность при разрезе ткани и период восстановления после операции. Прозрачность лезвия позволяет подводить лазерное излучение непосредственно в область разреза для осуществления не только визуализации кровеносных сосудов, но и выполнения различных типов воздействия на ткани в процессе операции.

В данной работе предлагается принципиально новый тип хирургических инструментов – скальпели с возможностью одновременной резекции, фотодинамического воздействия на прилежащие к лезвию слои биоткани и флуоресцентной диагностики состояния резецируемой ткани в окрестности режущего острия непосредственно в процессе хирургической операции при удалении злокачественных опухолей. Принцип основан на использовании сапфирового лезвия с двумя изолированными каналами, которые своими торцами подходят непосредственно к режущей кромке скальпеля, рис. 1а. В каналах размещены оптические кварцевые волокна, причем одно из волокон предназначено для подачи излучения, возбуждающего флуоресценцию или коагулирующего излучения, в зону резекции ткани, а другое волокно предназначено для передачи излучения флуоресценции.

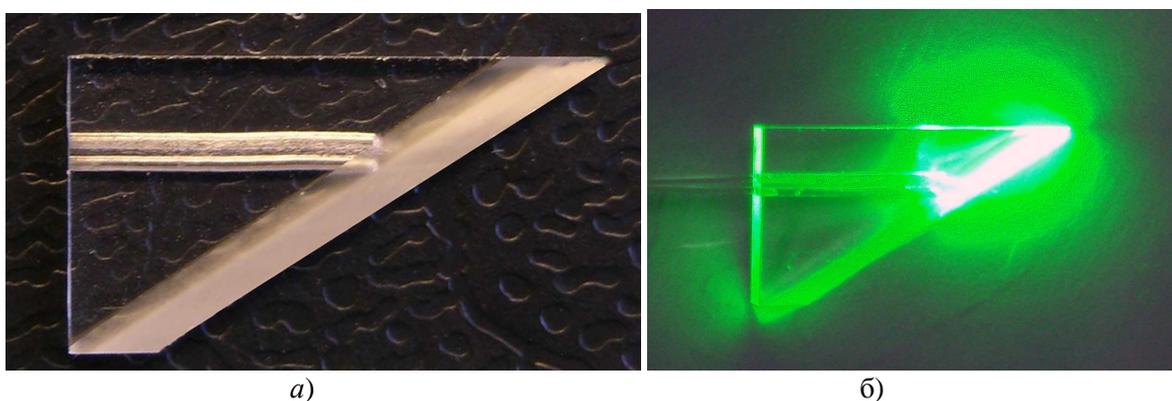


Рис. 1. Лезвие лазерноспектроскопического скальпеля, изготовленное из сапфировой ленты с капиллярными каналами (внутренний диаметр каналов 0,5 мм): а) внешний вид; б) формирование максимальной плотности энергии лазерного излучения в зоне реза.

Принцип флуоресцентной диагностики заключается в способности фотосенсибилизаторов, избирательно накапливающихся в злокачественной ткани, испускать флуоресценцию при облучении лазером соответствующей длины волны. Последующий спектроскопический анализ такой флуоресценции позволяет делать выводы о наличии раковых клеток в ткани. Одновременно возможно определение степени оксигенации биологической ткани, которую необходимо знать для расчета параметров облучения в последующей процедуре фотодинамической терапии (ФДТ).

Дистальные концы оптических волокон расположены вблизи режущей кромки лезвия, что позволяет получать достаточный для целей спектральной диагностики с применением фотосенсибилизаторов захват регистрирующим волокном энергии флуоресцентного излучения от прилегающих тканей. Оптимальная геометрия острия и отсутствие прямого контакта оптических волокон с кровью и тканями организма позволяют также подводить эффективную концентрацию энергии излучения в области режущей кромки лезвия от излучающего волокна для фотодинамического воздействия или коагуляции, рис. 1б.

Разработанные нами скальпели были испытаны в экспериментах, которые проводились на мышах с перевитой внутримышечно опухолью (карцинома Эрлиха). За сутки до операции каждой мышке вводился фотосенсибилизатор гидроксид алюминия трисульфоталоцианина (“Фотосенс”) в дозе 5 мг/кг. Использовался полупроводниковый лазер с длиной волны 633 нм, работающий в постоянном режиме с мощностью 50 мВт. Спектры флуоресценции, полученные в процессе резекции скальпелем, показывают, что максимум интенсивности флуоресценции, захваченной лезвием внутри опухолевой ткани, превышает максимум интенсивности флуоресценции в здоровой ткани более чем в три раза, рис. 2.

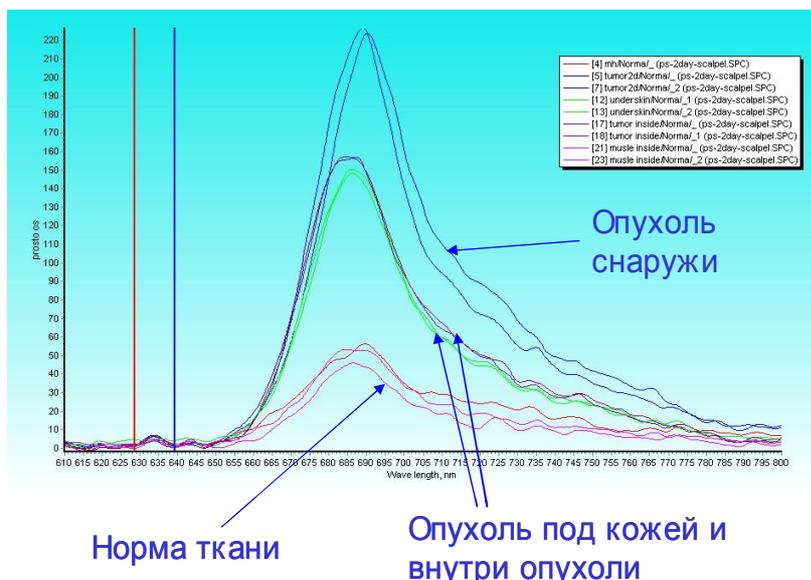


Рис. 2. Спектры флуоресценции, полученные при удалении новым сапфировым скальпелем опухоли у мыши под контролем спектральной диагностики с фотосенсибилизатором (Фотосенс) в положении лезвия внутри опухоли, в здоровой мышце и контрольное измерение – рука человека (норма ткани)

Представленное нами устройство построено по простой схеме, части которой технологически отработаны – это сапфировое лезвие, работающее, в том числе, как оптический элемент и оптоволоконная передача оптического сигнала на спектрометр, миниатюризированный до возможности интегрирования в ПК.

САПФИРОВЫЕ ИГЛОВЫЕ КАПИЛЛЯРЫ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ МЕДИЦИНЫ

Шикунова И. А., Волков В. В.*, Курлов В. Н., Лощенов В. Б.*

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия

**Центр естественно-научных исследований, Институт общей физики РАН, Москва
yardy@mail.ru*

При воздействии на биологическую ткань лазерным излучением имеют место фотохимические и фототермические процессы. На сегодняшний день весь спектр получающихся при этом эффектов применяется для терапии новообразований, при этом биоткань может облучаться неразогревающим светом или разогреваться, вплоть до испарения при облучении мощными лазерными импульсами.

Излучение любой требуемой мощности, геометрии пучка и длины волны может быть доставлено к участку поверхности тела. Для облучения подкожных и глубоколежащих образований требуются особые световоды, способные при общем нагреве выдерживать длительный контакт со средой организма и продуктами фототермического разложения без изменения качества и геометрии пучка. Существующие кварцевые световоды, которые пытаются приспособить для облучения биосред в плотном контакте, попросту тормозят распространение прогрессивных методов терапии в онкологии, тогда как лазерная термотерапия имеет большие перспективы и начинает использоваться для лечения путем коагуляции или абляции злокачественных образований печени, легких, мозга [1]. Развитие расчетного компьютерного планирования операций [2] и возможностью визуализации изменений, происходящих в биотканях магниторезонансной термометрией [3] данные методы все чаще успешно используются для неоднородных структур и структур, находящихся вблизи жизненно важных органов – опухолей головы и шеи, поджелудочной железы, простаты и т.д.

Световод для внутритканевого облучения содержит кварцевое оптоволокно, кварцевую или полимерную насадку на облучающем конце (диффузор), и применяется с катетером, который используется для внедрения в ткань хрупкого облучателя. Начиная с режима фотокоагуляции, который характеризуется повышением температуры до 60°C требуется охлаждение кварцевого световода, а фотоабляция (испарение ткани) короткими мощными импульсами возможна лишь неконтактным методом также с охлаждаемым световодом [4, 5].

С кварцевыми облучателями велика вероятность локальных перегревов, что может привести к образованию зон карбонизации. За исключением фотоабляции, при облучении запланированного объема крайне нежелательна карбонизация тканей, так как образующиеся тромбы непрозрачны и уменьшают область эффективного облучения и приводят к быстрому разрушению самого световода.

Для внутритканевого облучения был разработан новый класс устройств, использующих опорную контактную иглу, выполненную из сапфирового закрытого капилляра. Являясь оптически прозрачным элементом, сапфировая игла участвует в формировании нужной геометрии пучка, обеспечивает изоляцию кварцевого оптоволокна, имеет стабильное острие для самостоятельного внедрения.

Сапфир обладает высокими термостойкостью, твердостью, прочностью, теплопроводностью, коррозионной стойкостью, химической инертностью к крови и тканям человека (в том числе и электролитической пассивностью), имеет пропускание в широком диапазоне длин волн, что позволяет эффективно использовать его в различных областях медицины [6].

Сапфировые капилляры, запаянные с одной стороны, выращивались непосредственно из расплава с использованием формообразователя. Решалась довольно сложная техническая задача формирования и поддержания геометрии капиллярного канала в процессе выращивания, которая сводилась не только к оптимизации скоростей выращивания и температурных режимов в зоне кристаллизации, но и к использованию новых подходов к конструкции формообразующих устройств и системе контроля за состоянием фронта кристаллизации. Размеры сапфировых игловых капилляров (внешний диаметр – 1,2 мм, длина – > 200 мм) были привязаны к размерам игл для брахитерапии, рис. 1, что позволяет использовать сапфировые иглы для интерстициального облучения тканей простаты в установках для брахитерапии под контролем ультразвука. Внутренний диаметр сапфирового иглового капилляра (0,5–0,6 мм) был выбран, исходя из требований к прочности капилляра и диаметра стандартного кварцевого оптоволокна (400 мкм).

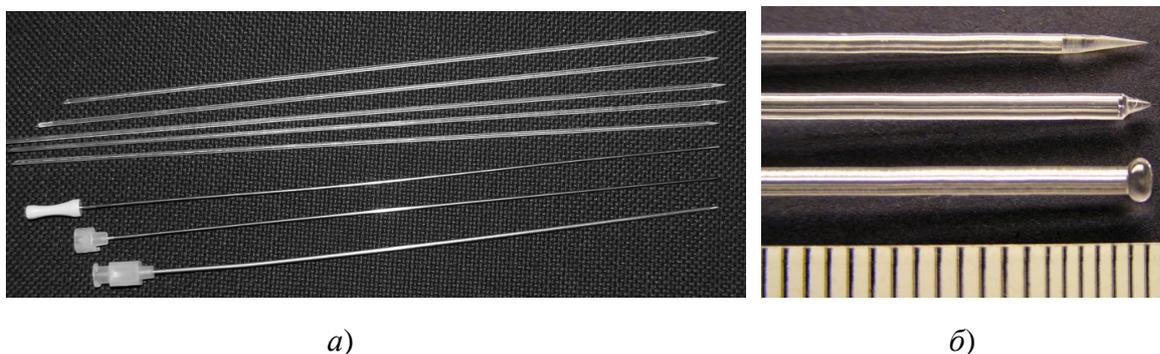


Рис. 1. Сапфировые игловые капилляры (внешний диаметр 1,2 мм, внутренний диаметр 0,5 мм) для интерстициальной фотодинамической терапии: а) сверху – сапфировые игловые капилляры длиной 210 мм, внизу – стандартные металлические иглы для брахитерапии; б) различные варианты геометрии торца капилляров (торец верхнего капилляра получен механической обработкой, торцы среднего и нижнего капилляров получены в процессе выращивания).

Наряду с высокой химической стойкостью сапфировых защитных капилляров можно управлять распределением лазерного излучения в ткани в зависимости от геометрии наконечника. Торцевая часть капилляра, в зависимости от задачи, может быть выполнена разной формы как в процессе выращивания (шарик, заострение) так и механическим путем, рис. 1б.

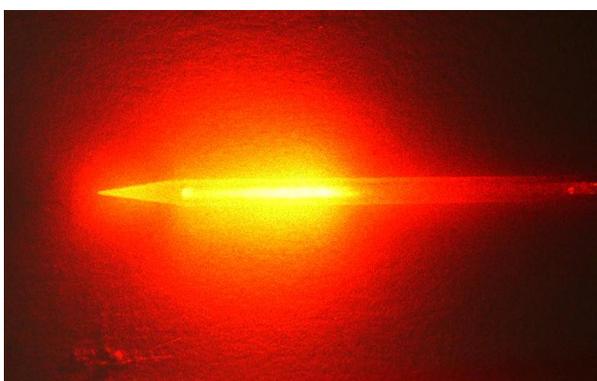


Рис. 2. Кварцевое волокно с диффузором в сапфировом игловом капилляре.

На сапфире, благодаря его высокой твердости, можно получать острое с радиусом закругления на порядок меньше, чем у металла, при этом острое является стабильным в течение многократных рабочих циклов. Сапфировая игла перераспределяет пучок, выходящий из торца волокна так, что излучение вперед, в большинстве случаев нежелательное, сильно ослабляется, а остальное излучение распределяется равномерно во всем объеме, рис. 2.

Специально созданными диффузными рассеивателями можно решить проблемы распределения световых потоков и тепловых полей внутри биологических тканей различных органов человека при облучении их интенсивным непре-

рывным лазерным излучением, а также установить пороговые значения постоянных потоков и локальных флуктуаций световых и тепловых полей, приводящих к необратимым изменениям в биотканях. Были проведены эксперименты по наблюдению смены процессов фотодинамическая терапия (ФДТ) – гипертермия – коагуляция – карбонизация в одном процессе. С использованием кварцевого световода, помещенного в сапфировый игольный капилляр, облучался образец печени до достижения глубокой коагуляции. Иглу вводили параллельно поверхности на расстоянии около 3 мм. Мощность лазера повышалась с 0,5 Вт до 8,3 Вт (замечена карбонизация) с шагом 300 мВт. После каждого 15 секундного сеанса облучения фиксировали распределение температуры на срезе ИК-камерой. Параметры пропускания капилляра и его состояние поверхности не изменились.

Использование сапфировых облучателей позволяет более точно определять требуемые параметры облучения и стабилизировать динамику пространственного фототермического распределения в течение всей процедуры. При использовании сапфировых облучателей в режиме ФДТ и гипертермии практически исключена вероятность образования очагов перегрева (из-за эффективного перераспределения тепла сапфиром), а также ухудшение качества пучка из-за «старения» материала облучателя. Для сапфирового игольного капилляра с диффузором 25 мм были определены параметры облучения при котором биологическая ткань прогревается не более 39°C – т.е. термические изменения в ней отсутствуют. Этот режим требуется в ФДТ, где в классической схеме механизм повреждения раковых клеток является чисто фотохимическим. Экспериментально была подобрана мощность лазера, при которой для ткани с введенным облучателем (диффузор полностью погружен) наступает фототермическое равновесие при максимальной температуре в ткани 39°C. Была измерена интегральная мощность излучения от диффузора и облучатель введен в другой кусок печени. Далее была записана динамика разогрева ткани. При мощности лазера 1,2 Вт плотность мощности излучения на диффузоре составила 350 мВт/см², за 5 минут была выдана доза облучения в 100 Дж/см², за 25 минут – 500 Дж/см², при этом устанавливалось фототермическое равновесие при максимуме нагрева 39°C.

Также с использованием сапфировых игольных капилляров были проведены эксперименты по облучению печени при больших мощностях (до 20 Вт) без использования систем охлаждения.

Отсутствие деградации сапфировых игольных капилляров во всех экспериментах подтверждает их применимость в качестве облучателей в различных методах фотохимического и фототермического воздействия. Сапфировые облучатели позволяют усовершенствовать методы оптической терапии и хирургии проникающих опухолей и опухолей внутренних органов и реализовать возможность сочетания в одной операции разных режимов лазерного воздействия с использованием одного облучателя.

Список литературы

1. McKenzie AL. Physics of thermal processes in laser-tissue interaction. *Phys Med Biol* 1990; 35:1175–209
2. Verney J. F., Mohammed Y., Ludwig A., Giese K. Implementation of a practical model for light and heat distribution using laser-induced thermotherapy near to a large vessel// *Phys. Med. Biol.*, 2003. V. 48. P. 3595-3610.
3. Mensel B., Weigel Ch., Hosten N., Laser-induced thermotherapy// *Recent results in cancer research*, 2006, V.167. P. 69-75
4. Germer C.T., Albrecht D., Isbert C., Ritz J., Roggan A., Buhr H.J. Diffusing fibre tip for the minimally invasive treatment of liver tumors by interstitial laser coagulation (ILC): an experimental ex vivo study// *Laser Med. Sci.* 1999, V.14. P. 32-39.

5. Roggan A., Albrecht D., Berlien H.P. Application equipment for intraoperative and percutaneous laser-induced interstitial thermotherapy (LITT). Bellingham: SPIE Press, 1995, P. 224-248.
6. Шикунова И.А., Курлов В.Н., Классен Н.В. «Использование профилированных кристаллов сапфира в медицине», обзор - Материаловедение, 2007, № 10, сс. 43-55.

УДК 536-421, 548-55

АНАЛИЗ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОФИЛЬНЫХ КРИВЫХ МЕНИСКОВ ПРИ РОСТЕ БАЗИСНО-ОГРАНЕННЫХ САПФИРОВЫХ ЛЕНТ

Асрян А. А., Россоленко С. Н., Курлов В. Н., Крымов В.М.*

*Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка Московской области, Россия
Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, г. С-Петербург, Россия

Известно, что при выращивании кристаллов методом Степанова может происходить огранка боковой поверхности кристалла гладкими, зеркальными гранями. Вероятность образования таких граней и их размер в первую очередь зависит от ориентации кристалла. При этом, очевидно, формирование боковой поверхности кристалла отличается от так называемого изотропного случая, когда огранка не происходит, форма и размер растущего кристалла определяются только размерами формообразователя и тепловыми условиями вблизи фронта кристаллизации. Для изотропного случая характерно постоянство угла роста, величина которого может приниматься константой для каждого материала.

В [1] была рассмотрена морфология боковой поверхности кристаллов сапфира, ограничивающихся близкой к вертикали плоскостью (0001). Показано, что ступеньки на боковой поверхности состоят из двух участков: сингулярной грани пинакоида и изотропной поверхности сложной формы.

В [2] приведены результаты экспериментального исследования особенностей роста базисно-ограниченных сапфировых лент, с различным отклонением базисной грани относительно поверхности ленты. Показано, что поверхность ленты с наклоненной в сторону расплава ориентацией также состоит из периодически повторяющихся зеркальных участков, разделенных участками нормального роста. На противоположной поверхности ленты присутствуют равномерно расположенные более мелкие ступени.

В данной работе, на основании результатов [2] сделана попытка численного моделирования формы мениска расплава, при выращивании базисно-ограниченной ленты и обсуждается возможность адекватного описания процесса формообразования в рамках сделанных допущений.

Расчет профильных кривых менисков проводился на основе численного решения капиллярного уравнения Лапласа. При этом полагалось, что высота мениска (положение фронта кристаллизации над уровнем рабочих кромок формообразователя) является постоянной, а условие постоянства угла роста выполняется только на этапе «разрачивания» кристалла после этапа «заужения» вследствие огранки базисной плоскостью.

Показано, что в рамках предложенной модели возможно описать форму боковой грани базисно-ограниченной ленты (рис.1), сделаны оценки параметров мениска и зависимости этих параметров от ориентации кристалла. Рассчитаны предельные значения, между которыми периодически изменяется угол наклона касательной к мениску в тройной точке при последовательном переходе от этапа огранения к этапу изотропного роста. Отмечается, что зависимость угла наклона внешней поверхности

кристалла от угла наклона мениска не только испытывает разрыв, как показано в работе [3], но и имеет место гистерезис, т.е. разный характер зависимости на этапах ограничения и изотропного разращивания (рис. 2).

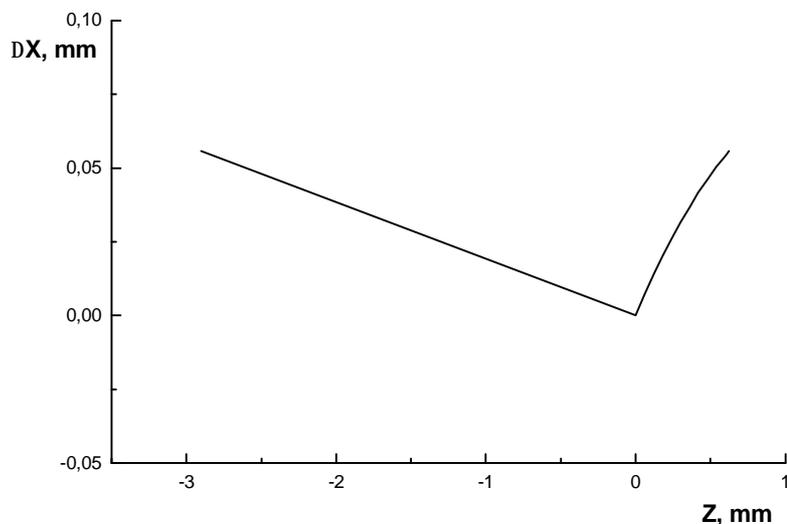


Рис. 1. Рассчитанный профиль боковой поверхности базисно-ограниченной ленты с углом разориентации $\alpha = 1.1^\circ$.

Согласно выдвинутым предположениям, с момента начала ограничения боковой поверхности кристалла перестает выполняться условие постоянства угла роста ($\epsilon_0 = \varphi_L - \varphi_S$), что соответствует скачку из точки 1 в точку 2. В процессе роста грани, угол φ_S не меняется и равен углу наклона грани относительно направления вытягивания (участок 2 – 3). Затем происходит скачок из точки 3 в точку 4, что соответствует переходу от роста грани в изотропный рост, который происходит на участке 4 – 1.

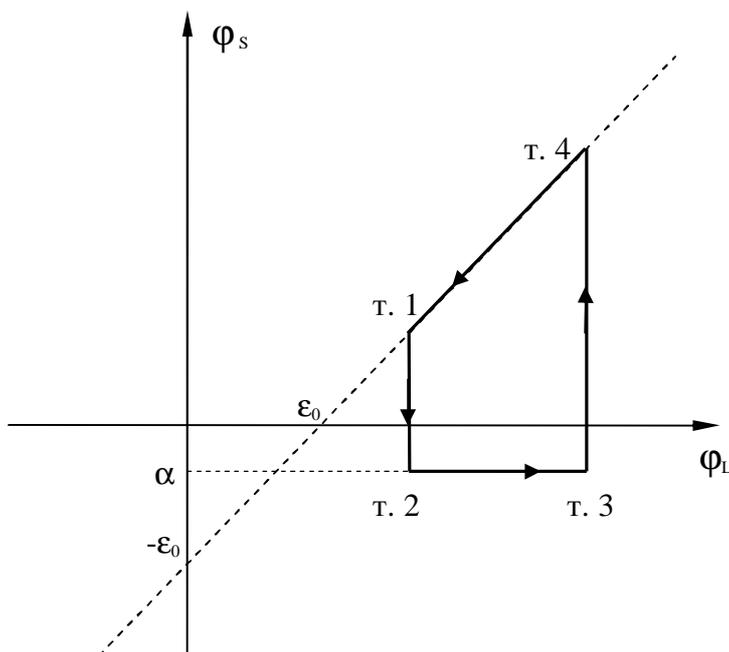


Рис. 2. Зависимость угла наклона боковой поверхности кристалла (φ_S) от угла касательной к мениску в тройной точке (φ_L) для случая роста базисно-ограниченной ленты (ϵ_0 – равновесный угол роста, α – угол разориентации кристалла).

Список литературы

1. Сатункин Г.А. Кандидатская диссертация. 1979, ИФТТ, Черноголовка.
2. Крымов В. М., Юферев В. С. // Поверхность, рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2005, № 11, с.53-60.
3. Воронков В. В. // Изв. АН СССР. Сер. физ., 1985, т. 49, № 12, с. 2467-2472.

НЕСТАЦИОНАРНАЯ МОДЕЛЬ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ ОКСИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО

Мамедов В. М., Юферев В. С.

*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург,
vasifm@mail.ru*

Высококачественные кристаллы оксидных соединений широко используются при производстве различного рода оптических приборов, широко применяемых в медицине, науке и промышленности. Основным промышленным методом получения таких кристаллов является метод Чохральского. Поскольку потребность в оксидных кристаллах непрерывно растет, то одновременно растет и потребность в высококачественных кристаллах большого диаметра, так как это позволяет резко увеличить производительность процесса, повысить выход годной продукции, и снизить ее стоимость. В этом смысле оксидные кристаллы повторяют путь, пройденный полупроводниками. Однако, в отличие от полупроводников роль моделирования при проектировании и отработке процессов выращивания оксидных кристаллов до сих пор остается весьма и весьма скромной. Причина этого состоит в том, что процессы теплообмена при выращивании оксидов являются гораздо более сложными. Оксидные кристаллы, во-первых, имеют достаточно низкую теплопроводность, как в жидкой, так и в твердой фазе, а во-вторых, как правило, сохраняют достаточную прозрачность для инфракрасного излучения вплоть до температуры плавления. В результате при выращивании оксидов перенос тепла в расплаве определяется конвекцией, а в кристалле - излучением, что предъявляет более высокие требования, как к используемым моделям, так и к знанию теплофизических и оптических свойств кристаллов и их расплавов. Видимо поэтому, хотя в настоящее время на рынке имеется несколько коммерческих пакетов программ, позволяющих моделировать процесс Чохральского применительно к оксидным кристаллам, все эти пакеты могут рассчитывать лишь стационарные поля и стационарную форму фронта кристаллизации при заданной форме кристалла. Таким образом, задача создания виртуального процесса Чохральского, позволяющего моделировать на компьютере весь процесс роста оксидного кристалла от момента затравления до окончания процесса вытягивания, остается до сих пор нерешенной. В тоже время применительно к полупроводникам подобная динамическая модель была разработана уже достаточно давно [1] и предназначалась для решения двух типов нестационарных задач: прямой, когда задается изменение мощности и находится форма кристалла, и обратной, когда задается форма кристалла и находится изменение мощности. Как уже указывалось выше, для полупроводников, такие задачи оказываются существенно более простыми, поскольку отсутствует перенос излучения в кристалле, а влияние конвекции на форму межфазной границы является малым. С другой стороны, для оксидов потребность в нестационарном моделировании является существенно большей, например, из-за явления инверсии фронта кристаллизации, когда прогиб фронта резко уменьшается за относительно небольшой промежуток времени.

Настоящая работа посвящена развитию нестационарной модели процесса Чохральского, позволяющей моделировать не только процесс изменения формы кристалла, но и автоматическое управление этим процессом. Для расчета глобального теплообмена в элементах ростовой установки использовался Flow Module пакета CGSim [2], разработанного ООО «СофтИмпакт». Поскольку указанный пакет не позволяет моделировать изменение боковой поверхности кристалла во времени, то для

решения этой задачи был разработан специальный алгоритм. В случае кристаллизации положение тройной точки определялось из условия постоянства угла роста и условия сохранения суммарной массы кристалла и расплава. В случае плавления первое условие заменялось условием перемещения тройной точки по поверхности кристалла. При этом, в случае необходимости фронт кристаллизации экстраполировался до пересечения с новым участком боковой поверхности кристалла.

Временные вариации межфазной границы определялись из условия Стефана $(q_{rad} + q_S - q_L - Q(v_{pull} - v_f)) \cdot \mathbf{n} = 0$, где q_{rad} , q_S , q_L – плотности радиационных и кондуктивных потоков тепла на фронте кристаллизации, Q – теплота плавления, v_{pull} – скорость вытягивания, v_f – скорость перемещения фронта, \mathbf{n} – нормаль к фронту, направленная в сторону твердой фазы, а индексы S и L относятся к кристаллу и расплаву, соответственно. Предполагалось, что поля температуры в кристалле и элементах установки, а также поле течения в расплаве успевают подстраиваться к перемещениям фронта кристаллизации и поэтому их расчет можно производить в квазистационарном приближении. Был реализован также и полностью нестационарный вариант, но он требовал чудовищно большого времени счета и поэтому практически не использовался. Для расчета нового положения межфазной границы была предложена многоступенчатая схема типа предиктор-корректор, которая фактически являлась неявной.

Для поддержания заданной формы кристалла использовалась модель датчика веса, которая описывалась уравнениями

$$\frac{d\bar{T}}{dt} = -k_1 \left(\frac{dG}{dt} - \frac{dF}{dt} \right); \quad \frac{dQ}{dt} = -k_2 \left(\frac{dT}{dt} - \frac{d\bar{T}}{dt} \right) - k_3 (T - \bar{T}), \quad (1)$$

где T – температура в некоторой точке тепловой зоны (в реализованном варианте это средняя температура на нагревателе), \bar{T} – температура, используемая в регуляторе температуры, G – задаваемое изменение веса кристалла, F – показания весового датчика (измеряемый вес с учетом веса мениска и выталкивающей силы действующей на кристалл), Q – объемное тепловыделение в нагревателе, t – время, k_1 , k_2 , k_3 – постоянные коэффициенты. Уравнения (1) описывают ПИ закон регулирования. Отклонение показания датчика веса от заданного веса кристалла приводит к изменению температуры \bar{T} , что в свою очередь вызывает изменение тепловыделения Q , которое продолжается до тех пор, пока температуры \bar{T} и T не сравняются.

Моделировалось вытягивание кристалла гадолиний-галлиевого граната (ГГГ) в реальной кристаллизационной установке. Выбор ГГГ в качестве кристалла объяснялся тем, что, во-первых, имеется довольно много информации об его свойствах, а, во-вторых, этот кристалл часто рассматривался в задачах моделирования [см., например, 3–6]. Основные части установки: иридиевый тигель с расплавом, кристалл и экран можно видеть на рис. 1. Диаметр и высота тигля были равны 15 см. Нагрев тигля моделировался путём задания плотности тепловыделения в его стенке. Теплообмен между деталями установки осуществлялся как кондуктивным, так и радиационным путём, а сами детали полагались непрозрачными и диффузно отражающими. Расплав также считался непрозрачным. Кристалл рассматривался как полупрозрачное тело с показателем преломления $n = 1.8$ и двумя полосами поглощения $0 < \lambda < 4$ мкм и $\lambda > 4$ мкм, где λ – длина волны. В первой полосе кристалл считался прозрачным с коэффициентом поглощения 0.35 см^{-1} , а его свободная поверхность зеркальной, на которой отражение и преломление излучения происходит в соответствии с формулами Френеля. Во второй полосе кристалл считался непрозрачным, а его свободная поверхность – диффузной со степенью черноты 0.87. Необходимо отметить, что при температуре плавления 2023 К более 85% излучения в спектре черного

тела сосредоточено в первой полосе. Поскольку ростовая установка обладает цилиндрической симметрией, задача рассматривалась в осесимметричном приближении. В качестве начальной конфигурации системы был взят кристалл конической формы с углом раствора 90 градусов и радиусом 5 мм при высоте расплава в тигле 14 см. Радиус кристалла на стадии стационарного роста задавался равным 3.5 см. Скорость вытягивания кристалла была равна 7 мм/час, а скорость вращения – 21.5 мм/мин.

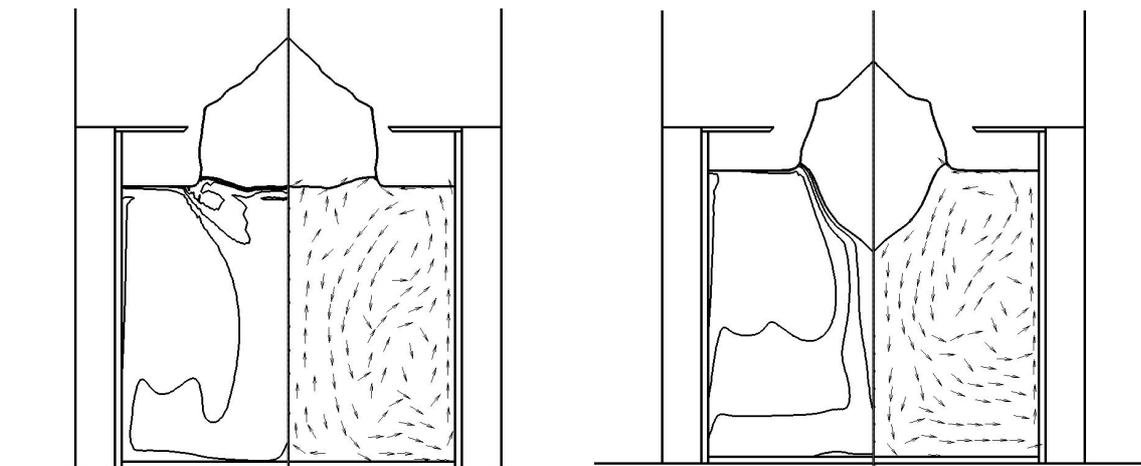


Рис. 1.

На рис. 1 показаны форма кристалла и распределение температуры и скорости в расплаве после 6.5 часов процесса вытягивания. Левый рисунок соответствует росту под управлением датчика веса с коэффициентами $k_1 = 10^3$ град/кг, $k_2 = 10^5$ Вт/град и $k_3 = 10^3$ Вт/град/сек (при этом Q изменялось от $3.5 \cdot 10^7$ до $2.7 \cdot 10^7$ Вт/см³), а правый - росту при постоянном тепловыделении $Q = 3.5 \cdot 10^7$ Вт/см³. Видно, что при наличии датчика веса форма кристалла достаточно хорошо близка к заданной.

Авторы выражают благодарность Я.В. Васильеву за консультации по алгоритму датчика веса и В.Н. Калаеву за консультации по расчету конвекции.

Работа поддержана РФФИ, проект 07-02-01147.

Список литературы

1. N. Bogart, F. Dupret // J. Crystal Growth, 1997, V.171, pp. 65-76 and 77-93.
2. Flow module of CGSim package, product of STR Inc, www.semitech.us.
3. Q. Xiao, J.J. Derby // J. Crystal Growth, 1994, V. 139, P. 147.
4. M. Kobayashi, T. Hagino et al. // J. Crystal Growth, 2002, V. 235, P. 258.
5. D. Schwabe, R.R. Sumathi, H. Wilke // J. Crystal Growth, 2004, V. 265, P. 494.
6. О.Н. Буденкова, В.С. Юферев, И.А. Иванов, А.М. Бульканов, В.М. Калаев. Инверсия фронта кристаллизации при разращивании галлий-гадолиниевого граната в процессе Чохральского // Труды VI Межд. конф. по росту кристаллов и тепломассопереносу, Обнинск, 2005, Т.1, С. 75.

ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕПЛО ВЫДЕЛЕНИЯ В МНОГОСЕКЦИОННОМ НАГРЕВАТЕЛЕ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНАТА ВИСМУТА НИЗКОГРАДИЕНТНЫМ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО

Васильев М. Г., Мамедов В. М., Руколайне С. А., Юферев В. С.

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.Петербург, Россия
vasiliev@ammp3.ioffe.ru

В настоящее время численное моделирование находит широкое применение для изучения процессов глобального теплообмена при выращивании объемных кристаллов из расплава. Основное распространение получило решение так называемых прямых задач теплообмена, когда при заданных параметрах технологического процесса находятся распределения температуры и тепловых потоков внутри реальной кристаллизационной установки. Существенно меньший прогресс достигнут при решении обратных задач теплообмена, куда относятся задачи оптимизации и управления процессом роста, а также задачи проектирования и оптимизации тепловой зоны. В качестве примера можно указать вычисление оптимального распределения температуры по поверхности кристалла [1] и применение генетических алгоритмов для оптимизации процессов роста кристаллов [2]. В обоих случаях речь шла о выращивании полупроводниковых кристаллов. Для оксидов подобные работы отсутствуют, поскольку процессы теплообмена при выращивании оксидных кристаллов являются значительно более сложными, так как оксидные материалы, во-первых, имеют низкую теплопроводность, как в жидкой, так и в твердой фазе, а во-вторых, как правило, сохраняют достаточную прозрачность для инфракрасного излучения вплоть до температуры плавления.

Одной из задач управления процессом роста кристаллов из расплава является управление тепловыделением в многосекционном нагревателе. Подобные нагреватели находят все более широкое применение в методе Чохральского, поскольку позволяют более гибко воздействовать на распределение температуры в кристалле и расплаве, а, следовательно, и на форму фронта кристаллизации. При наличии n независимых секций необходимо иметь n соотношений, определяющих изменение тепловыделения в каждой из секций. Очевидно, что одно из таких соотношений определяется заданием закона изменения радиуса кристалла по мере его вытягивания и в современных установках реализуется, как правило, с помощью датчика веса. Для получения остальных соотношений требуется привлекать дополнительные соображения, в качестве которых могут использоваться, например, такие условия, как поддержание заданной формы фронта кристаллизации, минимизация уровня термических напряжений и т.п. Однако, насколько нам известно, до сих пор каких-либо физически обоснованных алгоритмов построения подобных соотношений опубликовано не было. В настоящей работе для этой цели предлагается использовать задачу оптимизации глобального теплообмена внутри всей кристаллизационной установки.

В принципе подобных задач может быть сформулировано много в зависимости от выбора целевой функции. Очевидно, что главной целью оптимизации является подбор таких тепловых условий, при которых было бы обеспечено требуемое структурное совершенство кристалла. Однако подобная формулировка не может быть использована в моделировании, поскольку является чисто качественной. Поэтому для построения целевой функции необходимо выбирать количественные характеристики процесса, влияющие на качество выращиваемых кристаллов. Подобными характеристиками являются: форма межфазной границы, уровень термических напряжений,

распределение примеси и т.д. В случае оксидных кристаллов чрезвычайно большую роль играет форма фронта. Поэтому задачу оптимизации можно было бы сформулировать следующим образом: найти такие тепловые условия, при которых форма фронта кристаллизации наименее отличается от заданной. Однако, подобная формулировка также оказывается непригодной, поскольку в качестве минимизируемого функционала выступает не его значение на некоторой заданной границе, а положение самой границы, что чрезвычайно усложняет задачу оптимизации. Трудности снимаются, если сформулировать задачу оптимизации глобального теплообмена несколько иным образом: при заданном фронте кристаллизации найти такие тепловые условия, при которых нарушение теплового баланса (условия Стефана) на этом фронте оказывается минимальным. При этом, под тепловыми условиями можно понимать любые параметры технологического процесса и любые характеристики ростовой установки, влияющие на форму фронта кристаллизации. В данной статье в качестве варьируемых параметров используется тепловыделение в секциях резистивного нагревателя. Таким образом, решая задачу оптимизации для каждой длины кристалла можно получить недостающие соотношения для определения вариаций тепловыделения в секциях нагревателя в процессе вытягивания кристалла.

В качестве объекта исследования рассматривался процесс выращивания кристаллов германата висмута в структуре силленита вариантом метода Чохральского с малыми градиентами температуры [3]. Теплофизические и оптические свойства кристалла и элементов установки приведены в [4]. Моделировалась экспериментальная установка с диаметром тигля 70 мм, которая, как и аналогичная промышленная установка, имеет трехсекционный нагреватель. Схема установки показана на рис. 1.

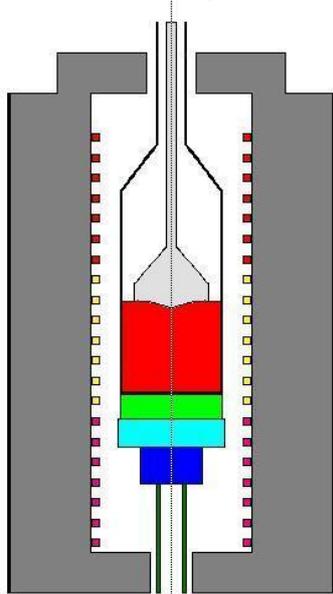


Рис. 1. Схема установки

Для расчета глобального теплообмена, то есть для решения прямой задачи, использовался Flow Module пакета CGSim [5], разработанного ООО «СофтИмпакт». При решении обратной задачи (задачи оптимизации) в соответствии со сказанным выше использовалась целевая функция

$$F(Q_1, Q_2, Q_3) = \int ((q_s \cdot n) - (q_L \cdot n) - LV \cos(n, Z))^2 dS,$$

где Q_i – тепловыделение в i -й секции, q_s и q_L – векторы плотности потока тепла в твердой и жидкой фазах, V – скорость вытягивания, n – нормаль к фронту кристаллизации, по которому ведется интегрирование. Для поиска минимума этой функции использовались два подхода. В первом случае использовался метод деформируемого многогранника, а во втором – градиентный метод. При этом для нахождения градиента использовался метод сопряженной задачи. Необходимо отметить, что последний метод до сих пор не применялся к столь сложным системам, в которых имеет место как конвективный, так и радиационно-кондук-

тивный теплообмен. Поэтому в настоящей работе использовался упрощенный вариант метода сопряженной задачи, когда последняя конструировалась только для радиационно-кондуктивного теплообмена, а конвективный теплообмен в расплаве выносился в правую часть операторного уравнения и вычислялся по предыдущей итерации. Результаты расчетов представлены на рис. 2–3. На рис. 2 показаны зависимости оптимальных значений тепловыделения во всех трех нагревателях от длины кристалла, а на рис. 3 – соответствующие изменения температуры в фиксированных точках вблизи нагревателя.

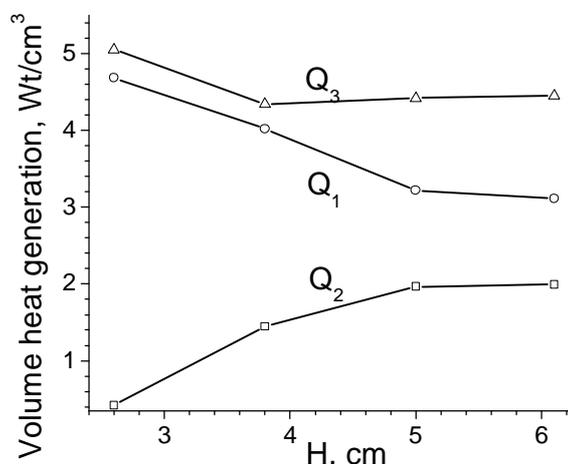


Рис. 2. Оптимальные значения тепловыделения в нагревателях при различных длинах кристалла H: 1 – нижний нагреватель, 2 – средний, 3 – верхний.

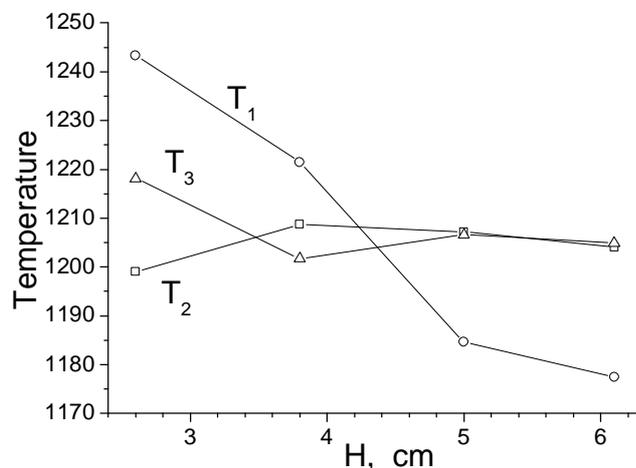


Рис. 3. Значения температуры в фиксированных точках вблизи нагревателей при различных длинах кристалла.

Указанные температуры используются в системе управления процессом вытягивания. Видно, что тепловыделение во втором (среднем) нагревателе оказывается существенно меньше, чем в нижнем и верхнем. Это объясняется тем, что второй нагреватель расположен целиком напротив тигля и поэтому большая часть излучения, испускаемого нагревателем, возвращается к нему обратно после отражения от внешней стороны стенки тигля. Видно, что температура в целом повторяет изменения тепловыделения с длиной кристалла. Правда, удивительным представляется тот факт, что температура T_2 с увеличением длины кристалла сравнивается с температурой T_3 . Из приведенных зависимостей можно сконструировать (причем не единственным образом) две зависимости, которые вместе с датчиком веса зададут алгоритм управления нагревателями кристаллизационной установки. Полученные результаты были использованы для моделирования процесса вытягивания кристалла.

Работа поддержана РФФИ, проект 07-02-01147.

Список литературы

1. Jeong J.H., Kang I.S. // J. Comput. Physics, 2002, V. 177, P. 284-312.
2. Furner T., Jung T. // J. Crystal growth, 2004, V.266, P.229-238.
3. Borovlev Yu.A., Ivannikova N.V., Shlegel V.N., Vasiliev Ya.V., Gusev V.A. // J. Crystal Growth, 2001, V. 229, P. 305.
4. Budenkova O.N., Vasiliev M.G., Shlegel V.N., Ivannikova N.V., Bragin R.I. // Crystallography Reports, 2005, V. 50, Supp.; 1, P. 100-105.
5. Flow module of CGSim package, product of STR Inc, www.semitech.us.

НЕЛИНЕЙНОЕ АНИЗОТРОПНОЕ ТЕПЛОВОЕ РАСШИРЕНИЕ В ЗАДАЧАХ РОСТА КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА

Бахолдин С.И., Ковалевский Д.В., Галактионов Е.В., Тропп Э.А.

*Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия
S.Bakholdin@mail.ioffe.ru*

Одной из основных причин образования дефектов при выращивании монокристаллов из расплава является пластическая деформация под действием термических напряжений. При использовании таких распространенных методов выращивания монокристаллов как метод Чохральского, бестигельная зонная плавка, способ Степанова, термические напряжения могут возникать вследствие несовместности температурных деформаций, возникающих в сложном температурном поле, существующем в кристалле в процессе роста и охлаждения от температуры плавления до комнатной температуры. Радикальным способом повышения качества кристаллов является снижение уровня термических напряжений до величин, меньших предела текучести. Для этого необходимо уметь определять поля температур и термоупругих напряжений. В этой области выполнены обширные исследования (см., например, [1]). Однако во всех выполненных ранее работах монокристалл рассматривался как однородное тело с постоянными по всему объему теплофизическими и упругими свойствами. В то же время, для широкого круга монокристаллов эти свойства изменяются с температурой значительно и часто нелинейно. Так, для практически важного монокристалла ниобата лития LiNbO_3 компоненты тензоров коэффициентов температурного расширения изменяются от комнатной температуры до температур плавления в 3–4 раза [2]. Случай анизотропного нелинейного температурного расширения был рассмотрен только в работе [3], но лишь с точки зрения получения условий отсутствия напряжений для кристаллов ниобата лития цилиндрической формы, выращиваемых в направлении оптической оси. В данной работе рассматриваются более общие подходы к решению этой задачи.

Условия отсутствия напряжений при нелинейном анизотропном температурном расширении

Для расчета температурных напряжений в растущем кристалле необходимо решить систему уравнений, составленную из уравнений упругого равновесия и совместности деформаций и дополненную соответствующими граничными условиями. Ввиду необходимости учета в обобщенном законе Гука температурных членов, уравнения совместности деформаций (уравнения Бельтрами–Митчелла) становятся в общем случае неоднородными и принимают вид [4]

$$\text{Ink}(s : \sigma) = -\text{Ink}(\alpha T), \quad (1)$$

где s , σ и α – тензоры коэффициентов упругой податливости, напряжений и коэффициентов теплового расширения соответственно, T – температура,

$$(s : \sigma)_{ij} = s_{ijkl} \sigma_{kl}, \quad (2)$$

$\text{Ink } \varepsilon$ – несовместность тензорного поля ε , определяемая покомпонентно как

$$(\text{Ink } \varepsilon)_{ij} = \delta_{ikm} \delta_{jln} \frac{\partial^2 \varepsilon_{mn}}{\partial x_k \partial x_l} \quad (3)$$

В (3) d_{ikm} – символ Леви–Чивита; в (2) и (3) подразумевается суммирование по повторяющимся индексам.

В ([4]) показано, что температурные напряжения в кристалле возникают тогда и только тогда, когда правая часть (1) отлична от нуля (§55). Анализ показывает, что данный вывод остается справедливым в случае как линейного, так и нелинейного теплового расширения. Следовательно, необходимым и достаточным условием отсутствия температурных напряжений в растущем кристалле является условие:

$$\text{Ink}(\alpha T) = 0. \quad (4)$$

При постоянных коэффициентах тензора α это сразу приводит к требованию линейности температурного поля по всем координатам. Если же коэффициенты α изменяются, например, при изменении температуры, то условия отсутствия напряжений усложняются и становятся зависящими как от симметрии и ориентации кристалла, так и от вида распределения температуры. Мы рассмотрим случай осесимметричного теплового поля.

В кубических кристаллах температурное расширение изотропно, тензор α характеризуется одним коэффициентом $\alpha(T)$ и выполнение условия (4) в осесимметричном поле температур возможно для любой кристаллографической ориентации направления выращивания. Зная явный вид $\alpha(T)$ можем рассчитать искомым температурный профиль $T(z)$ из уравнения

$$\alpha(T(z)) \cdot T(z) = az\xi + b, \quad (5)$$

где a и b – произвольные постоянные, а z – координата в направлении выращивания.

Для кристаллов **тригональной, гексагональной и тетрагональной** сингонии тензор коэффициентов теплового расширения характеризуется двумя параметрами α_{\parallel} и α_{\perp} . В [3] было показано, что для тригональных кристаллов температурные напряжения в осесимметричном поле могут отсутствовать только при выращивании в направлении главной оси и выполнении условия

$$\alpha_{\perp}(T(z)) \cdot T(z) = az + b, \quad (6)$$

Нетрудно видеть, что это условие справедливо и для тетрагональных и гексагональных кристаллов с такой же структурой тензора α .

Для кристаллов **низших сингоний** аналогом (6) будет

$$a_{ij}(T(x)) \cdot T(x) = A_{ij} + B_{ij}x \quad (7)$$

где A_{ij} и B_{ij} – некоторые постоянные симметричные тензоры 2×2 . Ясно, что при $\alpha_{ij}(T) \neq \text{const}$ удовлетворить равенству (7) можно лишь в том случае, когда часть функций $\alpha_{ij}(T)$ равна нулю, а ненулевые функции тождественно совпадают. Для рассмотренных ранее сингоний это было возможным в силу структуры тензора α (две или три совпадающих диагональных компоненты). Однако для низших сингоний подобное свойство не имеет места ни при каком направлении выращивания. Это означает, что для кристаллов низших сингоний в любом осесимметричном тепловом поле температурные напряжения будут иметь место.

Таким образом, при $\alpha_{ij}(T) \neq \text{const}$ условия полного отсутствия напряжений в осесимметричном поле могут выполняться только для кристаллов высшей и средних сингоний при выращивании в высокосимметричных направлениях.

Расчет напряжений при нелинейном анизотропном температурном расширении

Точное решение полной квазистационарной задачи термоупругости даже для тел простых форм в произвольном температурном поле возможно только численными методами. Однако приближенные выражения для компонент тензора напряжений были ранее получены методом асимптотического интегрирования для кристаллов различного сечения, как в изотропном, так и в анизотропном случае [5,6], но для линейного температурного расширения. В данной работе подход, примененный в [5], распространен на случай цилиндрического кристалла, в котором теплофизические

свойства считаются изотропными, но коэффициент температурного расширения изменяется по параболическому закону:

$$a(T) = a_0 + k_1 T + k_2 T^2, \quad (8)$$

где k_1 и k_2 – постоянные коэффициенты.

При решении используются следующие масштабы:

$$r = \bar{r}/R, \quad z = \bar{z}/L, \quad T = (\bar{T} - \bar{T}_0)/\bar{T}_0, \quad \alpha = \bar{\alpha}\bar{T}_0, \quad \sigma_i = \bar{\sigma}_i/E, \quad \tau_{rz} = \bar{\tau}_{rz}/E, \quad i = r, \theta, z. \quad (9)$$

Здесь r и z – цилиндрические координаты, R, L – радиус и длина кристалла, \bar{T}_0 – температура плавления, σ и τ – компоненты тензора напряжений, E – модуль Юнга.

В предположении достаточно малого теплообмена на боковой поверхности кристалла выражение для распределения температуры принимает вид:

$$T(r, z) = T_0(z) + \left[T_2(z) + \frac{1}{8}(1-2r^2) \frac{d^2 T_0}{dz^2} \right] \varepsilon^2 + O(\varepsilon^4) \quad (9)$$

где ε – геометрический параметр, равный отношению радиуса кристалла к его длине (малый параметр задачи), а $T_0(z)$ и $T_2(z)$ нулевое и второе приближения в разложении в ряд средней по сечению кристалла температуры.

Для компонент тензора напряжений получены выражения:

$$\begin{aligned} s_r(r, z) &= \frac{(1-r^2)\varepsilon^2}{16(1-n)} \left[\frac{2n}{1+n} \frac{d^2}{dz^2} (a(T)T)_0 - C(z) \right] + O(\varepsilon^4), \\ s_q(r, z) &= \frac{(1-3r^2)\varepsilon^2}{16(1-n)} \left[\frac{2n}{1+n} \frac{d^2}{dz^2} (a(T)T)_0 - C(z) \right] + O(\varepsilon^4), \\ s_z(r, z) &= \frac{(1-2r^2)\varepsilon^2}{8(1-n)} \left[\frac{2}{1+n} \frac{d^2}{dz^2} (a(T)T)_0 - C(z) \right] + O(\varepsilon^4), \\ t_{rz}(r, z) &= \frac{r(r^2-1)\varepsilon^3}{16(1-n)} \left[\frac{2}{1+n} \frac{d^3}{dz^3} (a(T)T)_0 - \frac{d}{dz} C(z) \right] + O(\varepsilon^5), \end{aligned} \quad (10)$$

где

$$(\alpha(T)T)_0 = [\alpha_0 + k_1 T_0(z) + k_2 T_0^2(z)] T_0(z), \quad C(z) = [\alpha_0 + 2k_1 T_0(z) + 3k_2 T_0^2(z)] \frac{d^2 T_0(z)}{dz^2},$$

ν – коэффициент Пуассона.

Учет зависимости $a(T)$ приводит к появлению в первых членах разложения нелинейной зависимости от температуры и ее производных, что изменяет численные значения напряжений. Но характер их распределения в кристалле не меняется.

Список литературы

1. П.И. Антонов, С.И.Бахолдин, М.Г.Васильев, В.М.КрымовЮ А.В.Москалев, В.С.Юферев, //Изв. РАН, сер. физ. т.58, №9, 1994г., с.72-80.
2. Galagher P.K., O'Bryan N.M., Brandle C.D. //Thermochim. Acta, 1988, v.133, p.1-10.
3. Д.В.Ковалевский, П.В.Смирнов.//Вестник СПбГУ, Сер.4, 2006, вып.3, с.24-31.
4. Ю.И.Сиротин, М.П.Шаскольская. Основы кристаллофизики. М.: "Наука", 1975. – 680 с.
5. Е.В.Галактионов, Э.А.Тропп. //Изв. РАН, сер. физ., 1976 т.40, № 7, с.1399-1406.
6. П.И.Антонов, С.И.Бахолдин, Е.В.Галактионов, Э.А.Тропп.// Изв. РАН, сер. физ., 1980 т.44, № 2, с.255-267.

ВАРИАЦИОННАЯ ЗАДАЧА О КОНТАКТЕ РАЗНОРОДНЫХ ФАЗ

Галактионова Н. Е., Галактионов Е. В.*, Тропп Э. А.*

Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,

**Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, СПб, Россия,*

galakt@ammp.ioffe.ru

Задача о контакте трех разнородных фаз представляет значительный интерес для создания теории процессов выращивания профилированных монокристаллов [1,2].

В работе [3] было проведено исследование равновесной формы капли на твердой поверхности. В настоящей работе рассматривается случай капли на поверхности другой капли (см. рис.1). Решая вариационную задачу о минимуме свободной энергии системы, получаем соотношения для краевых углов (аналогичные соотношения были получены ранее в [4,5] из механических соображений). Поверхностную энергию системы изображенной на рисунке можно записать в виде функционала:

$$\begin{aligned}
 J[u, v] = & \iint_{\Omega_4} \left(a_{43} \sqrt{1+u_x^2 + u_y^2} + a_{24} \sqrt{1+v_x^2 + v_y^2} - (a_{13} - a_{12}) \right) dx dy + \\
 & + \iint_{\Omega_2 \setminus \Omega_4} \left(a_{23} \sqrt{1+v_x^2 + v_y^2} - (a_{13} - a_{12}) \right) dx dy,
 \end{aligned} \tag{1}$$

где $u(x, y), v(x, y)$ – функции, определяющие форму верхней и нижней капель, соответственно, Ω_2 – часть плоскости OXY , на которой лежит нижняя капля, Ω_4 – область ограниченная проекцией кривой, по которой пересекаются капли, на OXY .

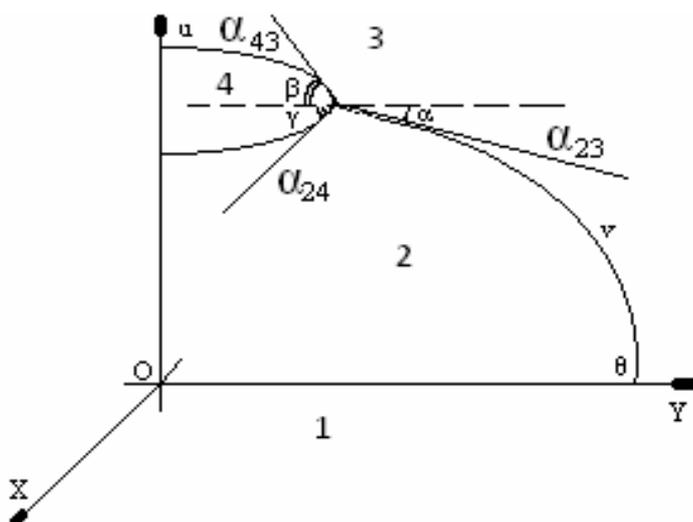


Рис. 1. Форма капли на поверхности другой капли (a_{ij} – поверхностные натяжения между различными средами: твердой (1), жидкими (2), (4) и газообразной (3)).

Далее будем искать минимум функционала (1) при условиях постоянства объемов верхней и нижней капель:

$$G_1[u, v] = \iint_{\Omega_4} (u - v) dx dy = V_4, G_2[v] = \iint_{\Omega_2} v dx dy = V_2, \tag{2}$$

то есть решать изопериметрическую задачу. Соответствующий этой задаче расширенный функционал имеет вид:

$$\begin{aligned}
I[u, v] &= J[u, v] + mG_1[u, v] + IG_2[v] = \\
&= \iint_{\Omega_4} \left(a_{43} \sqrt{1+u_x^2+u_y^2} + a_{24} \sqrt{1+v_x^2+v_y^2} - (a_{13} - a_{12}) + m(u-v) + Iv \right) dx dy + \\
&+ \iint_{\Omega_2 \setminus \Omega_4} \left(a_{23} \sqrt{1+v_x^2+v_y^2} - (a_{13} - a_{12}) + Iv \right) dx dy = \\
&= \iint_{\Omega_4} H_1(x, y, u, v, u_x, u_y, v_x, v_y) dx dy + \iint_{\Omega_2 \setminus \Omega_4} H_2(x, y, v, v_x, v_y) dx dy.
\end{aligned} \tag{3}$$

Уравнения Остроградского-Эйлера для функционала (3) имеют вид:

$$\begin{aligned}
\frac{\partial H_1}{\partial u} - \frac{d}{dx} \left(\frac{\partial H_1}{\partial u_x} \right)_{y=const} - \frac{d}{dy} \left(\frac{\partial H_1}{\partial u_y} \right)_{x=const} &= 0, (x, y) \in \Omega_4, \\
\frac{\partial H_1}{\partial v} - \frac{d}{dx} \left(\frac{\partial H_1}{\partial v_x} \right)_{y=const} - \frac{d}{dy} \left(\frac{\partial H_1}{\partial v_y} \right)_{x=const} &= 0, (x, y) \in \Omega_4, \\
\frac{\partial H_2}{\partial v} - \frac{d}{dx} \left(\frac{\partial H_2}{\partial v_x} \right)_{y=const} - \frac{d}{dy} \left(\frac{\partial H_2}{\partial v_y} \right)_{x=const} &= 0, (x, y) \in \Omega_2 \setminus \Omega_4.
\end{aligned} \tag{4}$$

Естественные граничные условия для уравнений (4) в случае, когда поверхностные натяжения не зависят от ориентации (от частных производных u и v), принимают следующий вид:

$$\begin{aligned}
a_{43} \sin b + a_{24} \sin g - a_{23} \sin a = 0, a_{43} \cos b + a_{24} \cos g - a_{23} \cos a = 0, \\
\cos q = \frac{a_{13} - a_{12}}{a_{23}},
\end{aligned} \tag{5}$$

$$\text{где } \cos b = \frac{1}{\sqrt{1+u_x^2+u_y^2}} \Big|_{(\partial\Omega_4)_-}, \cos g = \frac{1}{\sqrt{1+v_x^2+v_y^2}} \Big|_{(\partial\Omega_4)_-}, \cos a = \frac{1}{\sqrt{1+v_x^2+v_y^2}} \Big|_{(\partial\Omega_4)_+},$$

$\cos q = \frac{1}{\sqrt{1+v_x^2+v_y^2}} \Big|_{\partial\Omega_2}$ (a, b, g – углы в точке контакта трех фаз, q – угол смачивания).

При выводе условий (5) используется методика, предложенная в [6] для многомерного случая, и учет того факта, что варьирование необходимо производить в классе функций u и v , принимающих одинаковые значения на границе $\partial\Omega_4$ (последнее следует из специфики задачи).

Рассмотрим теперь случай, когда поверхностные натяжения a_{24}, a_{43} зависят от ориентации (среда (4)-анизотропна). Первые два из естественных условий в этом случае можно привести к следующему виду:

$$\begin{aligned}
a_{43} \sin b + a_{24} \sin g - a_{23} \sin a - \frac{\partial a_{43}}{\partial b} \cos b - \frac{\partial a_{24}}{\partial g} \cos g = 0, \\
a_{43} \cos b + a_{24} \cos g - a_{23} \cos a - \frac{\partial a_{43}}{\partial b} \sin b - \frac{\partial a_{24}}{\partial g} \sin g = 0.
\end{aligned} \tag{6}$$

Условия (5) и (6) совпадают с условиями, полученными в [4] и [5] из механических соображений. Таким образом, удалось вывести соотношения, связывающие углы в точке контакта трех фаз, из вариационного принципа. В частном случае осевой

симметрии и однородности поверхностных натяжений получены аналитические выражения для определения форм капель.

Список литературы

1. Воронков В.В. О термодинамическом равновесии на линии раздела трех фаз. ФТТ, 5, №2, 571 (1963).
2. Татарченко В. А., Бренер Е. А. Устойчивость процесса кристаллизации из расплава при капиллярном формообразовании. Изв. АН СССР. Сер. физ., 40, №7, 1457 (1976).
3. Галактионова Н. Е., Тропп Э. А. Вариационная задача о капле на твердой поверхности. Сб.: "Вопросы математической физики и прикладной математики", СПб.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе. 2007, с. 257-264.
4. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика, т.5. Статистическая физика. М.: Наука. 1964. 567 с.
5. Herring C. Surface Tension as a Motivation for Sintering. Proc. of Symposium "The Physics of Powder Metallurgy". Ed. W. E. Kingston, New York, Toronto, London 1951, ch.8, pp143-179.
6. Гюнтер Н. М. Курс вариационного исчисления. Л.: ОГИЗ, 1941. 308с.

СИНГУЛЯРНО ВОЗМУЩЕННАЯ ЗАДАЧА О ТРЁХФАЗНОЙ ЛИНИИ В СЛУЧАЕ КОНТАКТА ДИСПЕРСНОЙ ЧАСТИЦЫ С ПОДЛОЖКОЙ

Галактионова Н. Е., Галактионов Е. В.*, Тропп Э. А.*

Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,
*Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, СПб, Россия,
galakt@ammp.ioffe.ru

Задача определения формы дисперсной частицы на подложке является предельным частным случаем задачи рассмотренной в [1] (задача одномерна, поверхностные натяжения однородны и отсутствует среда (1)). Решение такой задачи представляет несомненный интерес для создания теории процессов эпитаксиального роста кристаллов [2].

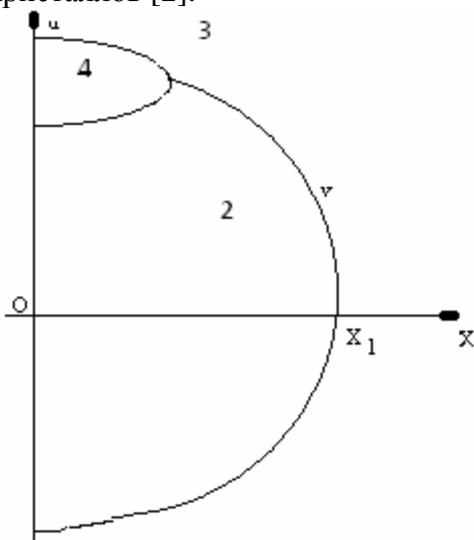


Рис. 1. Форма капли на поверхности другой капли

Построим расширенный функционал для решения задачи о минимизации поверхностной энергии системы, изображенной на рис.1, при условиях постоянства объемов верхней и нижней капли, аналогично тому, как это было сделано в [1]. Так как функция, описывающая форму нижней капли, неоднозначна, то целесообразно перейти к параметрической форме записи, вводя параметр t , например, таким образом $x = \frac{a_{23}}{l} \cos t, t \in \left[-\frac{p}{2}, \frac{p}{2}\right]$. В этом случае расширенный функционал примет следующий вид:

$$J[u, v] = \int_{t_*}^{\frac{p}{2}} \left[\frac{a_{43}}{I} \sqrt{a_{23}^2 \sin^2 t + I^2 u'^2} + \frac{a_{24}}{I} \sqrt{a_{23}^2 \sin^2 t + I^2 v'^2} + \frac{a_{23} \sin t}{I} (mu + (1 - m)v) \right] dt + \int_{-\frac{p}{2}}^{t_*} \left[\frac{a_{23}}{I} \sqrt{a_{23}^2 \sin^2 t + I^2 v'^2} + a_{23} v \sin t \right] dt, \quad (1)$$

где t_* – значение параметра, соответствующее точке пересечения верхней и нижней капли, а I, m – множители Лагранжа. Предположим, что объем верхней капли много меньше объема нижней капли, то есть отношение объемов $\frac{V_4}{V_2} = e$ – малый параметр задачи ($e \ll 1$).

Ищем решения уравнений Эйлера, соответствующих функционалу (1), с условиями симметрии и непрерывности:

$$u' \left(\frac{p}{2} \right) = 0, v' \left(\frac{p}{2} \right) = 0, v' \left(-\frac{p}{2} \right) = 0, v(t_* - 0) = v(t_* + 0), u(t_*) = v(t_*), v(0) = 0 \quad (2)$$

в виде разложений по степеням \sqrt{e} :

$$u(t) = \sum_{n=0}^{\infty} u_n(t) e^{\frac{n}{2}}, v(t) = \sum_{n=0}^{\infty} v_n(t) e^{\frac{n}{2}}, t_* = \sum_{n=0}^{\infty} t_{*n} e^{\frac{n}{2}}, I = \sum_{n=0}^{\infty} I_n e^{\frac{n}{2}}, m = \sum_{n=0}^{\infty} m_n e^{\frac{n}{2}}.$$

Тогда, используя условия постоянства объема верхней капли

$$\int_{t_*}^{\frac{p}{2}} (u - v) \sin t dt = \frac{IV_4}{a_{23}},$$

и его малости $V_4 = eV_2$, получаем в главном приближении две возможности: либо верхняя капля вырождается в точку $\left(t_{*0} = \frac{p}{2} \right)$, либо в тонкую пленку. Случаю дисперсной частицы соответствует первый вариант. При этом нижняя капля в главном приближении будет шаром с центром в нуле и радиусом $\sqrt{\frac{2V_2}{p}}$.

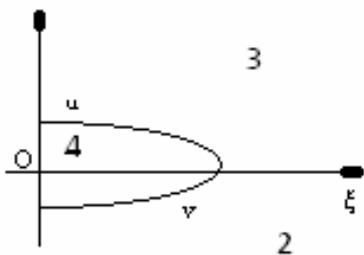


Рис. 1. Форма капли на поверхности другой капли (пограничный слой)

Чтобы узнать, что происходит в окрестности “северного полюса” $\left(t = \frac{p}{2} \right)$, введем внутреннюю переменную $x = xe^{\frac{1}{2}}$, а также функции

$\mathcal{U}(x) = u(x)e^{\frac{1}{2}}$, $\mathcal{V}(x) = v(x)e^{\frac{1}{2}}$ и параметр $M = me^{\frac{1}{2}}$ (переходим к решению внутренней задачи).

Объем нижней капли при этом станет бесконечно большим, и в новом расширенном функционале будет отсутствовать параметр I

$$J[\mathcal{U}, \mathcal{V}] = \int_0^{x_*} \left[\left(a_{43} \sqrt{1 + \mathcal{U}'^2} + a_{24} \sqrt{1 + \mathcal{V}'^2} \right) e^{\frac{1}{2}} + m(\mathcal{U} - \mathcal{V}) \right] dx + \int_{x_*}^{\infty} a_{23} \sqrt{1 + \mathcal{V}'^2} e^{\frac{1}{2}} dx. \quad (3)$$

Решения уравнений Эйлера, соответствующих этому функционалу, с условиями симметрии и непрерывности, аналогичными условиям (2), будем искать также в виде разложений по степеням \sqrt{e} (внутреннее разложение):

$$\vartheta(x) = \sum_{n=0}^{\infty} \vartheta_n(x) e^{\frac{n}{2}}, \varphi(x) = \sum_{n=0}^{\infty} \varphi_n(x) e^{\frac{n}{2}}, x_* = \sum_{n=0}^{\infty} x_{*n} e^{\frac{n}{2}}, M = \sum_{n=0}^{\infty} M_n e^{\frac{n}{2}} \quad (4)$$

Естественные граничные условия, полученные при варьировании функционала (3) в классе функций принимающих одинаковые значения в точке x_* , будут иметь вид:

$$\frac{a_{43} \vartheta}{\sqrt{1 + \vartheta^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* - 0} + \frac{a_{24} \varphi}{\sqrt{1 + \varphi^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* - 0} = \frac{a_{23} \varphi}{\sqrt{1 + \varphi^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* + 0}, \quad (5)$$

$$\frac{a_{43}}{\sqrt{1 + \vartheta^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* - 0} + \frac{a_{24}}{\sqrt{1 + \varphi^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* - 0} = \frac{a_{23}}{\sqrt{1 + \varphi^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* + 0}. \quad (6)$$

Подставляя разложения (4) в уравнения Эйлера и граничные условия и приравнявая коэффициенты при нулевой степени e , получаем, в частности, что $\varphi_0(x) = 0, x \in (x_*, \infty)$.

Таким образом, условие (6) в главном приближении пограничного слоя принимает вид

$$\frac{a_{43}}{\sqrt{1 + \vartheta_0^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* - 0} + \frac{a_{24}}{\sqrt{1 + \varphi_0^2}} \Big|_{x \rightarrow x_* - 0} = a_{23}. \quad (7)$$

Заметим, что условие (7) является обобщением условия трансверсальности для задачи о капле на твердой поверхности [3] в случае, когда функционал зависит от двух функций принимающих одинаковые значения в точке x_* .

Добавляя к поставленным выше условиям условие постоянства объема капли, получаем замкнутую задачу, решая которую находим $\vartheta_0(x), \varphi_0(x), M_0, x_0^*$.

При нахождении следующих приближений внешней задачи и внутренней задачи вводим нормировку независимых переменных в них таким образом, чтобы области задания функций, определяющих формы капель, оказались постоянными, и используем сращивание последовательных приближений этих задач в точке контакта трех фаз [4].

Таким образом, рассмотрен случай пограничного слоя в вариационной задаче и с помощью метода сингулярных возмущений получены приближенные формулы, описывающие форму дисперсной частицы на подложке. В процессе построения итерационного процесса для решения внутренней задачи выведено соотношение (5), обобщающее классическое условие трансверсальности.

Список литературы

1. Галактионова Н. Е., Галактионов Е. В., Тропп Э. А. Вариационная задача о контакте разнородных фаз. Настоящий сборник.
2. Кукушкин С. А., Слезов В. В. Дисперсные системы на поверхности твердых тел (эволюционный подход): механизмы образования тонких пленок. СПб., Наука, 1996. 309 с.
3. Галактионова Н. Е., Тропп Э. А. Вариационная задача о капле на твердой поверхности. Сб.: "Вопросы математической физики и прикладной математики", СПб.: ФТИ им. А.Ф. Иоффе. 2007. с. 257-264.
4. Ван-Дайк М. Методы возмущения в механике жидкости. М., Мир, 1967. 310 с.

ИНТЕГРИРОВАННОЕ ПРИМЕНЕНИЕ ЧИСЛЕННЫХ МЕТОДОВ ПРИ ОПТИМИЗАЦИИ ТЕПЛОВЫХ УЗЛОВ УСТАНОВОК ВЫТЯГИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА

Простомолотов А.И.

Институт проблем механики РАН, Москва, РФ,
prosto@ipmnet.ru

Вытягивание монокристаллических труб кремния из расплава существенно сложнее, чем для диэлектрических материалов. Это объясняется значительно более высокой (на один-два порядка) теплопроводностью кремния. С помощью традиционного применения пассивных (без специального терморегулирования) формообразователей не удастся достичь требуемых больших радиальных градиентов температур в расплаве. Поэтому трубы монокристаллов кремния выращивают методом Чохральского в специальных тепловых узлах, которые создают большие радиальные градиенты температур вблизи фронта кристаллизации (ФК) за счет конвекции Бенара в расплаве при преимущественно донном нагреве тигля. Негативной стороной таких технологий при выращивании монокристаллических труб большого диаметра [1] является высокий уровень температурных градиентов и напряжений, значительно превышающих критические напряжения вблизи ФК, что является причиной пластических деформаций и трещин в выращиваемых трубах.

В последнее десятилетие нами эффективно используется интегрированная математическая модель для оптимизации тепловых узлов установок выращивания монокристаллов кремния по Чохральскому [2,3]. В данном докладе мы рассматриваем вопросы её численной реализации на основе сочетания различных методов (конечных разностей, граничных и конечных элементов).

Примером применения такой интегрированной модели является технология выращивания монокристаллических труб кремния методом Чохральского. В перспективе она также может быть использована для оптимизации тепловых узлов с различными (в том числе, терморегулируемыми) формообразователями в установках выращивания монокристаллов кремния методом Степанова. С помощью моделирования определялись поля температур и термоупругих напряжений в кремниевых трубах, выращиваемых в тепловом узле установки ЕКЗ-1600 (ОАО «ЭЛМА»). Тонкостенная “труба-1” имеет внутренний диаметр $d_1 = 145$ мм, внешний – $d_2 = 155$ мм. Толстостенная “труба-2” имеет $d_1 = 75$ мм и $d_2 = 155$ мм. Параметры термоупругой задачи относятся к монокристаллическому кремнию [3].

Распределение температур в тепловом узле с выращиваемой кремниевой трубой показано на рис.1. Осевые градиенты температур вблизи ФК для двух вариантов кремниевых труб представлены ниже в таблице.

V_p , мм/мин	труба-1		труба-2	
	$\text{grad}T(d_2)$, К/см	$\text{grad}T(d_1)$, К/см	$\text{grad}T(d_1)$, К/см	$\text{grad}T(d_2)$, К/см
1.5	111	89	96	
3.0	112	92	97	
4.5	113	95	99	

Особенностью теплового узла является расположение верхней кромки нагревателя существенно ниже поверхности расплава, чем это принято для выращивания монокристаллов, что обеспечивает преимущественно донный нагрев тигля. Причем

значительные изменения скорости вытягивания труб V_p слабо влияют на величину осевого температурного градиента.

Другая особенность тепловых процессов обусловлена малым объемом труб при большой излучающей поверхности по сравнению со сплошным монокристаллом. Радиальные градиенты температур в “трубе-1” близки к нулю по причине малой толщины стенок и хорошей теплопроводности кремния, а в “трубе-2” составляют порядка 1 К/см, что также несущественно.

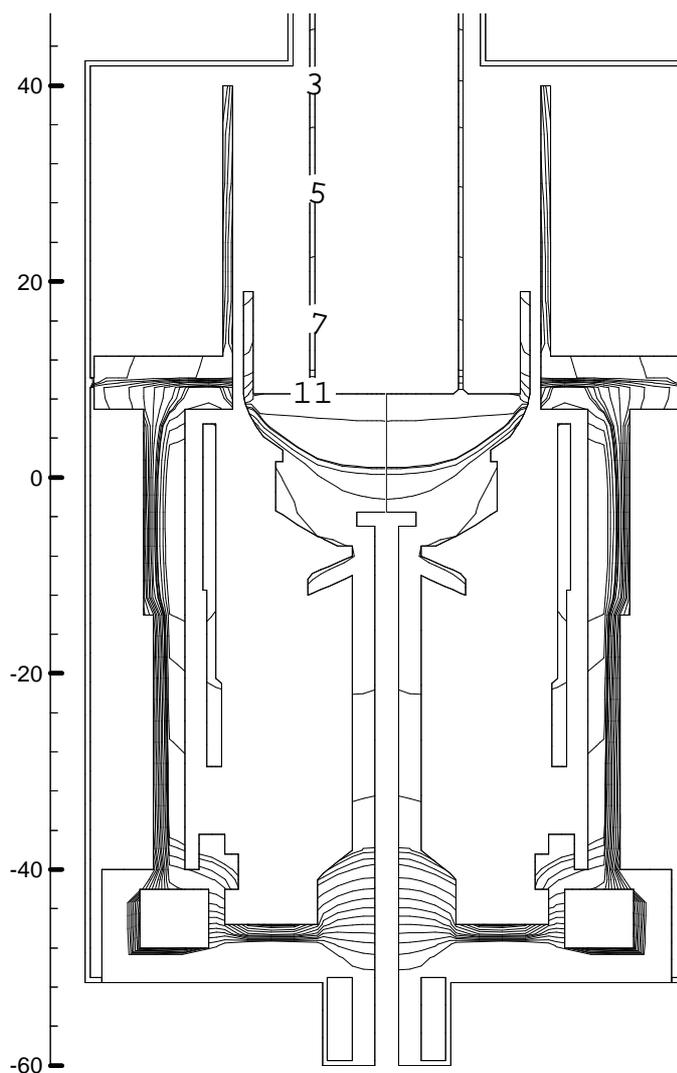


Рис. 1. Распределение температур в установке для выращивания кремниевых труб диаметром 155 мм. Значения изотерм [K]: 3 – 883, 5 – 1083, 7 – 1283, 9 – 1483, 11 – 1683 (фронт кристаллизации).

На рис. 2 показано распределение напряжений в “трубе-1” и “трубе-2”. Можно отметить, что известные максимальные значения термоупругих напряжений в монокристаллах кремния диаметром 100мм составляют 5–7 МПа, а в монокристаллах большего диаметра – 200мм они увеличиваются до 13–16 МПа. Для данных труб расчетные максимальные значения достигают более высоких значений вблизи ФК: 23 и 31 МПа, соответственно, и на расстоянии 1–2 см их величины резко падают. Таким образом, большие напряжения вблизи ФК, значительно превышающие предел “текучести” для кремния (см. рис. 5 в [3]), могут быть причиной пластических деформаций, приводящих к образованию трещин в эпитаксиальных трубах при их эксплуатации.

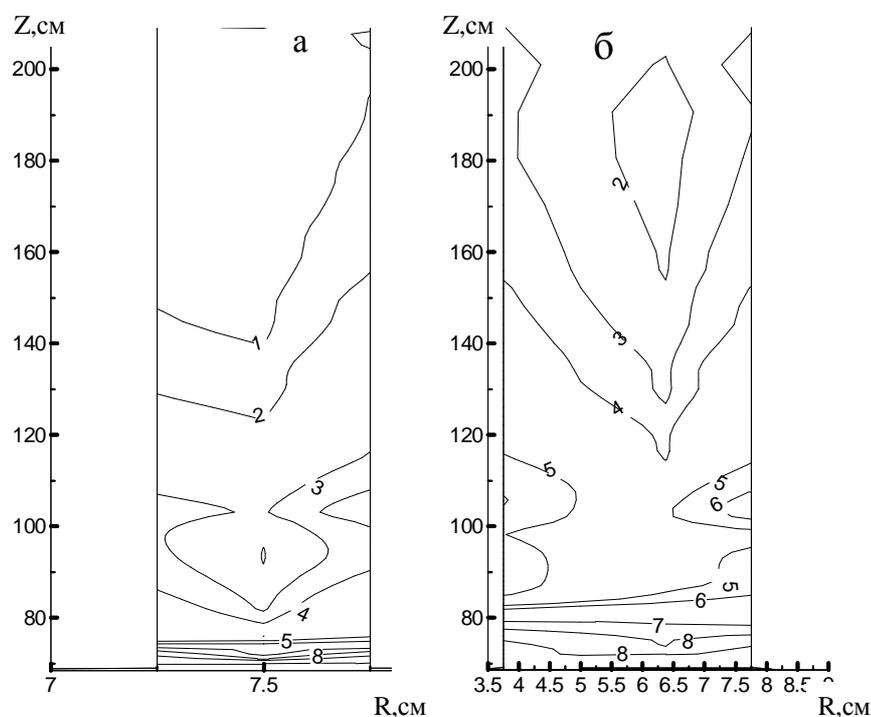


Рис. 2. Распределение изолиний средних напряжений - Мизеса [Мпа] в кремниевых трубах диаметром 145/155 мм (а) и 75/155 мм (б): 1 – 0.005, 2 – 0.01, 3 – 0.05, 4 – 0.1, 5 – 0.5, 6 – 1.0, 7 – 2.5, 8 – 5.0, 9 – 10.0, 10 – 20.0.

Данная работа поддержана проектами РФФИ: 07-02-00084, 07-02-13580-офи_ц.

Список литературы

1. Alioshin A.A. et al. // J.Crystal Growth, V. 104, 1990, P. 130-135.
2. Вerezуб Н.А., Простомолотов А.И. // Изв. ВУЗов. Материалы электронной техники. 2000. № 3. С. 28-34.
3. Вerezуб Н.А., Мильвидский М.Г., Панфилов И.В., Простомолотов А.И. // Изв. ВУЗов. Материалы электронной техники. 2001. № 2. С. 52-57.

УДК 621.315.592:536.24

МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ВЫТЯГИВАНИИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ТРУБОК КРЕМНИЯ ИЗ РАСПЛАВА

Вerezуб Н. А., Простомолотов А. И.

*Институт проблем механики РАН, Москва, РФ,
verezub@ipmnet.ru*

Метод вытягивания из расплава монокристаллических труб кремния большого диаметра (155 мм) довольно давно и успешно используется на ОАО «ЭЛМА» [1] для изготовления корпусов эпитаксиальных реакторов.

Однако в последнее время актуальными стали разработки непланарных технологий на основе монокристаллических трубок кремния малого диаметра [2]. Вытягивание из расплава монокристаллических трубок кремния малого диаметра (35 мм)

сопряжено со значительными трудностями. В [2] использовалось малогабаритная установка «Редмет-10», предназначенная для вытягивания монокристаллов кремния по Чохральскому. Безусловно, в сборку теплового узла были внесены существенные изменения.

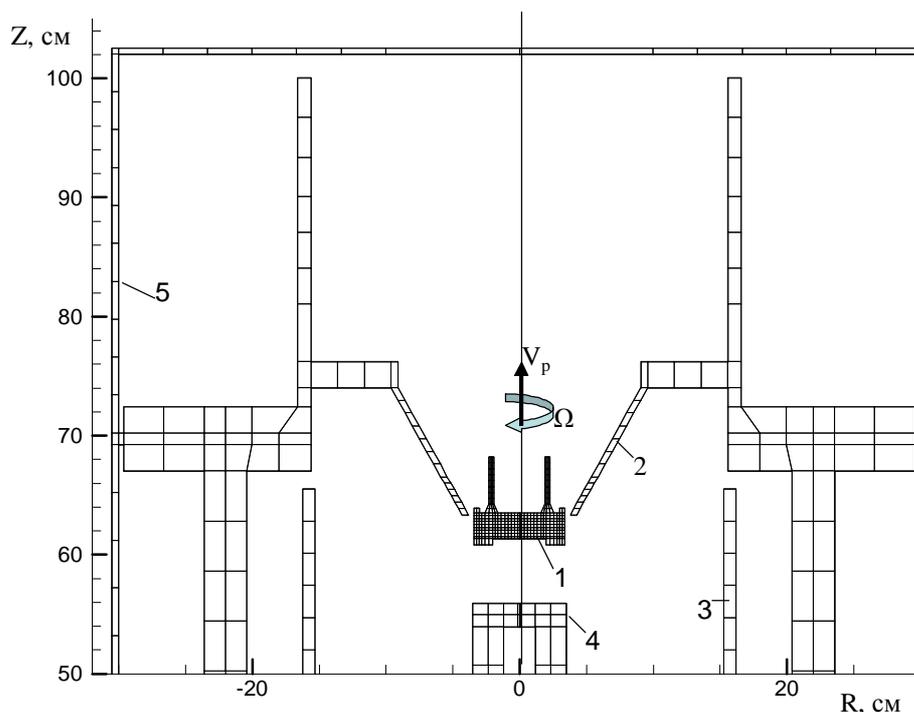


Рис. 1. Расчетная схема теплового узла для выращивания монокристаллических трубок кремния методом Чохральского в установке «Редмет-10»: 1 – ростовая сборка (трубка и расплав кремния, кварцевый тигель, подставка тигля), 2 – тепловой экран, 3 – нагреватель и 4 – нижний штوك, 5 – корпус, V_p – скорость вытягивания трубки, Ω – скорость вращения тигельной сборки.

Эти изменения иллюстрируются разработанным расчетным макетом такого модифицированного теплового узла на рис. 1. На основе интегрированной математической модели [3] нами параметрически исследованы гидродинамика в расплаве кремния и тепловые процессы в тепловом узле, позволившие оптимизировать условия выращивания трубок кремния.

Известно, что для выращивания труб в центральной области расплава (внутри трубы) необходимо создать более высокотемпературную зону, чем под её стенками. Это обеспечивается большим нагревом дна тигля, что в условиях применения одного стандартного бокового нагревателя создается надлежащим выбором положения тигля относительно нагревателя. При малом диаметре трубы поддержание требуемого радиального градиента температур вызывает значительные затруднения.

Предполагается, что тигель и кристалл вращаются в одну сторону со скоростью 10 об/мин. Расчетные параметры (критерии подобия) были следующими: число Рейнольдса $Re = 2120$, число Грасгофа $Gr = 6.2 \cdot 10^6$, число Прандтля $Pr = 10^{-2}$. В расчетах варьировалось вертикальное положение тигельной сборки (1) относительно неподвижных элементов (2–5).

Результаты параметрических расчетов приведены на рис. 2, 3, где показаны тепловые поля в ростовой сборке при двух характерных ее положений. Изотерма 1683 К соответствует форме фронта кристаллизации (ФК) для кремния.

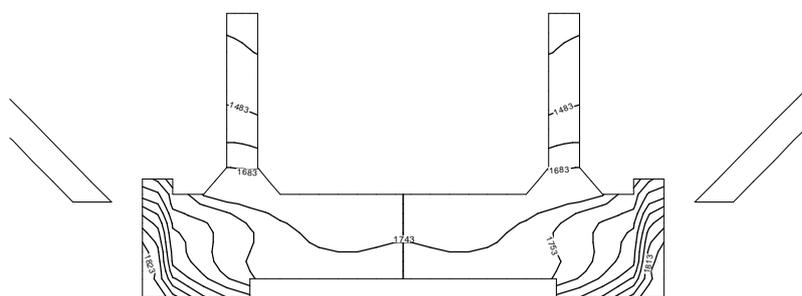


Рис. 2. Изотермы, К в ростовой сборке при её самом нижнем положении.

В самом нижнем положении ростовой сборки-1 (рис. 2) стенки практически не закрыты наклонным экраном-2. В этом случае радиационный поток тепла от нагревателя-3 наиболее значительно прогревает боковую стенку тигля, причем структура течения расплава и распределение изотерм соответствуют преимущественно боковому нагреву тигля. Расчеты показывают, что два крупных вихря, сосредоточенные вблизи боковой стенки тигля вращаются так, что тепло переносится в основном в радиальном направлении от стенки тигля к ФК. Расплав движется под стенками выращиваемого кольца и достигает центра тигля значительно охлажденным. Такой вариант является не приемлемым, т.к. перегрев в центре расплава является недостаточным для устойчивого роста трубки. Присущая тепловому узлу тепловая асимметрия и температурные флуктуации создают условия, при которых внутренность трубки кристаллизуется.

В самом верхнем положении ростовой сборки-1 (рис. 3) её боковая стенка тигля с расплавом полностью закрыта от радиационного потока тепла нагревателя-3. Преобладает донный нагрев тигля, что заметно по перегреву центра расплава. Вытягивание трубки заданного диаметра происходит устойчиво. Однако по сравнению с предыдущим вариантом примерно на 20% увеличивается мощность нагревателя.

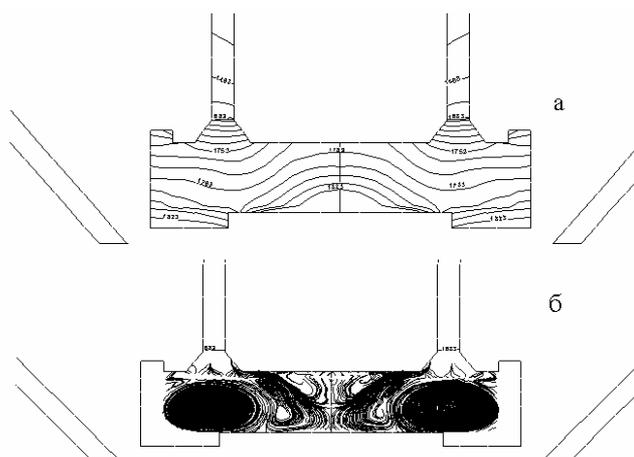


Рис. 3. Изотермы, К (а) и траектории течения расплава (б) в ростовой сборке при её самом верхнем положении.

Можно отметить характерную особенность процессов теплопереноса в стандартном тепловом узле «Редмет-10». Особенно это заметно для верхнего положения ростовой сборки, когда нужный перегрев дна тигля достигается после надлежащего нагрева вершины нижнего штока-4 (рис. 1). Процесс нагрева тигля происходит как бы в два этапа: на первом - нагреватель тепловой радиацией нагревает вершину нижнего штока-4 до значительной температуры, а на втором этапе сам шток-4 тепловой радиацией снизу нагревает дно-1.

Такой способ нагрева вряд ли можно назвать рациональным для серийного изготовления монокристаллических трубок малого диаметра. Однако мы его рассматриваем как важный начальный шаг к последующей разработке специальных установок и тепловых узлов для вытягивания трубчатых монокристаллических изделий малого диаметра из расплава (по Чохральскому и Степанову).

Данная работа поддержана проектами РФФИ: 07-02-00084, 07-02-13580-офи_ц.

Список литературы

1. Alioshin A.A. et al. // J.Crystal Growth, V. 104, 1990, P. 130-135.
2. Кожитов Л.В. и др. // Труды IV междунар. семинара «Перспективные технологии и оборудование для материаловедения, микро - и нанoeлектроники». Астрахань. АГУ. 20-23.05.2006. С.300-310.
3. Верезуб Н.А., Простомолотов А.И. // Изв. ВУЗов. Материалы электронной техники. 2000. № 3. С. 28-34.

НОВЫЙ БЕСТИГЕЛЬНЫЙ ОТФ-МЕТОД ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ: ПЕРВЫЙ ОПЫТ И ПЕРСПЕКТИВЫ

Голышев В. Д.

*ООО Научно-производственное предприятие “ОТФ-Техно”, г. Александров,
granit.graviton@trytek.ru*

Новые ОТФ методы выращивания были предложены автором в связи с тем, что традиционные методы выращивания создавались не для того, чтобы точно описать процессы вблизи межфазной границы, а также не для того, чтобы решить проблемы роста крупногабаритных монокристаллов. В связи с этим, целью работы было получить инструмент для количественного исследования процессов тепло- и массопереноса и межфазной кинетики, чтобы точно сопоставить условия кристаллизации вблизи фронта кристаллизации с качеством кристалла, а также для того чтобы выращивать крупногабаритные кристаллы с меньшими затратами решив при этом задачу облегченного перехода с меньшего диаметра кристалла на больший. Было предложено два варианта ОТФ методов выращивания: тигельный и бестигельный. К настоящему времени тигельный ОТФ метод выращивания используется для роста кристаллов германия диаметром до 6 дюймов и кристаллов CdZnTe диаметром до 3 дюймов [1], а также для исследования проблем гранного роста германия [2] и $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ [3]. В настоящей работе описываются первые результаты применения и теоретического анализа нового бестигельного ОТФ метода, а также анализируются дальнейшие перспективы применения этого метода. Схема метода приведена на рисунке (Теплоизоляция, корпус ростовой печи и нагреватели, создающие уровень и градиент температур на рисунке не показаны).

Впервые бестигельный ОТФ метод роста кристаллов был описан в работе [4]. Его существо заключается в удержании слоя расплава за счет сил поверхностного натяжения и смачивания расплавом ОТФ нагревателя, на который шихта сбрасывается с помощью питателя в количествах необходимых для роста кристалла заданного диаметра. При этом ОТФ нагреватель фиксируется относительно корпуса печи, а растущий кристалл вытягивается вниз в холодную зону печи (показано стрелкой). Рост кристаллов начинается следующим образом. На затравку диаметром, равным

диаметру ОТФ нагревателя, ставится ОТФ нагреватель. Печь нагревается до уровня температур, близких к температуре плавления, затем включается ОТФ нагреватель, затравка подплавляется, и одновременно с вытягиванием расплава включается питатель, сбрасывающий шихту. Окончание роста реализуется путем прекращения сбрасывания шихты и отрыва кристалла от ОТФ нагревателя.

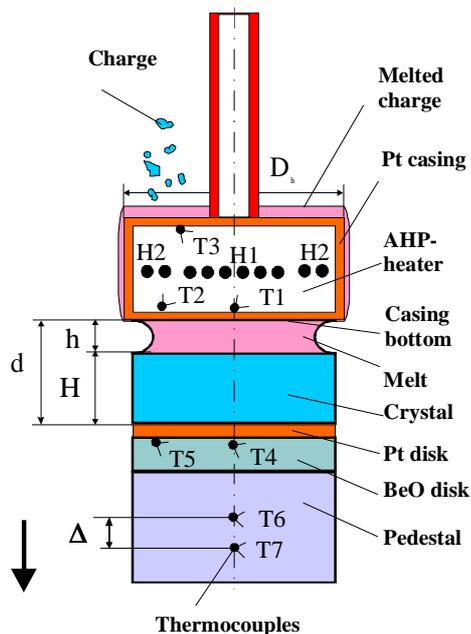


Рис. Схема бестигельного ОТФ метода выращивания кристаллов с отводом тепла от кристалла путем теплопроводности через пьедестал: T1-T7 – термопары, H1-H2 – секции ОТФ нагревателя, d – расстояние между дном ОТФ нагревателя и дном кристалла (затравки), H – высота выросшего кристалла вместе с затравкой, h – высота расплава.

вода тепла от межфазной границы, с доставкой легирующей примеси (допанта) непосредственно в зону фронта кристаллизации и локальным управлением температурой на фронте кристаллизации.

Исследования были проведены при финансовой поддержке программы ИНТАС проект № 05-1000008-8111 и Фонда содействию малых форм предприятий в научно-технической сфере, программа СТАРТ-06, проект № 6669.

Список литературы

1. M. Marchenko, V. Golyshev, S. Bykova, J. of Crystal Growth 303 (2007) 193–198.
2. S.V. Bykova, V.D. Golyshev, et al, Journal of Crystal Growth, 275 (2005) 229 – 236.
3. S. Brandon, S.V. Bykova, et al, J. Crystal Growth, 266 (2004) p. 247 - 256.
4. V.D. Golyshev, M.A. Gonik, V.B. Tsvetovsky, J. Cryst. Growth, 198/199, 1999, p.501-506.

ТВЕРДОСТЬ САПФИРА В РАЗЛИЧНЫХ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ НАПРАВЛЕНИЯХ

Синани А. Б., Дынкин Н. К.

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе, РАН, С-Петербург, Россия
alfred@mdlab.ioffe.ru

В работе исследовались монокристаллы сапфира с ориентациями (0001), (10-10), (11-20), (10-12) при внедрении пирамиды Виккерса в широком диапазоне нагрузок. Как показали измерения в области микротвердости (нагрузки до 5Н), значения твердости на различных плоскостях кристалла, практически, одинаковы, слабо зависят от нагрузки и имеют величину 20–22 ГПа. При нагрузках более 10 Н при всех ориентациях кристалла под индентором происходит вязко-хрупкий переход от чисто упруго-пластического внедрения к внедрению, которое сопровождается возникновением трещин разрушения и акустоэмиссией. Для надежного измерения в этой области нагрузок величины отпечатка, который разрушается после разгрузки, была использована методика, разработанная в [1], с помещением тонкой (7 мкм) алюминиевой фольги на поверхность образца, сохраняющей отпечаток отпечатка до разрушения. Переход к хрупкому разрушению вокруг отпечатка приводит к снижению сопротивления внедрению (твердости) до 16 – 18 ГПа. При дальнейшем росте нагрузки на индентор сопротивление внедрению продолжает падать. Наиболее быстрое падение наблюдается для плоскости базиса (0001), а медленнее всего для плоскостей (10-10) и (11-20). В первом случае при нагрузке 1000 Н твердость снижается до 11 ГПа, в двух других, до 16 и 14 ГПа соответственно.

Таким образом, в работе показано, что микротвердость сапфира в различных кристаллографических направлениях изменяется незначительно. Фактором анизотропии для этого свойства, практически, можно пренебречь.

Твердость при больших нагрузках (макротвердость) и ее зависимость от нагрузки существенно разные для различных кристаллографических плоскостей сапфира. Фактор анизотропии для макротвердости, в первую очередь, связан с различной трещиностойкостью.

1. Синани А.Б. Об измерении твердости хрупких тел. Письма в ЖТФ. 2003, т.29, вып.19.

УДК 66.065.53:53.072

КОНТРОЛЬ ЗА ФОРМОЙ МЕНИСКА РАСПЛАВА ПРИ УПРАВЛЕНИИ РОСТОМ КРИСТАЛЛОВ БЕСТИГЕЛЬНЫМ ОТФ МЕТОДОМ

Гоник М. А.¹, Гоник М. М.², Низкая Т. В.³

¹*Центр теплофизических исследований «Термо», Александров, Россия*
Thermo.Ltd@relcom.ru

²*МГТУ им. Баумана, Москва, Россия*

³*Институт прикладной математики им. М.В. Келдыша РАН, Москва, Россия*

В докладе обсуждаются подходы по модернизации ранее разработанного в ЦТИ «Термо» бестигельного (БТ) варианта метода ОТФ [1]: выращивание кристаллов из расплава в Осевом тепловом потоке вблизи фронта кристаллизации. Схема метода представлена на рис. 1.

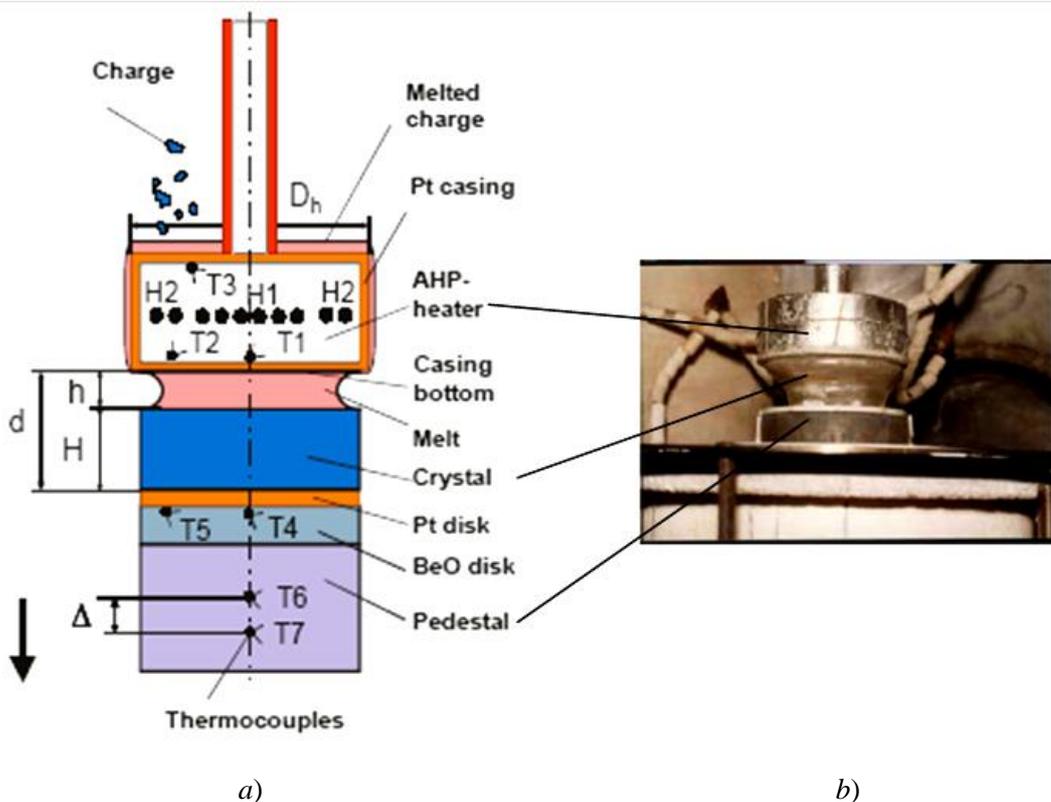


Рис. 1. Схема (a) и вариант реализации (b) бестигельного ОТФ метода роста кристаллов.

Опыт выращивания кристаллов ВGO и LBO показал, что метод вполне позволяет растить монокристаллы, управляя как толщиной слоя расплава, удерживаемого силами поверхностного натяжения между ОТФ нагревателем и растущим кристаллом, так и формой фронта кристаллизации. Однако имеется ряд проблем, которые необходимо решить. В первую очередь это выбор способа и поиск технических решений, обеспечивающих расположение ОТФ нагревателя на одной оси с кристаллом, а также строгую параллельность дна ОТФ нагревателя и поверхности расплава. При высоких температурах происходит нарушение первоначальной ориентации ОТФ нагревателя, и требуется дополнительная его юстировка в узле крепления. Кроме того, и что оказалось самым важным, подача шихты и, соответственно, самого питающего расплава происходит недостаточно равномерно, что не позволяет обеспечить постоянной подпитку растущего кристалла. В результате чего диаметр кристалла начинает меняться, либо по его сечению возникает пустоты или, наоборот, расплав переливается через кристалл, нарушая тепловую картину и сам процесс роста.

В работе [2] показано, что, в отличие от методов Степанова и EFG, радиус ОТФ нагревателя и толщина слоя расплава не определяют однозначно радиус кристалла, который зависит еще от величины расхода в пленке и скорости вытягивания кристалла, а капиллярная устойчивость процесса вытягивания может сохраняться при больших толщинах слоя расплава между кристаллом и нагревателем, существенно превышающих капиллярную постоянную. Процесс вытягивания целесообразно вести таким образом, чтобы радиус кристалла R_c слегка превышал радиус ОТФ нагревателя R_H (рис. 2). В этом случае можно одновременно обеспечить равномерную толщину пленки и большую толщину расплава d между кристаллом и нагревателем.

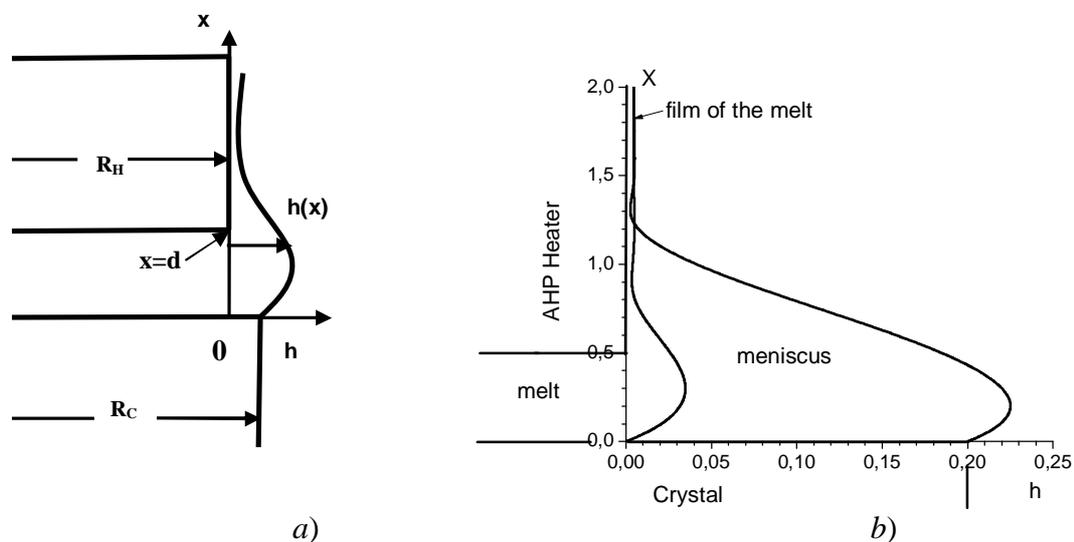


Рис. 2. Расчетная схема (а) и вариации профиля (б) свободной поверхности расплава при увеличении радиуса кристалла относительно радиуса ОТФ нагревателя: $R_H = 10$, $d = 0.5$, $V_{pull} = 1$ мм/час (по материалам работы [2]).

Для устранения рассмотренных выше недостатков предшествующего варианта реализации БТ ОТФ и с учетом анализа работы [2], указывающей на важность контроля за формой мениска для обеспечения устойчивого роста кристаллов была предложена конструкция кристаллизатора, показанная на рис. 3. Существо ее (см. рис. 3а) заключается в том, что ОТФ нагреватель закрепляется над затравочным кристаллом, расположенным на подставке с возможностью варьирования его положения и наклона. Подпитка осуществляется не в виде подаваемой с помощью дозатора шихты, а расплавлением стержня, как это делается в методе плавающей зоны. Отличие заключается, во-первых, в том, что используется ОТФ нагреватель, расположенный вблизи растущего кристалла так, что слой расплава, из которого он растет, по величине соответствует капиллярной постоянной жидкости и составляет несколько миллиметров. Это позволяет управлять формой фронта кристаллизации и градиентом температуры на нем. Во-вторых, что является новым и в технике БТ метода ОТФ, контроль процесса кристаллизации осуществляется по форме мениска расплава, расположенного между ОТФ нагревателем и кристаллом (см. рис. 3б). Как следует из работы [2], в условиях постоянного теплового поля радиус растущего кристалла определяется соотношением расхода подаваемого расплава к скорости вытягивания. Немонотонный профиль мениска при постоянном радиусе связан с высотой слоя расплава между ОТФ нагревателем и кристаллом. С помощью видео наблюдения форма мениска измеряется визуально. Программное обеспечение обрабатывает изображение, восстанавливает границы мениска и выделяет характерные информационные точки. Получаемая информация поступает в систему управления процессом выращивания кристалла по каналу обратной связи для выработки управляющих воздействий, которыми являются скорость подачи расплава V_{feed} , скорость вытягивания кристалла V_{pull} , а также напряжения на нагревателях U , обеспечивающих требуемое распределение температур в установке (рис. 3с). На сегодняшний день нами уже разработана система управления, решающая задачи многопараметрического управления распределением температур в установке с заданной точностью. Разработка алгоритма и реализация дополнительного контура регулирования формой мениска является предметом проводимых в настоящее время работ.

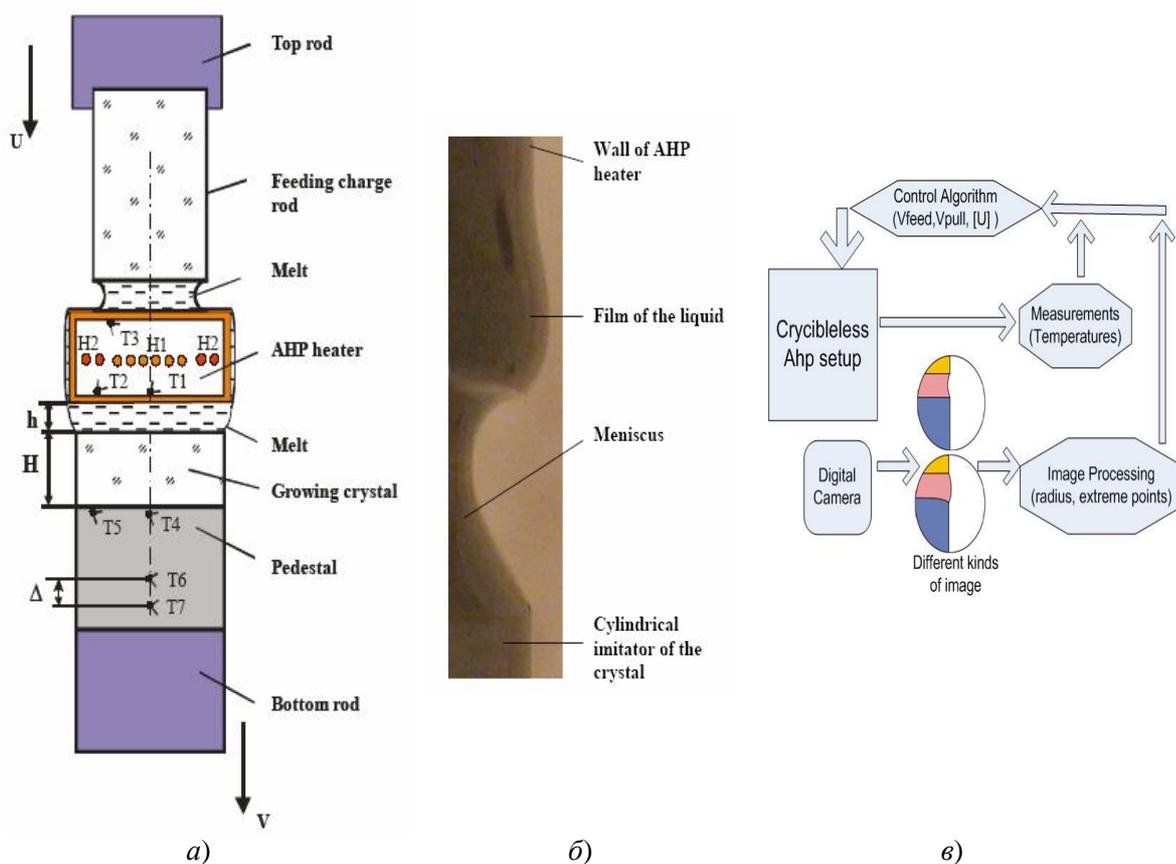


Рис. 3. Схема (а) БТ ОТФ метода, обеспечивающая контроль за формой мениска расплава (b) между ОТФ нагревателем и растущим кристаллом с помощью обработки его изображения (с) и использования в качестве обратной связи в контуре управления.

Обсуждаются особенности конструкции действующего макета установки, реализация системы управления процессом выращивания, а также результаты отладки методики кристаллизации на модельных веществах (парафин, сплав Вуда) и роста монокристаллов висмута и NaNO_3 .

Авторы выражают благодарность В.С. Юфереву за помощь в постановке экспериментальной работы, представленные неопубликованные материалы, а также обсуждение промежуточных результатов. Работа выполнялась при частичной поддержке грантов РФФИ 02-02-17128, CRDF RE1-2233 и INTAS 05-100008-8111.

Список литературы

1. V.D. Golyshev, M.A. Gonik, V.B. Tsvetovsky, Problems of $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ and $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ single crystal growth by crucibleless variant of AHP method J. Crystal Growth, 198/199, 1999, p.501-506.
2. В.С. Юферев, Капиллярное формообразование кристаллов, вытягиваемых вниз из расплава бестигельным ОТФ методом, Crystallography Report, 2008 (в печати).
3. М.А. Gonik, М.А. Gonik, Application of visualization technique for study and control of heat and mass transfer in crystal growth, Conference on Single crystals and their application in the XXI century 2004 Alexandrov, Russia, June 8-11, 2004, Abstracts, pp. 139-140.

ВЫРАЩИВАНИЕ ПРОФИЛИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ**Абросимов Н. В.**

Институт роста кристаллов, Берлин, Германия
Институт физики твердого тела РАН, Черногловка, Россия
abrosimov@IKZ-Berlin.de

Одним из важных этапов в развитии метода Степанова явилось его применение для выращивания профилированных кристаллов кремния. Первые попытки роста лент кремния были предприняты в середине 1960-х годов [1]. Использовалось выращивание с пьедестала, когда индуктивно плавится верхний торец исходного стержня кремния. Несмачиваемые расплавом формообразователи, изготовленные из SiO₂, BN и других материалов, позволяли получать ленты шириной до 12 мм.

Прорыв в выращивании кремниевых лент наступил в начале 1970-х, когда перешли на использование смачиваемых расплавом формообразователей, изготавливаемых из графита. Хотя такой подход и является вариантом метода Степанова, он получил название edge-defined, film-fed growth (EFG), и все дальнейшие значимые успехи в области выращивания профилированного кремния связаны с использованием этого метода как при выращивании лент [2, 3], так и при выращивании замкнутых профилей в форме труб или многогранников [4, 5]. Переход от выращивания кристаллов в виде лент толщиной около 400 мкм, максимальная ширина которых составила 100 мм, к выращиванию многогранников с толщиной стенки около 300 мкм, которые можно рассматривать как несколько соединенных вместе лент, была обусловлена нестабильностью их торцов. Постоянные попытки увеличения производительности процесса роста достигли своего апогея при выращивании восьмигранников с шириной стороны 125 мм и шестигранников с шириной стороны 156 мм [5]. (Ширина лент обусловлена стандартами размеров солнечных элементов, производимых в настоящее время).

В докладе будет представлен обзор развития метода Степанова (EFG) при выращивании профилированных кристаллов кремния и его современное состояние. Метод EFG в настоящее время является единственным промышленным методом выращивания кремниевых профилей, используемым при получении подложек для производства солнечных элементов. Будут проанализированы и другие методы профилированного роста, такие как выращивание междендритных лент (dendritic Web), лента с краевой поддержкой (String ribbon), кремний-на-подложке (RGS), находящиеся либо в стадии пилотного производства, либо в стадии завершения исследований.

Список литературы

1. Boatman J., Goundry P., *Electrochem.Technol.* **5** (1967) 98.
2. J.P. Kalejs, В.Н. Mackintosh, Т. Surek, *J. Crystal Growth* **50** (1980) 175.
3. В.А. Татарченко, С.К. Брантов, Н.В. Абросимов, *Физ.и хим. обработки материалов*, №1 (1978) 79.
4. Н.В. Абросимов, С.А. Ерофеева, В.А. Татарченко, *Изв. АН СССР. Сер. физич.*, **49**, №12 (1985) 2361.
5. В. Mackintosh, А. Seidl, М. Quelette, В. Bathey, D. Yates, J. Kalejs, *J. Crystal Growth* **287** (2006) 428.

АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА ЛИТИЯ ИЗ РАСПЛАВА МЕТОДОМ НИЗКОГО УРОВНЯ РАСПЛАВА

Русанов А. А., Смирнов П. В., Клемешев С. А.

*Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН,
Санкт-Петербург, Россия
artem.rusanov@gmail.com*

Создание оптических сред с заданными свойствами и большими размерами было и будет всегда актуальной научной задачей. Ее решение связано не только с модификацией уже имеющихся базовых методов выращивания оптических кристаллов, таких как метод Чохральского, зонной плавки, метод Багдасарова, метод Степанова, метод Бриджмена-Стокбаргера, но и с созданием новых методов.

Например, задача создания крупногабаритных оптических лейкосапфировых пластин связана с созданием метода Багдасарова, решение задачи получения длинных лазерных рубиновых стержней связана с модификацией и автоматизацией метода Вернейля, получение крупногабаритных объемных кристаллов лейкосапфира с созданием в ГОИ метода Мусатова (модификация метода Киропулоса), получение профилированных изделий из монокристаллов лейкосапфира - с созданием метода Степанова.

В настоящее время основной метод получения основного нелинейно-оптического кристалла ниобата лития, метод Чохральского, близок к исчерпанию своих возможностей для получения кристаллов все больших диаметров. Недавно предложенный метод низкого уровня расплава (НУР) [1, 2] обещает большие перспективы для получения различных оптических кристаллов, их удешевления и создания новых оптических сред.

Основным отличием метода НУР от метода Чохральского является низкий уровень расплава в тигле, в результате чего в расплаве отсутствует свободная конвекция. Таким образом, механизмы формирования тепловых условий на фронте кристаллизации для метода НУР и метода Чохральского отличаются. Кроме того, в методе НУР фронт кристаллизации расположен в непосредственной близости от донных нагревателей, что позволяет, меняя тепловое распределение на нагревателях, влиять на форму фронта кристаллизации. Для получения кристаллов большого объема методом НУР необходима подпитка расплава.

Нами построена автоматизированная установка для выращивания монокристаллов ниобата лития методом низкого уровня расплава. Установка состоит из следующих узлов: механизм вытягивания, механизм вращения, рабочая камера, ростовой узел, измеритель уровня расплава, дозатор шихты ниобата лития, источники питания нагревателей, измерители мощности, термопарный модуль, управляющий компьютер, компьютер оператора.

Механизм вытягивания имеет два режима работы, “вытягивание быстро” и “вытягивание медленно”. Вытягивание медленно позволяет получить скорости от 0 до 18 мм/час, приводом является шаговый двигатель. Механизм вращения позволяет вращать кристалл со скоростями в диапазоне от 0.01 до 10 оборотов в минуту, приводом так же служит шаговый двигатель.

В качестве нагревателя используется 4-х секционная печь-сопротивление с отдельным управлением каждой секцией. Для контроля за распределением температуры в ростовом узле установлено шесть термопар. Раздельное управление разны-

ми секциями нагревателя в ростовом узле позволяет сделать более гибким подбор теплового режима. Кроме того, это позволяет менять тепловое распределение в узле в процессе роста, компенсируя изменения в тепловых условиях, вызванные растущим кристаллом. Так же раздельное управление секциями нагревателя позволяет проводить отжиг кристалла непосредственно в ростовом узле.

Для кристаллов ниобата лития необходим постростовой отжиг, позволяющий снять накапливающиеся в них в процессе выращивания механические напряжения. Кристалл помещают в печь с изотермическим распределением температуры и нагревают по специальной программе, однако значительный процент кристаллов механически разрушается до отжига, на стадии охлаждения в ростовой печи. Раздельное управление нагревателями позволяет создать необходимое для отжига тепловое распределение прямо в ростовом узле, и провести отжиг без предварительного охлаждения. Таким образом, это позволяет уменьшить процент бракованных кристаллов и за счет экономии времени увеличить экономичность процесса выращивания.

Поскольку в методе низкого уровня расплава используется подпитка, в процессе роста может произойти опустошение или переполнение тигля, для исключения возможности этого контролируется уровень расплава. Кроме того, уровень расплава - один из ключевых параметров, влияющих на тепловое распределение на фронте кристаллизации, таким образом, стабилизация уровня расплава позволяет улучшить однородность кристалла. Для измерения уровня расплава нами разработан датчик, представляющий собой подвижный щуп. Щуп движется к поверхности расплава до касания, что определяется по падению электрического сопротивления между расплавом и щупом, уровень, на котором произошло касание, фиксируется как уровень расплава, после этого щуп движется вверх до обрыва мениска и процесс измерения повторяется. Такая конструкция измерителя позволила определять уровень с точностью до 10 микрон.

Измеритель уровня является необходимым элементом установки для роста кристаллов методом НУР. Кроме того, в случае если известна масса подпитки, с помощью закона сохранения массы из показаний датчика уровня можно получить массу кристалла с мениском, т.е. датчик уровня может заменить собой, часто используемый для управления процессом роста кристаллов методом Чохральского, датчик веса кристалла. Однако точность измерений датчика уровня оказалась недостаточной для управления формой кристалла. Мы провели исследование показаний датчика уровня расплава с целью увеличения его точности, и обнаружили в сигнале помимо составляющей, связанной с уровнем расплава ещё три компоненты [3]. 1) Шум на уровне 5-10 микрон, связанный по нашему мнению, с несовершенством механики и колебанием поверхности расплава. 2) Уменьшение показаний измерителя уровня со скоростью 0.15 мм/час, связанное с растворением платинового щупа. 3) Компоненту связанную с тепловым расширением деталей ростового узла и расплава, чувствительность показаний датчика уровня к изменению температуры на нагревателях составила 7 микрон/градус. Компоненту 2 можно убрать, доработав конструкцию измерителя уровня, для компоненты 3 удалось придумать математическую модель, позволяющую предсказать изменения показаний датчика уровня расплава по известному изменению температуры на нагревателях, эту модель можно использовать для компенсации температурной зависимости показаний датчика уровня. Кроме того показания датчика уровня могут быть математически обработаны, с целью фильтрации шумов. Мы считаем, что увеличение точности измерений уровня расплава, полученное с помощью вышеназванных мер будет достаточным для того, чтобы датчик уровня мог быть использован для управления формой кристалла. Данную тему планируется развивать в дальнейших работах.

Система управления установкой построена по модульному принципу и может быть разделена на три уровня. На первом уровне находятся исполнительные устрой-

ства и датчики: термопарный модуль, регуляторы и измерители мощности, измеритель уровня, дозатор, механизмы вытягивания и вращения. Все платы снабжены микропроцессорами и могут самостоятельно выполнять свои функции, выдавая на верхний уровень готовый результат. Это позволяет упростить программу управления верхнего уровня, а так же разгружает каналы связи, что необходимо для работы установки в режиме реального времени. Платы первого уровня связаны со вторым уровнем по сети стандарта RS-485

На втором уровне находится управляющий компьютер, на котором выполняются все алгоритмы необходимые для управления установкой: алгоритм роста, нагрева, охлаждения, ПИД-регуляторы температуры нагревателей. Компьютер работает под управлением операционной системы реального времени QNX, что позволило реализовать цифровые ПИД-регуляторы температуры, работающие в режиме реального времени. Кроме того, QNX является исключительно надёжной операционной системой. Компьютер второго уровня связан с третьим уровнем через сеть стандарта ethernet.

На третьем уровне находится компьютер оператора, в качестве операционной системы используется ОС семейства Window XP. Компьютер служит для управления и наблюдения за ходом процесса, а так же для сохранения информации о ходе процесса на жёсткий диск. Развитый интерфейс позволяет отображать данные о ходе процесса в графическом виде и упрощает работу оператора.

Система управления мощностью одноконтурная, регулирует температуру на нагревателях, позволяет устанавливать температуру с точностью 0.1 градуса. Цифровой ПИД-регулятор два раза в секунду измеряет температуру на термопарах, расположенных в непосредственной близости от нагревателей, и воздействует на соответствующий регулятор мощности, при чем возможно как пропорциональное управление мощностями секций нагревателя, так и стабилизация температуры на каждой секции отдельным ПИД-регулятором. Измерители мощности не участвуют в регулировании и служат информационным целям.

Таким образом, автоматизирован новый метод роста кристаллов. Система автоматизации построена по модульному принципу, состоит из трёх уровней. Разработаны электронные платы для управления и измерения мощности, платы управления шаговыми двигателями, и плата управления измерителем уровня. Разработаны необходимые для управления установкой программы.

Список литературы

1. Смирнов П.В. Заявка на патент “Способ выращивания кристаллов и устройство для его осуществления” РФ № 2006121411, решение о выдаче патента на изобретение от 11.09.2007.
2. Смирнов П.В. “Отсутствие свободной конвекции расплава в методе Чохральского в земных условиях”. Тезисы докладов на XII национальной конференции по росту кристаллов, Москва 23-27 октября 2006, с. 482
3. Русанов А.А. “Структура сигнала от датчика уровня расплава (СДУР) для выращивания кристаллов методом низкого уровня расплава (НУР)”. Тезисы докладов на девятой всероссийской молодёжной конференции по физике полупроводников и наноструктур, полупроводниковой опто- и наноэлектронике, Санкт-Петербург 3-7 декабря 2007, с. 18

РОСТ И СВОЙСТВА МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ОКСИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ДЛЯ НЕЛИНЕЙНОЙ ОПТИКИ

Ивлева Л. И.

Институт общей физики им.А.М.Прохорова РАН, Москва,
ivleva@ran.gpi.ru

Масштабное применение лазеров и лазерных систем в различных областях фундаментальных и прикладных научных исследований и их многоцелевое использованием в медицине и технике определяет потребность в материалах, позволяющих расширить спектральный диапазон лазерного излучения и создать приборы для детектирования, преобразования частот оптических сигналов и изображений. Важными задачами прикладной нелинейной оптики являются: 1. выбор оптимального нелинейного материала для конкретного применения; 2. разработка технологий оптически совершенных монокристаллов. Большое число новых сред с радикально различающимися характеристиками может быть создано на основе многокомпонентных оксидных кристаллов, свойства которых могут контролироваться как за счет изменения соотношения основных компонентов, так и путем введения легирующих добавок. Разработка технологий оптически совершенных кристаллов с высокими нелинейно-оптическими и электрооптическими параметрами позволяет получать материалы с уникальными характеристиками для нелинейной фоторефрактивной оптики, управления лазерным излучением, преобразования лазерного излучения при использовании эффекта вынужденного комбинационного рассеяния света (ВКР).

Сегнетоэлектрические кристаллы $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ (SBN-x) обладают чрезвычайно высокими значениями диэлектрической проницаемости, пиро-, пьезо- и электрооптических коэффициентов, благодаря чему находят применение как в обычных, так и в пленочных и волноводных структурах. Разработка технологии получения монокристаллов твердых растворов SBN базировалась на использовании двух методов выращивания: традиционном методе Чохральского и модифицированном способе Степанова. В ряду твердых растворов $Sr_xBa_{1-x}Nb_2O_6$ ($0.25 \leq x \leq 0.75$) были выращены монокристаллы SBN:33, SBN:50, SBN:61, SBN:75. Монокристаллы SBN, номинально чистые и легированные ионами La, Ce, Tm, Yb, Cr, Ni, Co, выращивались вдоль направления [001] из шихты состава SBN:61, который является конгруэнтно плавящимся, и SBN:75, обладающего наиболее высокими электрооптическими коэффициентами. При получении кристаллов модифицированным способом Степанова выращивание кристаллов производилось на затравку из тонкого слоя расплава (мениск расплава), образующегося на верхнем торце формообразователя путем подачи расплава по капиллярам за счет сил поверхностного натяжения. Кристаллы могут быть выращены как с вращением, так и без вращения, в последнем случае форма и размер выращиваемых объемно-профилированных кристаллов определяются характером торцевой поверхности формообразователя. Ряд особенностей модифицированного способа Степанова, в частности, постоянство температурных режимов кристаллизации, отсутствие конвективных потоков в зоне роста, отсутствие вращения растущего кристалла позволяет устранить ростовую полосчатость в кристалле, связанную как с неоднородным распределением основных компонентов твердого раствора, так и ионов примеси и значительно повысить оптическое качество кристаллов SBN (значения наведенного двулучепреломления по сечению кристалла, за исключением подзатравочной области, не превышают 5×10^{-6} на 1 см длины кристалла).

Введение РЗ и переходных металлов в матрицу SBN сопровождается значительным снижением температуры фазового перехода T_p и увеличением его размытия. Смещение T_p для некоторых РЗ(Ce, Tm, La, Nd) достигает 20^0 на 1 ат.% примеси в кристалле, для ряда других не превышает 10^0 на 1 ат.% (Tb, Yb) примеси. Вследствие снижения T_p значительно возрастают величины диэлектрической проницаемости, пьезо- и электрооптических коэффициентов. Фоторефрактивные параметры кристаллов приведены в табл. 1, где $U_{\lambda/2}$ полуволновое напряжение; Γ_e^{\max} – максимум $\Gamma(2\theta)$ для записи необыкновенно поляризованным излучением; L_s – длина экранирования Дебая; r_{33} – электрооптический коэффициент; ξ – коэффициент биполярной проводимости; $N_{\text{эфф}}$ – эффективная концентрация ловушек носителей заряда; σ_n/σ_p – соотношение электронной и дырочной проводимостей; α – коэффициент поглощения. Установлено, что при фиксированном количестве стронция и бария в кристалле легирование элементами начала и конца редкоземельного ряда эквивалентно по воздействию эффективному увеличению количества стронция в образце.

Таблица 1

Кристалл	Примесь в расплаве, вес. %	$K_{\text{эфф}}$	$U_{\lambda/2}$, В (633 нм)	α , см^{-1} (488 нм)	Γ_e^{\max} , см^{-1}	L_s , мкм	r_{33} , пм/В	ξ	$N_{\text{эфф}}$, 10^{17} см^{-3}	σ_n/σ_p
SBN:61	Номинально чистый	-	250	0.1	14		245	0.82	0.11	10.3
SBN:61: CeO ₂	0.002 0.01 0.1	1	250 250 240	0.3 0.9 7.5	30 40 45	0.43	255	0.56	2.5	8.3
SBN:61: La ₂ O ₃	1.0	0.6	70							
SBN:61: La ₂ O ₃ :CeO ₂	1.0 La ₂ O ₃ 0.1 CeO ₂		60	7.5	20	1.33	1000	0.29	2.6	1.80
SBN:61: Nd ₂ O ₃	0.22 0.44	0.5	180							
SBN:61: Co ₃ O ₄	0.002 0.05 0.01	0.3	240 240 240	0.8 1.2 1.8	10 12 14	1.50 1.39 1.25	255 255 255	0.50 0.50 0.53	0.22 0.25 0.31	3.0 3.0 3.2
SBN:61: Cr ₂ O ₃	0.002 0.01	0.9	240 240	2.2	20					
SBN:61: Ni ₂ O ₃	0.05 0.5	0.25	240 130	0.4 2.5	15 20		255 475	0.72 0.68	0.32 0.44	6.2 5.3

Легированные примесями Ce, Cr, Co кристаллы SBN являются одними из наиболее актуальных материалов для динамической голографии, в частности для обращения волнового фронта и среды для оптической памяти [1,2]. Большие значения нелинейно-оптических коэффициентов и сравнительно низкие коэрцитивные поля порядка 1 кВ/см, характерные для SBN, стимулировали поиск путей создания на базе этих материалов регулярных доменных структур для преобразования оптических частот в режиме квазисинхронизма (истинный фазовый синхронизм в SBN не реализуется из-за малости двулучепреломления) [3,4]. Привлекают внимание сегодня и проблемы эффективного управления пространственно-временными параметрами оптического излучения с помощью электрооптического эффекта. Кристаллы SBN представляют также интерес в качестве модельных объектов для фундаментальных исследований сегнетоэлектриков- релаксоров [5].

В отличие от SBN, обладающих квадратичной нелинейной восприимчивостью, большие перспективы практического использования в качестве ВКР-активных сред имеют молибдаты и вольфраматы щелочно-земельных металлов, для которых характерна кубическая нелинейность. Выращивание монокристаллов шеелитов проводили методом Чохральского и модифицированным способом Степанова из собственных расплавов как стехиометрического состава, так и с избытком одного из компонентов; как номинально чистых, так и легированных ионами редкоземельных элементов (в присутствии или без ионов-компенсаторов заряда). Исследовано влияние условий кристаллизации на реальную структуру выращенных монокристаллов. Установлено, что микроскопические центры рассеяния лазерного излучения возникают в кристаллах при нарушении стехиометрии кристаллов, имеющей место вследствие испарения легколетучего компонента WO_3 , а также при превышении допустимых пределов объемной (массовой) скорости кристаллизации. Определены концентрационные пределы ионов – соактиваторов $Nd_2O_3 + Nb_2O_5$ и объемной скорости кристаллизации для получения кристаллов шеелитов оптического качества. В экспериментах по ВКР-преобразованию лазерного излучения показано, что кристаллы $BaWO_4$ обладают высоким коэффициентом ВКР усиления (8.5 см/ГВт на $\lambda=1.06$ мкм) и являются эффективными средами для ВКР-преобразования излучения как в наносекундном, так и в пикосекундном режимах. Показано, что полученные кристаллы вольфрамата и молибдата стронция, активированные ионами Nd^{3+} , являются перспективными средами для лазеров с само-ВКР-преобразованием излучения. Поскольку генерация неодима осуществлялась на длине волны основного лазерного перехода ${}^4F_{3/2}$ - ${}^4I_{11/2}$ порядка 1 мкм, то ВКР генерация, соответствующая первой Стоксовой компоненте, возникала на длине волны порядка 1.17 мкм. Генерационные характеристики кристаллов приведены в таблице 2. Само-ВКР преобразование излучения генерации ионов неодима в этих кристаллах позволяет получить существенное укорочение длительности выходного импульса и высокую пиковую мощность[6]. Эффективность преобразования основного излучения в лазерах с само-ВКР преобразованием на основе кристаллов вольфраматов и молибдатов может достигать 70-90%, что позволяет эффективно получать короткие сдвинутые по частоте импульсы лазерного излучения, которые могут быть использованы для различных приложений.

Таблица 2.

Кристалл	Длина, мм	Концентрация Nd^{3+}	Поглощение	Порог, мДж	$\eta_{дифф}$, %	$\eta_{полн}$, %
$SrWO_4:Nd$	45	1%	99.5%	8.7	48.5	42
$SrMoO_4:Nd$	1.5	1%	38.5%	7.5	24.4	17.2
$BaWO_4:Nd$	37.7	0.1%	50.6%	6.9	12.3	9.4

Список литературы

1. Вохник О.М., Кузьминов Ю.С., Полозков Н.М. // Квантовая электроника.-1986.-13.-8.-с.1633-1637
2. Zhu Y. Y, Fu J. S., Xiao R. F et.al// Appl.Phys. Lett.- 1997.- 70.- 14.- p. 1793
3. Horowitz M., Bekker A., Fischer B. / Appl.Phys.Lett.-1994.-65.-6.- pp.679-681
4. Каминский А.А., Гарсия-Золе Х., Багаев С.Н. и др. // Квантовая электроника.- 1998.- 25.- 12.- p. 1059
5. Granzow T., Woike Th., Imlau M., et al.// Phys.Rev.Lett.-2002.-89.-p. 127601
6. Basiev T. T, Osiko V.V. //Russian Chemical Reviews.-2006.-75.-847

HEAT EXCHANGE MODELS FOR CRYSTAL GROWTH CONTROL CONSIDERING INTERFACE RADIATION

Deshko V. I., Golishev V. D.^{*}, Karvatsky A. Ya.[§], Lenkin A. V.,
Lokhmanets I. V.

National Technical University of Ukraine “Kiev Polytechnic Institute”, Kyiv Ukraine

^{} “AHP-Techno” Ltd, Alexandrov, Vladimir Region, Russia*

[§]Correspondence author. anton@rst.kiev.ua

Research development in the area of computational modeling of complex heat exchange is closely related to the semitransparent materials manufacturing and processing at high temperatures. Growth of optically transparent high-quality crystal is impossible without the detailed study of heat exchange which occurs during the directed crystallization process. Dielectric crystals have wide application in the production of various devices used in science, industry, medicine, security systems, etc. However, it is difficult to make technological advancement in the growth of such crystals using only theoretical approach because there is a complex coupling between physical and chemical processes. The problem lies in the fact that to achieve this aim, it is necessary to develop both a new class of numerical model that describes a complex heat exchange in semitransparent materials at high temperatures in combination with interface layered kinetics and to develop a new class of experimental methods and devices for research of kinetic dependence of facet. The knowledge of layered interface kinetics mechanism is very important for the development of the technology of dielectric single crystal growth from melt. It was shown [1] that layered interface kinetics plays the important role, forming a flat section (facet) at the crystal-melt interface and creating the large undercooling ΔT on the faceted interface.

Global heat exchange model in general formulation is difficult enough for simulation, especially considering different aspects of facet crystal growth kinetics, such as undercooling, kinetics anisotropy etc [2]. That is why some of these aspects are investigated using simplified models.

In situ undercooling measurement is perspective both for research of kinetic processes and for control of interface conditions at crystal growth. One of the main problems of radiation measurement of interface temperature is irradiation and absorption in semitransparent medium, which surrounds object being studied. Possible influence on measurement of temperature (and particularly on undercooling value) using optical pyrometry is caused not only by crystal properties, but also by melt properties, which also may contribute significantly to measurement error. The effect of the melt semitransparency on measurement error using radiation-conductive heat transfer (RCHT) model of crystal-melt system is shown. While the temperature of the crystal is lower than crystallization temperature, its semitransparency causes negative error to measured interface temperature (and, on the contrary, positive error to measured undercooling value). At the same time, the temperature of the melt is higher and radiation fluxes from semitransparent melt layers adjacent to the interface causes positive error on interface temperature measurement and negative error to undercooling measurement. The situation is complicated also by large temperature gradients in melt, and even in case of rather high absorption value of the melt, the influence of thin melt layers may be significant. Hence, it is very important to know exact finite value of absorption factor even for almost opaque melts. It is shown that usage of such data in numerical RCHT models allows to make correction to measured temperature and to increase the accuracy of the measurement. The version of methodology is proposed for correction of undercooling measurement, using “virtual” (received from solution of RCHT

model) value of brightness temperature at equilibrium system state. Such approach allows to use the technique of *in situ* undercooling measurement also for materials with more “mild” leap of optical properties between crystal and melt phases, e.g. bismuth silicate (BSO). It is also advisable to conduct the experimental measurement of interface reflectivity (in this work the reflectivity value was calculated using Fresnel equations).

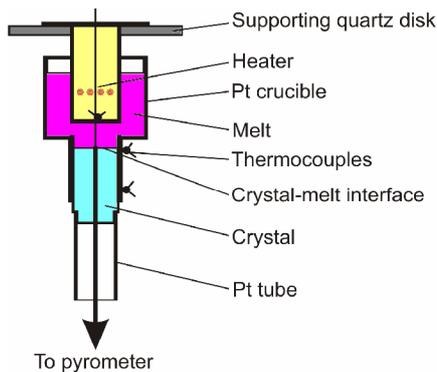


Fig. 1. The schematic of setup for *in situ* undercooling measurements

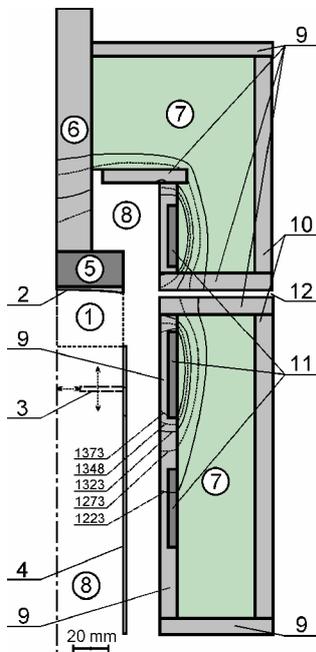


Fig. 2. General view of crucibleless AHP crystal growth setup model. 1 – crystal; 2 – melt; 3 – movable diaphragm; 4 – tubular crystal support; 5, 6 – AHP-heater and rod above it; 7 – heat insulation; 8 – diathermic cavities; 9, 10 – alumina disks and tubes; 11 – lateral heaters: upper, middle and lower; 12 – circular gap in lateral heat insulation. 1373...1223 – corresponding isotherms (K) positions.

heat exchange. The schematic of global heat exchange model for crucibleless AHP method is shown on fig. 2. It is determined that at change of diaphragm opening degree, the temperature fields and thermal fluxes at crystallization front change substantially due to change of radiation fluxes from opened lower crystal butt to the environment. The most

To measure the facet undercooling and to research the features of interfacial kinetics during the growth of dielectric crystals, the AHP growth method was employed in [3]. The schematic of the experimental setup is shown in Fig. 1.

The investigation of kinetic dependence was conducted on the basis of *in situ* undercooling measurement [4]. The considerable influence of radiation heat removal from the interface on position of the crystallization front and its movement is shown. The specific kinetic dependence for bismuth germinate (BGO) is obtained using numerical methodology of processing of experimental results based on the *in situ* undercooling measurement.

Series of calculations using 1D and 2D models with different variants of undercooling consideration at facet growth and different cooling rates are conducted. As a result, an approximate method is developed to consider influence of undercooling in global heat exchange models. The method matter is definition of crystallization front velocity on time dependence $V(t)$ without considering undercooling on the first iteration and using this dependence and velocity on undercooling dependence $V(\Delta T)$ for definition of undercooling on time dependence $\Delta T(t)$ for considered conditions.

This data is used then on the next iteration in the global heat exchange model. The effect of undercooling may be considered by two ways: the first one is that undercooling value is constant on whole interface, and depends on time; the second one is that $\Delta T(t)$ dependence is actual only for central point of the flat nonisothermal facet, and decreases its value to zero on the facet periphery.

The calculations for global heat exchange model for crucibleless AHP method are conducted to research possibilities of control of crystal growth process based on the radiation

substantial changes occur on circular areas, corresponding to areas of diaphragm opening/closing. We have shown that it is enough to change the diaphragm opening size in narrow range for sharp control of crystallization process. It is possible to control the shape of crystallization front and also to change the melt thickness in some range by change of the width of the gap in lateral heat insulation. Despite all calculations on the global heat exchange model were conducted with quasi-steady-state approach, it is reasonable to expect that due to momentary influence of radiation heat transfer upon thermal conditions on the interface, the control methods described may serve effectively for labeling of interface position at investigation of crystal growth processes.

These researches were supported partially by the INTAS Project 05-1000008-8111.

References

1. Liu Y., Virozub A., Brandon S. Faceting during directional growth of oxides from the melt: coupling between thermal fields, kinetics and melt/crystal interface shapes // *Journal of Crystal Growth*, 1999, No. 1, pp 333-345.
2. Yeckel A., Derby J.J. Computer Modelling of Bulk Crystal Growth // *Bulk Crystal Growth of Electronic, Optical and Optoelectronic Materials*, WILEY, 2005.
3. Golyshev V.D., Gonik M.A., Tsvetovsky V.B. In situ measurement of undercooling of interface in $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ single crystal growth from the melt // *Instruments and Experimental Techniques*, 1998, Vol. 41, p 735 (Translated from *Pribory i Tekhnika Eksperimenta*, 1998, No. 5, p 153).
4. Bykova, S. V., Golyshev, V. D., Gonik, M. A., Tsvetovsky, V. B., Deshko, V. I., Karvatskii, A. Ya., Lenkin, A.V., Brandon, S., Weinstein, O., Virozub, A., Derby, J.J., Yeckel, A., Sonda, P. Experimental and numerical analysis of coupled interfacial kinetics and heat transport during the Axial Heat flux close to the Phase interface (AHP) growth of BGO single crystals // *Journal of Crystal Growth*, 2004, Vol. 266, Issues 1-3, pp 246-256.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ НОВОГО МЕТОДА ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАССЛАИВАЮЩИХСЯ СИСТЕМ

Гурин В. Н.

*Физико-Технический Институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург,
vladimir.gurin@mail.ioffe.ru*

Диаграммы состояния с расслоением компонентов [1], в частности, металлов можно использовать для технологии, например, тугоплавких соединений, если подобрать для обоих слоёв растворяющиеся в них вещества с такими плотностями, которые обеспечивали бы встречную диффузию и конвекцию к границе расслоения и взаимодействие между веществами с образованием необходимых соединений. Такие диаграммы состояния всегда содержат область расслоения, ограниченную бинадалью и коннодой, параллельной оси составов (рис.1). В точках пересечения конноды с бинадалью всегда находится либо одна точка перегиба (**ip**-inflection point) и монотектика (*m*) либо две точки перегиба. При этом монотектика может сочетаться с эвтектикой (*e*), располагающейся при более низкой температуре [2]. Температурные и концентрационные пределы расслоения (ΔT , ΔC) на двойных диаграммах состояния определяются бинадалью, ветви которой по обе стороны от критической точки (T_c) определяют состав слоёв при определенной температуре. Предполагается, что взаимодействие исходных компонентов с образованием синтезируемого соединения

происходит на границе расслоения при столкновении ассоциатов, состоящих из компонентов, а также элементов – растворителей в соотношении, отвечающем точкам на ветвях бинодали при температуре синтеза. Кристаллизация полученного соединения при понижении температуры происходит из его раствора в верхнем слое. Постепенно изменяются в слоях и соотношения элементов–растворителей в соответствии с изменением состава на кривой бинодали при изменении (понижении) температуры. Полученное соединение в виде ограниченных игл, пластин, изометричных кристаллов и их сростков концентрируется преимущественно в нижней части верхнего слоя и может быть выделено из него растворением в кислоте, а также исследовано в микрошлифах.

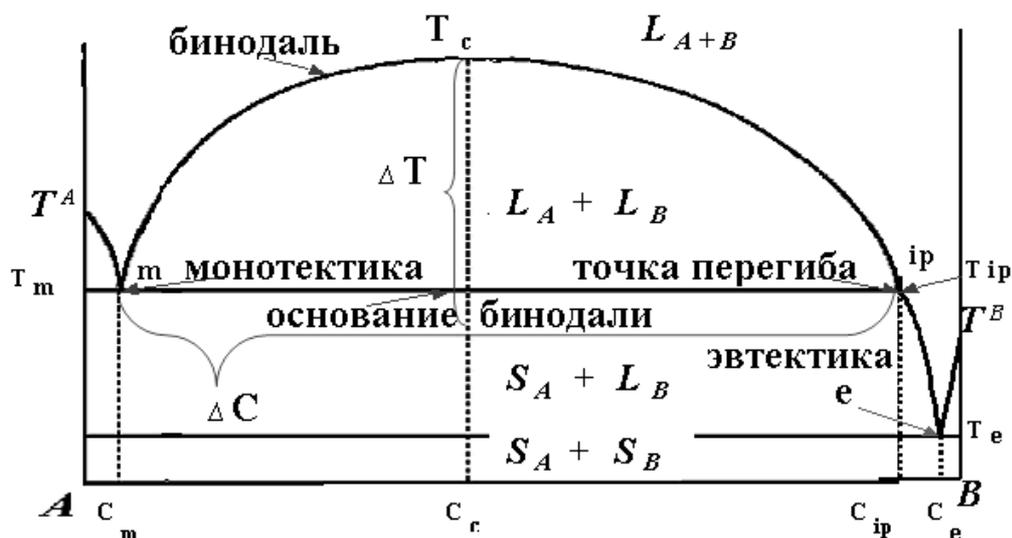


Рис. 1. Схема двойной диаграммы плавкости с расслоением элементов в жидком состоянии. Стрелками отмечены точки перегиба (ip), эвтектика (e) и монотектика (m), а также бинодаль и ее основание. Фигурными скобками указаны температурные и концентрационные пределы расслоения (ΔT , ΔC).

Этим методом были получены тугоплавкие бориды, силициды и интерметаллиды [3]. Так в системе Zn – Pb (рис.2,a) при $\sim 800^\circ\text{C}$ были получены кристаллы нового интерметаллического соединения RuZn_{13} (рис.3,a), а в системе Al – Pb (рис. 2,b) (с добавлением Mg для уменьшения плотности Al-го слоя) при 1330°C – кристаллы твёрдых растворов гексаборидов La и Nd при их различном соотношении (рис.3,b,c). Были исследованы состав и структура полученных соединений. Метод был опробован для синтеза различных соединений из различных систем. Он является в значительной степени избирательным методом, т.к. требует наличия систем с расслоением в широких температурном и концентрационном интервалах с целью достаточно продолжительного охлаждения для выращивания кристаллов. Кроме того, необходимо, чтобы в слоях этих систем двигались навстречу друг другу к границе расслоения частицы взаимодействующих веществ, которые должны иметь соответствующую плотность и растворимость. И, наконец, продукты взаимодействия должны легко выделяться из матрицы элемента-растворителя (им, согласно принятому условию синтеза, является слой верхнего растворителя). Как показали проведённые исследования, разрабатываемый метод, тем не менее, может представлять интерес для более полного выхода реакции синтеза соединений, для получения их кристаллов с отличной от обычного раствор - расплавного метода огранкой и формой, а также для получения таких кристаллов в субнаноразмерном диапазоне.

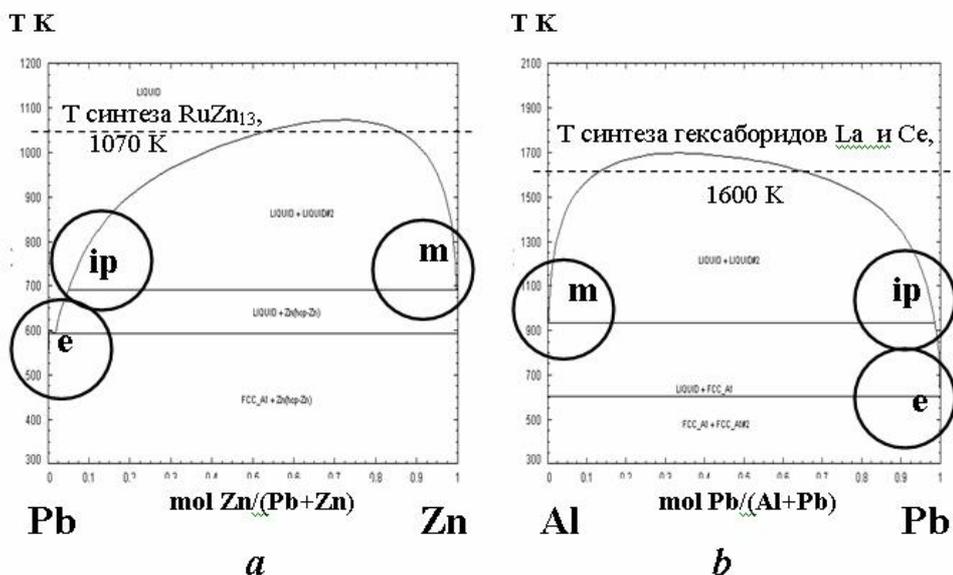


Рис. 2. Диаграммы плавкости систем Pb – Zn (a) и Al – Pb (b) с расслоением в жидком состоянии (по данным: “Data from SGTE alloy databases (revised 2004), FactSage”). Кружками отмечены точки перегиба (ip), монотектики (m) и эвтектики (e). Пунктирной линией показана температура синтеза соединений в обеих системах.

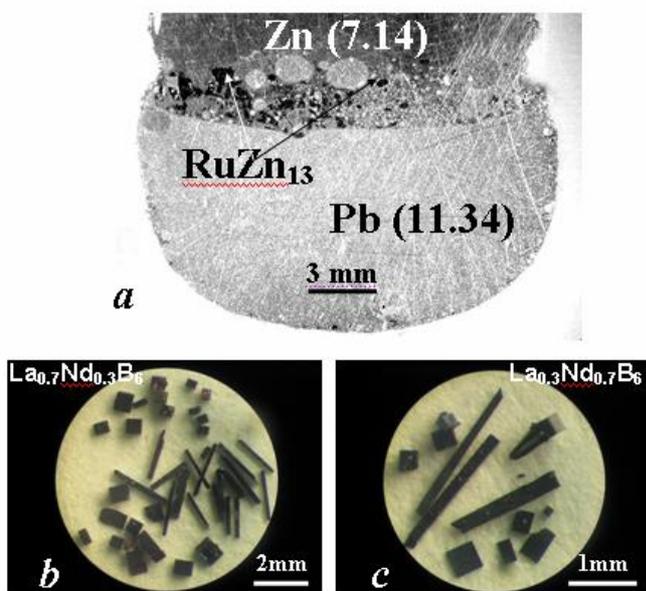


Рис.3. Общий вид микрошлифа в системе Zn – Pb (a) с кристаллами нового соединения RuZn₁₃. Видна граница раздела между застывшими слоями металлов Zn и Pb, в скобках указана их плотность(g/sm³). Приведены различные формы кристаллов твёрдых растворов гексаборидов La и Nd (b,c), полученных в системе Al – Pb.

В заключение выражаю благодарность за сотрудничество и помощь в работе проф. Ю. Гриню и др. У. Буркхардту (Институт Макса Планка Физической химии твёрдого тела, г. Дрезден, Германия).

Список литературы

1. Binary Alloy Phase Diagrams, Second Edition, Editor-in-Chief T.B. Massalski, ASM International, The Materials Information Society, 1996, Vol. 1-3.
2. Амосов В.Я., Озерова М.И., Фиалков Ю.Я. Основы физико-химического анализа, Москва, Наука, 1976, стр. 140-144 (504 стр).
3. Ulrich Burkhardt, Vladimir Gurin and Yuri Grin. Development of the Institute and Scientific Report, MPI CPfS, Dresden, Germany, 2006, p. 246-249.

ОПТИЧЕСКАЯ ОДНОРОДНОСТЬ И ФОРМЫ РОСТА ГРАНЕЙ {201} КРИСТАЛЛА КTiOPO₄ (КТР)

Якобсон В. Э., Войцеховский В. Н., Кульков А. М., Шведова М. В.

ФГУП НИТИОМ ВНЦ «ГОИ им. С.И. Вавилова», Санкт-Петербург, Россия
Jacobson@goi.ru

Крупные, весом до 350 г, кристаллы КTiOPO₄ (КТР) выращивались методом TSSG на затравки, вырезанные параллельно направлению [100], из раствора в пирофосфате калия K₄P₂O₇ с начальной концентрацией КТР 72мол%. Платиновый тигель с раствором располагался в трёхзонной шахтной печи с омическим нагревом. Кристаллы КТР, выращенные в интервале температур ~1060÷1010°С с заглублением в раствор на 10÷13мм, имеют хорошо развитые грани диэдров {201} и пинакоида (100), пирамидами роста которых сложен основной объём кристалла.

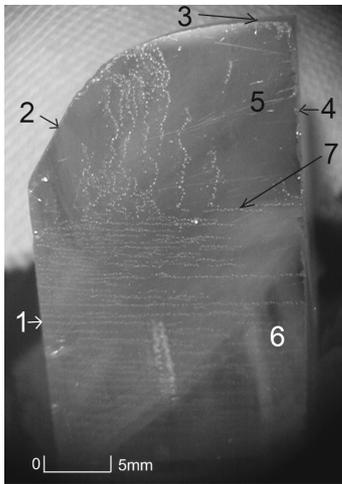
Поверхности граней диэдров (201) и (-201) преимущественно зеркально гладкие, но иногда на них можно наблюдать макрослои роста, ступени слоёв роста, вицинальные грани, линии стыка слоёв роста вицинальных граней, образующие иногда чёткие рёбра, капли отрыва и некоторые другие отклонения от плоскогранности. Особенностью роста этих граней является рёберный характер роста на фоне отсутствия дислокационных холмиков роста.

Обычно на поверхности грани (201) (на поверхности грани (-201) картина аналогичная) наблюдались две крупные вицинальные грани (рис.1), ребро между которыми вытянуто в направлении [010]. Одна вицинальная грань занимает около половины поверхности грани и граничит с ребром {100}:{201}. Она всегда образована слоями роста, идущими от этого ребра, а ступени роста этих слоёв вытянуты в направлении [010], параллельно ребру (рисунки 1,3). Вторая вицинальная грань обычно визуально гладкая, но иногда на ней бывают заметны декорированные каплями отрыва слои, ступени роста которых двигаются в направлении [010] (рис.1).

На рис. 1 представлена фотография горбушки полубули кристалла 31-33 с изображением поверхности грани (201), на рис. 2 – теневая фотография, полученная по методике [1], одной из пяти пластин, вырезанной из этой же полубули. Плоскость реза у всех пластин перпендикулярна направлению [010]. На теневой фотографии отчётливо просматривается граница (10) ($\Delta n = 5\div 9 \cdot 10^{-5}$) двух пирамид роста габитусных граней: (100) и (201). Также на фотографии видна ломаная линия (7) ($\Delta n = 2\div 3 \cdot 10^{-5}$), являющаяся границей пирамид роста двух вицинальных граней в объёме нарастания габитусной грани (201). Вид этих границ повторялся на теневых фотографиях всех пяти пластин один в один. На поверхности грани диэдра (201) (рис. 1) граница (7) пирамид роста вицинальных граней (5) и (6) видна как линия стыка слоёв роста, распространяющихся в ортогональных направлениях. Эта линия стыка отчётливо прослеживалась на поверхности грани (201) всех пластин и точно переходила в границу пирамид роста вицинальных граней, видимую на просвет.

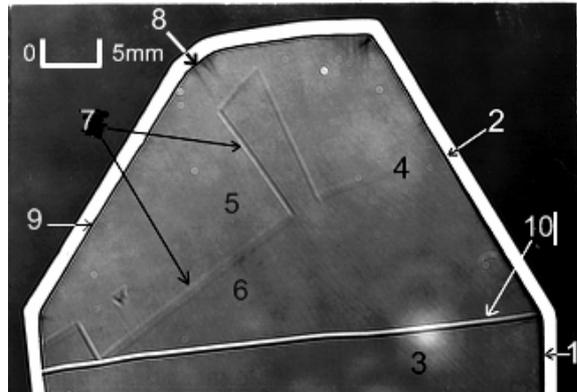
Наличие на окружающих грань (201) рёбрах нескольких центров роста (рис. 3) формирует в объёме пирамиды роста грани несколько вицинальных границ (7), что заметно ухудшает оптическую однородность материала.

На рис. 4 представлена теневая фотография пластины, вырезанной перпендикулярно направлению [010] из кристалла, скорость вытягивания которого из раствора была меньше, чем кристалла 31-33, а время роста и количество осаждённого материала – больше.



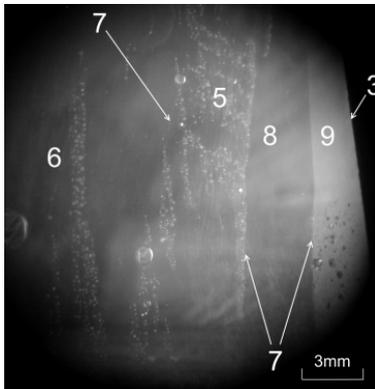
$\leftrightarrow[010]$

Рис. 1. Фотография грани диэдра (201) кристалла КТР № 31-33.



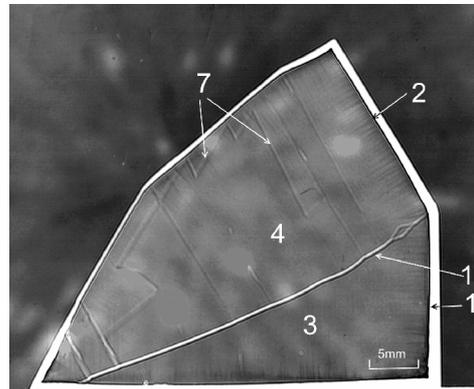
Направление роста кристалла \rightarrow
 $\uparrow[001] \leftrightarrow[100] \nearrow 45^\circ \bar{E}$

Рис. 2. Теневая фотография пластины из кристалла КТР № 31-33.



$\uparrow[010]$

Рис. 3. Фотография участка грани диэдра (201).



Направление роста кристалла \rightarrow
 $\uparrow[001] \leftrightarrow[100] \nearrow 45^\circ \bar{E}$

Рис. 4. Теневая фотография пластины из кристалла КТР.

Подписи к рисункам 1 и 3.

1. Ребро (110):(201);
2. Ребро (011):(201);
3. Ребро диэдра (201) и внешней поверхности кристалла;
4. Рез, перпендикулярный оси [010];
5. Вициальная грань, образованная слоями идущими в направлении [010];
6. Вициальная грань, образованная слоями идущими от ребра (100):(201);
7. Линия стыка слоёв роста соседних вициальных граней – граница пирамид роста вициальных граней;
- 8, 9. Вициальные грани без видимых слоёв роста.

Подписи к рисункам 2 и 4.

1. Грань пинакоида (100);
2. Грань диэдра (201);
3. Пирамида роста грани (100);
4. Пирамида роста грани (201);
5. Пирамида роста вициальной грани, образованная слоями идущими в направлении [010];
6. Пирамида роста вициальной грани, образованная слоями идущими от ребра (100):(201);
7. Линия стыка слоёв роста соседних вициальных граней;
8. Грань (-101);
9. Внешняя поверхность кристалла, отвечающая положению грани диэдра (-201);
10. Граница пирамид роста граней (100) и (201).

Из сравнения фотографий видно, что изменение вида внешней поверхности кристалла, а точнее морфологии ребра грани (201) и внешней поверхности, связано с катастрофическим ухудшением качества материала, слагающего эту пирамиду роста. На окружающих ребрах периодически появлялись и исчезали центры роста, в результате чего место стыка ростовых слоёв вициальных граней (поз. 7) перемеща-

лось в процессе роста кристалла почти от одного ребра грани (201) до противоположного ребра.

Подытожив наблюдения, можно утверждать, что вид вицинальных граней на поверхностях диэдров {201} и расположение ступеней слоёв роста указывает на то что:

1) наибольшая скорость тангенциального роста ступеней на гранях {201} наблюдается в направлении [010];

2) при отсутствии на гранях диэдров {201} дислокационных центров роста, источником слоёв роста становятся рёбра с соседними гранями и внешней поверхностью кристалла, что полностью соответствует выводам [2] об определяющей роли рёбер, как источника слоёв роста при отсутствии на грани центров роста, связанных с винтовыми дислокациями;

3) при изменении количества ребер, окружающих ростовую грань диэдра (201), или их морфологии изменяется количество центров роста и, соответственно, количество вицинальных граней на поверхности данной габитусной грани. Как следствие, изменяется количество ростовых секторов в объёме кристалла;

4) соотношение режима опускания температуры в печи и скорости вытягивания штока с кристаллом должно обеспечивать постоянство морфологии внешней поверхности, граничащей с ростовой гранью диэдра (201). В этом случае количество оптических дефектов в пирамидах нарастания граней {201} - минимально.

Список литературы

1. Долодугина В.С., Березина Е. Е. Рост кристаллов. – М. Наука, 1965. – Т.5 – с.391.
2. Войцеховский В.Н., Мокиевский В.А. Некоторые вопросы взаимосвязи роста и растворения кристаллов. ЗВМО, 1965, ч. 95, вып. 1.

ЗАВИСИМОСТЬ СТРУКТУРНОГО КАЧЕСТВА ПРОФИЛИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА ОТ УСЛОВИЙ ВЫРАЩИВАНИЯ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ ЗОННОЙ ПЛАВКИ

Глебовский В. Г., Семенов В. Н.

Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка. Россия
glebovs@issp.ac.ru

Монокристаллы W высокой чистоты широко применяются в современном материаловедении и технологии. Для некоторых приложений (например, специальные энергетические установки) представляют интерес кристаллы W в виде трубок. Электронно-лучевая зонная плавка предоставляет уникальные возможности получения монокристаллов W различной геометрии и высокого структурного качества. Основная цель данной работы состоит в исследовании путей улучшения структурного качества трубчатых кристаллов W в зависимости от таких ростовых параметров электронно-лучевой зонной плавки, как скорость кристаллизации, флуктуация интенсивности кольцевого электронного луча и кристаллографическое совершенство затравочных кристаллов. Получение трубчатых кристаллов W из цилиндрических массивных кристаллов посредством электроэрозионной обработки нетехнологично.

Установка имеет ряд существенных конструктивных достоинств: прецизионные механизмы перемещения электронной пушки, вращения и перемещения обра-

батываемого материала, стабилизированный источник питания. Для эффективного плавления и выращивания монокристаллов, разработана принципиально новая электронная пушка с кольцевым катодом, которая состоит из катода, анода и фокусирующих электродов, причем анодом является сам переплавляемый образец. При этом устраняется напыление кольцевого катода и фокусирующих элементов пушки, что позволяет вести продолжительный ростовой процесс с заданными параметрами. Зонная очистка исходного материала и выращивание монокристаллов производится в вакууме 10^{-5} – 10^{-7} торр, используя источника питания мощностью 25 кВт, напряжение до 20 кВ и ток накала катода до 40 А. В ходе электронно-лучевой зонной вакуумной плавки происходит глубокая очистка жидкого W, благодаря чему удается получать W с очень низким содержанием примесей, зачастую за пределами обнаружения современными аналитическими методами. Субструктуру изучали методами оптической и электронной микроскопии, а также угловой сканирующей рентгеновской топографии, благодаря чему получали комплексную информацию о положении, размерах и разориентации субзерен.

Стационарная фаза выращивания трубчатых кристаллов из расплава показана на рис.1.

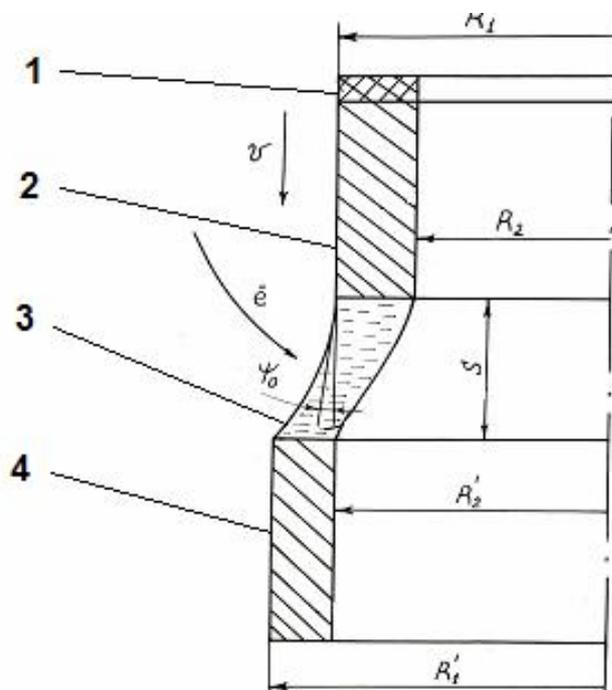


Рис. 1. Схема выращивания трубчатых кристаллов методом электронной зонной плавки с верхним расположением затравочного кристалла; 1 – кольцевой затравочный кристалл, 2 – выращенный трубчатый кристалл, 3 – расплав, 4 – исходная трубчатая заготовка.

вании решения капиллярного уравнения Лапласа установлена связь между высотой мениска и наружным и внутренним радиусами заготовки и растущего кристалла. Особенно важным является то, что процесс роста в данном случае является устойчивым: диаметром растущего трубчатого кристалла можно управлять, изменяя высоту мениска и параметры электронного луча.

Поскольку трубчатые заготовки, полученные газофазным методом, имели высокое содержание газовых примесей, производили вакуумный отжиг при предплавильных температурах непосредственно в установке. Без такой предварительной

Исходным материалом для выращивания трубчатых кристаллов W служили газофазные трубчатые заготовки с наружным диаметром 10-22 мм и толщиной стенки 1,5 мм. Затравки для выращивания трубчатых кристаллов вырезали из цилиндрических монокристаллов W электроискровой прошивкой с удалением поврежденного слоя. Для выращивания создан специальный держатель трубчатой заготовки, обеспечивающий соосность трубчатой заготовки, кристалла и электронной пушки. Исследованы особенности выращивания трубчатых кристаллов из расплава модифицированным методом электронной зонной плавки в условиях капиллярного формообразования. Поскольку толщина стенки трубок составляет ~1 мм, то в первом приближении пренебрегли гравитационными силами, действующими на мениск. На осно-

очистки выращивание трубчатых кристаллов невозможно вообще, так как выделяющиеся газы разрывают жидкий мениск. Для проведения стабильной плавки трубчатых заготовок с заданной толщиной стенок (от 0,5 до 1,5 мм) высота зоны должна быть от 2 до 4 мм, соответственно. Эти значения отвечают условиям фокусировки электронного пучка без локальных неоднородностей плотности электронного тока в пучке. Реализация этого условия связана с большими трудностями, поскольку необходимо подводить в зону плавления избыточную мощность с учетом большой излучающей поверхности трубчатого кристалла, что, в свою очередь, сказывается на степени перегрева расплава и поверхностном натяжении расплава W . При этом необходимо учитывать зависимость высоты устойчивой зоны от степени перегрева жидкого металла, поскольку увеличивается жидкотекучесть металла наряду с усилением эффекта электронной резки. Используя перечисленные условия, выращены поли- и монокристаллические трубки W (рис.2).

Исследование реальной структуры трубчатых кристаллов W с осью роста $\langle 111 \rangle$ и $\langle 001 \rangle$ проведено металлографическими и рентгенографическими методами. В поперечном сечении трубчатого кристалла хорошо видны малоугловые границы, большинство из которых начинается и заканчивается на внутренней и внешней поверхностях (рис.3). Субзерна, первоначально содержащиеся в кольцевом затравочном кристалле, прорастают в трубчатый кристалл, причем их разориентация несколько возрастает по длине кристалла.



Рис. 2. Поликристаллическая и монокристаллическая трубки W .



Рис. 3. Малоугловые границы в поперечном сечении трубчатого кристалла с осью

Топограмма углового сканирования поперечного сечения трубчатого кристалла W с осью роста $\langle 111 \rangle$ приведена на рис.4. В поперечном сечении трубки видны несколько крупных субзерен первого порядка, разделенных малоугловыми границами с разориентацией не более $1-2^\circ$.

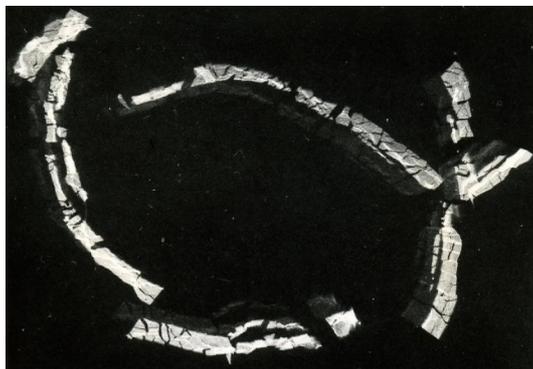


Рис. 4. Топограмма углового рентгеновского сканирования поперечного сечения трубчатого кристалла с осью роста $\langle 111 \rangle$ (отражение 110).

Таким образом, трубчатые кристаллы W, выращенные из расплава с помощью электронной зонной плавки, по своему кристаллическому совершенству не уступают цилиндрическим монокристаллам W, полученных кристаллизацией из расплава. Наблюдается сильная зависимость от условий выращивания - стабильная плавка заготовок с толщиной стенок 0,5–1,5 мм возможна при высоте зоны 2-4 мм. При этом фокусировка электронного пучка не должна содержать локальных неоднородностей плотности электронного тока в пучке. Естественно, реализация этих условий не проста: в зону плавления необходимо подводить избыточную мощность с учетом большой излучающей поверхности трубчатого кристалла, а это связано с перегревом расплава и падением поверхностного натяжения расплава W. Выращенные трубчатые кристаллы W имеют ровную поверхность, а отклонения от среднего диаметра не превышают 100 мкм.

Авторы благодарны РФФИ за финансовую поддержку Проекта 08-02-00006.

СТРУКТУРА, УПРУГОСТЬ, МИКРО- И МАКРОПЛАСТИЧНОСТЬ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ РАЗНЫХ СКОРОСТЯХ ЗАТВЕРДЕВАНИЯ

**Никаноров С. П., Кардашев Б. К., Осипов В. Н., Корчунов Б. Н.,
Голяндин С. Н.**

*Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия.
s.nikanorov@mail.ioffe.ru*

Сплавы Al–Si широко используются в различных отраслях техники. Как правило, различные добавки используются для модификации таких сплавов. Влияние содержания кремния на свойства сплавов без модификаторов изучено скудно, особенно для заэвтектических сплавов. В [1] было изучено влияние содержания кремния на упругие и микроупругие свойства, на пластичность сплавов с широким диапазоном содержания кремния, полученных охлаждением левитированных расплавов со скоростью охлаждения около 3×10^4 $\mu\text{m/s}$. В настоящей работе исследовано влияние содержания кремния на структуру и механические свойства эвтектических и заэвтектических составов сплавов, полученных при более низких скоростях, около 1×10^3 $\mu\text{m/s}$ и 1×10^2 $\mu\text{m/s}$. Образцы были получены вытягиванием из расплава через специальный формообразователь способом Степанова.

Микрофотографии поверхности образцов показали, что при скорости 10^2 $\mu\text{m/s}$ эвтектическая структура сплава соответствует 11.7 вес.% Si. При скорости затвердевания около 1×10^3 $\mu\text{m/s}$ эвтектическая структура наблюдается при 15 вес.% Si. При меньшем содержании кремния сплав состоит из мелкозернистой эвтектики (α твердого раствора кремния в алюминии) и первичных кристаллов – дендритов алюминия (см. рис.1). В случае скорости около 3×10^4 $\mu\text{m/s}$ эвтектический состав наблюдается при 20 вес.% Si. При меньшем содержании кремния помимо эвтектики наблюдаются дендриты алюминия, при большем – первичные кристаллы кремния.

Было показано, что модуль Юнга во всех случаях линейно возрастает с увеличением содержания кремния. Эффективный модуль Юнга E , измеряемый на частоте около 100 кГц, уменьшается при увеличении амплитуды колебательных деформаций ε в диапазоне от 10^{-7} до 10^{-4} . Наблюдается амплитудная зависимость внутреннего трения. По данным о дислокационном ΔE эффекте можно построить диаграмму деформирования для микропластической деформации в координатах напряжение $\sigma =$

εE и дислокационная деформация $\varepsilon_d = \varepsilon \Delta E/E$. Из этих измерений была установлена концентрационная зависимость условного предела текучести при микропластической деформации.

Были изучены диаграммы деформирования «напряжение – деформация» при трехточечном изгибе образцов и при растяжении при скорости деформирования около 10^4 s^{-1} .

Показано, что структура сплавов соответствует диаграмме структур в координатах «скорость затвердевания-содержания кремния», установленной в [2]. Данные настоящей работы расширяют диаграмму на область более высокого содержания кремния, с 16 до 35 вес.%Si. Эвтектические составы сплавов возникают, согласно [2], при независимом парном росте обоих компонент сплава.

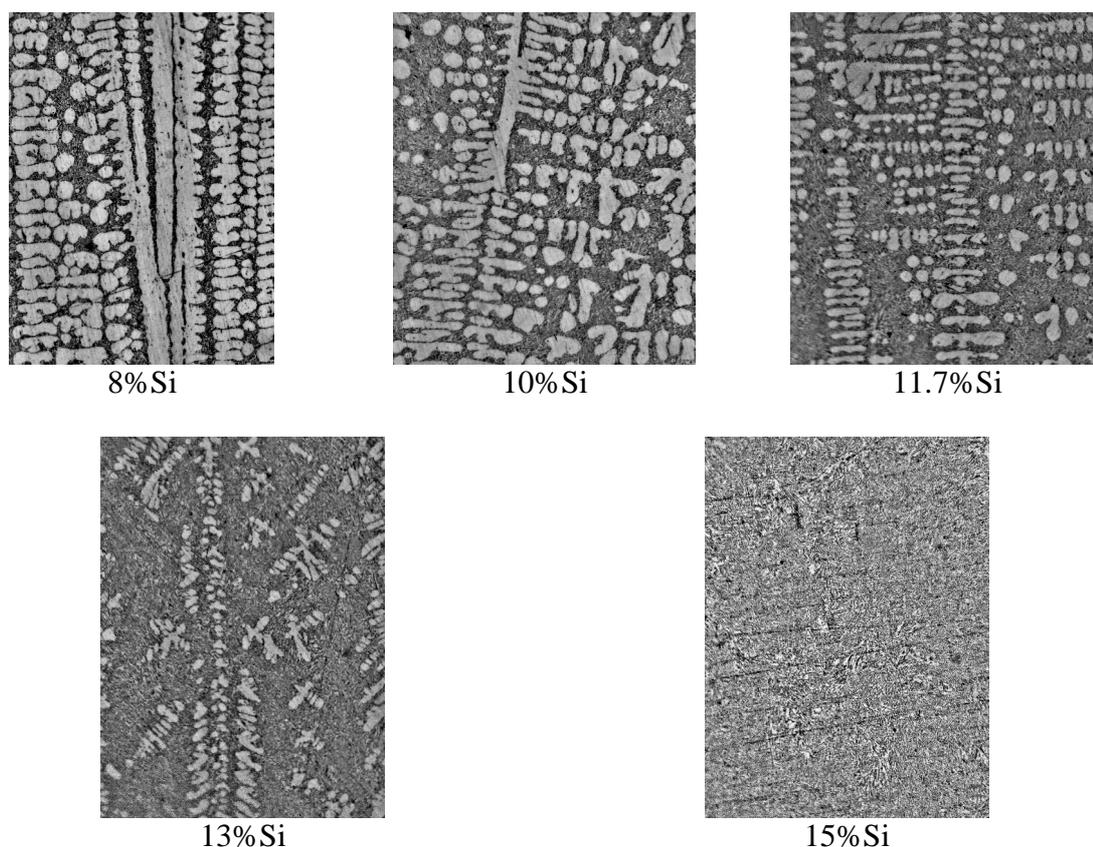


Рис. 1. Микроструктура сплава Al–Si, выращенного способом Степанова при скорости затвердевания около $1 \cdot 10^3 \text{ } \mu\text{m/s}$. Продольное сечение стержня вдоль направления вытягивания из расплава. Увеличение $\times 25$.

На основании этих исследований установлено:

1. Эвтектический состав сплава Al-Si смещается в сторону увеличения содержания кремния при возрастании скорости затвердевания сплава,
2. концентрационные зависимости пределов текучести как для микро-, так и для макродеформирования сплавов описываются кривой с максимумом при эвтектическом составе сплава, возникающем при независимом парном росте компонент сплава.

Список литературы

1. S.P.Nikanorov, Yu.A. Burenkov, M.P. Volkov, V.N. Gurin, L.I. Derkachenko, B.K. Kardashev, L.I. Regel, W.R. Wilcox, Mater. Sci. Eng. A 442 (2006) 449-453.
2. B.C. Jenkinson, L.M. Hogan, J. Cryst. Growth 28 (1975) 171-187.

О ЛАТЕРАЛЬНЫХ ДЕФОРМАЦИЯХ И СРЕДНИХ КВАДРАТАХ АМПЛИТУД КОЛЕБАНИЙ АТОМНО ЧИСТЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Гиляров В. Л.

Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН,

Санкт-Петербург, Россия

Vladimir.hilarov@mail.ioffe.ru

В 70х 80х годах методами дифракции медленных электронов и спектроскопии плазменных потерь ([1,2]) были получены экспериментальные свидетельства того, что средние квадраты амплитуд атомных колебаний (СКА) и коэффициенты термического расширения (КТР) на атомно чистых поверхностях металлов и полупроводников значительно превышают соответствующие величины в объеме монокристаллов. В те же годы были проведены теоретические расчеты этих величин, также показавшие значительное превышение СКА и КТР на поверхности. Многие из этих расчетов были проведены в гармоническом приближении [3] и в самосогласованном Эйнштейновском приближении [4] В этих расчетах, однако, фигурируют СКА и КТР нормальные к плоскости поверхности. При этом предполагается, что латеральные тепловые деформации на поверхности соответствуют объемным значениям. В [5] был рассмотрен другой предельный случай. В модели Френкеля-Конторовой, положенной в основу термодинамической модели, рассчитаны латеральные термические деформации на поверхности монокристаллов, и показано, что они могут достигать значительных величин, приводя к структурированию поверхностного слоя. При этом нормальные компоненты атомных смещений не учитывались.

В связи с развитием микроэлектроники и нанотехнологий актуальным становится выяснение механических напряжений и деформаций в поверхностных слоях кристаллов на атомном уровне. Понятно, что методы механики сплошных сред, обычно применяемы для расчетов атомных характеристик поверхности, имеют ограниченную применимость в силу дискретности атомной структуры. В настоящей работе термодинамические расчеты в самосогласованном гармоническом приближении [4] были обобщены на случай, когда помимо нормальных компонент СКА (смягчение поверхностных колебаний) и деформаций поверхности (поверхностная релаксация), учитываются также латеральные атомные смещения. Расчет проводился в приближении парного потенциала атомных взаимодействий Морзе для поверхности [110] ГЦК решетки и [100] простой кубической решетки в классической области температур.

Вдоль одного из поверхностных направлений $[\bar{1}10]$ СКА латеральных амплитуд колебаний примерно соответствуют СКА в нормальном направлении к поверхности [110]. Кроме того, рассчитанные латеральные межатомные расстояния в поверхностном монослое не сильно отличаются от нормальных. Таким образом, латеральные деформации могут играть существенную роль на поверхности монокристаллов.

Были рассчитаны также СКА, КТР и межатомные расстояния на поверхности простой кубической решетки. Поскольку в приближении ближайших соседей такая решетка неустойчива по отношению к сдвигу, были учтены также взаимодействия соседей, следующих за ближайшими (по диагоналям граней). Температурные зависимости СКА приведены на рис. 1.

Здесь картина температурных зависимостей СКА качественно отличается от грани [110] ГЦК. В то время, как нормальная компонента СКА ведет себя аналогич-

но нормальной компоненте поверхности [110] в ГЦК, латеральная компонента, почти не меняется в зависимости от температуры, и даже падает при приближении к температуре потери устойчивости поверхностных атомов.

На рис. 2 приведены температурные зависимости нормального и латерального КТР для той же поверхности. Латеральный КТР здесь в целом соответствует объемному значению, но резко падает при приближении к точке потери устойчивости поверхности.

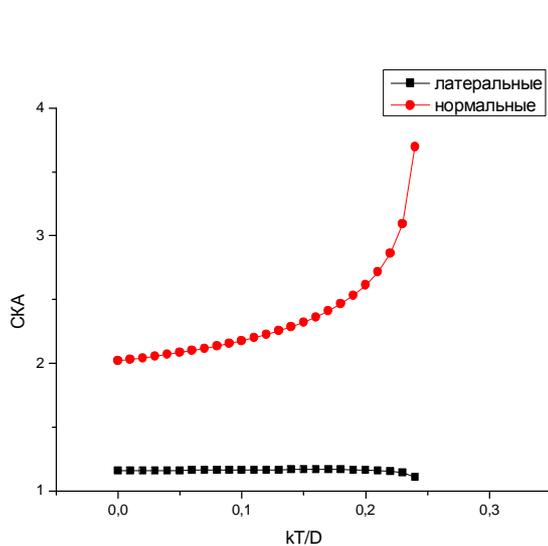


Рис. 1. Температурные зависимости отношений нормальных и латеральных СКА к объемным значениям на поверхности [100] простой кубической решетки

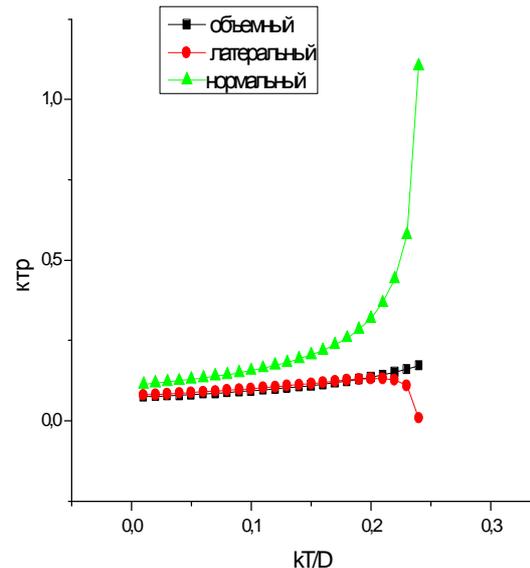


Рис. 2. Температурные зависимости КТР на поверхности [100] простой кубической решетки

Подобные явления можно объяснить следующим образом. И.М. Лифшиц [6] показал, что в слоистых и цепочечных структурах КТР может быть отрицательным, поскольку поперечные колебания увеличивают продольную жесткость цепочки или плоского слоя. Подобное явление происходит и здесь. Нормальные к поверхности колебания поверхности эффективно увеличивают жесткость латеральных поверхностных колебаний, что и приводит к уменьшению продольного КТР.

Список литературы

1. Нестеренко Б.А., Снитко О.Б. Физические свойства атомарно-чистой поверхности полупроводников. Киев: Наукова думка, 1983, 264 с.
2. Корсуков В.Е., Лукьяненко А.С., Светлов В.Н. Поверхность, 1983, в. 11, с. 28-37.
3. Maradudin A.A., Montroll E.W., Weiss G.H., Ipatova I.P. Solid State Phys. Suppl., **3**, Seitz-Turnbull 2nd Ed., Academic Press, 1971
4. Matsubara T., Nama T., Pr. Theor.Phys, 1978, **58**, 5, 1407-1417.
5. Гиляров В.Л. Ангармоническая модель Френкеля-Конторовой для температурной соизмеримости в кристаллах. – ФТТ, 1987, **29**, №4, сс. 1055-1060
6. Лифшиц И.М, ЖЭТФ, 1952, т. 22, вып. 4, с. 475-486.

ДЕФЕКТЫ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ В КРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ

Саллум М. И.^{1,2}, Грунский О. С.², Тверьянович Ю. С.^{1,2}

¹ СПбГУ, Химический факультет, г. Санкт-Петербург, Россия.

salloum@mail.ru

² НИИ лазерных исследований СПбГУ, г. Санкт-Петербург, Россия

Подробное изучение свойств и дефектов ниобата лития (LiNbO_3 или LN) вызвано широким его применением в устройствах квантовой электроники в качестве модуляторов, дефлекторов, преобразователей частоты лазерного излучения, микрогенераторов, фильтров, пьезоэлектрических преобразователей, в устройствах записи оптической информации, для создания фотонных кристаллов и т.д. [1–3]. В последнее время особое внимание уделяется изучению структур из наведенных антипараллельных доменов в кристаллах ниобата и танталата лития (регулярных доменных структур – РДС), и их применению в различного рода преобразователях и формирователях лазерного излучения. Формирование и применение особых форм доменных структур позволяет создавать электрооптические линзы и призмы [2]. Однако в процессе выращивания кристаллов LN промышленного размера, как правило, возникают подробно описанные в литературе [5, 6] ростовые неоднородности (примесная полосчатость, различного рода включения, и т. д.). В этой связи важным представляется исследование дефектов доменной структуры в кристаллах ниобата лития возникающих на ростовых неоднородностях. Попытка такого исследования и была предпринята в данной работе.

При выполнении работы были использованы пластины толщиной 1,5 мм вырезанные перпендикулярно кристаллографическим осям Z и Y из кристалла ниобата лития конгруэнтного состава легированного 5% (Мол) Mg выращенного методом Чохральского вдоль направления Z - LN(Mg). Структура Z и Y поверхностей образцов изучалась после травления в смеси кислот HF:HNO₃ (1:2 об.%) при температуре 100°C. Полученный поверхностный рельеф, образовавшийся благодаря различию скоростей травления поверхностей разного знака [5], визуализировался при помощи поляризационного оптического микроскопа.

На рис.1а представлен типичный ростовой дефект LN(Mg) – примесная зональность, а на рис.1б – доменная структура на этом участке в плоскости перпендикулярной оси выращивания (полярной оси Z).

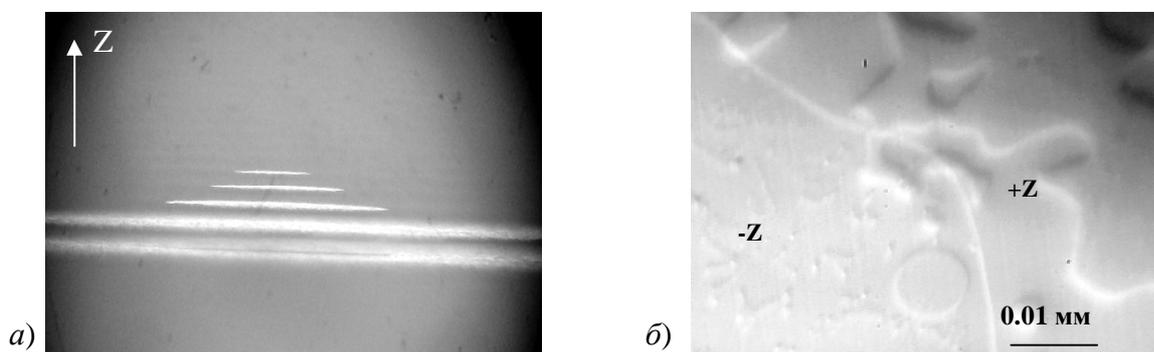


Рис. 1 а) Примесная зональность в кристаллах LN(Mg); б) Доменная структура в Z-срезе.

Основной вклад в появление полос роста в кристаллах LN(Mg), вносит локальное изменение состава расплава в результате процессов массопереноса, связанное с неоднородностью распределения примеси (Mg) перед фронтом кристаллизации.

На образце, вырезанном параллельно оси выращивания (перпендикулярно оси Y), нами идентифицировано 3 типа доменов.

Первый тип, часто встречается в кристаллах ниобата лития и представляет собой малоугловые доменные границы, которые совпадают с полосами роста (рис.2а). Образование таких доменов связано с процессом захвата примесей при колебании скорости роста, что приводит к возникновению объемного заряда, и следовательно, к переполяризации участка кристалла в этой области (рис.2 б,в).

Второй тип – это домены, образовавшиеся между двумя границами доменов первого типа, и развивающиеся вдоль полярной оси кристалла (ось Z) в виде иглообразных линий (рис. 2д).

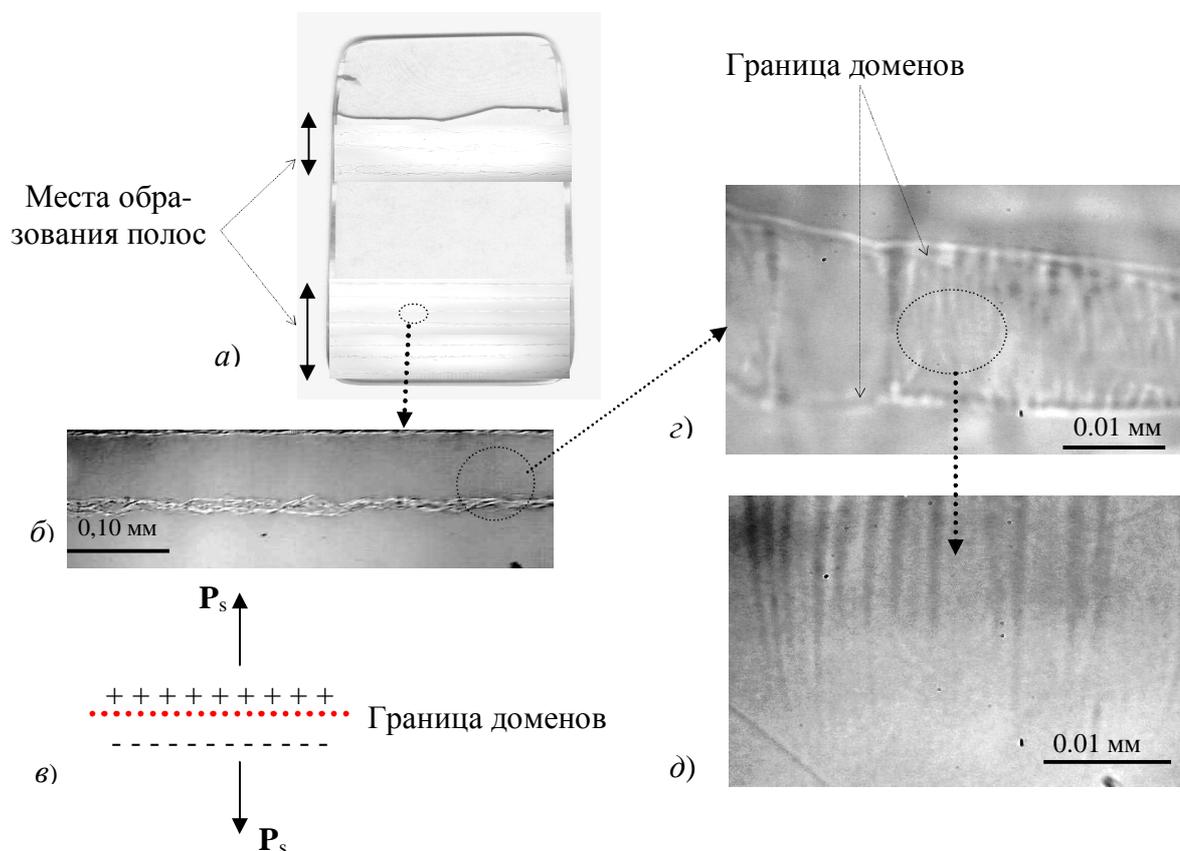


Рис. 2. Доменная структура в Y-срезе кристалла LN(Mg): а) исследуемый образец №3; б) неоднородность в виде параллельной полосчатости; в) малоугловые доменные границы; г, д) иглообразные микродомены вдоль полярной оси.

Третий тип – полосчатые домены, которые представляют собой ломаные, зигзагообразные поверхности (рис. 3–). Домены такого типа чередуются с доменами первого типа и являются результатом напряжений, возникающих в процессе выращивания (рис. 3б). В некоторых случаях по границам этих доменов развиваются микротрещины (рис. 3а). Угол между направлениями векторов основных возникающих напряжений был определен измерением угла погасания при вращении образца в скрещенных поляризаторах и оказался равным 57° , т.е. направления доменных стенок у этого типа доменов соответствуют направлениям граням ромбоэдра $\{10\ 12\}$.

Интенсивное травление одного из образцов Z-среза позволило обнаружить области концентраций напряжений, которые хорошо диагностируются в скрещенных поляризаторах (рис.3в). Они представляют собой участки концентраций иглообразных доменов, развивающихся под углом относительно поверхности пластины перпендикулярной оси Z (рис.3г).

На все описанные выше типы неоднородностей доменной структуры кристаллов LN(Mg) не оказывает влияние постростовая переполаризация т.е направление вектора поляризации в таких участках кристалла не может быть изменено.

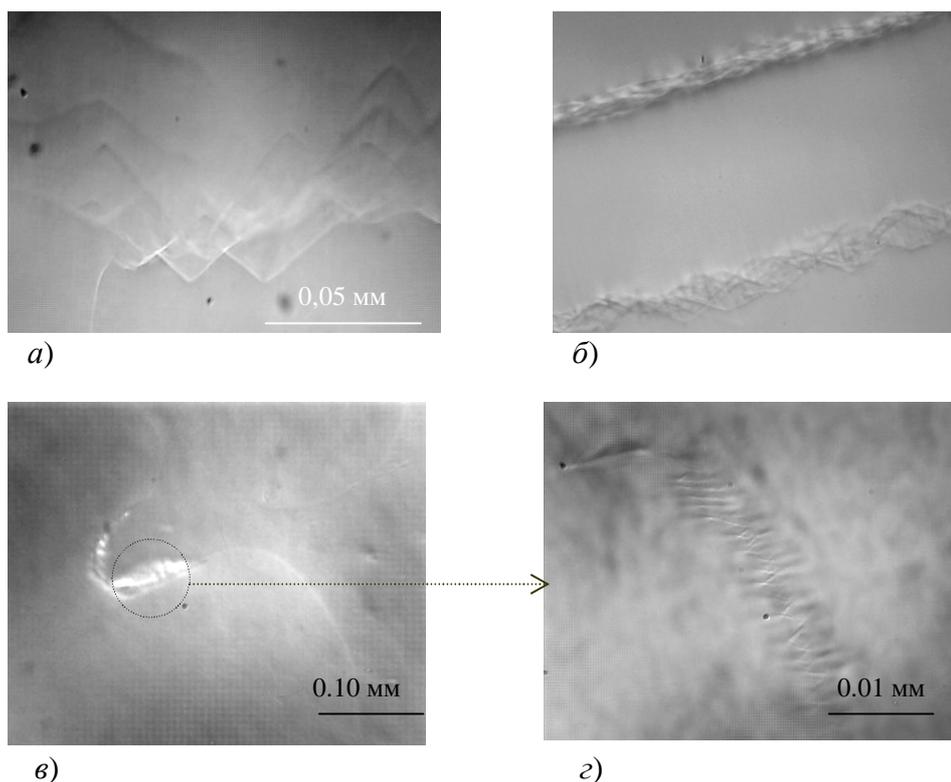


Рис.3. а) домены по направлениям граней ромбоэдра $\{10\ 12\}$; б) чередование двух типов доменов; в) границы доменов и области концентраций напряжений в скрещенных поляризаторах; г) иглообразные домены.

Список литературы

1. Simonetta G., Ferroelectric domain engineering and characterization for photonic applications, Doctoral Thesis, Stockholm, Sweden 116p (2006).
2. Gopalan V., Dierolf V., Scrymgeour D., Annu. Rev. Mater. Res., 37, 449-489 (2007).
3. Soergel E., Appl. Phys. B81, 729-752 (2005).
4. Shur V.Ya., Rumyantsev E.L., Nikolaeva E.V., Ferroelectrics, Vol. 269, pp. 189-194 (2002).
5. Zheng Y., Shi E., Wang S., Cryst. Res. Technol., 39, 387-395 (2004).
6. Sun D., Zhong J., J. of crystal growth, 262, 240-245 (2004).
7. Naumova I.I., Evlanova N.F., Gliko O.A., J. of crystal growth, V.181, P.160-164 (1997).
8. Polgár K., Peter A., Foldvari I., Optical Materials, 19, 7-11 (2002).
9. Николаева Е.В., Кинетика доменных границ в одноосных сегнетоэлектриках, Автореферат, Екатеринбург (2002).

ВЛИЯНИЕ МЕЖФАЗНОГО НЕРАВНОВЕСНОГО СЛОЯ РАСПЛАВА НА СТАЦИОНАРНЫЙ РЕЖИМ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Гуськов А. П.

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия.

guskov@issp.ac.ru

Обычно задача диффузии в установившемся режиме описывается с квазиравновесными граничными условиями. В такой постановке задачи жидкость и твердая фаза на межфазной границе находятся в равновесии. Их концентрации определены равновесной фазовой диаграммой. В ней нет анализа неравновесных термодинамических явлений, которые сопровождают фазовые переходы. Как известно, динамика границы фазового перехода первого рода определяется кинетическим переохлаждением жидкости перед межфазной границей. Переохлажденная жидкость может находиться в неустойчивом или метастабильном состоянии. В этой работе, на примере растворов с ограниченной растворимостью, рассматривается состояние переохлажденного, т.е. неравновесного слоя жидкости перед межфазной границей. Затем дается постановка стационарной задачи диффузии с учетом неравновесного слоя.

Чтобы показать существование неравновесной (спинодальной) и метастабильной (бинодальной) областей переохлажденного раствора перед межфазной границей, воспользуемся «локально конфигурационной моделью» для свободной энергии растворов [1]

$$G_{sol}(c) = N \left[U_0^{sol} c(1-c) + \frac{U_{AA}^{sol}}{2} (1-c) + \frac{U_{BB}^{sol} c}{2} \right] +$$

$$NkT \left[c \ln c + (1-c) \ln(1-c) - \ln \beta^{sol} \right]$$

$$G_{liq}(c) = N \left[U_0^{liq} c(1-c) + \frac{U_{AA}^{liq}}{2} (1-c) + \frac{U_{BB}^{liq} c}{2} \right] +$$

$$NkT \left[c \ln c + (1-c) \ln(1-c) - \ln \beta^{liq} \right]$$

$$U_0 = U_{AB} - 0.5(U_{AA} + U_{BB})$$

U_{XY} – взаимная потенциальная энергия двух соседних атомов X и Y (энергия смешения), k – постоянная Больцмана, N – общее число атомов. β определяет значение энтропии раствора, он входит в выражение энтропии в виде слагаемого $Nk \ln \beta$ [1]. Мы аппроксимируем его в виде функции $\beta = \beta_0 \exp(C_p \ln(aT))$, которая удовлетворяет определению теплоемкости C_p . Построим фазовую диаграмму для затвердевания раствора, компоненты жидкой фазы которого неограниченно растворимы, а в твердом состоянии имеют ограниченную область растворимости. Расчет ведем для двух наборов параметров, моделирующих твердую и жидкую фазы. К сожалению, модель позволяет провести расчеты только на качественном уровне, поэтому значения параметров подобраны так, чтобы иллюстрировать ход термодинамических функций. Расчеты проведены для следующих значений параметров $U_{AA}^{sol} = U_{AA}^{liq} = U_{BB}^{sol} = U_{BB}^{liq} = 1$, $U_{AB}^{sol} = 2.2$, $U_{AB}^{liq} = 1$, $k = 1$, $N = 1$, $C_p = 1$, $a = 1$. Температурный интервал выбран таким, чтобы при максимальной температуре кривые пересекались при концентрациях чистых компонент, а минимальная температура берется в эвтектической точке – в точке общей касательной к кривым термодинамических потенциалов фаз. На рис. 1

показана фазовая диаграмма для заданных значений параметров системы, здесь же построена граница спиновальной области твердой фазы.

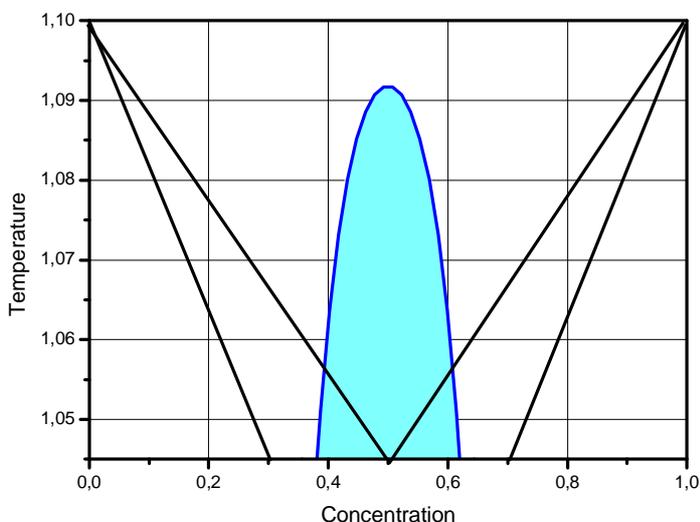


Рис. 1.

Эти схематичные расчеты согласуются с экспериментами. При кристаллизации эвтектических растворов область образования периодического распределения компонент лежит в небольшом интервале концентраций вблизи эвтектической точки.

Рассмотрим постановку задачи диффузии при учете неравновесного слоя. Здесь возникают две физически различные ситуации. В случае неустойчивого раствора в неравновесном слое в нем будет происходить обратная диффузия, он будет стремиться распасться на области равновесного состава. Стационарный режим в этом случае интересен только для анализа динамики процесса спиновального распада. В случае метастабильного раствора в неравновесном слое кристаллизация протекает согласно теории гетерогенной кристаллизации и в принципе задачу можно рассматривать, не вводя дополнительной границы. Однако, чтобы продемонстрировать влияние изменения параметров системы вблизи точки фазового перехода на существование стационарного режима, предположим, что коэффициент диффузии изменится скачком при переходе раствора из квазиравновесной области к метастабильной, оставаясь постоянным в каждой из них. Постановка задач тогда является общей для неустойчивого и метастабильного растворов в неравновесной области.

Теория диффузии для сред с разными коэффициентами диффузии построена в работах [2,3]. В ней вводятся парциальные коэффициенты диффузии для компонент и получено выражение для скорости плоскостей с равными концентрациями [4]. В качестве исходных уравнений воспользуемся первым законом Фика и уравнениями сохранения массы компонент.

$$\left[C_i(z,t) D_{i1} + (1 - C_i(z,t)) D_{i2} \right] \frac{dC_i(z,t)}{dz} = C_i(z,t) (w_i(z,t) - W_i(z,t))$$

$$\frac{dC_i(z,t)}{dz} + \frac{d}{dz} (C_i(z,t) w_i(z,t)) = 0$$

Здесь индекс “*i*” означает номер фазы и принимает значения 1, 2 и 3 для твердой, неравновесной и квазиравновесной фаз, “*j*” – номер компонента, $w_i(z,t)$ – парциальная скорость первого компонента, $W_i(z,t)$ – скорость раствора. Т.к. рассматривается

слой переохлажденного раствора, для определения его ширины требуется задать распределение температуры, которое можно определить в переохлажденном слое как линейную функцию заданного температурного градиента. Четыре из шести постоянных интегрирования определяются следующими граничными условиями.

1. Задано значения концентрации в бесконечно удаленной точке квазиравновесной жидкости.
2. Условие равенства нулю коэффициента диффузии в твердой фазе.
3. Равенство скоростей перемещения плоскости постоянной концентрации по обе стороны границы твердая фаза – неравновесная жидкость.
4. Равенство скоростей перемещения плоскости постоянной концентрации по обе стороны границы неравновесная жидкость – квазиравновесная жидкость.

Остальные находятся из условия сохранения массовых потоков компонент. Кроме этих условий значение концентрации в твердой фазе и концентрация квазиравновесной фазы на ее границе с неравновесным раствором определяется равновесной фазовой диаграммой. Этим условием определяется координата границы между неравновесной и квазиравновесной фазами. В случае малой разности коэффициентов диффузии компонент задача имеет аналитическое решение. Мы не приводим здесь решения этой задачи, покажем только окончательные результаты. На рис. 2 показаны зависимости распределения концентрации в фазах.

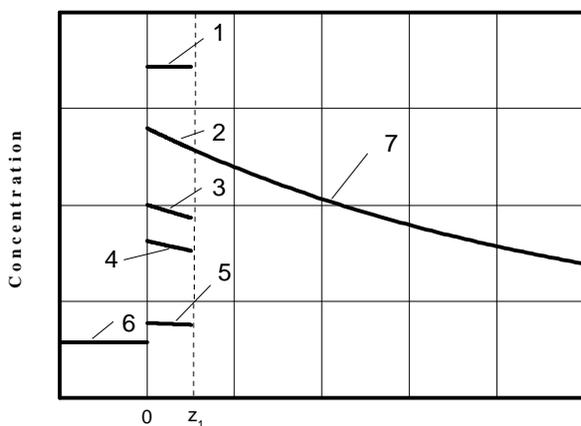


Рис. 2

Начало координат находится на границе между твердой и неравновесной фазой, в точке $z = z_1$ находится граница между неравновесной и квазиравновесной жидкостью. 1 – 5 – распределение концентрации в неравновесном слое, 6 – распределение концентрации в твердой фазе, 7 – распределение концентрации в квазиравновесной жидкости. Зависимостям 1 -5 соответствуют разные значения коэффициента диффузии второго компонента неравновесной фазы. Его значение увеличивается по мере возрастания номера кривой.

Значения концентрации твердой и квазиравновесной фаз на границах с неравновесной фазой лежат на равновесной фазовой диаграмме. Следовательно, между этими значениями значения концентрации находятся в двухфазной области. Отсюда следует очевидное ограничение. Стационарное решение существует только в ограниченной области значений коэффициентов диффузии компонент. Т.е. неравновесная модель дает ограничения на существование стационарных одномерных режимов направленной кристаллизации.

Список литературы

1. Б.Я. Пинес. Очерки по металлофизике. Харьков, 1961, 234 с.
2. L.Darken. Trans. AIME, 174, 184, 1948.
3. И.Б.Боровский, К.П. Гуров, И.Д.Марчукова, Ю.Э.Угасте. Процессы взаимной диффузии в сплавах. «Наука», 1973, 360 с.

ТЕРМОДИНАМИКА ФОРМИРОВАНИЯ ЭВТЕКТИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ

Гуськов А. П.

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия.

guskov@issp.ac.ru

В работах [1,2] был сделан анализ устойчивости межфазной границы. Для случая кристаллизации эвтектического раствора получена зависимость периода эвтектической структуры от скорости ее перемещения. Однако связать неустойчивость границы с перераспределением компонент жидкого раствора перед межфазной границей с помощью простого приема оттеснения одного из компонент растущей границей, не удастся. Перераспределение компонент становится очевидным, если предположить, что переохлажденный жидкий раствор перед межфазной границей неустойчив и распадается на две фазы, соответствующие эвтектической температуре. Неустойчивость межфазной границы задает период распада. Здесь дается анализ уравнения баланса энтропии для случая развитой периодической структуры неустойчивого жидкого раствора и показано, что зависимость периода эвтектической структуры от скорости ее перемещения, полученная в [1,2] удовлетворяет уравнению баланса энтропии.

Рассмотрим уравнение баланса энтропии в виде [1]

$$W_j T_j^{-1} - \sum_{\gamma} \mathbf{J}_{\gamma} \text{grad}(\mu_{\gamma} T^{-1}) = \frac{\partial(\rho s)}{\partial t} + \text{div} \mathfrak{S} . \quad (1)$$

Для потока энтропии \mathfrak{S} вводится выражение

$$\mathfrak{S} = \mathbf{W}_j T^{-1} - \sum (\rho_{\gamma} \Delta_{\gamma}) (\mu_{\gamma} T^{-1}) + \rho s \mathbf{v} . \quad (2)$$

Интегральная форма уравнения баланса энтропии получается интегрированием уравнения (1) по объему рассматриваемой системы.

$$\int_V (W_j T_j^{-1} - \sum_{\gamma} \mathbf{J}_{\gamma} \text{grad}(\mu_{\gamma} T^{-1})) dV = \int_V \frac{\partial}{\partial t} (\rho s) dV + \int_S \mathfrak{S} d\mathbf{S} . \quad (3)$$

Сведем поверхностный интеграл к двойному, предположим, что химический потенциал пропорционален концентрации, и используем свойство баланса диффузионных потоков – их сумма равна нулю. Кроме этого будем рассматривать развитую эвтектическую структуру, здесь нас не интересует процесс расслоения компонент. В развитой структуре распределение концентрации представляет собой расположенные периодически области с постоянными значениями концентрациями равновесных фаз. В этом случае все пространственные производные концентрации и потоки диффузии в уравнении баланса энтропии обращаются в ноль. Химические потенциалы всех областей постоянной концентрации равны. В результате уравнение (3) записывается в виде

$$\int_V \left(W_y \frac{\partial}{\partial y} T^{-1} + W_z \frac{\partial}{\partial z} T^{-1} \right) dV = \iint_{D_y} W_y T^{-1} dz dx + \iint_{D_z} (W_z T^{-1} + \rho s V) dx dy . \quad (4)$$

В уравнение (4) входит плотность энтропии $s(x, y, z)$. Для ее вычисления воспользуемся уравнениями для плотности энтропии [2].

$$\frac{\partial}{\partial u} s(u, n_k) = \frac{1}{T(z, y)} , \quad (5)$$

$$\frac{\partial}{\partial n_k} s(u, n_k) = \frac{m_k(z, y)}{T(z, y)} . \quad (6)$$

В этих уравнениях u – свободная энергия, n_k – плотность числа молей. Свободную энергию полагаем равной теплосодержанию

$$u = C_r T(z, y) . \quad (7)$$

Здесь C_r – теплоемкость. Тогда функцию, удовлетворяющую уравнениям (5), (6) можно записать в виде

$$s(z, y) = C_r + \frac{m_k(z, y)n_k}{T(z, y)} - b(z, y) . \quad (8)$$

Чтобы получить решение уравнения (4) нужно подставить в него распределения по координатам входящих в него функций. В общем случае решение линейного уравнения теплопроводности в координатах, связанных с межфазной границей, которая перемещается с постоянной скоростью, имеет вид

$$T(z, y) = T_0 + T_s \exp(az) + T_m \exp(gz) \sin(Ky) . \quad (9)$$

Для решения (9) аналитических выражений для интегралов уравнения баланса энтропии не существует. Поэтому сделаем еще одно упрощение, пусть толщина слоя жидкости, в котором образовалась периодическая структура, мала. Тогда экспоненты в распределении температуры (9) можно считать равными единице и выражения для распределения температуры и тепловых потоков принимают вид

$$T(z, y) = T_s + T_m \sin(Ky) , \quad (10)$$

$$W_x = 0 \quad W_z = 0 \quad W_y = -lKT_m \cos(Ky) . \quad (11)$$

Плотность числа молей компонента n_k прямопропорциональна концентрации. При развитой периодической структуре общий вид этой функции запишем с точностью до первой гармоники разложения этого распределения в ряд Фурье

$$n_k(z, y) = n_k(y) = N_k + N_m \sin(Ky) . \quad (12)$$

Подставляем (8), (10) – (12) в уравнение баланса энтропии (4). После сведения объемного и двойных интегралов к кратным, получаем уравнение баланса энтропии в виде

$$\int_0^{y_0} \int_0^{z_e} \frac{lK^2 T_m^2 \cos^2(Ky)}{(T_s + T_m \sin(Ky))^2} dz dy = \int_0^{z_e} -\frac{lKT_m \cos(Ky_0)^2}{T_s + T_m \sin(Ky_0)} + \frac{lKT_m}{T_s} dz +$$

$$r \int_0^{y_0} V \left[C_{re} - b(z_e, y) + \frac{m_0(N_k + N_m \sin(Ky))}{T_s + T_m \sin(Ky)} - C_{r0} + b(z_0, y) - \frac{m_0(N_k + N_m \sin(Ky))}{T_s + T_m \sin(Ky)} \right] dy \quad (13)$$

После вычисления интегралов и элементарных преобразований приходим к уравнению

$$K^2 \lambda z_e \left(T_s - \sqrt{T_s^2 - T_m^2} \right) = \frac{\rho \epsilon}{T_m} \left[V_s T_m + \left(T_s - \sqrt{T_s^2 - T_m^2} \right) (\theta T_m + \gamma C_m) \right] , \quad (14)$$

здесь

$$qT_m + gC_m = V_m \quad (15)$$

– линейный член разложения возмущения скорости межфазной границы [1,2,5]. Если линейный член разложения возмущения скорости (15) положить равным нулю [5], уравнение (14) принимает вид

$$K^2 \lambda z_e \left(T_s - \sqrt{T_s^2 - T_m^2} \right) = \rho \epsilon V_s . \quad (16)$$

Разложим квадратный корень по малой амплитуде T_m , затем используем связь между скоростью перемещения межфазной границы и кинетическим переохлаждением и, вводя период L вместо волнового числа, приходим к выражению для периода структуры

$$L^2 = \frac{2\pi^2 \lambda_z T_m}{\rho \epsilon \theta T_s}$$

Это период стоячей волны энтропии, полученный из уравнения баланса энтропии. Подставим сюда связь между направлением ψ распространения стоячей волны и ее периодом [6]

$$L = \frac{\pi^2 \lambda n T_m}{\rho \epsilon \theta T_s \psi} \quad (17)$$

Полученное выражение отличается от формулы периода эвтектической структуры, полученной из дисперсионного уравнения [1,2] отсутствием теплопроводности твердой фазы и постоянным множителем

$$\frac{\pi n T_m}{T_s \psi} \quad (18)$$

Приведенный анализ показывает, что всегда найдутся такие параметры выражения (17), при которых уравнение баланса энтропии будет выполнено. Неустойчивость межфазной границы дает периодические возмущения концентрации, которые определяют период распада неустойчивого раствора. В результате в системе устанавливается стационарный режим расслоения жидкого раствора перед межфазной границей, который можно трактовать как бегущую волну энтропии.

Пусть выражение (18) равно единицы. Выразим в (17) коэффициент теплопроводности через тепловой поток из закона Фурье, температурный градиент запишем как кинетическое переохлаждение, деленное на толщину неустойчивого слоя. Тогда (17) можно записать в виде

$$L = \frac{\pi s_\lambda z_k}{s_\epsilon} \quad (19)$$

Период структуры прямо пропорционален отношению изменения энтропии, связанному с ее производством за счет теплопроводности, к изменению энтропии, связанному с выделением теплоты фазового перехода.

Список литературы

1. А.П.Гуськов. Зависимость периода структуры от скорости межфазной границы при кристаллизации эвтектик. ЖТФ, том73, вып.5, 2003, стр.46-52.
2. А.П.Гуськов, Об устойчивости межфазной границы при кристаллизации эвтектик. Письма в ЖТФ, 2001, том 27, вып. 11, 86-94.
3. И. Пригожин, Д. Кондепуди. Современная термодинамика. «Мир», 2002, 462 с.
4. П. Гленсдорф, И. Пригожин. Термодинамическая теория структуры, устойчивости и флуктуаций. УРСС, М., 2003, 280 с.
5. А.П.Гуськов. Динамика перемещения межфазной границы при направленной кристаллизации. ДАН, 2002, Т.387, №2. С.1-3.
6. Р. Фейнман, Р. Лейтон, М. Сэндс. Фейнмановские лекции по физике, т. 3, 4. М., «Мир», 1977, 496 с.

ОРГАНИЗАЦИОННО-ТЕХНИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ РАЗВИТИЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА ПРОФИЛИРОВАННОГО ЛЕЙКОСАПФИРА В УСЛОВИЯХ РЫНКА

Семенов Д. А., Кравецкий Д. Я.*

НПЦ «Монокристаллов и кристаллографических исследований»

ОАО «НПО ЦНИИТМАШ», г.Москва, РФ,

** ООО «Профиль-С», Москва, РФ*

profil-s@mail.ru

Идеи А.В. Степанова начали использовать в г. Москве с 1960г. в специально созданной технологической лаборатории ВНИИЭТО (Всесоюзный научно-исследовательский, проектно-конструкторский и технологический институт электротермического оборудования) первоначально для выращивания профилированных кристаллов германия, кремния, а затем лейкосапфира. Результаты работ в виде разработанных конструкций тепловых узлов, формообразователей и технологий далее внедрялись на различных предприятиях Запорожья, Еревана, Полтавы, Баку, Екатеринбурга, Подольска, Обнинска и других городов.

В настоящее время ООО «Профиль-С» является самостоятельной юридической структурой, созданной в 1994г. на базе указанной лаборатории ОАО «ВНИИЭТО», г. Москва.

ООО «Профиль-С» обладает оптимальной промышленной технологией выращивания профилированного лейкосапфира (корунда) по методу Степанова в виде лент (толщиной до 8мм и шириной до 100мм), труб (до Ø 50мм), стержней и т.п., а также организационно-техническими возможностями для внедрения этой технологии на других предприятиях или расширения собственного производства.

Мы имеем долгосрочные отношения с зарубежными заказчиками нашей продукции (к примеру, Gavish Industrial Technologies and Materials, Ltd. и Applied Ceramics, Израиль) и укомплектованный портфель заказов, в том числе для предприятий в РФ (к примеру, ЗАО «Ростокс-Н», г. Черноголовка и ООО «Рокор», г. Зеленоград), постоянно расширяем номенклатуру выпускаемой продукции за счет активных действий по НИОКР. Производственную базу предприятия составляют ростовые установки типа «Редмет-10» и СЗВН-20.800 (совместная разработка ВНИИЭТО и СКБ завода «Кристалл», г. Таганрог). Данное оборудование за долгие годы промышленной эксплуатации показало надежную и стабильную работу.

Спрос на нашу продукцию значительно превышает наши производственные возможности, и мы вынуждены придерживаться практики «квотирования» для наших заказчиков. В настоящее время предприятие ежемесячно отправляет на экспорт до 200 кг выращенных кристаллов в виде лент, а также, при необходимости, проводит предварительную обработку (по раскрою и шлифованию). Оптическое качество производимых лент не хуже чем кристаллов, полученных методом Киропулоса. С хорошим выходом годного производятся бездефектные ленты размером 4,8 x 65 x 185мм³.

Численность предприятия к концу 2007 года составляла 35 человек, размер арендуемых производственных площадей – до 500м².

В конце 2007г. арендный договор, в связи с продажей площадки другому собственнику и предстоящей реконструкцией зданий, был досрочно в одностороннем порядке расторгнут как с ООО «Профиль-С», так и с другими предприятиями ОАО «ВНИИЭТО».

Совместно с руководством ОАО «НПО ЦНИИТМАШ» (г.Москва) была разработана и реализована новая модель сотрудничества, обеспечивающая сохранение

квалифицированных кадров, научно-производственного потенциала, положения на рынке профилированного сапфира и имиджа при обеспечении эффективности хозяйственной деятельности.

Генеральный директор ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» Дуб А.В. и Директор ООО «Профиль-С» Семенов А.А. договорились об организации совместной деятельности по производству изделий из профилированного монокристаллического лейкосапфира по методу Степанова на следующих принципах.

1. Цели ООО «Профиль-С»:

- необходимость переноса производства с площадки ОАО «ВНИИЭТО» до 01.12.07г., не допуская перерывов в экспортных поставках продукции более 1,5 месяцев;

- сохранение отечественной наукоемкой технологии и коллектива предприятия.

2. Цели ОАО НПО «ЦНИИТМАШ»:

- создание в структуре предприятия научно-производственного подразделения по престижной востребованной тематике, самодостаточного в текущей хозяйственной деятельности с объемом выпуска товарной продукции ≥ 1 млн.\$ в год.

3. Общие цели:

- создание предпосылок существования и развития более масштабного бизнеса в рамках Инвестиционного проекта Бизнес-плана «Производство изделий из лейкосапфира» в кооперации предприятий, обладающих необходимым производственным потенциалом и возможностями проведения дальнейшей научно-исследовательской деятельности.

4. ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» обеспечивает:

- предоставление и подготовку производственных и вспомогательных помещений;

- энергообеспечение;

- организацию нового хозрасчетного подразделения – «Научно-производственного центра «Монокристаллов и кристаллографических исследований»;

- конфиденциальность полученной научно-технической и коммерческой информации, приоритетность отношений с ООО «Профиль-С» по вопросам научной, производственной и коммерческой деятельности в указанной области.

5. ООО «Профиль-С» обеспечивает:

- комплектование всеми кадрами нового подразделения для ведения административной, научно-производственной и хозяйственной деятельности из числа сотрудников ООО «Профиль-С»;

- предоставление необходимого оборудования и технологии, снабжение (по договорам купли-продажи) специальными материалами, оснасткой и т.п.;

- авторский надзор за технологическими процессами и качеством продукции;

- 100% сбыт.

К 01.02.08г. поставленные цели были достигнуты.

Инвестиционный проект разработанного Бизнес-плана «Производство изделий из лейкосапфира» предполагает довести объем выпуска продукции до 4,2...4,5 млн.\$ в год при объеме поставок продукции до 10-12 тонн в год. Размер необходимых инвестиций ≈ 3 млн.\$.

Руководство ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» и ООО «Профиль-С» заинтересованы в сохранении и развитии накопленного научно-технического и кадрового потенциала, а также в сотрудничестве с предприятиями, имеющими высокий научно-технический имидж и соответствующую инфраструктуру.

Мы заинтересованы в привлечении инвестиций в виде оборудования или кредитов с меньшей % ставкой, чем предлагают банки РФ.

Проработаны варианты размещения расширенного производства как в г. Москве, так и на производственной площадке, предложенной инвестором. Возможные формы сотрудничества – от создания совместного предприятия, Контракта-поручения на выпуск эксклюзивной продукции на оборудовании, принадлежащем инвестору, до создания и ведения производственной деятельности предприятия, целиком принадлежащего инвестору.

Увеличение объемов выпуска продукции целесообразно сопровождать созданием специализированных производств по обработке, ориентированных на конкретного заказчика (потребителя) готовой продукции. Поэтому наше предприятие заинтересовано также в привлечении к участию в нашем бизнесе партнеров, готовых предоставить специализированное оборудование не только по росту кристаллов, но и по обработке профилированного лейкосапфира и исследованию кристаллов.

УДК 537.533.35, 539.25, 548.31

НЕКОТОРЫЕ МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ МИКРОКРИСТАЛЛОВ СЕРЕБРА ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЯ

Ясников И. С., Цыбускина И. И., Викарчук А. А.

Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия
kart2001@rambler.ru

Ранее, в процессе анализа экспериментальных данных по электроосаждению меди, нами была предложена модель, которая основывалась на предположении, что строение, размеры и форма ГЦК-кристаллов определяются особенностью процессов массо- и теплообмена, протекающими в островках роста, образующихся на начальных стадиях электрокристаллизации металлов [1, 2]. На основе предложенной модели варьированием условий электроосаждения и типом подложки были реализованы сценарии превращения островков роста меди в кристаллы и кристаллические образования различного габитуса и внутреннего строения [1].

Помимо меди, несомненно важным в ряду ГЦК-металлов является серебро из-за его многочисленных практических приложений. В медицине серебро и его соединения используют в качестве лекарственных средств. Сплавы и соединения серебра идут на изготовление специальной лабораторной посуды, чувствительной и сверхчувствительной кино- и фотопленки, деталей различных приборов. Серебро служит катализатором в неорганическом и органическом синтезе. Серебряная вода с ничтожно малой концентрацией ионов Ag^+ (от $2 \cdot 10^{-11}$ г-ион/л) применяется для обеззараживания питьевой воды, а в фармацевтической промышленности - для увеличения срока хранения некоторых лекарственных препаратов.

Именно поэтому, задачей настоящей работы стало исследование морфологических особенностей строения кристаллов серебра, формирующихся при варьировании технологических параметров (плотность тока, перенапряжение на катоде, время осаждения), управляющих процессом электроосаждения.

Для получения электроосаждённых кристаллов серебра использовали электролит на основе азотнокислого серебра. Осаждение серебра проводили как в гальваностатическом, так и в потенциостатическом режиме. В качестве подложки использовали полированную нержавеющую сталь с нанесенной на нее методом ионно-

плазменного напыления покрытием из нитрида титана. Для исследования особенностей морфологии полученных кристаллов серебра использовали сканирующую электронную микроскопию (LEO 1455 VP).

Электроосаждение серебра при указанных условиях привело к ряду некоторых интересных результатов.

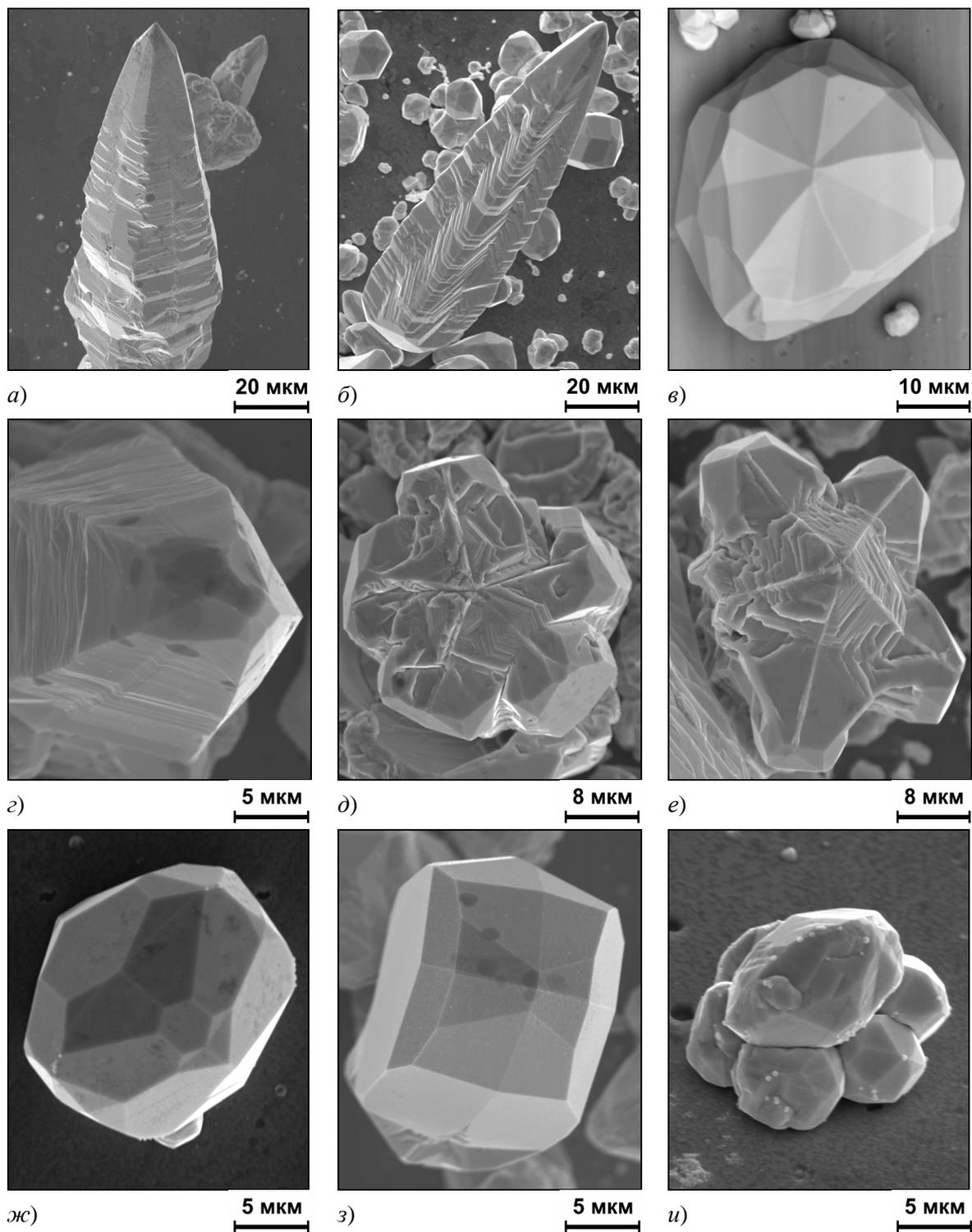


Рис. 1. Формы роста серебра при электроосаждении из электролита на основе азотнокислого серебра. Подложка: полированная нержавеющая сталь с нанесенной на нее методом ионно-плазменного напыления покрытием из нитрида титана.

В гальваностатическом режиме при плотности тока $j \sim 10 \text{ А/м}^2$ наблюдались микрокристаллы, выросшие по слоевому механизму, и имеющие чёткую огранку в вершине роста (рис. 1 а).

Повышение плотности тока до $j \sim 20 \text{ А/м}^2$ приводило к формированию кристаллических структур (рис. 1 б) в явном виде содержащих пространственно упорядоченные системы плоскостей скольжения $\{111\}$.

Пентагональные кристаллы серебра (рис. 1 в – е), содержащие дефект дисклинационного типа, были получены нами в гальваностатическом режиме при плотности тока близкой к $j \sim 20 \text{ А/м}^2$ (рис. 1 в), а также в потенциостатическом режиме при значениях перенапряжения на катоде $\eta \sim 100 \text{ мВ}$ (рис. 1 з) и $\eta \sim 120 \text{ мВ}$ (рис. 1 д, е). Здесь стоит отметить, что в морфологии некоторых выявленных пентагональных кристаллов наблюдалось расщепление узла, где сходятся пять двойниковых границ (рис. 1 в). Это свидетельствует о том, что при данных размерах пентагонального кристалла для сохранения пентагональной симметрии реализуется один из возможных каналов релаксации упругих напряжений, связанных с дефектом дисклинационного типа [3].

При плотности тока $j \sim 40 \text{ А/м}^2$ в гальваностатическом режиме основными объектами, полученными в процессе электроосаждения, являлись микрокристаллы, содержащие выделенную плоскость двойникования (рис. 1 ж, з). Стоит отметить, что если на некоторой стадии эволюции микрокристалла возникал не один, а несколько зародышей в двойниковом положении, то сочетание их эволюции на «материнском» микрокристалле приводило к образованию экзотических структур типа «луноход» (рис. 1 и).

Таким образом, варьируя условия электроосаждения из электролита на основе азотнокислого серебра нам удалось получить микрокристаллы серебра различной морфологии и содержащие различные дефекты кристаллического строения, в том числе дефекты дисклинационного типа. Работы по изучению влияния морфологии и дефектной структуры полученных кристаллических объектов на их свойства продолжаются в настоящее время.

Работа выполнена при поддержке регионального гранта Российского Фонда Фундаментальных Исследований № 08-02-99034-р_офи.

Список литературы

1. А. А. Викарчук, И. С. Ясников Особенности массо- и теплообмена в микро- и наночастицах, формирующихся при электрокристаллизации меди // Физика твёрдого тела. – 2006. – т. 48, вып. 3. – С. 536 – 539.
2. И. С. Ясников, А. А. Викарчук Влияние процессов теплообмена на габитус пентагональных микрокристаллов электролитического происхождения // Письма в ЖТФ. – 2006. – т. 32, вып. 19. – С. 1 – 4.
3. V. G. Gryaznov, A. M. Kaprelov, A. E. Romanov, I. A. Polonskii Channels of Relaxation of Elastic Stresses in Pentagonal Nanoparticles // Physica Status Solidi b – 1991. – Vol. 167. – P. 441 – 450.

ЭКЗОТИЧЕСКАЯ МОДИФИКАЦИЯ ГАБИТУСА ПЕНТАГОНАЛЬНЫХ МАЛЫХ ЧАСТИЦ

Ясников И. С.

Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия
kart2001@rambler.ru

Пентагональные малые частицы (ПМЧ) интенсивно изучаются на протяжении последних десятилетий в силу их необычных и специфических свойств [1]. При этом структура ПМЧ, определяющая их свойства, весьма эффективно описывается в рамках дисклинационного подхода [2].

Внутренние напряжения в ПМЧ, обусловленные наличием дефектов дисклинационного типа, могут релаксировать в процессе их роста, модифицируя структуру [3-5]. В частности, в рамках подхода, впервые разработанного в [6, 7], отмечалось, что вместо вершин ПМЧ могут образовываться новые грани, а вдоль рёбер ПМЧ могут образовываться «канавки», являющиеся плотноупакованными плоскостями типа {113}, разрастание которых приводит к образованию частиц звездообразной формы.

К настоящему времени при изучении эволюции ПМЧ, выросших в процессе электрокристаллизации меди из икосаэдрических кластеров и имеющих шесть осей симметрии пятого порядка (группа симметрии I_h) нам удалось с помощью сканирующего электронного микроскопа визуализировать отдельные этапы данного процесса, а именно образование ПМЧ в виде икосаэдрона (рис. 1 а); формирование в процессе дальнейшей эволюции «канавок» вдоль рёбер икосаэдрона (рис. 1 б), разрастание которых приводило к образованию пентагонального микрокристалла в виде звёздчатого многогранника (рис. 1 в).

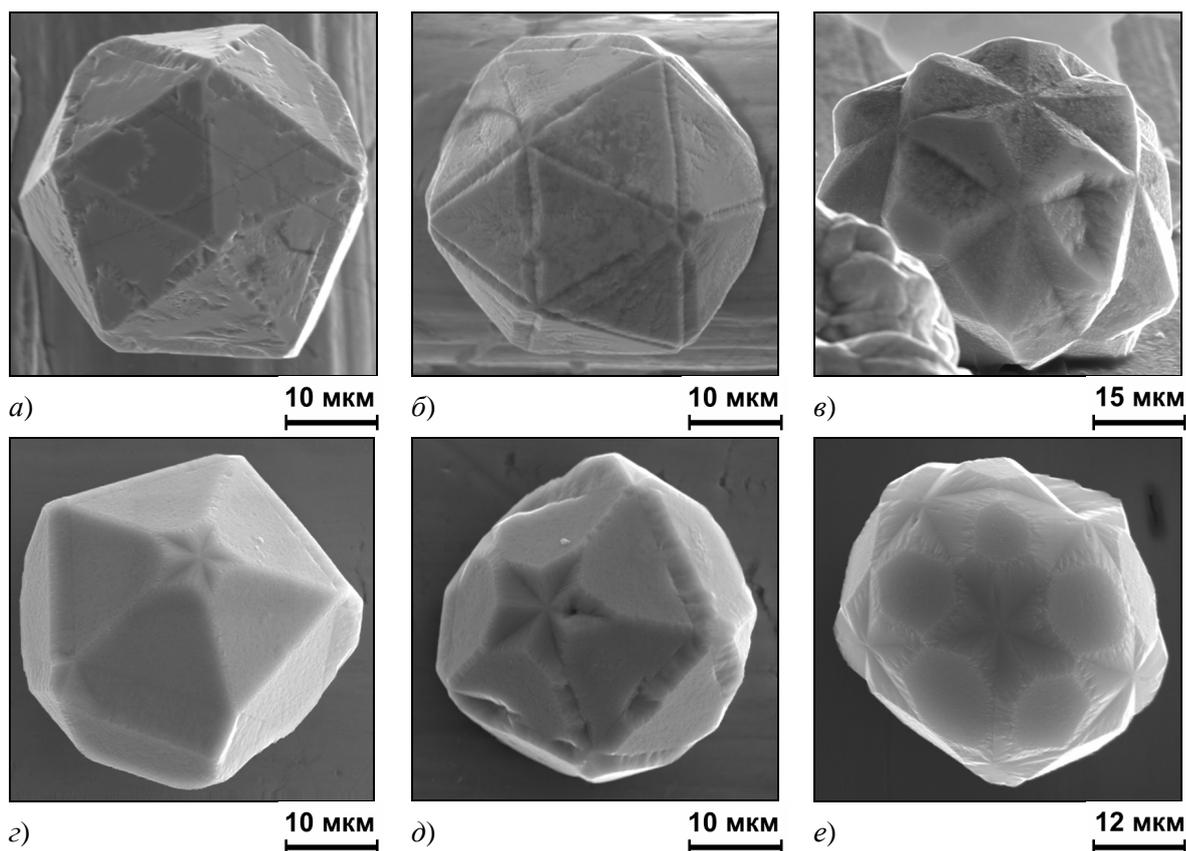


Рис. 1. Модификация габитуса икосаэдрических малых частиц в процессе их эволюции при электрокристаллизации меди.

По существу звёздчатый многогранник можно представить как икосаэдрон, на каждой из 30 граней которого расположена тригональная пирамида. Соответственно, общее число граней у такого звёздчатого микрокристалла равно 90 (рис. 1 в).

Однако при исследовании изменения морфологии икосаэдрических малых частиц в процессе их эволюции было выявлено, что «канавки» могут образовываться не только вдоль рёбер малой частицы, но и формироваться в виде пентагональной звезды на вершине икосаэдрической малой частицы в месте выхода оси дисклинации на её поверхность (рис. 1 г). Эволюция такого фасетирования (рис. 1 д) приводит к росту на треугольных гранях икосаэдрона гексагональных усечённых пирамид с образованием «экзотического» звёздчатого многогранника содержащего 210 граней и имеющего шесть осей симметрии пятого порядка (рис. 1 е). Об экспериментальном наблюдении данной структуры ранее не сообщалось.

Стоит отметить, что образование «канавок» вдоль рёбер ПМЧ, а также их формирование в виде пентагональной звезды на вершине ПМЧ в месте выхода оси дисклинации на её поверхность могут наблюдаться совместно. Данный факт иллюстрируется на рис. 2 для случая пентагональной призмы (рис. 2 а, группа симметрии – D_{5h}) и икосаэдрона (рис. 2 б, группа симметрии – I_h). Однако, как показывают эксперименты, такой совместный характер модификации габитуса ПМЧ при дальнейшей эволюции в процессе электрокристаллизации не приводит к образованию звёздчатых многогранников с более экзотической структурой.

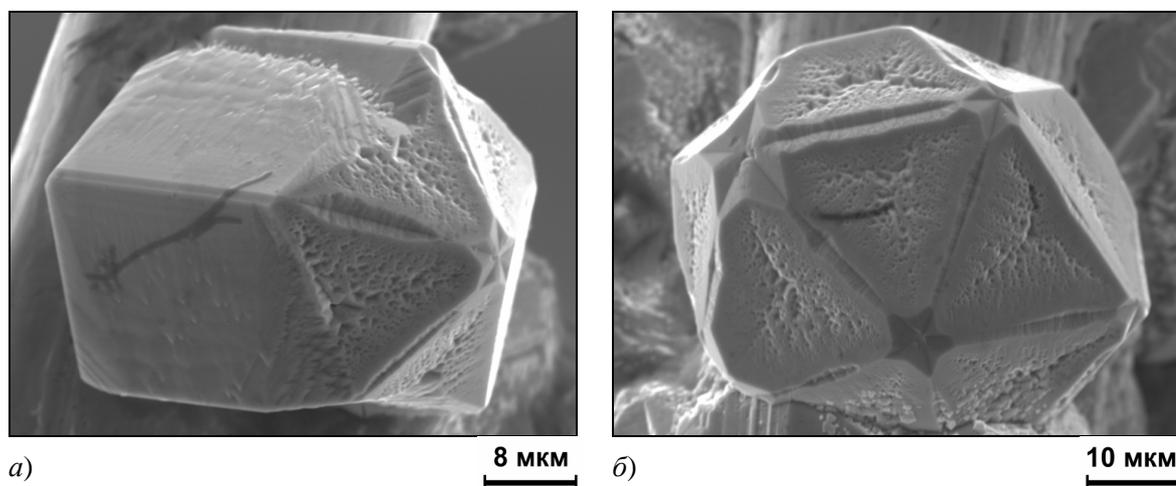


Рис. 2. Совместный характер модификации габитуса пентагональных малых частиц

Экспериментально выявленные модификации габитуса ПМЧ могут сказаться как на физических свойствах самих объектов, так и на свойства материалов, структурными элементами которых они являются. Работы в данном направлении продолжаются в настоящее время.

Работа выполнена при поддержке регионального гранта Российского Фонда Фундаментальных Исследований № 08-02-99034-р_офи.

Список литературы

1. V. G. Gryaznov, J. Heidenreich, A. M. Kaprelov, S. A. Nepijko, A. E. Romanov, J. Urban Pentagonal symmetry and disclinations in small particles // Crystal Research and Technology. – 1999. – Vol. 34, № 9. – P. 1091 – 1119.

2. В. И. Владимиров, А. Е. Романов Дисклинации в кристаллах // Ленинград: Наука, 1986. – 224 с.
3. И. С. Ясников Релаксация полей упругих напряжений в пентагональных малых частицах и микрокристаллах электролитического происхождения // Журнал технической физики. – 2007. – т. 77, вып. 5. – С. 133 – 134.
4. А. Л. Колесникова, А. Е. Романов О релаксации напряжений в пентагональных нитевидных кристаллах // Письма в Журнал технической физики. – 2007. – т. 33, вып. 20. – С. 73 – 79.
5. Л. М. Дорогин, А. Л. Колесникова, А. Е. Романов Формирование слоёв несоответствия в икосаэдрических наночастицах // Письма в Журнал технической физики. – 2008. – т. 34, вып. 18. – С. 20 – 26.
6. L. D. Marks Modified Wulff constructions for twinned particles // Journal of Crystal Growth. – 1983. - Vol. 61. – P. 556 – 566.
7. L. D. Marks Surface structure and energetics of multiply twinned particles // Philosophical Magazine A. – 1984. – Vol. 49, No. 1. – P. 81 – 93.

УДК 548.52

СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ СПЕЦИФИЧЕСКИХ НАНООБЪЕКТОВ И МИКРОИЗДЕЛИЙ ИЗ НИХ

Викарчук А. А., Дорогов М. В.

Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

maxim@tltsu.ru

В настоящее время основными способами получения малых металлических частиц являются нуклеация из газовой фазы с использованием различных методов физического и химического осаждения паров на подложку, а так же их рост из расплава или раствора электролита. Одним из наиболее перспективных способов получения нанобъектов является электрокристаллизация металлов [1].

Уникальность, а иногда и аномальность свойств нанобъектов обеспечивается следующими факторами: малостью размеров, развитой поверхностью и химическим составом вещества. Кроме того, важнейшим фактором, влияющим на свойства малых металлических частиц, является особенности их строения, в частности, наличие в них осей симметрии пятого порядка, запрещенных в обычных микро- и макрокристаллах.

Именно наличие осей симметрии пятого порядка, позволяет нам получать нанобъекты в виде пентагональных частиц и трубок, имеющих микроразмеры, но полость внутри. Расчеты показывают, что если у частицы внутри полость, то даже при размерах порядка 1 мкм на поверхности располагается около 1 % атомов, т.е. как у сплошной сферической частицы размером около 100 нм. Это означает, что использование микрочастиц и микротрубок с полостью внутри даёт такой же эффект по свойствам, как использование обычных наночастиц. Это позволяет применять при создании наноматериалов вместо наночастиц микрочастицы и микротрубки с полостью внутри, или частицы с сильно развитой поверхностью («ежи»), что значительно облегчает задачу создания новых материалов с заданными свойствами.

В работе предлагаются три основных способа получения пентагональных нанобъектов, основанных на явлении электроосаждения металла:

- непосредственное выращивание частиц и кристаллов до предельных наноразмеров (порядка 100 нм) путем ограничения времени электроосаждения;
- выращивание нанообъектов в виде пентагональных частиц и трубок имеющих микроразмеры, развитую поверхность или полость внутри;
- получение нанообъектов в виде частиц и трубок с полостью внутри путем термообработки пентагональных икосаэдрических микрочастиц и трубок, предварительно полученных методом электроосаждения.

Полученные методом электроосаждения металла пентагональные металлические нанообъекты в виде частиц, «ежей», усов, стержней, трубок могут использоваться как затравка для непосредственного выращивания (изготовления) уже готовых изделий в виде полого микропровода, прочной композиционной проволоки, игл, шупов, зондов, кантиллеверов, крючков, наношплицев, трубопроводов и контейнеров для хранения и доставки лекарств, катализаторов, нанофильтров и др.

Работа выполнена при поддержке РФФИ грант Р-офи № 08-02-99034.

Список литературы

1. Викарчук А.А., Ясников И.С. Структурообразование в наночастицах и микрокристаллах с пентагональной симметрией, формирующихся при электрокристаллизации металлов. // Издательство Тольяттинского государственного университета. – Тольятти, 2006. – 250 с.

ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И НАНОПОРИСТОСТЬ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ

**Бетехтин В. И., Кадомцев А. Г., Слуцкер А. И., Толочко О. В.*,
Амосова О. В.**

Физико-технический А.Г.институт им.А.Ф.Иоффе РАН, С.-Петербург

**Государственный Политехнический Университет, С.-Петербург*

Vladimir.Betekhtin@mail.ru

Изучено влияние отжига, отжига в поле механических сил и гидростатического давления на модуль упругости (E), прочность на разрыв (σ), индукцию насыщения (B_m) и остаточную индукцию (B_r), а также на врожденную нанопористость (размеры пор 10–100 нм) аморфных сплавов $Co_{59}Fe_5Si_{11}Ni_{10}B_{15}$; $Fe_{61}Co_{20}Si_{15}B_{14}$; $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$, полученных при сверхбыстрой закалке в виде лент толщиной 20–40 мкм.

Аморфные ленты отжигались при 240°C в течение 5,5 ч в свободном состоянии, или под растягивающей нагрузкой, составляющей 0,8 от разрывной при 240°C. Аморфное состояние сплавов после отжига с нагрузкой или без неё контролировалось дифракцией рентгеновских лучей в больших углах. Часть сплавов обрабатывалась гидростатическим давлением 10 кбар в течение 10 минут.

Контроль нанопористости и её изменение при термомеханических обработках осуществлялся методом малоуглового рентгеновского рассеяния и прецизионного измерения плотности; методика измерений рассмотрено в [1,2].

Прочность определялась при растяжении образцов с постоянной скоростью нагружения $25 \text{ МПа}\cdot\text{сек}^{-1}$ при 18°C . Измерение E проводилось электростатическим методом на изгибных колебаниях на специальной установке [3]. Магнитные характеристики определялись путем регистрации петли гистерезиса.

В результате проведенных исследований установлено, что для всех изученных сплавов отжиг ведет к увеличению E и σ ; этот эффект возрастал при отжиге под нагрузкой. К примеру, для одного из сплавов, значения E и σ в исходном состоянии, после отжига, и после отжига под нагрузкой составили соответственно 96, 111, 120 ГПа (E) и 1460, 1650, 1780 МПа (σ). В отличие от отжига, наложение гидростатического давления привело к небольшому снижению E ; а эффект роста прочности был менее существенным, чем после отжига. Соответствующие значения E и σ для приведенного выше сплава составили после обработки давлением 93 ГПа и 1540 МПа.

Исследования показали, что отжиг, и особенно отжиг под нагрузкой, ведет к увеличению максимальной индукции B_m и падению остаточной индукции B_r . Ранее аналогичный эффект был обнаружен при воздействии на аморфные сплавы гидростатического давления [4].

Изучение методом малоуглового рентгеновского рассеяния и измерения плотности нанопористости аморфных сплавов выявило залечивающее влияние отжига и давления на объем нанопор, при этом максимальное уменьшение нанопористости имело место при отжиге под нагрузкой.

Проведенный анализ позволил сделать вывод, что особенности влияния отжига и давления на E и σ обусловлены различным механизмом залечивания нанопор при отжиге (вязкое течение) и давлении (локализованный сдвиг). В силу этого, в частности, изменение формы пор под действием отжига и давления существенно отличается, что и сказывается, очевидно, на свойствах аморфных сплавов. Микроскопические исследования и их теоретический анализ с позиций нелинейной теории упругости позволили выявить указанные выше особенности влияния давления на форму пор [5].

Обсуждается механизм влияния нанопористости на физико-механические свойства аморфных сплавов. Измерения E проводились Ю.А.Буренковым

Работа выполнена при финансовой поддержке по Программе фундаментальных исследований Президиума РАН П-28 (проект 2.18).

Список литературы

1. В.И.Бетехтин, А.М.Глезер, А.Г.Кадо́мцев ФТТ т.40, №1, 85 (1998)
2. В.И.Бетехтин, А.Г.Кадо́мцев, О.В.Амосова Изв. РАН, сер. Физ.т.67, №6, 812 (2003)
3. Ю.А.Буренков, С.П.Никаноров, А.В.Степанов Изв. АН СССР, сер.физ. т.35, №3, 525 (1971)
4. А.И.Слущкер, В.И.Бетехтин, А.Г.Кадо́мцев, О.В.Толочко ФТФ, т.76, в.12, 57 (2006)
5. В.И.Бетехтин, С.Ю.Веселков, Ю.М.Даль, А.Г.Кадо́мцев, О.В.Амосова ФТТ, т.45, №4, 42 (2003).

РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВАХ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Головин Ю. И.

УИЦ «Нанотехнологии и наноматериалы» ТГУ им. Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, golovin@tsu.tmb.ru,

Под размерными эффектами (РЭ) обычно понимают значительные изменения физико-химических характеристик объекта в результате глубокого варьирования его размеров (size effects) или формы и размерности (dimension effects) при неизменном химическом составе. Именно эти эффекты являются основой новых подходов, развиваемых нанонаукой и нанотехнологиями, которые стремятся придавать материалам принципиально новые свойства благодаря целенаправленному использованию РЭ [1, 2].

Первые наблюдения РЭ описаны в трудах Леонардо да Винчи и относятся к прочности канатов, которая падает с ростом его длины. Статистическая теория прочности Вейбула в макрообъемах и подходы в духе Холла - Петча в микрообласти получили подтверждение в громадном числе экспериментов и пользуются большой популярностью. Однако РЭ в нанобласти не следуют этим теориям и нуждаются в специальном анализе (рис. 1).

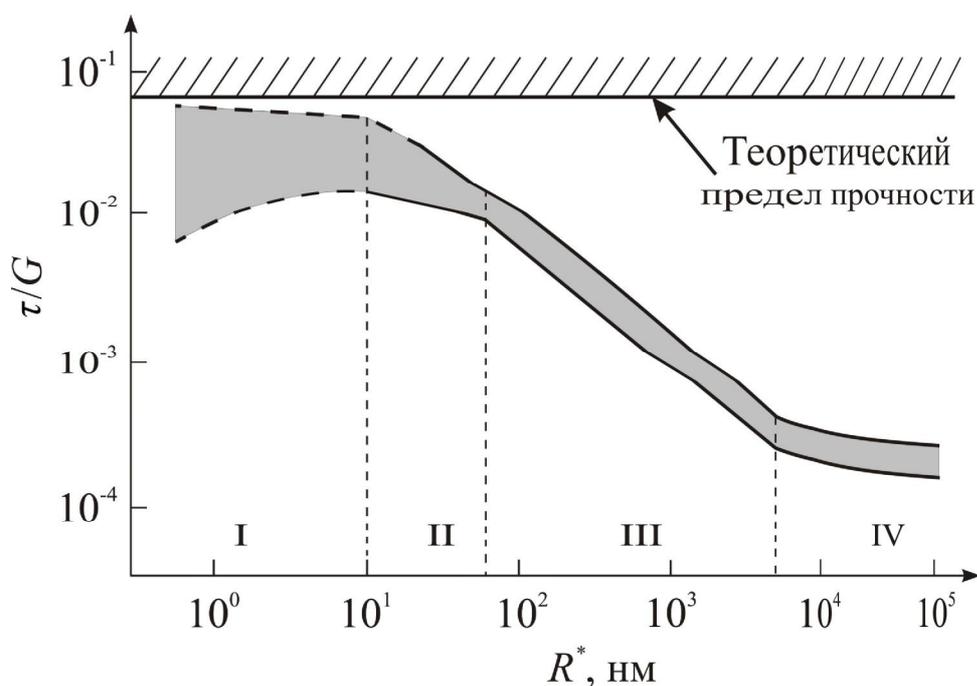


Рис. 1. Схематическое изображение зависимости механических характеристик твердых тел от определяющего размера объекта. Верхние значения соответствуют зависимости твердости, предела прочности от поперечных размеров образца или области локального деформирования монокристаллических материалов. Нижние значения отвечают зависимости предела текучести от размеров зерна поликристаллических или гетерофазных материалов.

I – плохо исследованная область с $R^* \leq 10$ нм, II – наномасштабная область, III – микромасштабная область действия закона Холла – Петча, IV – область проявления статистических масштабных эффектов, согласующихся с теорией Вейбула. G – модуль сдвига.

В работе рассмотрены РЭ, проявляющиеся в атомарных и наномасштабах при исследовании таких механических свойств как пределы текучести и прочности, твердость, вязкость разрушения, коэффициент трения, износостойкость и др. Условно причины РЭ разбиты на две группы – геометрические и физические. Последние могут быть проинтерпретированы с классических или квантовых позиций. Показано, что в области характерных размеров объекта испытания $10 \text{ нм} < R < 100 \text{ нм}$ РЭ могут быть объяснены на основе градиентной теории пластичности, в духе Флека и Хатчинсона, оперирующей статистическими и геометрически необходимыми дислокациями. Наибольшую известность получили работы Никса и Гао в этом направлении [3]. Однако при $R \leq 10 \text{ нм}$ работа дислокационных источников блокируется и наблюдается «дислокационный голод» («dislocation starvation»). Проанализирована роль точечных дефектов, как собственно носителей деформации в этих условиях, так и прекурсоров, облегчающих зарождение дислокаций [4-7]. Показано что вследствие трудностей зарождения термодинамически избыточных точечных дефектов и невозможности зарождения дислокаций предел прочности и пластичности в нанобъемах может достигать теоретического предела прочности идеальной решетки. Эксперименты, проведенные с помощью техники наноиндентирования на моно- и поликристаллах, аморфных материалах, керамиках подтверждают эти положения [8]. В обзоре [8] обобщены сведения о механизмах пластического течения кристаллических материалов в условиях интенсивного локального деформирования, приводятся оценки относительной роли точечных дефектов и дислокаций в массопереносе, возникающем при формировании наноотпечатков.

Сильное упрочнение материала в условиях динамического наноконтактного взаимодействия, имеющего место при сухом трении микрошероховатых поверхностей, абразивном износе, тонком помоле, и др., должно корректно учитываться и использоваться в процессах производства и эксплуатации микро-/нано- электромеханических систем (МЭМС/НЭМС), атомно-силовой микроскопии, механическом шлифовании и полировании поверхности.

Таким образом, в работе проанализированы причины РЭ в механических свойствах в широком диапазоне масштабов и показано, что их изменение от макро- до нано- приводит к смене доминирующих механизмов пластического течения и разрушения твердых тел.

Благодарности:

Работа выполнялась при частичной поддержке РФФИ, гранты №07-02-00906а, №06-08-01433а, и Приоритетной национальной программы «Образование».

Список литературы

1. Springer Handbook of Nanotechnology. (Ed. B. Bhushan). Springer. Verlag. Berlin. 2007. 1500 pp.
2. Ю.И. Головин. Введение в нанотехнику. М.: Машиностроение. 2007. 496 с.
3. W.D. Nix, H. Gao. J. Mech. Phys. Solids. 1998. V. 46. p. 411.
4. Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. Письма в ЖЭТФ. 1994. Т.60, с. 722.
5. J. Li, K.J. Van Vliet, T. Thu, S. Yip, S. Suresh. Phys. Rev. 2003. B67. p. 104105.
6. C.A. Schuh, J.K. Masson, A.C. Lund. Nature Materials. 2005. V. 4. p. 617.
7. P.C. Wo, L. Zuo, A.H.W. Ngan. J. Mater. Res. 2005. V. 20, p. 489.
8. Ю.И. Головин. ФТТ. 2008. Т. 50. №12.

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ МИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Малыгин Г. А.

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия,
malygin.ga@mail.ioffe.ru

Микро- и нанокристаллические металлические и керамические материалы обладают спектром преимуществ по сравнению с их крупнозернистыми аналогами, а именно, имеют высокую прочность при низких и умеренных температурах [1–3] и проявляют уникальные технологические свойства при повышенных температурах. Высокая их прочность при температурах ниже $(0.2–0.3)T_m$, где T_m – температура плавления, является результатом зернограничного упрочнения ультрамелкозернистого материала (эффект Холла-Петча), а уникальные технологические свойства (сверхпластичность) при температурах выше $(0.3–0.5)T_m$ обусловлены явлением зернограничного разупрочнения материалов с ультрамелким зерном.

Целью настоящей работы является краткий обзор экспериментальных и теоретических исследований, проведенных за последние пять лет, посвященных выяснению механизмов зернограничного упрочнения и разупрочнения нано- и микрокристаллических металлов.

1. Эффект Холла-Петча (ХП). На рис. 1 приведена зависимость микротвердости H нанокристаллического сплава Ni–W [2] от размера зерна d при варьировании его в пределах от 2 до 320 нм [2]. Видно, что от 300 до $d \approx 10$ нм микротвердость растет при уменьшении величины зерен в соответствии с соотношением ХП, $H = K_{HP}d^{-1/2}$, где K_{HP} – коэффициент ХП для микротвердости. Однако при дальнейшем снижении размеров зерен, $d < 7$ нм, имеет место сильное отклонение от этого соотношения и возникает так называемый обратный эффект ХП, когда уменьшение величины зерен вызывает не рост микротвердости или предела текучести σ_y ($H \approx 3\sigma_y$), а наоборот – их снижение, то есть наблюдается зернограничное разупрочнение наноматериала [1-3].

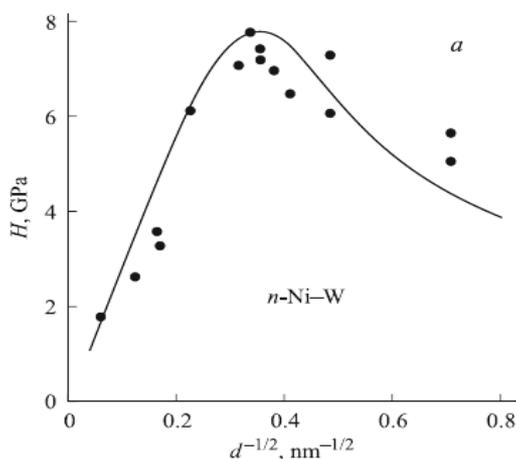


Рис. 1. Зависимость микротвердости наносплава Ni–W [2] от размера зерен d .

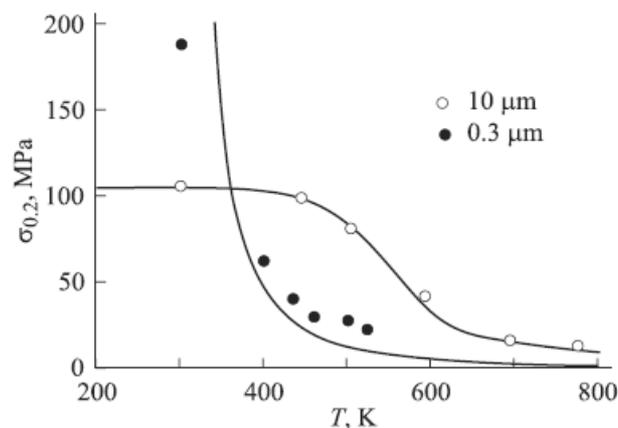


Рис.2. Температурные зависимости пределов текучести образцов сплава Mg–1.5%Mn с различной величиной зерна [4].

В ультрамелкозернистых материалах основным источником дислокаций являются границы зерен. Кроме этого, они выступают в качестве барьеров, препятствующих перемещению дислокаций, а также являются местами, где дислокации аннигилируют. С учетом этих кинетических процессов для ультрамелкозернистого материала получена следующая зависимость его напряжения течения S от величины деформации e , температуры T , размера зерна d и скорости деформации $\dot{\epsilon}$ [3]

$$s(e, d, \dot{\epsilon}, T) = m a m \left(\frac{b}{d} \right)^{1/2} \left[b_0 \exp(-m k_b e) + \frac{b}{k_b} [1 - \exp(-m k_b e)] \right]^{1/2}, \quad (1)$$

где a, b, m и m – соответственно, коэффициент взаимодействия дислокаций, вектор Бюргерса, модуль сдвига и фактор Тейлора для поликристалла. Параметры $b_0 \approx 10^{-2}$ и $b \approx 1$ определяют эффективность границ зерен, соответственно, как источников и барьеров для движения дислокаций; коэффициент аннигиляции дислокаций $k_b = (d_b / d)^2$ определяет интенсивность аннигиляции дислокаций в границах зерен в зависимости от размера зерна, температуры и скорости деформации, $d_b = \left(4hD_{gb}(T) / m \dot{\epsilon} \right)^{1/2}$, D_{gb} – коэффициент зернограницной диффузии).

На рис. 1 кривая построена, согласно соотношению (1) при $s_y = s(e_y, d, \dot{\epsilon}, T)$, $e_y = 0.2\%$ и характеристическом размере зерна $d_b = 80$ nm. На восходящем участке этой кривой коэффициент ХП $K_{HP} = 3m a m (b_0 b)^{1/2}$ определяет зернограницное упрочнение наноматериала. На нисходящем участке зависимость микротвердости от размера зерна имеет вид обратного эффекта ХП $H = 3m a m (b b d / d_b^2)^{1/2} \sim d^{1/2}$ [3] и описывает зернограницное разупрочнение этого материала вследствие аннигиляции дислокаций в границах зерен.

Из-за малой величины нанозерен аннигиляция дислокаций в их границах может протекать при температурах вблизи комнатной, $T \approx (0.2 - 0.3)T_m$. В случае субмикро- и микрозерен для этого требуются более высокие температуры, порядка $(0.4 - 0.5)T_m$. На рис.2 приведены данные [4] по температурной зависимости пределов текучести микро- и субмикрокристаллических образцов сплава Mg-Mn. Видно, что при температурах ниже 330 K ($0.36T_m$) предел текучести образцов с $d = 0.3$ μm в соответствии с нормальным соотношением ХП оказывается больше, чем у образцов с $d = 10$ μm , а при температурах выше $0.36T_m$ он становится меньше, чем у более крупнозернистых образцов, в соответствии с обратным соотношением ХП.

2. Скоростная чувствительность напряжений течения наноматериалов. В

литературе длительное время идет дискуссии относительно механизма пластической деформации наноматериалов, в частности, металлических, с размерами зерен меньше $10-100$ nm [3, 5, 6]. Вначале преобладала точка зрения, что дислокации при размерах зерен меньше $10-20$ nm не вносят вклада в деформацию нанометаллов. В последние пять лет методом молекулярного моделирования структуры нанометаллов [7] и высокоразрешающей электронной микроскопии [8,9] показано, что при указанных размерах зерен наблюдается эмиссия частичных и полных дислокаций из границ нанозерен, их перемещение по объему зерна с последующим поглощением в проти-

воположной его границе. Именно эти процессы учитывает уравнение (1). Сделанная в [9] оценка плотности дислокаций в наномеди показала высокое ее значение $10^{15} - 10^{16} \text{ m}^{-2}$.

Эффективным методом анализа физического механизма пластической деформации кристаллических тел является термоактивационный анализ; в частности, анализ скоростной чувствительностей (СЧ) напряжений течения. Результаты его применения к механизму деформации нанометаллов [10,11] позволили сделать качественный вывод в пользу дислокационного механизма их деформации. Подробный количественный анализ скоростной чувствительности напряжений течения нанометаллов с ГЦК (Cu [10]) и ОЦК (α -Fe [11]) решетками сделан в работе [12].

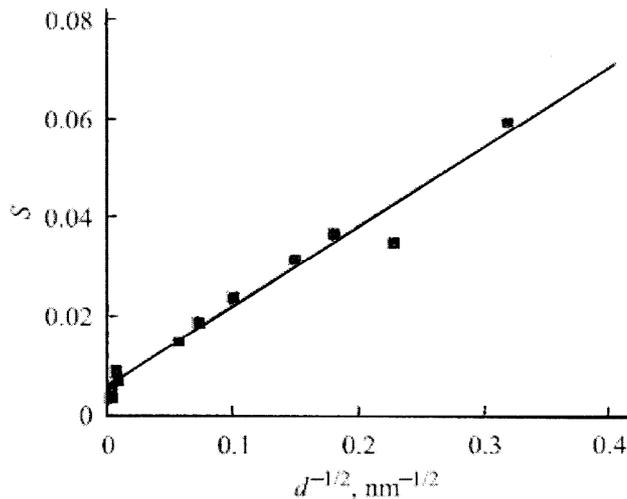


Рис. 3. Зависимость коэффициентов скоростной чувствительности предела текучести S нанокристаллической меди от размера зерна d . Экспериментальные точки – [10], кривая – согласно соотношению (2).

На рис. 3 приведена зависимость коэффициента скоростной чувствительности $S(d) = d \ln s_y(d) / d \ln \dot{\epsilon}$ предела текучести поликристаллической меди $s_y(d) = s(d, e_y)$ от размера зерна в интервале от $d = 10$ нм до 10^5 нм при 293 К, где $e_y = 0.2\%$ [10]. Принимая во внимание соотношение (1) и то, что внутри нанозерен лес дислокаций отсутствует и единственным препятствием для движения дислокаций является лес дислокаций в границах зерен [3], получаем следующую зависимость коэффициента S от размера зерна, согласующуюся с экспериментом (прямая линия на рис. 3),

$$S(d) \approx S_d \left(1 + (b/b_0 d)^{1/2}\right) \sim d^{-1/2}, \quad (2)$$

где S_d – коэффициент СЧ напряжений течения в крупнозернистой меди. Препятствиями для движения дислокаций в ней являются дислокации леса внутри зерен.

3. Улучшение пластических свойств наноматериалов. Металлы с ультрамелким зерном пластичны (сверхпластичны) при повышенных температурах, но при низких и умеренных температурах быстро теряют пластическую устойчивость при растяжении и разрушаются с образованием шейки после 1–3 % деформации. Это обусловлено тем, что границы нанозерен интенсивно эмиттируют дислокации, вызывая падение напряжений, поскольку внутри нанозерен отсутствует такой эффективный механизм деформационного упрочнения как лес дислокаций [3]. В результате критерий макроустойчивости деформации Консидера $ds/de > s$ нарушается на ранней стадии пластической деформации наноматериала.

Для улучшения пластических свойств нанометаллов в [13,14] предлагается создавать композитные, бимодальные зеренные структуры, содержащие помимо нанозерен, некоторую долю f зерен микронного, 1-10 μm , масштаба, повышающую в среднем пластичность композита вследствие образования ячеистой дислокационной структуры в микрозернах, но сохраняющую достаточно высокую прочность наномикрокомпозита как целого.

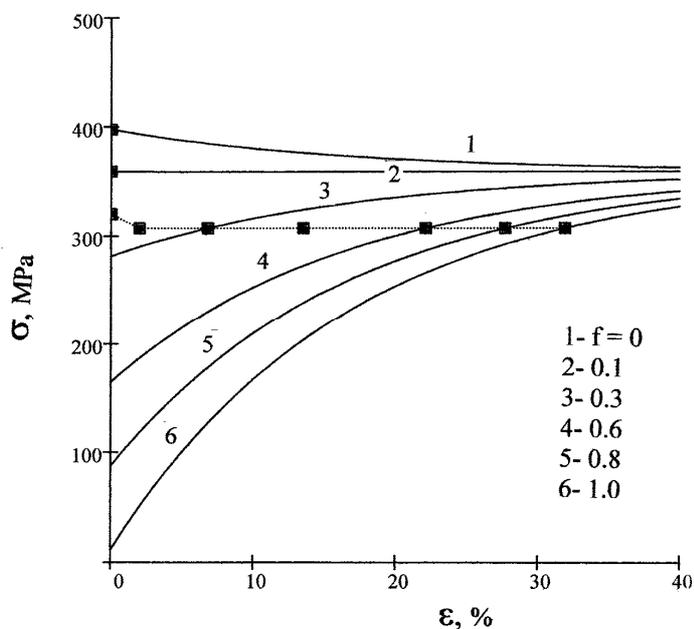


Рис. 4. Кривые деформации бимодальных нанозеренных структур с различной объемной долей f микрозерен.

На рис. 4 приведены результаты расчета [15] кривых деформационного упрочнения бимодальных зеренных структур при варьировании объемной доли микрозерен f от 0 (кривая 1) до $f = 1$ (кривая 6). Размеры нанозерен и микрозерен в бимодальной структуре равнялись соответственно 30 нм и 10 мкм. Черными квадратиками на рисунке отмечены значения равномерной деформации ϵ_u , когда, согласно критерию Консидера, композит теряет пластическую устойчивость. Видно, что при $f > 0.3$ величина равномерной деформации становится достаточной, чтобы удовле-

творять практическим требованиям, при этом прочность наноматериала существенно не снижается. В [16] найдено также, что рост дисперсии нанозерен по размерам сопровождается, начиная с некоторого критического значения дисперсии, ростом величины равномерной деформации.

Список литературы

1. S. Cheng, E. Ma, Y. Wang et al. *Acta Mater.* 53, 1521 (2005).
2. A. Giga, Y. Kimoto, Y. Takigawa et al. *Scripta Mater.* 55, 143 (2006).
3. Г.А. Малыгин. *ФТТ* 49, 961 (2007).
4. R.Z. Valiev, N.A. Krasilnikov, N.K. Zenev et al. *Mater. Sci. Eng. A* 137, 351 (1991).
5. D. Wolf, V. Yamakov, A. Mukherjee, H. Gleiter. *Acta Mater.* 53, 1 (2005).
6. M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson. *Progr. Mater. Sci.* 51, 427 (2006).
7. A.G. Frøset, P.M. Derlet, H. Van Swygenhoven. *Acta Mater.* 52, 5263 (2004).
8. K. M. Youssef, R.O. Scattergood, K.L. Morton et al. *Appl. Phys. Lett.* 87, 091904 (2005).
9. X.-L. Wu, E. Ma. *Appl. Phys. Lett.* 88, 231911 (2006).
10. J. Chen, L. Lu, K. Lu. *Scripta Mater.* 54, 1913 (2006).
11. Q. Wei, S. Cheng, K.T. Ramesh, E. Ma. *Mater. Sci. Eng. A* 381, 71 (2004).
12. Г.А. Малыгин. *ФТТ* 49, 2161 (2007).
13. E. Ma. *Scripta Mater.* 49, 663 (2003).
14. J. Gil Sevillano, J. Aldzabal. *Scripta Mater.* 51, 795 (2004).
15. Г.А. Малыгин. *ФТТ* 50, 990 (2008).
16. Г.А. Малыгин. *ФТТ* 50, 1013 (2008).

НОВЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КАРБИДОКРЕМНИЕВЫХ ПОКРЫТИЙ

Филонов К. Н., Курлов В. Н., Классен Н. В., Штейнман Э. А.

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка Московской обл., Россия
kurlov@issp.ac.ru

В связи с уникальным комплексом свойств карбидокремниевой конструкционной керамики вопросы её получения и изучения находятся в центре внимания исследователей и технологов, как в России, так и за рубежом. Наряду с разработкой керамических материалов на основе SiC, большое значение уделяется исследованию возможности получения карбидокремниевых наноструктурированных покрытий, существенно повышающих рабочие температуры в окислительной атмосфере, обладающих высокой химическим сопротивлением, газоплотностью, радиационной стойкостью, механической прочностью и хорошей адгезией при высоких температурах. Технология получения покрытий из карбида кремния может применяться для решения ряда технических задач: получения тиглей и других деталей оснастки для плавки металлов (серебра, золота, меди, алюминия и т.д.), получения элементов конструкций авиационной и ракетной техники; конструкционных компонентов атомных реакторов, в производстве нагревательных элементов на основе карбида кремния или графита, способных работать в окислительной атмосфере при температуре до 1600°C.

Наши исследования структуры и свойств карбидокремниевых покрытий на различных подложках в зависимости от условий их получения показали, что в ряде случаев образуются наноструктурированные покрытия, физико-химические свойства которых обладают вышеперечисленными достоинствами.

В частности, наноструктурированные карбидокремниевые покрытия с высокими техническими параметрами образуются при взаимодействии расплава (или паров) кремния и углерода, находящегося в газообразном состоянии за счет расщепления молекул углеводорода.

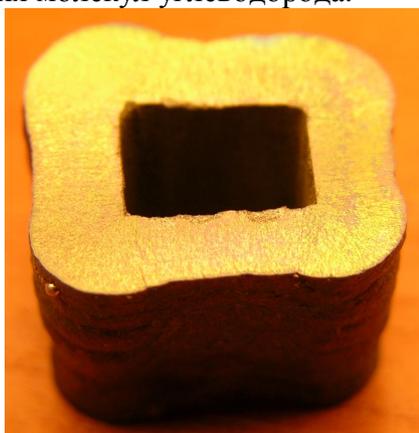


Рис. 1. Профилированный карбид кремния.

Разработанная методика позволяет получать покрытия различной толщины (от долей микрона до сантиметровых масштабов) на изделиях различных геометрических форм: цилиндр, многогранник, пластина, стержень и др. Возможность нанесения карбидокремниевых покрытий на удаляемые (например, графит) подложки различных конфигураций позволяют получить макроскопические изделия сложной формы (профилированный карбид кремния) из наноструктурированного карбида кремния. В качестве примера (рис. 1) показано полое изделие из SiC, полученное таким образом.

Состав покрытия можно контролируемым образом варьировать от высокочистого и стехиометрического до содержащего заданные концентрации необходимых легирующих элементов.

В зависимости от скорости подачи, давления и температуры паров кремния и газообразного углерода в зоне взаимодействия можно в широких пределах менять

размер зерна карбидокремниевого покрытия (от микрокристаллического до наномасштабного), степень пористости, атомарную структуру межзеренных границ, управлять составом политипов и морфологией SiC.

В зависимости от применения можно контролируемым образом получать либо беспористые покрытия, состоящие из нанокристаллитов с однородным распределением по размерам зерен, либо покрытия, образованные наночастицами SiC, агрегированными в кластеры с контролируемым содержанием нанопор.

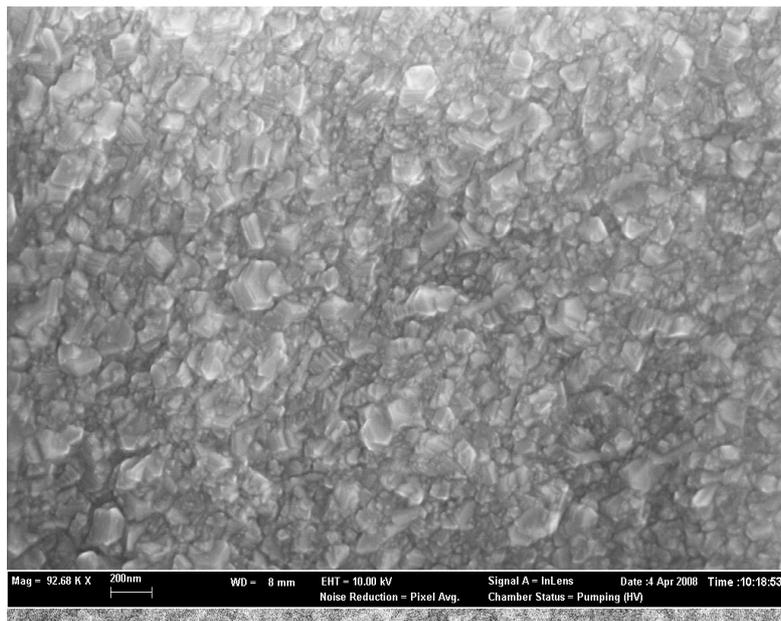


Рис. 2. Покрытие из SiC нанокристаллитов.

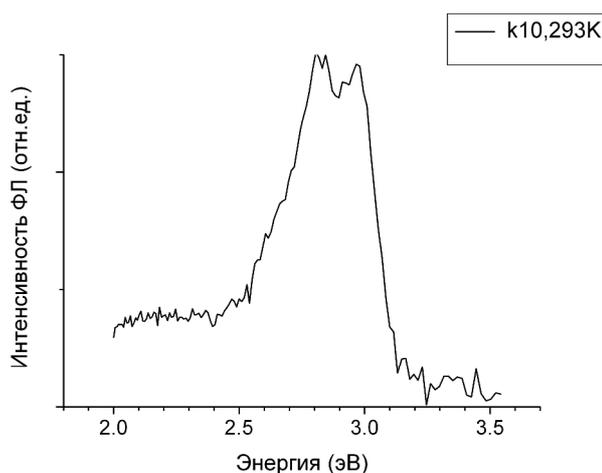


Рис. 3. Фотолюминесценция пленок SiC.

Причем, наиболее вероятно, что это 4H-SiC.

Этот факт говорит о том, что межкристаллитные границы между нанозернами в данном случае не являются центрами безизлучательной рекомбинации, что обычно наблюдается у поликристаллов с микронными размерами зерен. Следовательно, межзеренные границы в наноструктурированных покрытиях (а в этом случае речь идет о пленках SiC) обладают высокой степенью когерентности межатомных связей.

Например, на рис 2 показано покрытие, состоящее из SiC нанокристаллитов со средним размером 70 нм, кристаллическая структура соответствует чистому гексагону (политип 6H). Таким же образом могут быть получены покрытия, образованные другими структурами SiC (от кубической 4C до обширного многообразия политипов).

Важно отметить, что в ряде случаев покрытия SiC обладают высокой эффективностью фотолюминесценции (ФЛ). На рис.3 приведен спектр ФЛ одного из образцов при возбуждении ультрафиолетовым лазером с длиной волны 325 нм. Высокая интенсивность спектра и относительно узкое спектральное распределение свечения при комнатной температуре свидетельствует о хорошем качестве пленки. Положение максимума полосы ФЛ говорит о том, что в данном случае мы имеем дело с одним из гексагональных политипов.

В качестве примера высокой химической прочности и стойкости к термоудару такого типа покрытий на рис. показан нагреватель, выполненный и керамики на основе карбида кремния с антикоррозионным покрытием из наноструктурированного SiC, рис. 4. Данные нагреватели работают в условиях агрессивных сред при температурах, превышающих 1500°C и выдерживают многократные быстрые нагрев и охлаждения (несколько секунд). Для сравнения отметим, что силитовые нагреватели из обычной SiC керамики требуют очень медленных скоростей нагрева и охлаждения (не быстрее 150 градусов в час, т.е. для нагрева до температуры 1500°C требуется 10 часов).



Рис. 4. Нагреватель из керамики на основе карбида кремния с антикоррозионным покрытием из SiC нанокристаллитов

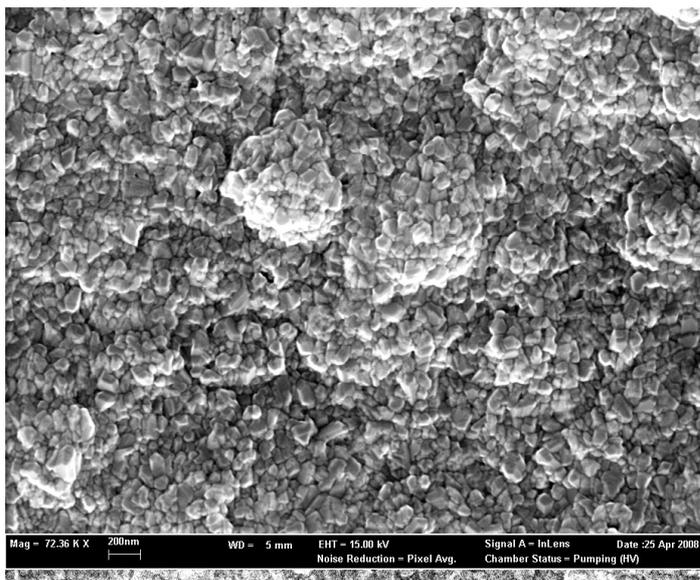


Рис. 5. Карбидокремниевое покрытие из наночастиц, агломерированных в кластеры (двухуровневая структура).

Противоположный по морфологии случай показан на рис. 5, где изображена двухуровневая структура. Данная структура состоит из наночастиц SiC размерами от 10 до 80 нм, агломерированных в кластеры размерами до нескольких десятков микрон и для ряда конкретных применений обладают существенными преимуществами. Например, для материалов, работающих в условиях интенсивной радиации, большую положительную роль играет наличие нанополостей, обеспечивающих быстрый выход и аннигиляцию радиационных дефектов. Таким образом, радиационная прочность конструкционного элемента из такого материала (в случае ядерных реакторов это элементы теплозащиты, трубопроводов и насосов для транспортировки теплоносителя, механические узлы перемещения замедляющих стержней и т.д.) может быть повышена на несколько порядков.

Обычно время выхода дефекта на поверхность частицы определяется выражением $\tau = R^2/D$, где R – радиус частицы, а D – коэффициент диффузии. При характерных радиусах наночастиц 20 нм и типичной величине коэффициента самодиффузии порядка 10^{-12} см²/с время аннигиляции радиационных дефектов составляет всего несколько секунд. При потоках радиации в действующих реакторах 10^{12} см⁻²с⁻¹ и коэффициенте поглощения радиации карбидом кремния порядка 1 см⁻¹ интервал времени между актами поглощения отдельно взятой наночастицы превышает 1000 секунд, что намного превышает время аннигиляции радиационных дефектов. Таким образом, карбидокремниевые покрытия с такой структурой обладают большим запасом радиационной прочности для работы в активных зонах атомных реакторов.

НОВЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ

Филонов К. Н.¹, Курлов В. Н.¹, Классен Н. В.¹, Самойлов В. М.², Водовозов А. Н.³

¹ Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка Московской обл., Россия

² ФГУП «НИИГрафит», г. Москва,

³ ООО «Галф», г. Москва

kurlov@issp.ac.ru

В настоящее время проявляется большой интерес к керамическим композиционным материалам на основе карбида кремния, которые широко востребованы в машиностроении, предприятиях оборонной, металлургической, пищевой, химической, нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности. Среди областей применения можно выделить пары трения, сухие газодинамические уплотнения, радиальные подшипники скольжения, работающие в жестких условиях абразивных и химически активных сред при высоких температурах, фильтры, распылительные сопла, термопарные чехлы, элементы конструкций роторных двигателей и двигателей с турбонаддувом. Существуют различные способы получения карбидокремниевых материалов, такие как силицирование графита, получение реакционносвязанного SiC, или же получение самосвязанного SiC методом горячего прессования. Однако каждый из этих способов имеет ряд технологических ограничений и характеристики получаемых карбидокремниевых керамических материалов часто не удовлетворяют современным требованиям.

Нами разработан принципиально новый метод получения *многофункциональной и недорогой* карбидокремниевой керамики. Безусловным достоинством разрабатываемого способа получения SiC керамики является его простота, дешевизна используемого оборудования, возможность в широких пределах варьировать составом и структурой керамики в зависимости от конкретного применения и принципиальное отличие от существующих способов синтеза карбидокремниевых материалов и изделий из них.

Технология получения карбидокремниевой керамики основана на механизме взаимодействия расплава кремния с углеродом, находящимся в заранее скомпонованной заготовке определенного состава (углерод, карбид кремния, органическая связка) и пористости, рис. 1.

Большое значение в разработках уделяется исследованию возможности получения наноструктурированной карбидокремниевой керамики, которая обладает существенно более высокими прочностными характеристиками по сравнению с керамикой с микроскопическим размером зерен. Использование нанопорошков углерода и карбида кремния позволяет контролировать и управлять в широком диапазоне свойствами получаемых на их основе композиционных материалов. Управление соотношением SiC/C и дисперсностью углерода и карбида кремния в исходной заготовке позволяют варьировать в широком диапазоне структуру карбида кремния, содержание остаточного кремния и оптимизировать технологический процесс применительно к требованиям, предъявляемым условиями эксплуатации изделия. В частности, использование нанопорошков карбида кремния в исходных заготовках позволяют получить карбид кремния с высокой плотностью (3,1-3,15 г/см³) и низким содержанием остаточного кремния (< 5%), рис. 2 – материал аналогичный по своим

свойствам, но существенно более дешевый по сравнению с горячепрессованным карбидом кремния.

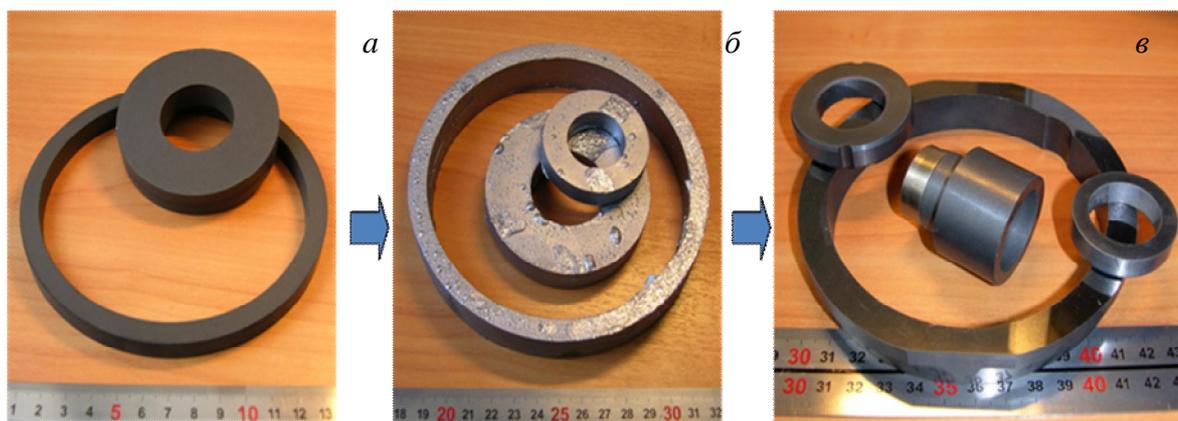


Рис. 1. Последовательность получения карбидокремниевой конструкционной керамики: а) карбидкремний-углеродные заготовки, б) заготовки после силицирования, в) финишные изделия.

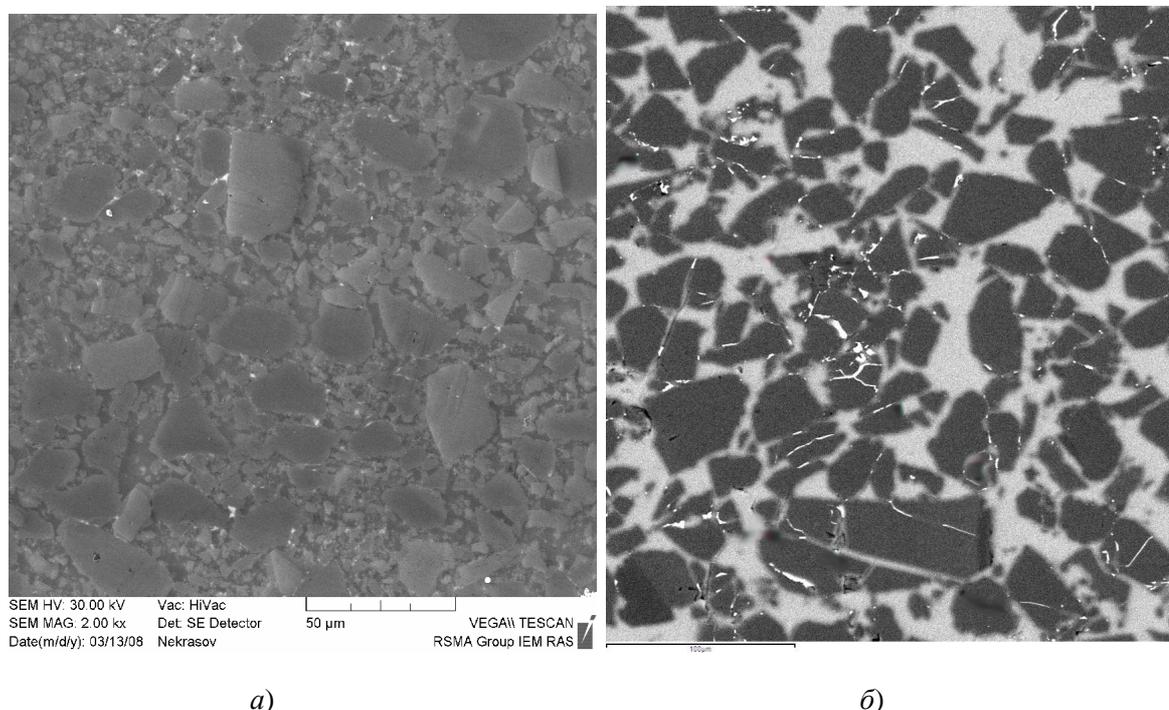


Рис. 2. Структура SiC керамики с низким (а) и высоким (б) содержанием остаточного кремния (на фотографиях – светлые включения).

Способ позволяет менять в широких пределах количество кремния и углерода объеме керамики в зависимости от применения. В частности наличие остаточного кремния позволяет повысить ресурс работы (существенно повысить трещиностойкость) в условиях резкого перепада температур. Содержанием остаточного углерода можно управлять фрикционными свойствами этого материала. Технология получения защитных антикоррозионных покрытий из карбида кремния резко поднимает рабочие температуры керамики SiC-Si с 1300°C до 1500°C.

В сравнении с традиционными керамическими материалами на основе SiC, новая конструкционная керамика обладает более высокими химической стойкостью, механической, термической и радиационной прочностью, износостойкостью, надежностью, ресурсом эксплуатации, стабильностью параметров и рабочими температурами до 1500°C.

Для успешной коммерциализации разработанной технологии можно выделить следующие факторы:

- конкурентноспособность материала по сравнению с лучшими мировыми аналогами;
- большой дефицит подобного материала на внутреннем и внешнем рынке;
- низкая себестоимость изделий, которая определяется простотой процесса, его воспроизводимостью в промышленных масштабах, возможностью использования дешевых и доступных сырьевых материалов;
- экологическая чистота разрабатываемой технологии;
- наличие положительного опыта взаимодействия с компаниями, занимающимися обработкой материала и потребителями карбидокремниевых материалов.

ЭМ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ВЫСОКОСКОРОСТНАЯ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬ НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ

Мышляев М. М.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва,
Институт физики твёрдого тела РАН, Черноголовка*

Выполнен анализ структурного состояния наноструктурных алюминий-литиевых сплавов методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии с использованием методики дифракции обратно рассеянного электронного пучка. Получены статистические данные о кристаллографических ориентировках, размерах и разориентировках зерен и субзерен в сплавах.

Наноструктурное состояние в сплавах было сформировано посредством их интенсивной пластической деформации методом многоциклового равно-канального углового прессования.

Проведены исследования механического и структурного поведения сплавов в широких интервалах температуры и скорости деформации. Для изучения сверхпластичного течения проведены механические испытания образцов на одноосное растяжение при постоянной скорости деформирования.

Изучено структурное поведение в условиях сверхпластичности. Установлены закономерности эволюции зеренной и субзеренной структур в сплаве в ходе сверхпластичного течения. Получены статистические данные об эволюции вышеуказанных элементов структуры и их характеристик.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований.

ИЗМЕНЕНИЕ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ И НАНОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ГОРЯЧЕКАТАНЫХ ФОЛЬГ МО В ПРОЦЕССАХ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И РАСТЯЖЕНИЯ В СВЕРХВЫСОКОМ ВАКУУМЕ

Корсуков В. Е., Князев С. А., Корсукова М. М., Крымов В. М., Обидов Б. А.

Физико-технический институт имени А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
vjacheslav.korsukov@mail.ioffe.ru

Данная работа является продолжением серии экспериментов, проводимых в ФТИ им. А.Ф. Иоффе, по исследованию структурных изменений на поверхности твердых тел при механическом воздействии [1–3]. Образцами служили фольги Мо размерами $20 \times 5 \times 0,02 \text{ mm}^3$, которые подвергались рекристаллизации и растяжению в сверхвысоком вакууме. Методами дифракции медленных электронов (ДМЭ) и электронной оже спектроскопии (ЭОС) производился мониторинг поверхности в процессе рекристаллизации и одноосного растяжения.

Подготовка поверхности образцов состояла из чередования прогревов в сверхвысоком вакууме (СВВ) и кислороде [2]. Из картин ДМЭ, представленных на рис. 1, следует, что в процессе собирательной рекристаллизации наблюдается укрупнение зерен. Отдельные блочные структуры разориентированы как относительно поверхности фольги, так и нормали к ней [4-5]. На последнем этапе рекристаллизации на поверхности образуются отдельные блоки, состоящие из доминирующей грани (100) со структурой 1×1 . Разориентация отдельных блоков друг относительно друга лежит в пределах $3 \div 10^\circ$.

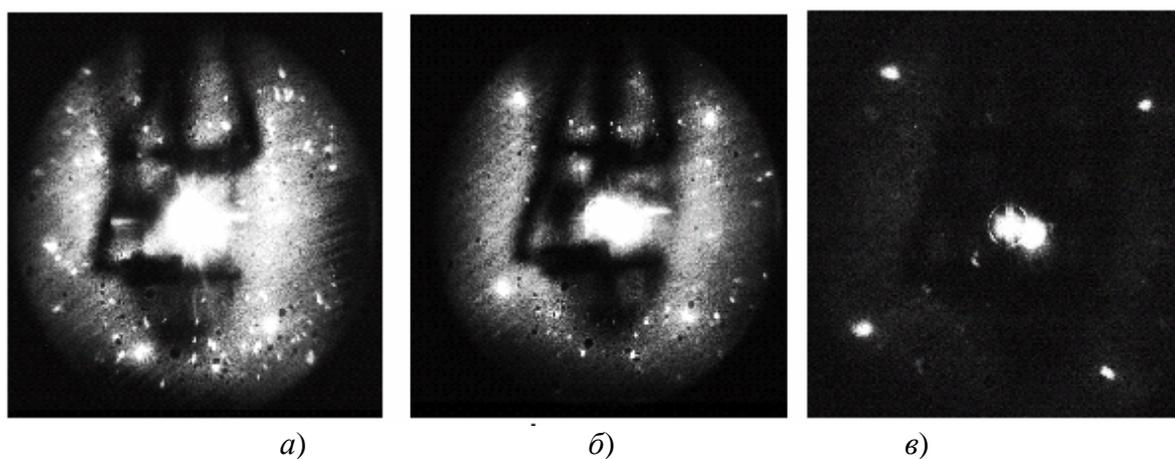


Рис. 1. Изменение картин ДМЭ при рекристаллизации молибдена.

Данные по влиянию одноосного растяжения на картины ДМЭ приведены на рис. 2., где показано изменение одного из рефлексов Мо(100) в процессе одноосного растяжения. Фиксировались изменения картин дифракции на участке, находившемся в непосредственной близости к месту разрыва образца. Видно, что происходит размывание основного интенсивного рефлекса и появление слабых дополнительных рефлексов. Это свидетельствует о деструкции грани (100) и образовании множества мелких кристаллитов. При этом может происходить разворот блочных структур как в латеральной плоскости, так и относительно ее.

Схема разворота блочных структур в латеральной плоскости показана на рис. 2. Однако предложенная интерпретация изменения картин ДМЭ является вероятной, но неоднозначной. Для проверки предложенной схемы методом АСМ были сняты рельефы поверхности рекристаллизованного образца и образца после разрыва.

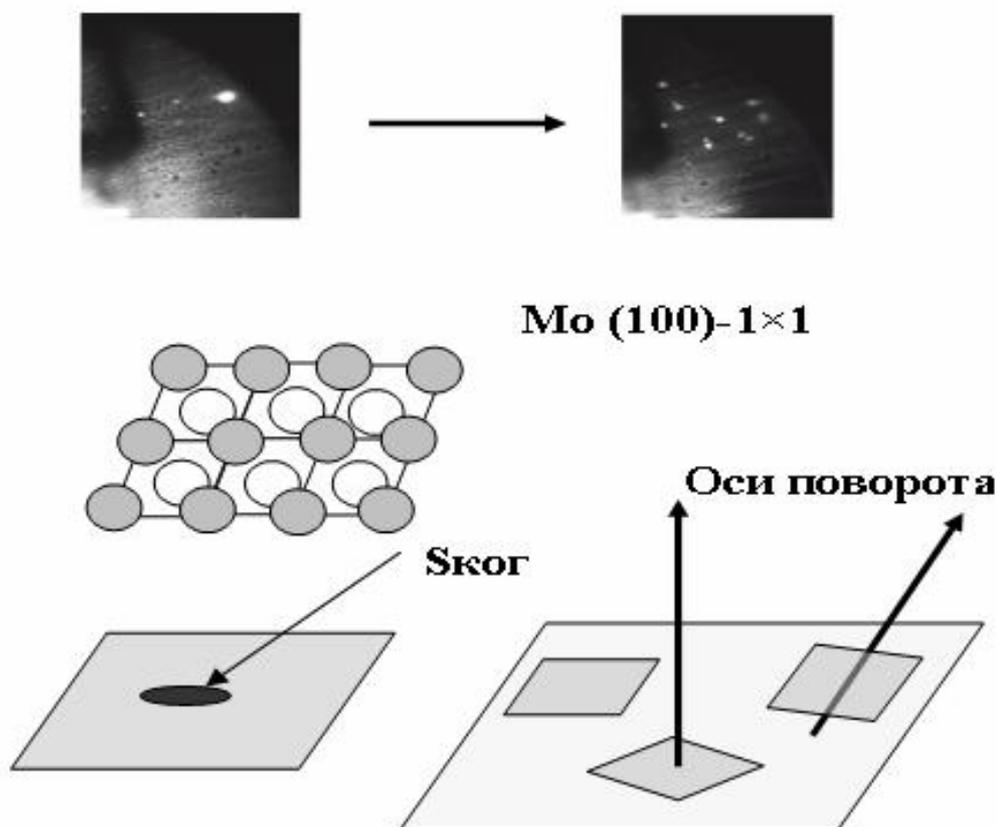


Рис. 2. Изменение картин ДМЭ и схема разворота блочных структур на поверхности при одноосном растяжении образца

На рис.3 показаны рельефы рекристаллизованных поверхностей исходного (ненагруженного) и разорванного образцов. На этом же рисунке помещены и профили поверхности, измеренные по белым линиям. Видно, что в микронном масштабе рельефы изменяются. Происходит огрубление рельефа после нагружения, виден выход полосы скольжения на поверхность. В нанометровом диапазоне, на первый взгляд, рельефы поверхностей нагруженного и ненагруженного образцов похожи. Однако если проанализировать системы профилей образцов, то различие наблюдается. Профили рельефа исходной поверхности - атомно гладкие. Перепады высот составляют $1\div 2 \text{ \AA}$, что совпадает с разрешением АСМ метода по высоте. Перепады высот на нагруженной поверхности составляют $\sim 5 \text{ \AA}$, что больше разрешающей величины метода. Перепад высот происходит плавно, что свидетельствует о том, что формируется слабо гофрированная структура. Такая структура может формироваться при развороте блочных структур, дающих вклад в картины дифракции, в направлении, перпендикулярном латеральной плоскости.

Авторы благодарят А.В. Анкудинова за предоставление данных АСМ.

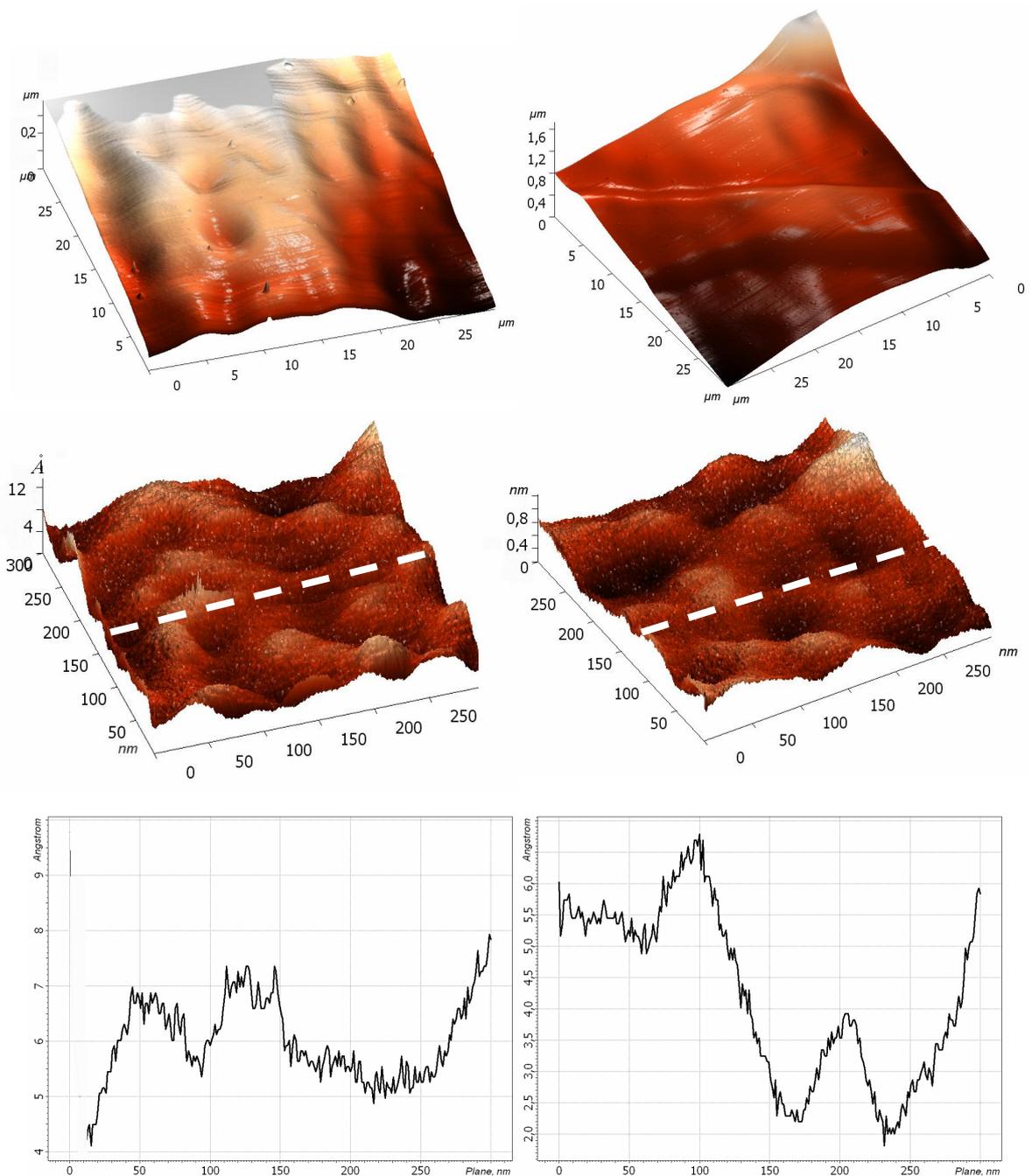


Рис. 3. АСМ рельефы и профили поверхностей исходного (левая колонка) и разорванного образца (правая колонка).

Список литературы

1. Корсуков В.Е., Князев С.А., Лукьяненко А.С., Назаров Р.Р. ФТТ, **30**, 2380 (1988).
2. Князев С.А., Корсуков В.Е. ФТТ, **47**, 133-136 (2005).
3. С.А. Князев, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, И.И. Пронин, К Schierbaum. ЖТФ, **77**, В. 5, С. 140 (2007).
4. Зырянов Г.К., Князев С.А., Махнюк В.П. ЖТФ, **45**, 666 (1975).
5. Оура К., Лифшиц В.Г, Саранин А.А. и др. Введение в физику поверхности, М.: Наука, 2006. 490 С.

ИЗМЕНЕНИЕ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ И НАНОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ХОЛОДНОКАТАННЫХ ФОЛЬГ ПЛАТИНЫ ПРИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ В СВЕРХВЫСОКОМ ВАКУУМЕ

Корсуков В. Е., Князев С. А., Корсукова М. М., Крымов В. М., Обидов Б. А.,
Пронин И. И., Анкудинов А. В.

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
vjacheslav.korsukov@mail.ru

Для получения структур, перспективных для изготовления наносенсоров, на монокристаллических подложках Pt (111) выращивают монослойные островковые структуры окислов переходных и редкоземельных металлов, таких как окись титана, окись ванадия и окись церия [1-3]. Высокая стоимость чистых монокристаллов платины не позволяет широко использовать наносенсорные устройства, изготовленные на их основе. В связи с этим использование в качестве подложек фольг платины вместо монокристаллов представляет значительный интерес и может послужить основой альтернативного метода получения ультратонких пленок металлических окислов.

Платиновая проволока (чистота 99,99 масс.%) прокатывалась до получения фольг толщиной от 50 до 10 μm . Степень обжата варьировалась от 10 до 50. После этого поверхности фольг подвергались механической и электрохимической полировке. На завершающем этапе рекристаллизация образцов фольг и очистка их поверхности производилась в сверхвысоковакуумных (СВВ) установках для анализа химического состава и рельефа и атомной структуры поверхности. Очистка и рекристаллизация производилась путем чередования циклов прогрева образцов в атмосфере кислорода при парциальном давлении O_2 10^{-4} Па при температуре $800 \div 1000$ К и отжига в сверхвысоком вакууме при температуре ~ 1100 К. При этом осуществлялся мониторинг поверхности фольг методами ЭОС, ВИМС, ДМЭ, и др. [4].

На рис. 1 показаны картины ДМЭ от поверхности платиновых фольг на различных стадиях очистки и рекристаллизации в СВВ. Видно, что по мере увеличения циклов отжига в СВВ и кислороде дифракционная картина изменяется, что отвечает более чистой и совершенной монокристаллической поверхности фольги.

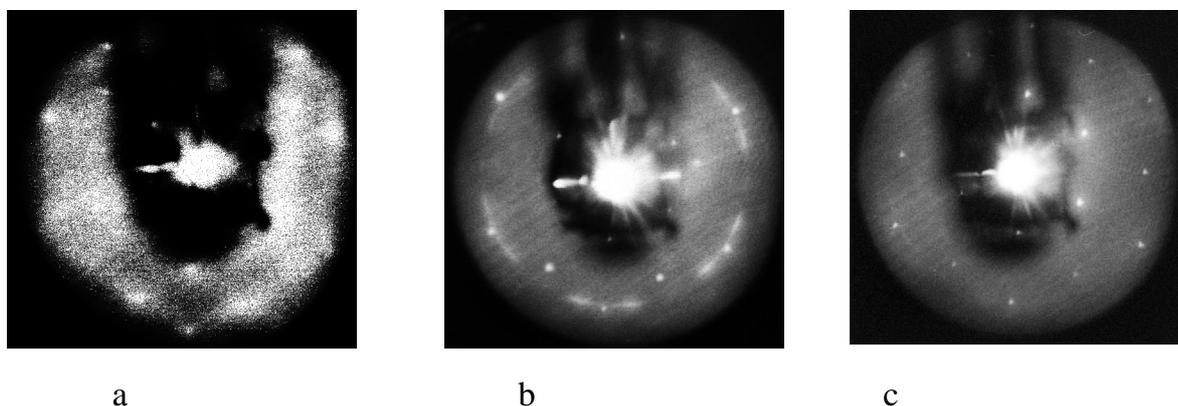


Рис.1. Картины ДМЭ в процессе рекристаллизации платиновой фольги: (a) – начальный этап; (b) – Pt, покрытая островками графита; (c) – атомно чистая поверхность Pt (111).

На рис.2. показаны АСМ изображения поверхности рекристаллизованной фольги в различных масштабах. Видно, что существуют участки поверхности, где на протяжении 4000 \AA рельеф поверхности атомно гладкий (рис.2 *c,d*). Это подтверждают и данные СТМ (рис.3а,с). Таким образом, путем варьирования режимов прокатки, полировки, очистки и отжига Pt фольг в сверхвысоком вакууме нам удалось получить атомно чистые и атомно гладкие поверхности со структурой, близкой к структуре поверхности монокристалла Pt (111)1x1. Такие подложки могут быть использованы в дальнейшем для выращивания монослойных наноразмерных островковых структур на основе окиси титана, окиси ванадия окиси церия и др. [1,2,4].

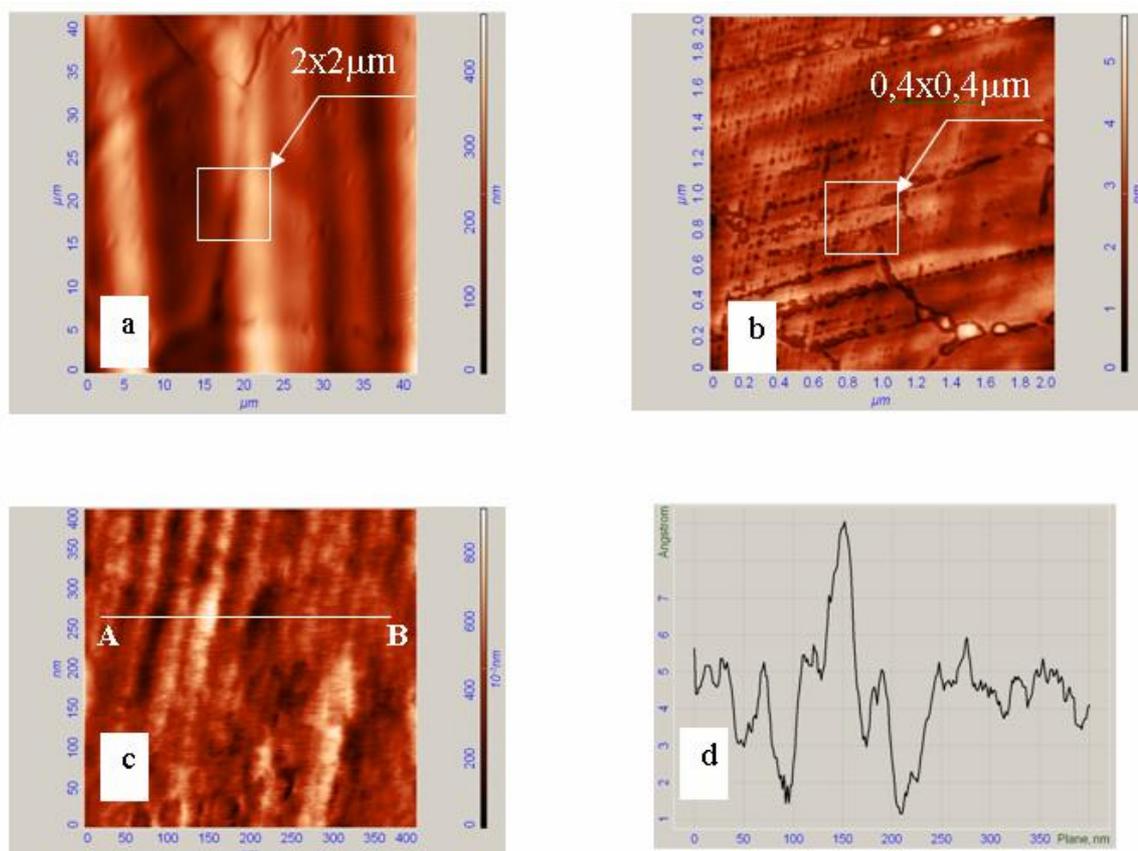


Рис. 2. АСМ изображение поверхности фольги Pt (111) в различных масштабах – (*a,b,c*); (*d*) - профиль рельефа поверхности по линии А–В.

Помимо атомно гладких поверхностей, нам удалось получить также образцы фольг платины с гофрированными поверхностями. На рис. 3 *b,d* приведены СТМ изображения таких поверхностей. На наш взгляд такие образцы перспективны для создания биосенсорных устройств. По нашему мнению, образованию атомно гладких монокристаллических структур на поверхности платины способствуют выход на поверхность фольги ячеистых дислокационных структур при отжиге образцов в СВВ. При выходе на поверхность фрагментированных дислокационных структур образуются гофрированные участки поверхности. Сами дислокационные структуры в объеме фольг создаются во время прокатки. [5].

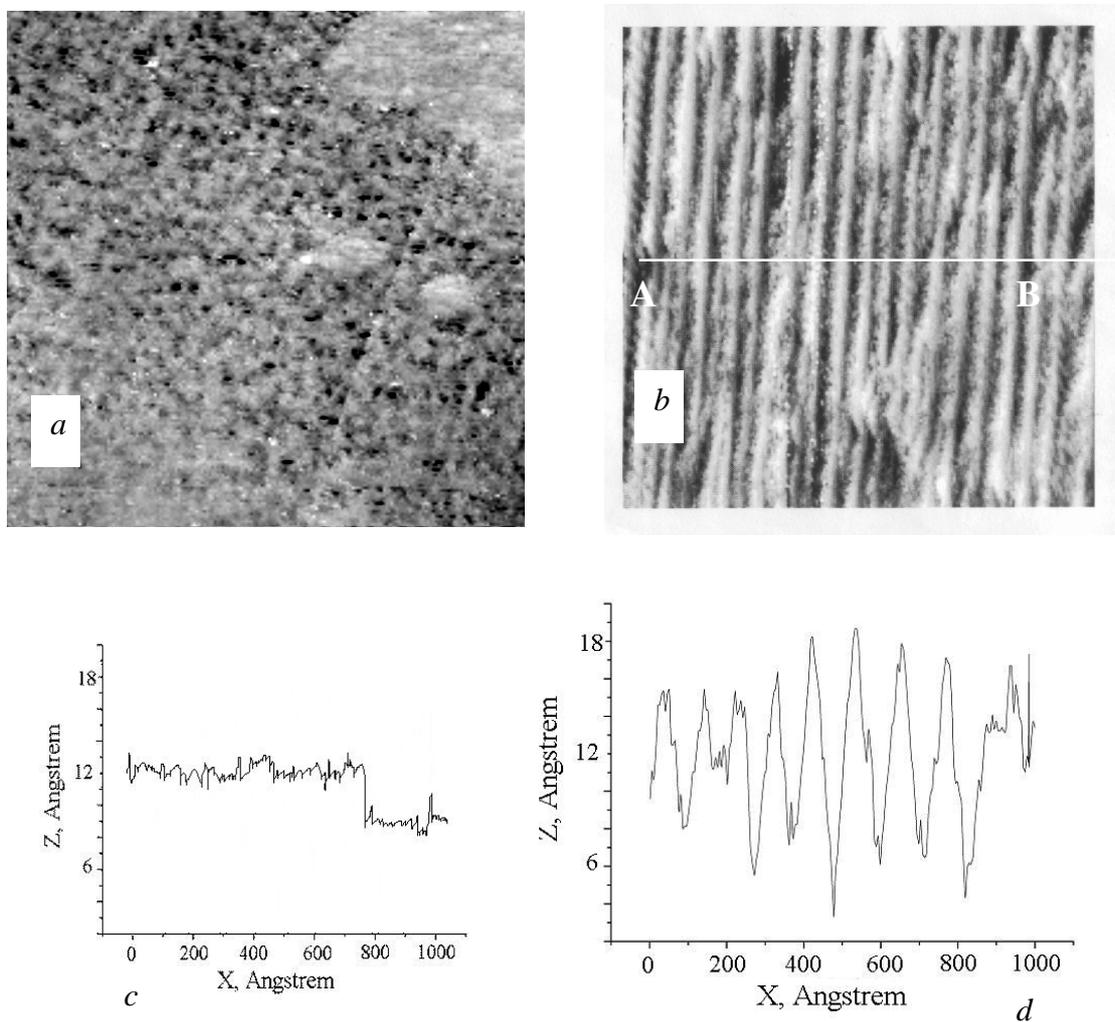


Рис. 3. СТМ изображения поверхности различных участков рекристаллизованных образцов Pt (111): *a* – участок с протяженными атомными ступенями, *c* – профиль этого участка; *b* – участок с гофрированной поверхностью, *d* – профиль гофрированной поверхности по линии А–В.

Список литературы

1. Sedona F., Rizzi G.A., Agnoli S., Llabres I Xamena F.X., Papageorgiou A., Osterman D., Sambri M., Finetti P., Schierbaum K. and Granozzi G. *Phys. Chem.* **B**, **109**, 24411 (2005).
2. Berner U. and Schierbaum K.-D. *Phys. Rev.* **B**, **65**, 235404-1 (2002).
3. Князев С.А. и Корсуков В.Е. *ФТТ*, **47**, 876 (2005).
4. С.А. Князев, В.Е. Корсуков, М.М. Корсукова, И.И. Пронин, К Schierbaum. *ЖТФ*, **77**, В. 5, С. 140 (2007).
5. Г.А. Малыгин. *ФТТ*, **47**, 1392 (2007).

ВЛИЯНИЕ НАНОБЛОЧНОЙ СТРУКТУРЫ НИКЕЛЯ НА ЕГО ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

Ивченко В. А., Медведева Е. В., Эфрос Б. М.*

Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург, Россия,

ivchenko@iep.uran.ru

** Донецкий физико-технический институт НАН Украины, Донецк, Украина,*

efros@mail.ur

В работе исследовалось влияние интенсивной пластической деформации (пакетная гидроэкструзия) на атомную структуру и физико-механические свойства никеля. Прямое изучение атомной структуры никеля, деформированного до $\epsilon \gg 12$, проведено методом полевой ионной микроскопии (ПИМ). Использование ПИМ позволило непосредственно визуализировать и регистрировать атомно-чистую поверхность Ni, и проанализировать материал в приповерхностном объеме с пространственным разрешением отдельных поверхностных атомов и таким образом однозначно определить полученные на поверхности и в приповерхностном объеме структурные изменения и новые, возникшие под влиянием интенсивной пластической деформации, кристаллические структуры.

В результате с помощью ПИМ обнаружена блочная нанокристаллическая структура (с размерами блоков от 1 до 10 нм) в объеме зерен никеля, подвергнутого интенсивной пластической деформации методом пакетной гидроэкструзии (рис. 1). При этом размеры обнаруженных блоков оценивались как на поверхности ионной микрокартины нанокристаллического никеля, так и в процессе удаления одного атомного слоя за другим.

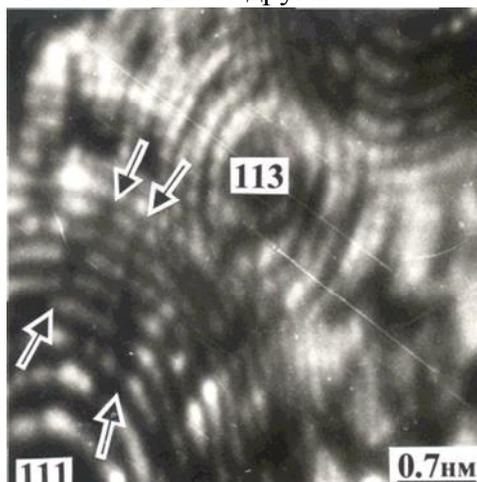


Рис. 1. Границы нанокристаллических блоков в деформированном никеле

Проведенный анализ показал, что тела блоков представляют собой совершенные нанокристаллиты, которые практически не разориентированы друг относительно друга. В процессе изучения атомной структуры нанокристаллического никеля на границах раздела блоков наблюдались выходы отдельных дислокаций. Ширина граничной области составляла расстояние, сравнимое с межатомным расстоянием.

Обнаруженное формирование наноблоков в никеле при больших степенях деформации ($\epsilon \gg 12$) повышает деформационное упрочнение в ~ 3 раза ($H_{\mu} \approx 4,0 - 4,5$ ГПа) по сравнению с исходным состоянием (рис. 2). Такая структура характеризуется высокой термической стабильностью (рис. 3).

Полученные в работе полевые зависимости удельной намагниченности никеля, подвергнутого пакетной гидроэкструзии до $\epsilon \gg 12$, а также в исходном состоянии показывают, что формирование блочной наноструктуры сопровождается изменением магнитного состояния материала.

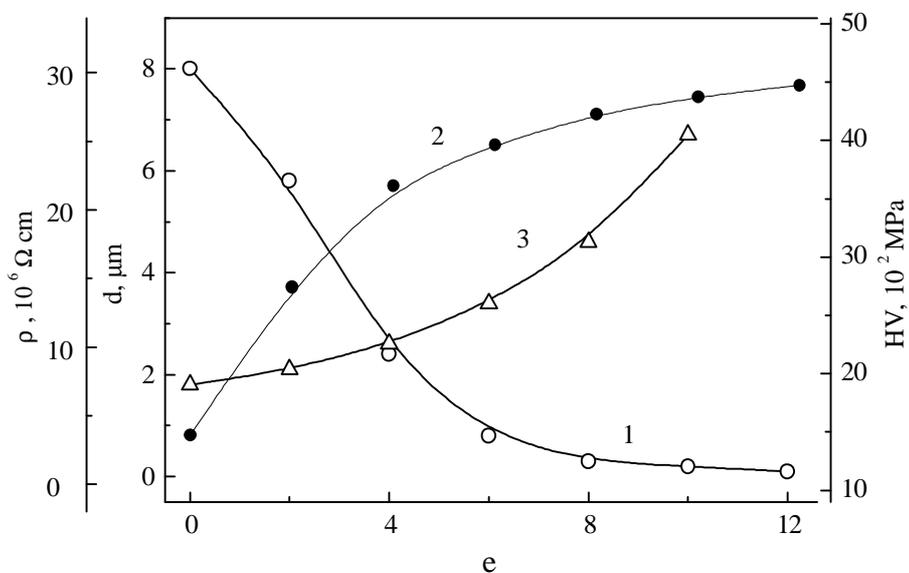


Рис. 2. Изменение размера зерна d (1), степени деформационного наклепа HV (2) и удельного электросопротивления ρ (3) от степени логарифмической деформации e при многостадийном маршруте пакетной гидроэкструзии никеля.

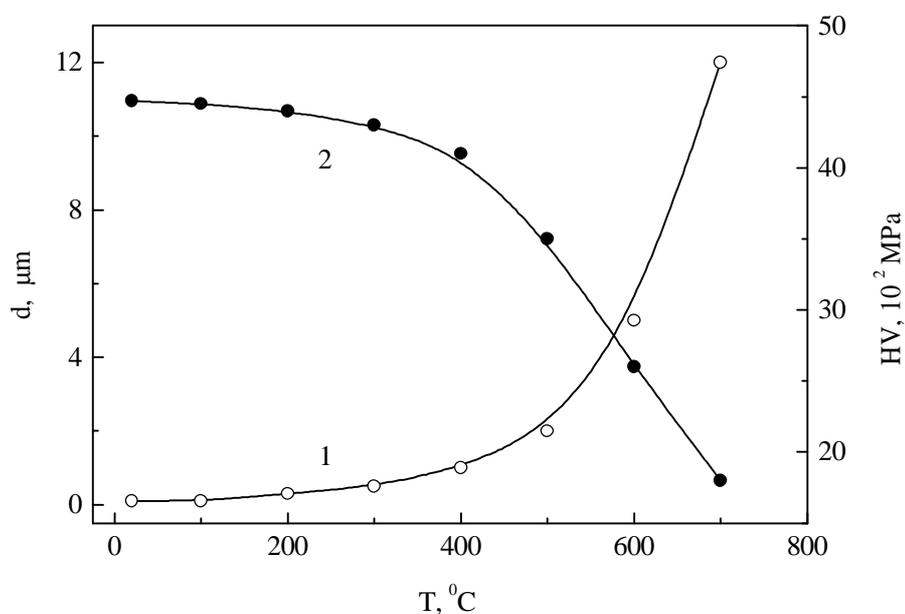


Рис. 3. Изменение размера зерна d (1) и степени деформационного наклепа HV (2) от температуры отпуска после многостадийного маршрута пакетной гидроэкструзии никеля со степенью логарифмической деформации $e \approx 12$.

Таким образом, результаты исследования атомной структуры никеля, подвергнутого интенсивной пластической деформации с применением пакетной гидроэкструзии позволили:

- впервые установить характерные особенности формирования нанокристаллической субструктуры в объеме деформированных зерен;
- показать, что природа кристаллического строения определяет, в конечном счете, физико-механические свойства материалов.

ПОВЕРХНОСТНЫЙ РЕЛЬЕФ КАК АППАРАТ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ САМООРГАНИЗАЦИИ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛА В ПРОЦЕССЕ АКТИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Засимчук Е. Э., Ярматов И. Т.*

Институт металлофизики им. Г.В.Курдюмова НАН Украины, Киев, Украина;

eezas@imp.kiev.ua

** Институт проблем материаловедения НАН Украины, Киев, Украина*

В настоящее время общепринятым в физике пластичности является дислокационный механизм деформации кристаллических материалов. Не отрицая возможности существования в кристаллах дефектов дислокационного типа и активной роли этих дефектов на начальных стадиях деформации высокосовершенных монокристаллов некоторых ориентировок, отметим наиболее уязвимые моменты дислокационной модели пластической деформации реальных кристаллических материалов.

- Дислокация является топологическим дефектом, нарушающим симметрию кристалла. Учитывая, что в реальных кристаллах (по многочисленным оценкам и измерениям) содержится большое количество дислокаций (более 10^6 на 1 см^3), любые расчеты деформационных процессов с использованием представлений о дислокациях в кристаллах теряют смысл.
- Все энергетические расчеты дислокационной физики базируются на линейной теории упругости. Линейная теория дислокаций не может служить аппаратом для описания необратимого (нелинейного) пластического формоизменения.
- Известно, что пластическое формоизменение кристаллических материалов происходит на нескольких связанных между собой структурных уровнях. Описать и объяснить это с помощью одного носителя – дислокации – весьма затруднительно.
- Некоторые экспериментально обнаруженные в последние годы особенности деформационной структуры не находят объяснения в рамках дислокационной физики. К таким особенностям следует, прежде всего, отнести обнаруженную в ряде работ исследователей разных стран на большом количестве материалов, деформированных в широком диапазоне условий, морфологическую (фракталы) и масштабную (скейлинг) инвариантность количественных параметров структуры. При этом следует иметь в виду, что фрактальные свойства характерны для структур, являющихся следом т.н. синергетического структурообразования (самоорганизации), происходящего исключительно в процессе нагружения.

Учитывая отмеченные факты, нам представляется очевидным, что дислокационная структура деформированных кристаллических материалов, фиксируемая многими экспериментальными методами, является результатом релаксационных процессов, происходящих как в процессе нагружения, так и после снятия нагрузки при подготовке объекта.

О структурообразовании под нагрузкой, являющемся активной модой деформации (самоорганизации), можно судить по поверхностному рельефу, который формируется в процессе деформации. Нами выбран наиболее благоприятный для формирования деформационных структур, связанных с рельефом, способ деформации монокристалла, имеющего одну степень свободы макроскопического формоизменения – в направлении, перпендикулярном свободной поверхности. Чтобы исключить влияние различных последеформационных процессов на структурообразование, целесообразно проводить видеосъемку в процессе нагружения, что и было осуществлено в нашей работе. Эксперимент проводился в условиях активного растяжения

алюминиевого сплава АМГ при комнатной температуре и скоростях движения подвижного захвата 0,1 и 0,5 мм/минуту. Использовали плоские образцы толщиной около 1 мм. В рабочую часть образцов с помощью клея жестко крепились монокристалльная фольга толщиной 200 мкм. Ориентировка монокристалльной фольги $\langle 100 \rangle \{001\}$.

Развитие поверхностного рельефа монокристалла исследовалось непосредственно в процессе растяжения путем снятия видеofilьма с помощью оптического микроскопа и видеокамеры ССD, соединенной с ПК.

Режимы растяжения образцов показаны в таблице 1.

Таблица 1. Режимы растяжения и деформации до разрушения образцов с жестко скрепленными с ними пластинками монокристалла алюминия.

№ образца	Скорость движения подвижного захвата, мм/мин.	Степень относительной деформации образца, %
1	0,1	20
2	0,5	23

Анализ видеofilьмов, снятых в процессе растяжения образцов, позволил качественно охарактеризовать развитие поверхностного рельефа монокристалльных пластинок следующим образом:

Образец №1.

Начальные стадии растяжения сопровождаются появлением на поверхности монокристалла рельефных полос, наклоненных к направлению растяжения под углом $\sim 45^\circ$. Продолжающаяся деформация сопровождается расщеплением некоторых полос и появлением полос, перпендикулярных ранее появившимся (2-й тип). Увеличение степени деформации (на 11-й минуте) приводит к появлению нового типа контрастных полос (3-й тип). Их преимущественная ориентировка приблизительно перпендикулярна направлению растяжения, полосы не регулярны и не прямолинейны.

Образец №2.

Увеличение скорости деформации приводит к существенному изменению характера рельефных образований. На начальных стадиях растяжения (первые 30 секунд – 1 минута) появляются единичные полосы 1-го типа. На 2-й минуте растяжения появляются полосы 2-го типа. В отличие от образца №1, они появляются скачкообразно и сразу в большом количестве. Дальнейшая деформация сопровождается формированием рельефа в направлении, перпендикулярном направлению растяжения, однако плотность 3-го типа рельефа существенно выше, чем в первом образце.

Таким образом, не смотря на существенные различия в скорости появления и характере рельефа на поверхности монокристалла при двух изученных нами скоростях деформации, необходимо отметить следующее:

- В обоих случаях появляющиеся на ранних стадиях растяжения рельефные полосы приблизительно прямолинейны и взаимно перпендикулярны, не регулярно распределены в исследуемой площади и имеют внутреннюю структуру; их ориентация по отношению к направлению растяжения отвечает максимальным касательным напряжениям и не связана с плоскостями скольжения дислокаций в ГЦК решетке.
- Перед разрушением образца на поверхности монокристалла возникают рельефные полосы неправильной формы в направлении, перпендикулярном направлению растяжения. Плотность этих рельефных полос резко возрастает с увеличением скорости деформации.

Чтобы оценить роль стесненных условий растяжения в формировании нерегулярного рельефа на поверхности монокристалльной фольги, жестко скрепленной с нагружаемым образцом, мы провели испытания монокристаллов в свободных усло-

виях статического растяжения. Ориентация, толщина и скорость деформации кристаллов, растянутых в свободных и стесненных условиях, были одинаковыми. В табл. 2 приведены полученные нами экспериментально механические характеристики использованного нами поликристаллического сплава алюминия (образец) и монокристалла чистого алюминия кубической ориентировки.

Таблица 2. Механические характеристики монокристалла алюминия ориентировки $\{001\}\langle 100\rangle$ и поликристаллического образца сплава АМГ при активном растяжении со скоростью 0,5 мм/мин (σ_0 – предел текучести; ε – степень деформации до разрушения)

	σ_0 , МПа	ε , %
Монокристалл	26	63
Сплав АМГ (образец)	293	17

Видно, что механические характеристики образца и монокристалла существенно различаются, при этом и кривые активного растяжения качественно различны. На кривой растяжения монокристалла отмечены 3 стадии: линейная (упругая деформация), платообразная и ниспадающая. Кривая активного растяжения образца имеет параболическую форму; стадия однородной по длине образца деформации отсутствует.

Таким образом, прикладываемая к образцу нагрузка практически в течение всего процесса может вызвать существенно большее удлинение монокристалла, чем удлинение, задаваемое поликристаллическим образцом. Иными словами, в объеме монокристалла возникает избыточное поле напряжений, которое не может релаксировать путем обычного формоизменения растяжением, поскольку монокристалл жестко скреплен с образцом. В то же время монокристалл может изменять свою форму в направлении, перпендикулярном его поверхности. Совершенно естественно, что такое формоизменение неразрывно связано с уменьшением плотности монокристалла (при неизменной массе). За счет каких процессов может уменьшиться плотность кристаллического материала в условиях непрерывного поступления энергии? Учитывая, что жестко скрепленный с деформируемым поликристаллическим образцом монокристалл по сути является открытой диссипативной системой вдали от термодинамического равновесия, поступающая извне энергия может вызвать неустойчивость структуры кристалла с последующей его самоорганизацией в виде структурных элементов с более низкой плотностью, чем исходный монокристалл. Сопоставление кривых статического растяжения образца и монокристалла показывает, что суммарная величина поступающей в монокристалл энергии непрерывно возрастает в процессе деформации. Поэтому очевидно, что возникающие структуры будут развиваться во времени в виде пространственно-временных диссипативных структур. В основе образования таких структур, по всей вероятности, лежит самоорганизация вакансионных кластеров, поскольку только вакансионные дефекты могут обеспечить уменьшение плотности кристалла и образование наблюдаемого нами рельефа. Возможная модель такого процесса рассматривалась в работе [1]. Все типы рельефных образований, наблюдающихся в процессе видеосъемки деформируемого кристалла, по ориентации к направлению растяжения отвечают максимальным касательным напряжениям и не связаны с плоскостями скольжения дислокаций в ГЦК решетке. Сделано предположение, что все типы наблюдающихся рельефных образований представляют собой поверхностный след диссипативной структуры, формирующейся в монокристалле вследствие растяжения образца.

1. Gordienko Yu.G., Zasimchuk E.E. Synergetic model of structure formation during plastic deformation of crystals // Phil.Mag.A. – 1994. – V.70. - No. 1. – P. 99 – 107.

FRACTURE BEHAVIOR OF IONIC, IONIC-COVALENT AND COVALENT CRYSTALS UNDER MICRO- AND NANOINDENTATION

Shikimaka O., Grabco D.*

*Institute of Electronic Engineering and Industrial Technologies
of Moldavian Academy of Sciences, Chishinau, Moldova*

* *Institute of Applied Physics of Moldavian Academy of Sciences, Chishinau, Moldova.*

olshi@iieti.asm.md

The fracture behavior of a wide range of crystals with different type of bond: from typically ionic to typically covalent (LiF, NaF, MgO, CaF₂, GaP, SiO₂, Si), by using nanoindentation and microindentation techniques was studied in this work.

The investigations of deformed zone around the indentations were performed by means of SEM, AFM, light microscopy and chemical treatment technique. The results showed that LiF and NaF being ionic crystals do not exhibit the crack formation at room temperature deformation (fig.1, *a*). However, the decrease of deformation temperature up to 77K leads to the material fracture around the indentation. It is important that the cracks appear against a background of a well developed dislocation rosette and are situated inside it (fig.1, *b*). Similar deformed pattern is created around micro- and nanoindentation of MgO and CaF₂ crystals with ionic-covalent type of bond at room temperature (fig.1, *c*), as distinct from ionic crystals. Such kind of material fracture appears as a result of high internal stresses caused by strong interaction of dislocations completing the stage of plastic deformation and has a ductile character.

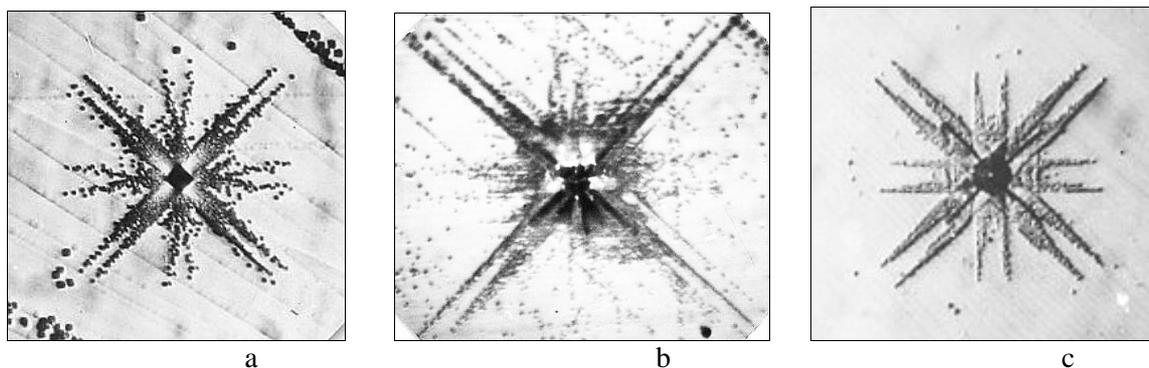


Fig. 1. Dislocation rosettes around Vickers indentations: *a* – LiF (001), $P = 0.05\text{N}$, $T = 293\text{K}$; *b* – LiF (001), $P = 1.0\text{N}$, $T = 77\text{K}$; *c* – MgO (001), $P = 1.0\text{N}$, $T = 293\text{K}$

The AFM investigation made it possible to reveal a specific faceted relief in the crack vicinity that may indicate to the dislocation-disclination mechanism of deformation preceding the material fracture, resulting in rotation of crystal lattice in small volumes of material. This effect is more pronounced for (111) investigated plane of CaF₂ because of the strong interaction of dislocations from different slip planes which leads to the braking of dislocations plasticity and the intensification of rotation plasticity by means of disclination mechanism [1].

The predomination of covalent type of bond in GaP crystal and pure covalent type of bond in Si crystal induces specific peculiarities in deformation and fracture character. Because of low dislocation mobility in these materials the dislocation zone is situated very closed to the indentation surface, its thickness being of about $(0.1-0.5)d_{\text{ind}}$, where d_{ind} is the diagonal of indentation, while the cracks propagate far from the limits of this zone, about $(2-3)d_{\text{ind}}$. In this case the very high stresses created in the plastic deformed zone caused by very high dislocation density, appears as the source of crack generation, but the zone of

their propagation exceed many times the plastic zone, thus, the fracture of material has a ductile-fragile character.

Fig.2 (a) shows that cracks around the indentations made on GaP crystal have well pronounced faceted relief (marked by arrows), but the nature of this effect is most likely different from those observed on MgO and CaF₂ crystals. According to [2] and taking into account that the most part of cracks are situated outside the dislocation zone, it can be expected that the faceted relief of cracks on GaP crystals is caused by the generation of kink bands from crack top during its propagation.

It should be noted that the cracks on Si crystals do not exhibit the formation of faceted relief, as distinct from GaP crystals. It is known that nanoindentation of Si crystals is accompanied by phase transition in more plastic metallic structures [3] that can induce specific fracture peculiarities of this material.

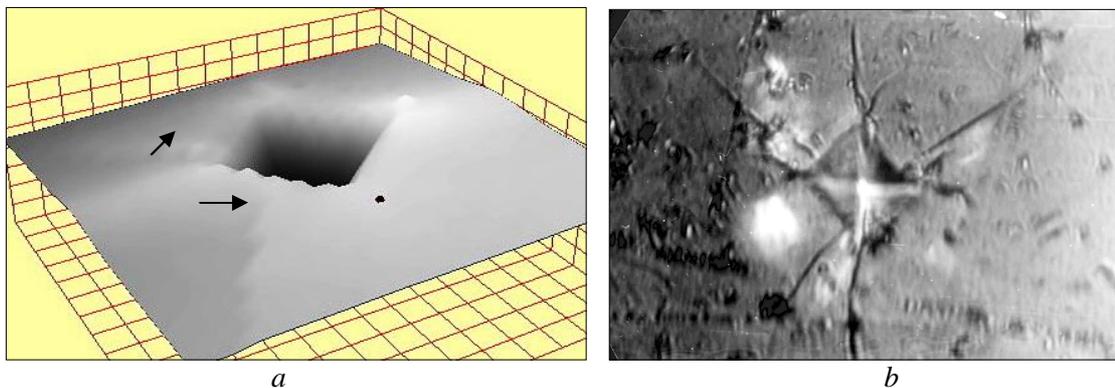


Fig. 2. a – AFM, GaP, $P = 1.0N$, b – SiO₂, plane (0001), $P = 2.0N$

The fracture of SiO₂ crystals at microindentation can be specify as *fragile* fracture, because it was not observed any plastic deformation preceding material fracture. The dislocation rosettes around the indentations were not revealed even under deformation at elevated temperature ($T = 700K$) and after annealing. The formation of Dofinee twins revealed around the microindentation of SiO₂ crystals also could not cause the formation of cracks [4, 5].

The obtained results showed that in general case the fracture of crystals under concentrated load action can be subdivided into three types:

- *ductile*, characteristic for ionic crystals at $T_{def} \leq 0.15T_{ml}$ and for ionic-covalent crystals with the predominance of ionic type of bond at room temperature;
- *ductile-fragile*, characteristic for ionic-covalent crystals at room temperature;
- *fragile*, characteristic for crystal with the predominance of covalent type of bond at room temperature.

Acknowledgements:

This work was supported by grant 07.408.05.09PA and grant RESC-MR2-995.

References

1. D.Grabco, O.Shikimaka, E.Harea. Translation-rotation plasticity as basic mechanism of plastic deformation in macro-, micro- and nano-indentation process // J. Phys. D: Appl. Phys. **41** (2008) 074016
2. Приемский Н.Д., Романов А.Е., Дисклинации. Экспериментальное исследование и теоретическое описание. Л.: ФТИ, 1982, с. 130-145
3. A.B. Mann, D. van Heerden, J.B. Pethica, et al., Contact Resistance and Phase Transformations during Nanoindentation // Phil. Mag. A, 2002, vol. 82, No.10, p.1921-1930.

4. Классен-Неклюдова М.В. Механическое двойникование кристаллов. М.: Изд-во АН СССР, 1960. 261с.
5. Шикимака О.А., Грабко Д.З. Закономерности деформирования монокристаллов кварца при воздействии сосредоточенной нагрузки // Деформация и разрушение материалов, 2005, №5, с.18-23

УДК 538.9:538.951

ЭВОЛЮЦИЯ ИЗМЕНЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛА ПО МЕРЕ УДАЛЕНИЯ ОТ ПОВЕРХНОСТИ ФРИКЦИОННОГО КОНТАКТА В УСЛОВИЯХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

**Грабко Д. З., Шикимака О. А., Александров С. Е. *, Харя Е. Е,
Миргородская Я. Ю., Даницэ З. Н.**

*Институт прикладной физики Академии Наук Молдовы, Кишинэу, Молдова,
*Институт проблем механики Российской Академии Наук, Москва, Россия,
grabco@phys.asm.md*

При различных видах неоднородной интенсивной пластической деформации (ИПД), таких как жесткое трение, экструзия, удар, вдавливание индентора происходит жесткое соприкосновение или соударение двух тел, которое сопровождается возникновением значительных неоднородных локальных напряжений и высоких удельных сил трения вблизи поверхностей контакта. Вследствие этого, в материале, подвергнутом неоднородной ИПД, имеет место неомогенное распределение напряжений, приводящее к неоднородной пластической деформации.

В научной литературе имеется много работ, посвященных изучению специфики деформирования при трении, экструзии, индентировании и других видах ИПД [1–3]. Установлены характерные особенности зон деформации, возникающих при том или ином способе приложения ИПД [2–5]. В то же время остается неизученным вопрос о том, каковы общие закономерности возникновения деформированных зон в условиях ИПД различного типа, знание которых позволило бы предсказывать поведение материала в тех или иных ситуациях .

В связи с этим в данной работе проведено изучение типичных зон деформации, возникающих при различных условиях нагружения, с целью выявления общности в эволюции изменения микроструктуры материала и сопоставления этих свойств с теоретическими предсказаниями о поведении материала в условиях ИПД [6,7].

Для этого было использовано четыре способа приложения внешней нагрузки:

(i) Сжатие коническими пуансонами металлических полых цилиндров из олова и меди на испытательной машине ИМАШ по методу, описанному в [6]. Мощность машины составляла $P = 5000\text{N}$. Проводилась киносъемка “in situ” процесса деформирования.

(ii) Ударная (плоская) экструзия призматических образцов из латуни. Для этого эксперимента была создана специальная установка – двустенная, стальная рама. Образец помещался в верхней части рамы, над ним устанавливался стальной пуансон в форме конуса. Ударом по пуансону ($P \approx 300\text{N} \approx 30\text{kg}$) образец проталкивался вовнутрь установки. Образец имел форму призмы следующего размера: (6х6х12) мм. Внутренний размер стальной рамы в ее верхней части незначительно превышал размер призмы (6,5х6,5) мм, нижний же, напротив, был меньше размера образца (5,9х5,9) мм. По этой причине при ударе по образцу стальным конусом образец на боковых стенках испытывал огромное жесткое трение, приводящее к деформации не

только боковых поверхностей образца, соприкасающихся со стенками стальной рамы, но и свободных передней и задней поверхностей.

Изучение деформации образца в результате экструзии такого типа проводилось на свободной боковой поверхности. Передняя боковая поверхность образца была предварительно гладко отполирована. Благодаря этому, после экструзии в оптическом и электронном микроскопах легко можно было увидеть видоизмененный рельеф поверхности.

(iii). Макроиндентирование стальным конусом образца из латуни. Приложенная нагрузка $P \approx 100N \approx 10kg$. Для этого эксперимента образец призматической формы разрезался пополам, поверхности разреза полировались до зеркального вида. Затем образец соединялся обратно и скреплялся без приложения больших усилий. Вдавливание стального конуса производилось по центру разреза на верхней поверхности образца. После деформирования образец разъединялся, и далее велось наблюдение за изменением морфологии на боковой, предварительно отполированной поверхности, параллельной действию приложенной нагрузки.

(iv). Микроиндентирование алмазным индентором по Виккерсу образца из латуни. Нагрузка на индентор $P = 2N = 200g$

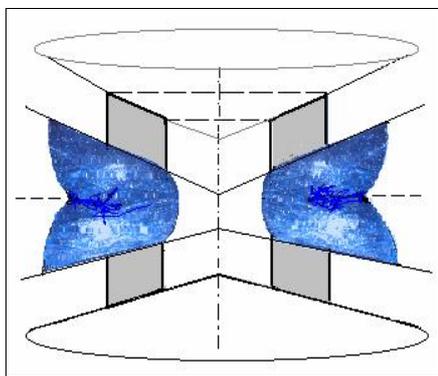


Рис. 1. Схема процесса сжатия полых металлических цилиндров коническими пуансонами на машине ИМАШ

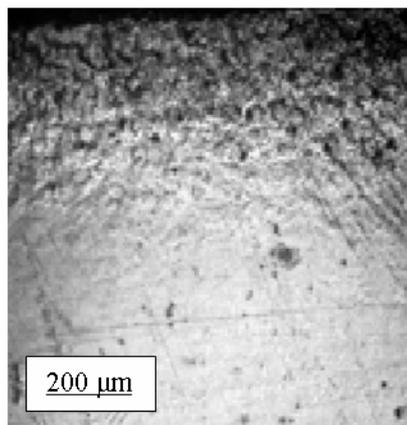


Рис. 2. Латунь. Морфология поверхности, перпендикулярной поверхности трения.

трение (рис.2). Протяженность этой зоны в данном эксперименте составляет примерно (50–75) μm . По мере удаления от поверхности трения (~150–200 μm) степень деформации уменьшается. Далее, примерно на расстоянии 400 μm от поверхности контакта, наблюдается незначительная фрагментация зерен, которая плавно переходит

Изучение микроструктуры деформированных образцов велось на электронном микроскопе Vega Tescan в режиме вторичных электронов и на оптических микроскопах Amplival, Neophot и XJL-101.

Результаты испытаний показали следующее.

- Процесс деформирования образцов из меди и олова по методу (i) на испытательной машине ИМАШ происходил аналогично процессу, наблюдаемому ранее на стали при подобном способе деформации [6]. Была отмечена такая же закономерность, хотя в данном эксперименте деформировались гораздо более мягкие металлы (микротвердость (H) для стали, меди и олова соответственно равна 3,6; 0,9 и 0,05GPa). Как схематически показано на рис.1, образец максимально раздвигается в стороны в непосредственной близости к пуансонам, в центральной же части его размеры увеличиваются менее значительно. Т.е. перенос массы происходит тем интенсивнее, чем ближе зоны находятся к зоне контакта с инструментом.

- Ударная экструзия, или жесткое трение, позволила проследить за изменением морфологии поверхности вглубь образца, по мере удаления от зоны контакта более мягкого образца (латуни) с более твердым материалом, сталью ($H = 4,0$ GPa). Установлено, что фрагментация зерен происходит максимально у поверхности, которая контактировала с твердым материалом (верхняя сторона рисунка), т.е. которая испытывала максимальное

дит в структуру недеформированного образца. Макроиндентирование показало результаты, аналогичные вышеописанным (рис.3). Здесь так же, как и в предыдущем эксперименте, наблюдается бóльшая фрагментация зерен вблизи воздействия индентора. Причем, при большом увеличении можно заметить, что во фрагментированных зернах заметны интенсивные полосы внутризеренного скольжения, которые имеют дислокационную и дисклинационную природу.

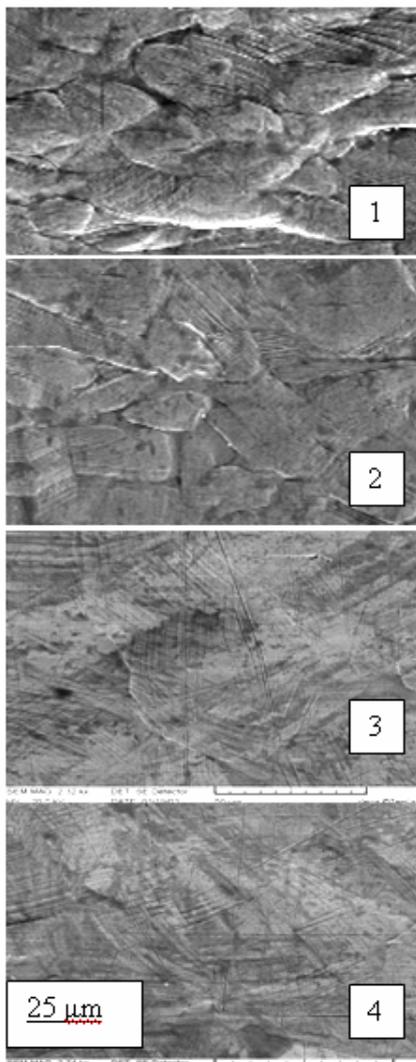


Рис. 3. Латунь, макроиндентирование. Эволюция изменения морфологии поверхности на срезе под отпечатком. Фрагменты зон (1–4) по мере удаления от отпечатка в объем металла.

Дислокационно-дисклинационное скольжение приводит к трансляционно-ротационной деформации и, как следствие, к фрагментации и ротации зерен, их перестройке и подстраиванию друг к другу.

Данный вывод находит подтверждение и в опытах по микроиндентированию [4,5]. Показано, что как для динамических воздействий пуансонами, так и для квазистатического вдавливания индентором, чем ближе к поверхности контакта образца с инструментом, максимальная трансляционно-ротационная деформация материала имеет место в зоне наиболее близко расположенной к зоне контакта. Это свидетельствует о том, что по мере приближения к поверхности контакта интенсивность пластической деформации материала возрастает. Полученные результаты подтверждают теоретически ожидаемое поведение материала в условиях неоднородной ИПД, при которой фактор интенсивности пластической деформации возрастает обратно пропорционально расстоянию от поверхности контакта [6,7].

Таким образом, воздействие различных способов приложения неоднородной ИПД выявило общую закономерность в эволюции создания деформированной структуры – максимальную фрагментацию зерен поликристалла вблизи поверхности контакта материала с инструментом как результат трансляционно-ротационной деформации, которая постепенно убывает по мере продвижения в объем материала.

Работа выполнена при поддержке грантов CSSDT-ASM-08.820.05.026RF и РФФИ-08-08-90104-Мол-а и гранта RESC – MR – 995.

Список литературы

1. Раппопорт Л.С. Трение и износ, 1989, **10**, №5.
2. Рыбакова, Раппопорт Л.С. Трение и износ, 1987, **8**, №6, с.1038
3. Боярская Ю.С., Грабко Д.З., Кац М.С.// Физика процессов микроиндентирования. Изд. “Штиинца”, 1986, 293 с.
4. Grabco D., Pushkash B., Dyntu M., Shikimaka O. // Phil. Mag. A, 2002, **82**, no.10, p. 2207
5. Grabco D.// Mold. J. Phys. Sci., 2002, **3**, p.94
6. Lyamina E., Alexandrov S., Grabco D., Shikimaka // Key Eng. Mater., 2007, **345-346**, p.741
7. Alexandrov S., Harris D.// Int.J.Mech.Sci, 2006, 48, no.7, p.750

СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЕ ВОЛОКНА И НАНОСЦИНТИЛЛЯТОРЫ ДЛЯ УЛУЧШЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННОГО, СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО И ВРЕМЕННОГО РАЗРЕШЕНИЙ РАДИАЦИОННЫХ ДЕТЕКТОРОВ

Классен Н. В., Курлов В. Н., Россоленко С. Н., Кривко О. А.,
Орлов А. Д., Шмурак С. З.

Институт физики твердого тела РАН, Черногловка Московской области, Россия
klassen@issp.ac.ru

Сцинтилляторы наиболее часто употребляются в виде чувствительных сред радиационных детекторов в различных областях применения (медицинской диагностике, радиационном мониторинге, физике элементарных частиц и космической телескопии, антитеррористическом контроле, дефектоскопии, диагностике составов подземных пород при бурении и т.д.). Но, несмотря на их высокую распространенность в технических применениях, свойства сцинтилляторов пока еще далеки от желаемого потребителями уровня

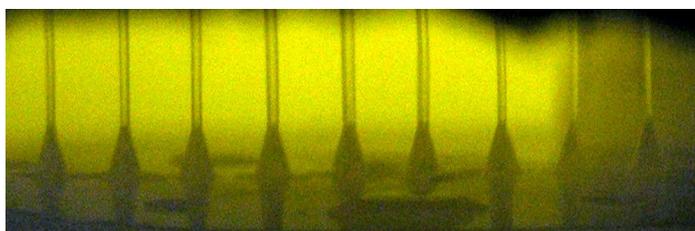


Рис. 1. Выращивание сцинтилляционных волокон методом Степанова.

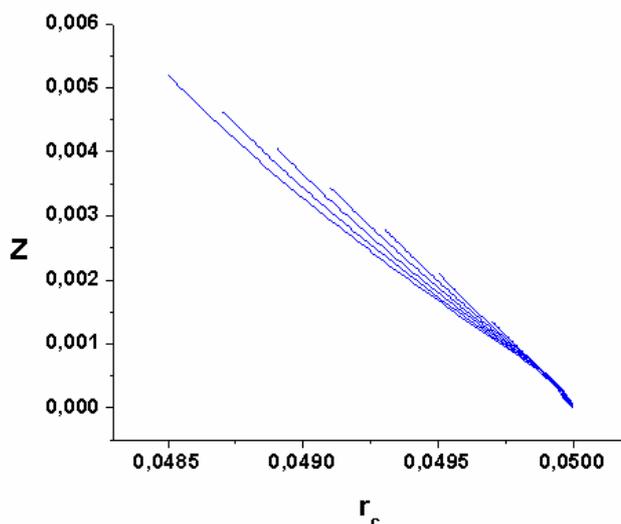


Рис. 2. Профильные кривые внешних менисков $z(r_c)$ при различных радиусах волокна кристалла.

в части чувствительности, быстродействия, радиационной прочности, спектрометрического разрешения и т.д. Использование волоконных сцинтилляторов и наносцинтилляторов может привести к существенному прорыву, как по значительному улучшению технических параметров, так и по снижению себестоимости сцинтилляционных элементов.

В Институте физики твердого тела РАН разрабатываются технологии получения наносцинтилляторов различного состава и выращивания из расплава сцинтилляционных монокристаллических (YAG, LYSO, BGO и др.) волокон, рис. 1, для их использования в детекторных многопиксельных матрицах.

Для оптимизации процесса выращивания волокон оценены числовые значения параметров, позволяющие усовершенствовать динамическую модель, которая используется в управляющей программе АСУ процессом роста. На основе численного решения уравнения Лапласа исследованы профильные кривые малых менисков расплава (рис. 2), характерные для процессов выращивания волокон по способу Степанова. Установлены отличия формы малых менисков от формы «больших менисков», обусловленных небольшим весом малых менисков.

Работы по получению и исследованию свойств нанокристаллических сцинтилляторов (т.е. сцинтилляционных порошков с размерами частиц не более 100 нм), проводящиеся в Институте физики твердого тела, показали, что эти материалы обладают целым рядом преимуществ по сравнению с их объемными аналогами: повышенной эффективностью преобразования ионизирующих излучений в световые сигналы, увеличенной радиационной прочностью, ускоренным быстрым действием, улучшенными спектрометрическими параметрами [1]. Наноскопические размеры сцинтилляционных частиц существенно облегчают оптимизацию их химического состава путем диффузионного легирования, позволяют располагать их на боковых поверхностях радиационно-прочных световодов или внутри периодических микрокапиллярных матриц. Перечисленные выше результаты в сочетании со сравнительно невысокой себестоимостью наносцинтилляторов позволяют создать на их основе обширный набор детекторов ионизирующих излучений, существенно улучшающих возможности автоматизированного радиационного контроля работы ядерных реакторов, мониторинга радиационной обстановки в зонах атомных электростанций и хранилищ радиоактивных материалов, предупреждения несанкционированных перемещений источников радиации, радиационной дозиметрии и других видов наблюдений за радиационными объектами.

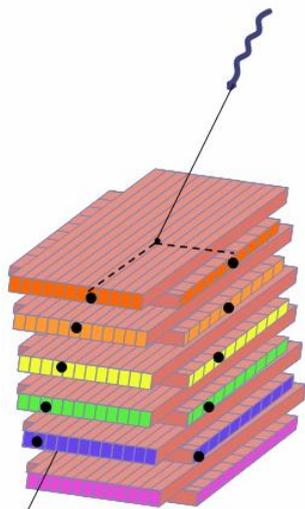


Рис. 3. Схема 3-мерного детектора для определения местоположений, природы и интенсивности источников радиоактивности.

но друг другу. В этом случае фотодиоды, регистрирующие сцинтилляционные вспышки, могут быть размещены только на торцах волокон, а координаты точки попадания гамма-кванта будут определяться по одновременному срабатыванию пары соседних взаимно перпендикулярных волокон и по отношению сигналов от фотодиодов на противоположных торцах одного и того же волокна. Т.е. совокупность сигналов от разных рядов определяет местоположение источника. Для реализации таких матриц могут быть использованы, как сцинтилляционные монокристаллические волокна,

так и световодные волокна (например, кварц или сапфир), на боковую поверхность которых наносится слой порошка наносцинтиллятора. Также для усиления некоторых технических характеристик возможен вариант нанесения слоя наносцинтилляторов на сцинтилляционные волокна.

Описанная выше методика позволяет существенно улучшить оперативность и информативность внутриреакторного радиационного контроля. В нашем распоряжении имеются способы изготовления селективных наносцинтилляторов, избирательно реагирующих только на один из компонентов радиации – гамма, бета, альфа или нейтроны (как быстрые, так и медленные). Время срабатывания всех этих сцинтилляторов не превышает одной миллисекунды, что обеспечивает и оперативность, и достаточную полноту информации о состоянии горячей зоны реактора для ввода в систему автоматического регулирования с тем, чтобы значительно повысить ее надежность.

Использование волоконных сцинтилляторов дает возможность многократно экономить количество фотодиодов и электронных каналов обработки сигналов без потери пространственного разрешения. При этом детекторная матрица представляет собой стопу из рядов сцинтилляционных волокон, ориентированных не вдоль, а поперек потока рентгеновского излучения, причем соседние ряды ориентированы перпендикулярно друг другу.

Как показывает наш практический опыт, светосбор сцинтилляционного света фотодиодами возможен при толщинах слоев наночастиц до 0,5 мкм, а далее начинаются сильные потери света из-за многократных отражений на их границах. Для хорошего светосбора реальные наносцинтилляционные детекторы можно делать путем закрепления достаточно тонких слоев наночастиц (не толще вышеуказанных 0,5 мкм) на волокнах (например, сапфировых), прозрачных для излучаемого ими света, по которым свет и доставляется к фотодетекторам. Работоспособность таких конструкций была проверена на сапфировых волокнах, на один их концов которых был нанесен слой наносцинтилляционных частиц бората лютеция (LuVO_3). Этот слой возбуждался лазерным или рентгеновским излучением. Свет, излученный в результате возбуждения наносцинтилляторов, частично захватывался световодом и переносился вдоль него к протоположному торцу. Степень переноса света, излучаемого наносцинтилляторами, световодом значительно увеличивалась нанесением на внешнюю сторону слоя наносцинтилляторов светоотражающего покрытия.

При этом плотность сцинтилляционных материалов, составляющих ту или иную матрицу, возрастает от начала конструкции (т.е. входа регистрируемого излучения) к ее окончанию. За счет этого при соответствующем подборе плотностей и толщин входящих в матрицу сцинтилляционных волокон достигается ступенчатое монотонное возрастание спектральных частот рентгеновского излучения, эффективно поглощаемого матрицами, соответственно увеличению их номера в собранной конструкции. Таким образом, каждая матрица регистрирует изображение внутреннего объема обследуемого объекта, соответствующего той или иной спектральной энергии излучения, а сопоставление изображений от разных матриц дает информацию о спектральных зависимостях рентгеновского пропускания скрытых внутри предметов. Полученная информация позволяет идентифицировать составляющие эти предметы материалы по их плотности и элементному составу. При этом большое количество последовательно расположенных анализирующих матриц позволяет иметь объем информации, достаточный для определения составов отдельных предметов даже в тех случаях, когда на пути просвечивающего излучения находятся несколько предметов разных составов.

Высокое угловое разрешение трехмерного детектора позволяет анализировать угловое распределение рентгеновского излучения, дифрагированного внутренними объектами, а так как угловое распределение дифрагированного рентгеновского излучения однозначно связано с атомарной структурой материала, этот метод позволяет с высокой точностью идентифицировать химический состав и структуру веществ, расположенных внутри закрытых объемов. Кроме того, регистрация направлений рентгеновского рассеяния позволяет определять объемные расположения скрытых предметов [2].

Список литературы

1. Klassen N.V. et al. "Advantages and problems of nanocrystalline scintillators." Transactions IEEE, Nuclear Materials, June 2008.
2. Классен Н.В., Кедров В.В., Курлов В.Н., Кривко О.А., Кудренко Е.А., Кобелев Н.П., Осипьян Ю.А., Шмытько И.М., Шмурак С.З. «Радиационно-прочные и позиционно-чувствительные сцинтилляционные детекторы на нанокристаллах для улучшенного радиационного мониторинга», Конференция МНТК - 2008 «Безопасность, эффективность и экономика атомной энергетики», Москва, Росэнергоатом, 21 – 23 мая 2008 г.

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРИРОВАННОГО ПОТОКА НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО β -ОБЛУЧЕНИЯ НА СВОЙСТВА АМОРФНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ

Новиков Г. В., Летнев А. В., Чиванов А. В., Федоров В. А.

Тамбовский государственный университет им. Г.Р.Державина, Россия

feodorov@tsu.tmb.ru

Исследование структурных превращений в таких неравновесных системах как аморфные металлические сплавы при их облучении потоками заряженных частиц, способных инициировать процессы атомной перестройки за счет передачи энергии бомбардирующих частиц атомам твердого тела, представляет интерес с двух точек зрения. Во-первых, для радиационной физики твердого тела имеет фундаментальное значение исследование процессов, ответственных за структурно-фазовые превращения в аморфных материалах, известных своей радиационной стойкостью вследствие отсутствия в них дальнего порядка. Во-вторых, электронный пучок является наиболее чистым инструментом для создания и изучения поведения радиационных дефектов в материалах.

Цель работы: установить влияние низкоэнергетического β -облучения на изменение свойств тонких лент аморфных и нанокристаллических сплавов, путем измерения микротвердости, а также на процессы кристаллизации поверхностей тонких лент аморфных и нанокристаллических сплавов.

Для проведения исследований использовали ленты аморфного сплава на основе Со (80%) и нанокристаллического сплава на основе Fe (73,5%), толщиной 20 мкм и шириной 4 мм, из которых вырезались образцы длиной 1,5 см. Перед облучением, образцы наносили на подложку толщиной ≈ 1 мм, в качестве которой использовали полиэфирный композит с микротвердостью $H_v \approx 1051$ кг/мм² [2]. Энергия электронов составляла 75 кэВ. Процесс облучения проходил при комнатной температуре. В эксперименте образцы облучались в высоком вакууме $\sim 10^{-5}$ Па, при выдержках от 10 до 60 минут с интервалом в 10 минут сфокусированным пучком электронов. Для каждого времени, облучению подвергали 5 образцов. Для исследования влияния β -облучения, образцы загружались в камеру электронного микроскопа ЭМВ-100Л. Облучению подвергали обе поверхности лент: контактную и неконтактную. Микротвердость образцов определяли по стандартной методике Виккерса. Морфологию поверхности фиксировали при помощи оптического микроскопа.

Исследования показали, что микротвердость всех образцов монотонно увеличивается по мере приближения к области воздействия пучка (рис.1).

Увеличение микротвердости, является следствием совместного действия низкоэнергетических электронов и нагрева, возникающего при взаимодействии электронов с поверхностью металлических сплавов, и связано с образованием различного рода дефектов в зоне воздействия, а также со структурными превращениями в сплавах.

О характере структурных превращений судили по морфологическим особенностям деформации и разрушения сплавов в зоне воздействия индентора [1].

Процессы, протекающие в приповерхностных слоях аморфных сплавов, относительно мало изучены [2]. В данной работе наблюдали зеренную и дендритную кристаллизации поверхности в нанокристаллическом сплаве на основе Fe на контактной и зеренный тип кристаллизации у аморфного сплава на основе Со с неконтактной стороны. Обнаружен рост нано-, и микрокристаллов, которые образовывались в зоне действия сфокусированного пучка электронов.

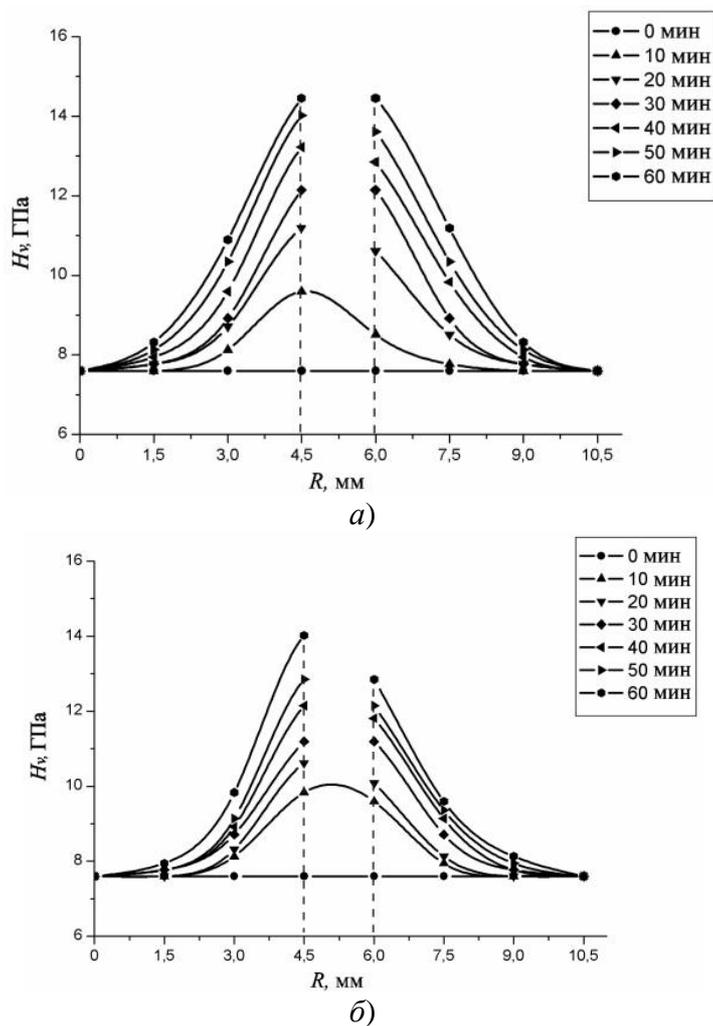


Рис. 1. Изменение микротвердости тонких лент аморфных и нанокристаллических сплавов от времени облучения: а) Аморфного сплава; б) Нанокристаллического сплава.

На графиках штрихпунктирная линия означает место образования кратера в зоне воздействия потока β -частиц.

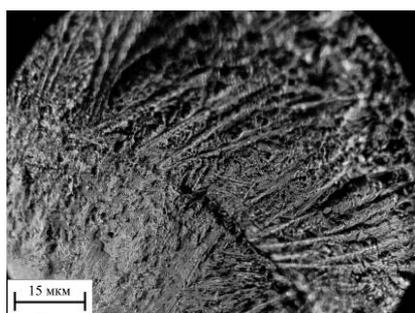


Рис. 2. Дендритная кристаллизация нанокристаллического сплава на контактной стороне, при облучении в течение 30 минут.

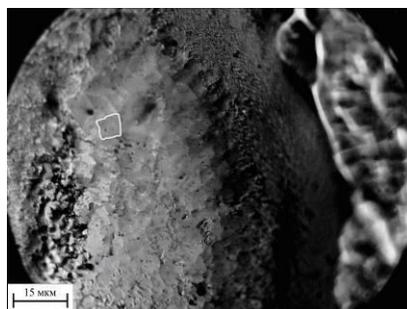
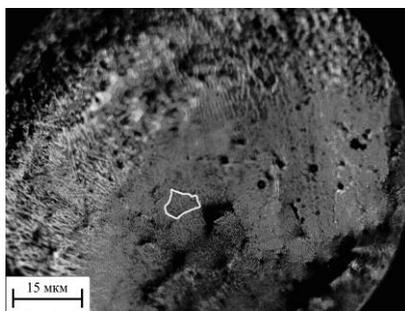


Рис. 3. Зеренный тип кристаллизации сплавов при облучении в течение 30 минут: а) образование зерен на контактной стороне нанокристаллического сплава; б) образование зерен на неконтактной стороне аморфного сплава. Светлым контуром выделено зерно характерного размера.

После облучения на поверхностях контактной и не контактной сторон появляются структурные неоднородности. На неконтактной стороне ленты, после облучения исчезает рельеф в зоне воздействия пучка. Размеры кристаллов на обеих поверхностях лент достигают ~10 мкм.

Установлены морфологические особенности макрокартин деформирования и разрушения ленточных образцов аморфных и нанокристаллических сплавов, подвергнутых обработке электронами, в зависимости от величины прикладываемой нагрузки и времени облучения.

При микроиндентировании зоны термического воздействия при β -облучении формируются характерные картины разрушения: отпечаток от индентора окружен трещинами ориентированными параллельно его сторонам, что является следствием процесса охрупчивания аморфных и нанокристаллических сплавов. Чем ближе проводилось микроиндентирование к области воздействия, тем выраженнее характер разрушения образца, увеличивается количество радиальных прямых трещин, часть из которых может объединяться с кольцевыми трещинами, вплоть до выхода трещин на грани образца.

Исследование макрокартин деформирования и разрушения аморфных и нанокристаллических сплавов позволяет судить о температурах нагрева и протекающих превращениях в тех или иных областях, в силу их подобия картинам разрушения и деформирования, полученных при регламентированном печном отжиге.

Список литературы

1. Капустин А.Н., Федоров В.А., Яковлев А.В. Действие нагрева и лазерного излучения на эволюцию механических свойств металлических стекол // «Перспективные материалы». – 2007. – Т. 2 – С. 333–337.
2. Пермякова И.Е. Эволюция механических свойств и особенности кристаллизации металлического стекла системы Co-Fe-Cr-Si подвергнутого термической обработке: дис. ... канд. физ.-мат. наук. / Белгород., 2004.

УДК 539.389.1; 539.4.015; 536.48

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Ni–20%Fe ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

**Табачникова Е. Д., Подольский А. В., Бенгус В. З., Смирнов С. Н.,
Бидыло М. И., Ли Х.*, Лиао П. К.***

*Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина НАНУ,
Харьков, Украина,
tabachnikova@ilt.kharkov.ua*

** Университет Теннесси, Кноксвилл, США*

Изучены механические свойства нанокристаллического сплава Ni–20% Fe (со средним размером зерен 22 нм) при одноосном сжатии со скоростью деформации $3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при температурах 4.2, 77, 170 и 300 К. Проведено сравнение характеристик пластичности и прочности для нанокристаллического (НК) и крупнозернистого (КЗ) структурных состояний сплава Ni-20% Fe. Подробное описание методики получения НК сплава, а также исследование его микроструктуры дано в работах [1, 2].

Образцы для сжатия представляли собой прямоугольные призмы: $1.5 \times 1.5 \times 3$ для НК состояния и $2.8 \times 2.8 \times 5$ мм для КЗ состояния. Из деформационных кривых напряжение-деформация (σ – ϵ) измерялись предел текучести $\sigma_{0.2}$, максимальное достигнутое напряжение σ_{max} и максимальная пластическая деформация ϵ_f .

В ходе измерения деформационных кривых в некоторых образцах измерялась скоростная чувствительность деформирующего напряжения, из которой вычисляли величину активационного объема пластической деформации по методике, описанной в [3].

Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис.1 приведены типичные деформационные кривые НК и КЗ сплавов при разных температурах для скорости деформации $3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Видно, что начальная стадия на деформационных кривых имеет параболический характер, переходящий в протяженный линейный участок. Отметим, что для НК состояния коэффициент деформационного упрочнения при всех температурах меньше, чем для КЗ. При 4.2 К деформационные кривые имеют нестабильный (скачкообразный характер), существенно разный для КЗ и НК состояний. Для НК состояния сразу после предела текучести наблюдается несколько крупных скачков, глубина которых $\Delta\sigma$ растет с ростом ϵ . При $\epsilon \sim 0.5\%$ глубина скачков составляет примерно $\Delta\sigma \sim 0.1$ ГПа, и достигает величин $\Delta\sigma \sim 0.3$ ГПа при $\epsilon \sim 4-5\%$, после чего происходит разрушение образца. Для КЗ состояния при 4.2 К и $\epsilon \sim 7.5\%$ на деформационной кривой $\sigma-\epsilon$ появляются мелкие скачки глубиной $\Delta\sigma \sim 0.004$ ГПа, возрастающие с ростом ϵ до $\Delta\sigma \sim 0.015$ ГПа.

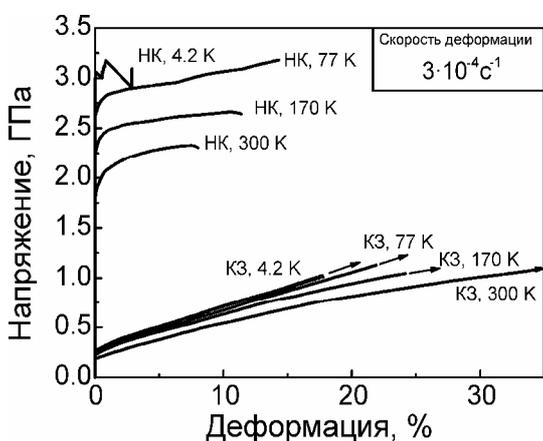


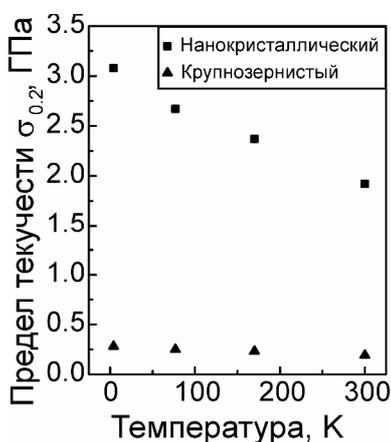
Рис. 1. Типичные кривые напряжение-деформация при одноосном сжатии образцов сплава Ni-20%Fe в нанокристаллическом (НК) и крупнозернистом (КЗ) состояниях при температурах 300, 170, 77 и 4.2 К (стрелки обозначают, что возможна дальнейшая деформация для КЗ состояния). Масштаб рис. 1 не позволяет отобразить мелкие скачки напряжения, наблюдаемые при 4.2 К в КЗ состоянии.

Из рис. 1 видно, что пределы текучести и прочности $\sigma_{0.2}$ и σ_{\max} для НК сплава на порядок больше, чем аналогичные характеристики для КЗ сплава. Так, в НК состоянии при 4.2 К величина деформирующего напряжения достигает в НК состоянии значений ~ 3 ГПа. Кроме того, температурная зависимость $\sigma_{0.2}$ и σ_{\max} для НК сплава (для всех скоростей деформирования) сильнее, чем для КЗ (рис. 2).

При температуре 300 К величина активационного объема V для пластической деформации, вычисленная из измерений скоростной чувствительности деформирующего напряжения, составляет примерно $20 b^3$, где b – вектор Бюргера. При понижении температуры величина V уменьшается ($V \sim 13 b^3$ при 170 К и $V \sim 9 b^3$ при 77 К). При всех исследованных температурах значения активационного объема V слабо зависят от деформации.

Ранее было установлено [4], что значительное нарушение закона Холла–Петча для исследуемого сплава происходит при критическом размере зерен $d \sim 12$ нм. Поэтому в исследуемом сплаве ($d \sim 22$ нм) процессом, контролирующим пластическую дефор-

Рис. 2. Температурная зависимость предела текучести $\sigma_{0.2}$ НК и КЗ сплава Ni-20%Fe при сжатии.



мацию, остается, в основном, движение дислокаций. В связи с этим малые значения V в НК состоянии, по-видимому, обусловлены генерацией отдельных дислокаций из зернограницных источников [5].

Отметим, что нестабильный характер деформационных кривых при 4.2 К связан с локализацией пластической деформации [6]. Локализованная пластическая деформация может осуществляться как полосами сдвига, так и за счет процессов двойникования. В сплаве Ni-Fe зарождение двойникующих дислокаций должно быть облегчено (особенно при низких температурах) из-за наличия частичных дислокаций. Большие величины скачков, наблюдаемые на деформационных кривых в НК состоянии при 4.2 К означают, что в этом состоянии локализация пластической деформации выражена намного сильнее, чем в КЗ состоянии. Для выяснения конкретных механизмов, осуществляющих локализованную пластическую деформацию, предполагаются дальнейшие структурные исследования.

Выводы

§ Для нанокристаллического сплава Ni-20%Fe наблюдается аномально большая (по сравнению с обычными ГЦК материалами и крупнозернистым сплавом Ni-20%Fe) температурная зависимость предела текучести при понижении температуры от 300 до 4.2 К. Получены предельно малые значения активационного объема пластической деформации ($V \sim 20 b^3$ при 300 К и $V \sim 9 b^3$ при 77 К). Это позволяет предположить, что механизмом, контролирующим пластическую деформацию НК сплава, при всех исследованных температурах и скоростях деформации, является эмиссия подвижных дислокаций из границ зерен.

§ Установлено, что величины скачков напряжения $\Delta\sigma$ в НК состоянии при 4.2 К на порядок больше, чем значения $\Delta\sigma$ в КЗ состоянии. Это означает, что процесс локализации пластической деформации более выражен в НК состоянии по сравнению с КЗ состоянием.

§ В нанокристаллическом состоянии сплава Ni-20%Fe во всем исследованном интервале температур (300-4.2 К) достигается высокая прочность при сохранении достаточной пластичности (при 4.2 К, $\sigma_0 \sim 3$ ГПа, $\varepsilon_f \sim 5\%$), что открывает широкие перспективы технологического применения данного сплава при криогенных температурах.

Исследование частично финансировалось по проекту № 1/07-НАНО комплексной программы фундаментальных исследований НАНУ “Наносистемы, наноматериалы и нанотехнологии” и по проекту № 4135 Украинского научно-технологического центра (STCU).

Список литературы

1. H. Li, F. Ebrahimi, H. Choo, P. K. Liaw, J Mater. Sci. 41 (2006) 7636–7642.
2. H. Li, F. Ebrahimi, Mater Sci Eng A. 347 (2003) 93-101.
3. A.G. Evans, R.D. Rawlings, Phys. Status Solidi. 34 (1969) 9-31.
4. H. Li, P. K. Liaw, H. Choo, E. D. Tabachnikova, A. V. Podolskiy, S. N. Smirnov and V. Z. Bengus, Mater Sci Eng A (in press).
5. Y. Wang, E. Ma, Appl. Phys. Let. 85 (2004) 2750-2752.
6. V. I. Startsev, in: F.R.N. Nabarro (ed.), Dislocation in Solids, Vol. 6, North Holland, Amsterdam, 1983, pp. 145-233.

ПОЛЗУЧЕСТЬ КРЕМНИЯ В УСЛОВИЯХ НИЗКОИНТЕНСИВНОГО ОБЛУЧЕНИЯ БЕТА-ЧАСТИЦАМИ

Дмитриевский А. А., Головин Ю. И., Сучкова Н. Ю., Васюков В. М.,
Синегубов М. Ю.

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, Тамбов, Россия
dmitr2002@tsu.tmb.ru

Использование кремния в качестве конструкционного материала при изготовлении микромашин, сенсоров, микро- и наноэлектромеханических систем (MEMS/NEMS) и других гибридных продуктов нанотехнологий диктует необходимость детального исследования его механических свойств в условиях действия внешних (в том числе низкоинтенсивных) физических полей. Наличие неравновесности, присущей подсистеме структурных дефектов реальных кристаллов (особенно в приповерхностной области), создает предпосылки возникновения лавинных эффектов, индуцируемых низкоинтенсивными воздействиями. Так, облучение монокристаллического кремния бета-частицами с плотностью потока $I \sim 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ приводит к немонокристаллическому во времени (W-образному) изменению микротвердости [1,2]. Аномальные изменения микротвердости также наблюдались при низкоинтенсивном нейтронном облучении кремния [3,4]. Не смотря на развитые в [5] обоснования, механизм подобных эффектов остается до конца не выясненным. Дополнительную информацию, способствующую пониманию процессов преобразования дефектной подсистемы кремния в условиях низкоинтенсивного ионизирующего облучения, могут принести исследования других характеристик механических свойств. В связи с этим, целью работы являлось исследование влияния низкоинтенсивного бета-облучения на скорость установившейся ползучести кремния.

В экспериментах исследовались монокристаллические образцы кремния, легированные фосфором (КЭФ-4,5). Они имели форму пластин с линейными размерами $1 \times 4 \times 7$ мм. Для облучения образцов бета-частицами использовался источник на основе препарата $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ со средней энергией эмитируемых электронов 0,20 МэВ для ^{90}Sr и 0,93 МэВ для ^{90}Y . Интенсивность потока ($I \sim 10,4 \times 10^4 \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$) рассчитывалась посредством компьютерного моделирования с учетом геометрии источника и образца. Облучение и тестирование ползучести производились на воздухе при комнатной температуре. Тестирование ползучести осуществлялось на универсальном динамическом нанотестере УДНТ-07-2. Тестирование ползучести до облучения и на стадии облучения, соответствующей первому пику разупрочнения (время экспозиции 50 час) осуществлялось следующим образом. В течение первых 15 минут нагрузка на индентор составляла 0,05 Н, затем она увеличивалась до 0,5 Н и, после двухчасовой выдержки, вновь уменьшалась до 0,05 Н. Выдержка при малых нагрузках позволяла учитывать тепловой дрейф установки при обработке данных.

На Рис. 1 приведены зависимости прироста глубины внедрения индентора от времени выдержки при постоянной нагрузке на индентор для образца не подвергнувшегося облучению (прямая 1) и образца, облученного в течение 50 час с интенсивностью $I \sim 10,4 \times 10^4 \text{ см}^{-2}\text{с}^{-1}$ (прямая 2). Для наглядности стадия неустановившейся ползучести исключалась из рассмотрения. Полученные данные аппроксимируются линейной зависимостью с коэффициентом корреляции превышающим 0,95. Тангенсы углов наклона прямых, или скорости установившейся ползучести образцов, не подвергнувшихся предварительному облучению (рис.1, прямая 1) и облученных до стадии первого максимума разупрочнения (рис.1, прямая 2) составляют $v_1 = 0,007$ мкм/мин и $v_2 = 0,051$ мкм/мин, соответственно. Обращает на себя внимание тот

факт, что значения v_1 и v_2 отличаются на порядок величины, в то время как величина микротвердости при низкоинтенсивном облучении изменяется на 10 – 12 % [1, 2, 5].

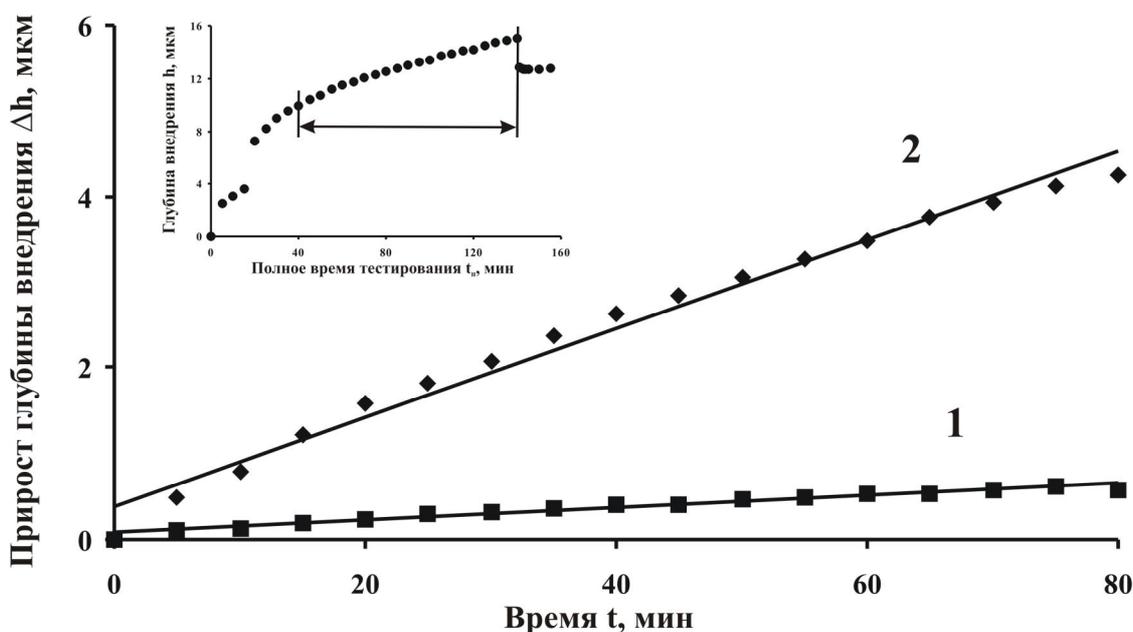


Рис. 1. Зависимость прироста глубины внедрения индентора в кремний от времени выдержки при постоянной нагрузке 0,5 Н: 1 – образец не подвергавшийся предварительному облучению; 2 – образец, облученный в течение 50 час с интенсивностью $I \sim 10,4 \times 10^4 \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$. На врезке представлен характерный вид зависимости глубины внедрения индентора от полного времени тестирования.

Переходя к обсуждению полученных результатов необходимо заметить, что формирование отпечатка при внедрении индентора в общем случае может осуществляться за счет подвижности дислокаций, фазовых превращений под индентором, а также подвижности неравновесных точечных дефектов. В кремнии дислокации при комнатной температуре можно считать неподвижными. Это дает основание минимизировать роль дислокационного механизма формирования отпечатка. Ранее в [2] были получены косвенные свидетельства о незначительности роли фазовых превращений под индентором в изменении микротвердости кремния, индуцированном низкоинтенсивным бета-облучением. Увеличение скорости установившейся ползучести на характерной стадии облучения подтверждает это предположение и свидетельствует о первостепенной роли неравновесных точечных (радиационных) дефектов в изменении механических свойств кремния.

Таким образом, в работе обнаружено семикратное увеличение скорости установившейся ползучести кремния, индуцируемое пятидесятичасовым облучением бета-частицами с плотностью потока $I \sim 10,4 \times 10^4 \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$.

Работа выполнена в рамках Приоритетного национального проекта «Образование» Министерства образования и науки РФ, а также при финансовой поддержке РФФИ (гранты № 08-02-97512 и № 06-02-96316).

Список литературы

1. Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, Н.Ю. Сучкова, М.В. Бадыевич, ФТТ, **47**, 7, 1237-1240 (2005).
2. Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, Н.Ю. Сучкова, М.Ю. Тологаев, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, **4**, 34- 36 (2007).

3. G. Golan, E. Rabinovich, A. Inberg, A. Axelevitch, M. Oksman, Y. Rosenwaks, A. Kozlovsky, P.G. Rancoita, M. Rattaggi, A. Seidman, N. Croitoru, *Microelectronics Reliability*, 39, 1497-1504 (1999).
4. G. Golan, E. Rabinovich, A. Inberg, M. Oksman, P.G. Rancoita, M. Rattaggi, K. Gartsman, A. Seidman, N. Croitoru, *Microelectronics Journal*, 31, 937-944 (2000).
5. Ю.И. Головин, А.А. Дмитриевский, Н.Ю. Сучкова, *ФТТ*, 48, 2, 262 (2006).

РАСТВОРЕНИЕ И ВЫДЕЛЕНИЕ ЧАСТИЦ ВТОРИЧНЫХ ФАЗ В МЕДНЫХ СПЛАВАХ СИСТЕМЫ Cu–Cr–Zr ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Фаизова С. Н.*, Валиев Р. З., Латыш В. В.***, Александров И. В.****,
Саркеева Е. А.****, Кандаров И. В.*****

** Институт Механики УНЦ РАН (г.Уфа),*

*** ИФПМ при УГАТУ (г.Уфа)*

****НКТБ «Искра» (г.Уфа),*

*****УГАТУ (г.Уфа)*

Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) такие как равноканальное угловое прессование (РКУП) или интенсивная пластическая деформация кручением под высоким давлением (ИПДК) позволяют существенно повысить прочность металлов и сплавов за счет измельчения структуры до нанометрических размеров. Применительно к дисперсионно-упрочняемым низколегированным медным сплавам системы Cu–Cr эффект повышения прочности определяется сочетанием процессов измельчения структуры и упрочнения матрицы за счет выделения дисперсионно-упрочняющих (ДУ) частиц вторичных фаз.

Традиционная промышленная схема обработки медных сплавов системы Cu–Cr–Zr включает три этапа: 1 этап – предварительная термообработка с целью получения пересыщенного твердого раствора (ТР) легирующих элементов (ЛЭ) в медной матрице (закалка с 900–1050°C). 2 этап – холодная деформация (ХД) для повышения прочности за счет наклепа. 3 этап – дополнительная пост-деформационная термообработка (ТО), в ходе которой происходит распад ТР и выпадение дисперсионно-упрочняющих (ДУ) частиц вторичных фаз. В результате в низколегированных медных сплавах системы Cu–Cr–Zr методами промышленной обработки достигают значения прочности порядка 450–500МПа.

Если на 2 этапе деформации заменить традиционные способы деформации, например, прокатку, волочение, каким-либо методом ИПД, то, можно предположить, что в условиях высокой дефектности структуры типичной для ИПД и, соответственно, увеличения концентрации вакансий, процессы распада пересыщенного твердого раствора легирующих элементов в медной матрице существенно ускоряются – дисперсионно-упрочняющие частицы появляются уже в ходе деформации. Очевидно, что имеет место обратное воздействие частиц на деформационное течение материала.

Учитывая, что при ИПД происходит активизация диффузионных процессов, нельзя не учитывать возможность растворения частиц вторичных фаз. В литературе имеются данные об изменении свойств, которые авторы работ предлагают объяснить растворением частиц, однако приводятся, как правило, только косвенные экспериментальные данные.

В данной работе за основу обработки медного сплава Cu–1Cr–0.7Al–0.2Zr (вес,%) была использована традиционная схема обработки, но холодную деформацию заменили на комплексную обработку методами ИПД в сочетании с традиционными методами обработки металлов и сплавов (рис.1). Последняя включала: равноканальное угловое прессование (РКУП), кузнечную протяжку (КП) с последующим волочением (В).

Методика эксперимента.

Схема обработки: 1 этап. Предварительная термообработка – выдержка на воздухе при 1050° в течение 1 часа с последующей закалкой в воду. 2 этап. Комплексная деформационная обработка методами ИПД (РКУП +КП+В). Условия РКУП: угол пересекающихся каналов 90°, температура комнатная, количество проходов - 4 и 8, размеры образцов: Ø40мм, длина 150мм. кузнечная протяжка - $e = 56\%$, волочение - $e = 25\%$. 3 этап. Пост-деформационная ТО: 450°С 1 час.

Методы исследования структуры: оптическая металлография (ОМ), растровая электронная микроскопия и EBSD (РЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) – фольги и экстракционные реплики. Оценка механических свойств: механические испытания на растяжение на универсальном динамометре «Instron» при комнатной температуре, скорость деформации $5,5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и измерения микротвердости по Виккерсу (при нагрузке 100 г) на микротвердомере Micromet 5101.

Результаты и их обсуждение.

Размер зерен или структурных составляющих. Установлено, что после закалки с 1050°С сплав остается крупнозернистым и средний размер зерна сплава практически не изменился $D_{\text{ср}} = 33 \pm 4 \mu\text{м}$.

После обработки комплексными методами ИПД (РКУП+КП+В) сформировалась вытянутая вдоль прутка полосовая структура (рис.1).

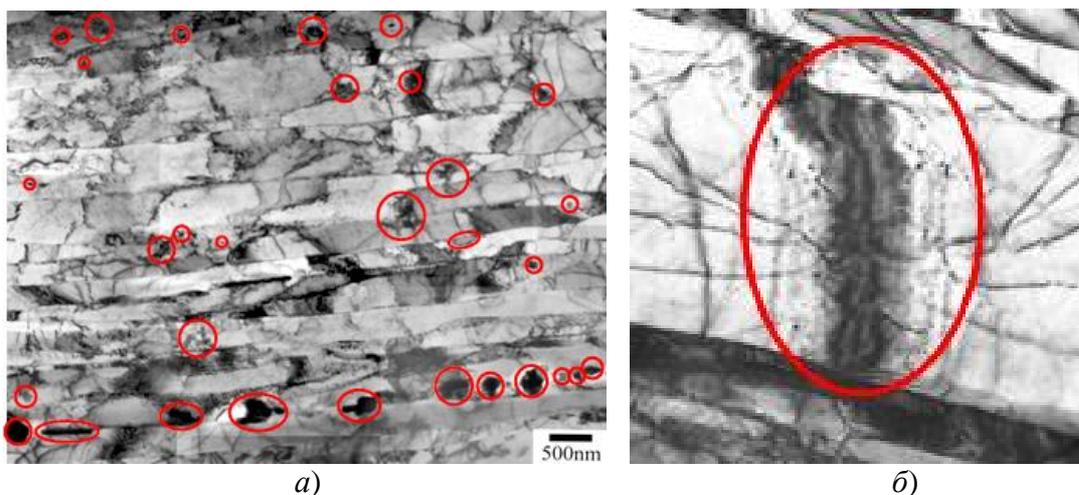


Рис. 1. Полосовая структура сплава Cu–1Cr–0.7Al–0.2Zr после ИПД (а). Поперечный размер зерен составляет $D_{\text{ср}} = 200\text{--}240$ нм. Мелкие ДУ частицы хорошо видны только вблизи полос экстинции.

Поперечный размер структурных составляющих порядка 200–240нм. ПЭМ фольг показали, что вдоль границ вытянутых зерен наблюдаются цепочки ДУ частиц размером 200–300нм. Мелкие частицы видны в местах скопления дислокаций как по границам зерен, так и в теле зерен (рис.2). Вероятно, частицы являются препятствием для движения дислокаций, с одной стороны, а, с другой, место скопления дислокаций может служить местом локализации и скопления атомов легирующих элементов. При определенной концентрации этих атомов возможно формирование частиц вторичных фаз.

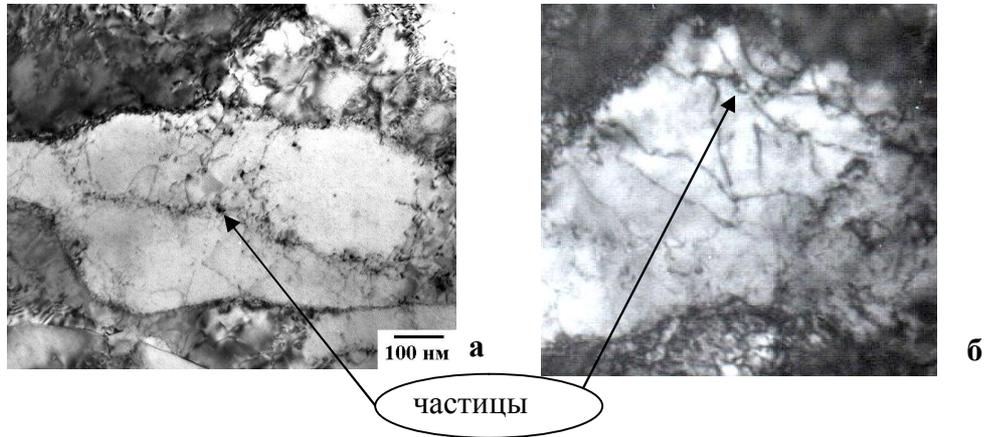


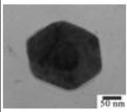
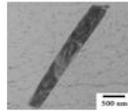
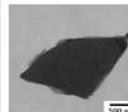
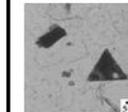
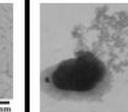
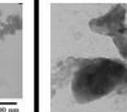
Рис. 2. ДУ частицы взаимодействуют с дислокациями (*а* и *б*). Хорошо видно, что частица тормозит движение дислокаций (*б*).

После пост-деформационной ТО поперечный размер структурных составляющих не изменился. Заметно увеличилось число ДУ частиц вторичных фаз как по границам, так и в теле зерен.

Методом микроструктурного фазового анализа с использованием экстракционных реплик на каждом этапе обработки сплава проведена идентификация частиц легирующих элементов сплавов по морфологическим признакам и по химическому составу.

В табл. 1 показано как изменялся размер различных частиц на разных этапах обработки.

Таблица 1. Влияние видов обработки сплава Cu–1Cr–0.7Al–0.2Zr на размер частиц вторичных фаз. Стрелками показано направление и масштаб процесса.

							$d_{av.}$, nm ср. размер частиц
ПО	Cu ₃ Al; Cu ₄ Al; CuAl; Al ₂ Zr 120	ZrAl ₃ Zr ₂ Al ₃ 100	ZrAl ₃ ZrAl ₂ 90	AlCrZr 85	Al ₃ Zr ₅ 55	AlCrZr 100	80
закалка		40 ↓	70 ↓	55 ↓	35 ↓	55 ↓	40 ↓
ИПД	160	60 ↑	70	40 ↓	55	40 ↓	50
ИПД + ТО	30 ↓	40 ↓	30 ↓	20 ↓	17 ↓	10 ↓	20 ↓

Видно, что после закалки в воду с температуры 1050°C медно-алюминиевые частицы практически полностью растворяются. Вероятно, растворяются и другие частицы, поскольку размер их становится заметно меньше (стрелки указывают на направление процесса изменения размера частиц). Но в ходе ИПД происходит распад твердого раствора легирующих элементов в виде алюминиевых частиц того же состава, причем процесс протекает чрезвычайно активно, поскольку существенно возрастает размер этих частиц. То же относится и к циркониево-алюминиевым частицам – их размер возрастает. Но размер частиц AlCrZr уменьшается. Все эти изменения свидетельствуют о том, что в условиях ИПД происходит сложная взаимосвязь между механизмами деформации и процессами, приводящими к распаду ТР в виде ДУ частиц, либо к растворению частиц вторичных фаз. Такие данные находятся в хорошем согласии с работами, посвященным проблемам ускоренных процессов диффузии при ИПД.

В таблице хорошо видно, что пост-деформационная ТО приводит к распаду ТР, в результате которого появляется большое количество мелких частиц, которые и определяют окончательно достигнутую высокую прочность в данном сплаве.

Таким образом, в данной работе показано, что в условиях ИПД происходит существенное взаимовлияние механизмов деформации и процессов растворения и выпадения ДУ частиц вторичных фаз.

Работа выполнена при поддержке РФФИ проектов №06-08-00971 и №07-08-00567.

ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕРМООБРАБОТКИ СПЛАВА СИСТЕМЫ Cu–Cr ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ

Фаизова С. Н., Валиев Р. З., Мажитова Н. В.

*Институт физики перспективных материалов
при Уфимском государственном авиационном техническом университете*

Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) позволяют существенно повысить прочность металлов и сплавов за счет измельчения структуры до нанометрических размеров [1]. Применительно к дисперсионно-упрочняемым низколегированным медным сплавам системы Cu–Cr эффект повышения прочности определяется сочетанием процессов измельчения структуры и упрочнения матрицы за счет выделения дисперсионно-упрочняющих (ДУ) частиц вторичных фаз.

Традиционно для получения высокой прочности дисперсионно-упрочняемых низколегированных медных сплавов системы Cu–Cr применяется схема обработки, включающая 3 этапа. Первый этап – высокотемпературная термообработка (1050°C) с последующей закалкой в воду для получения пересыщенного твердого раствора (ТР) легирующих элементов в медной матрице. Второй этап – холодная деформация, приводящая к увеличению прочности матрицы за счет наклепа. Третий этап – пост-деформационная термообработка, при которой происходит распада твердого раствора и, соответственно, дополнительное дисперсионное упрочнение сплава [2].

Если на 2 этапе деформации заменить традиционные способы деформации, например, прокатку, волочение, каким-либо методом ИПД, то вероятно, изменится

характер процессов растворения и выделения частиц вторичных фаз в медной матрице.

В работах [3] показано, что в ходе РКУП происходят как распад пересыщенного твердого раствора легирующих элементов в медной матрице – дисперсионно - упрочняющие (ДУ) частицы появляются уже в ходе деформации, так и растворение частиц вторичных фаз. Одновременно наблюдалось и обратное воздействие частиц на деформационное течение материала. Такое взаимовлияние пластического течения и процессов растворения и выделения частиц вторичных фаз в медной матрице позволило повысить ресурс дисперсионного упрочнения при пост-деформационном отжиге и получить высокие показатели прочности до 700МПа. Однако следует заметить, что режимы пост-деформационной термообработки были изменены - уменьшилось время пост-деформационного отжига.

Можно предположить, что замена холодной деформации в традиционной схеме обработки данного класса сплавов на ИПД кручением под высоким давлением (ИПДК) (наковальни Бриджмана) позволит усилить эффект взаимовлияния вышеозначенных механизмов. Соответственно, вопрос об исследовании и оптимизации режимов термообработки после ИПДК требует специального изучения и является целью данной работы.

Материал и методы исследования. Исследован сплав Cu-1Cr-0.7Al-0.2Zr. 1 этап – высокотемпературная термообработка исходных образцов ($\varnothing = 10\text{мм}$ и $h = 0.8\text{мм}$) осуществлялась при температуре 1050° (1 час) в бариевой ванне с последующей закалкой в воду. Условия ИПДК: 6ГПа, число оборотов $N = 5$, температура комнатная. Режимы пост-деформационной термообработки: температуры – 200, 300, 400 и 450°C , время – от 10мин до 1 часа. Исследования структуры проводили на расстоянии $r/2$ от центра образца в плоскости наковален. Методы исследования структуры: просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) фольг и экстракционных реплик, растровая электронная микроскопия (РЭМ) и оптическая металлография (ОМ). Измерения размера фрагментов проводили методом секущей по светлопольным изображениям (ПЭМ) в плоскости наковален. Измерения микротвердости проводили на приборе «Micro-met» с нагрузкой 50г и временем выдержки на грузки 10 секунд.

Результаты исследования и их обсуждение. После предварительной термообработки (закалки с 1050°C) в сплаве Cu-1Cr-0.7Al-0.2Zr формируется крупнозернистая структура со средним размером зерен 34 мкм.

Наблюдаются частицы вторичных фаз, которые не растворились в ходе ТО (рис.1). Крупные частицы достигают размеров до 1 мкм (рис.1,а), средний размер мелких (менее 0.5 мкм) составляет 45нм, а расстояние между ними - 460 нм (рис.1,б). Следует отметить, что частицы после закалки можно разделить по морфологическим признакам. Результаты такой классификации частиц для данного сплава были приведены в работе [3].

После 5 оборотов ИПДК происходит интенсивная фрагментация структуры (рис.2). Электронограммы становятся близкими к кольцевым

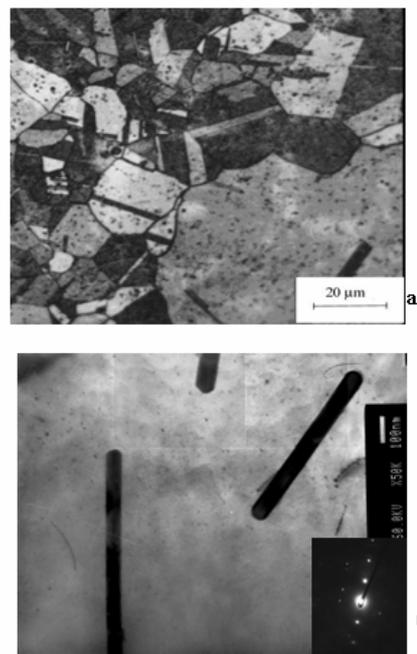


Рис.1. Структура после предварительной ТО (1050°C). А – оптическая металлография, б – ПЭМ (фольги).

– увеличивается плотность дифракционных максимумов. Средний размер фрагментов 80нм. Практически совсем не наблюдаются крупные частицы.

Сравнение электронномикроскопического изображения структуры в темном и светлом полях позволяет увидеть, что в местах скопления дислокаций появляются мелкие частицы вторичных фаз (рис. 2, а, б).

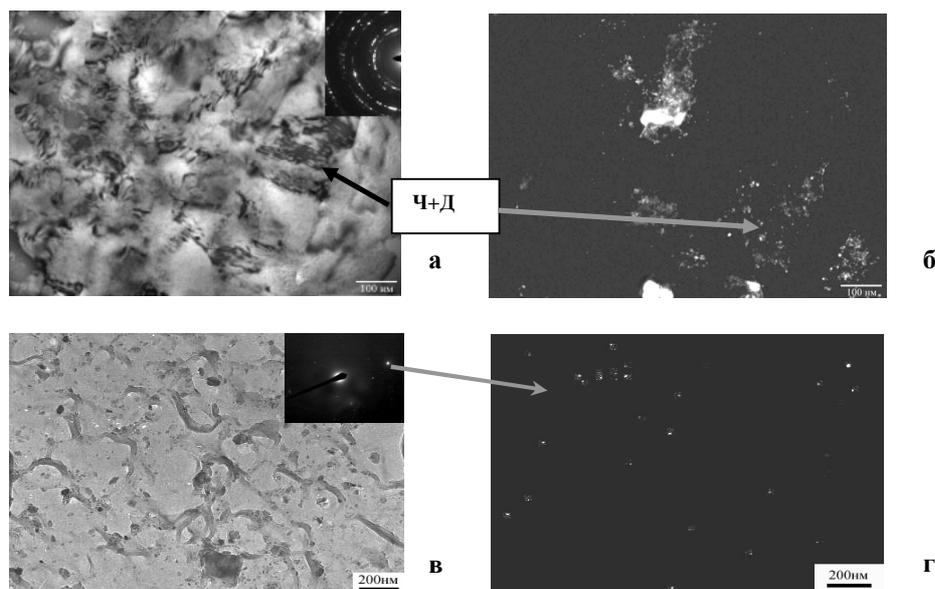


Рис. 2. Микроструктура меди после 5 оборотов ИПДК в сечении, параллельном плоскости наковален. Показаны светлопольное и темнопольное изображения фольги (а, б) и экстракционной реплики (в, г), соответственно

Измерения размеров частиц и расстояний между ними, выполненные при помощи экстракционных реплик (рис.2) показали, что средний размер частиц уменьшился (18нм), однако плотность частиц увеличилась – расстояние между частицами уменьшилось до 106 нм (рис.3).

Пост-деформационная термообработка проводилась сначала по традиционным рекомендациям – 450°C в течение 1 часа. Как было показано в работе [4], в результате ТО наблюдается заметное уменьшение плотности дислокаций, соответственно, уменьшаются показатели микроискажений кристаллитов с 0,0018 после ИПДК до 0,0005 после ТО (РСА). При этом формируется неоднородная структура. Сохраняются области с небольшими фрагментами (менее 50-70нм) и высокой плотностью дислокаций. Одновременно наблюдаются рекристаллизованные зерна заметно больших размером (до 400нм), имеющие границы с полосчатым контрастом, характерным для отожженных материалов.

Распад ТР приводит к появлению большого количества мелких дисперсионно - упрочняющих частиц вторичных фаз: средний размер уменьшается (11нм), но возрастает плотность – уменьшается расстояние между частицами (115нм).

После ИПДК микротвердость возросла с 620 до 2430МПа. Но после пост-деформационного отжига по традиционным режимам (450°C 1 час) микротвердость уменьшилась до значения 1890МПа. Если учесть, что при пост-деформационном отжиге происходят два основных процесса: возврат структуры (уменьшение плотности дислокаций, рекристаллизация), приводящий к уменьшению прочности, и дисперсионное упрочнение, повышающее прочность, то, вероятно, вклад первого второго процесса при данной обработке оказался больше.

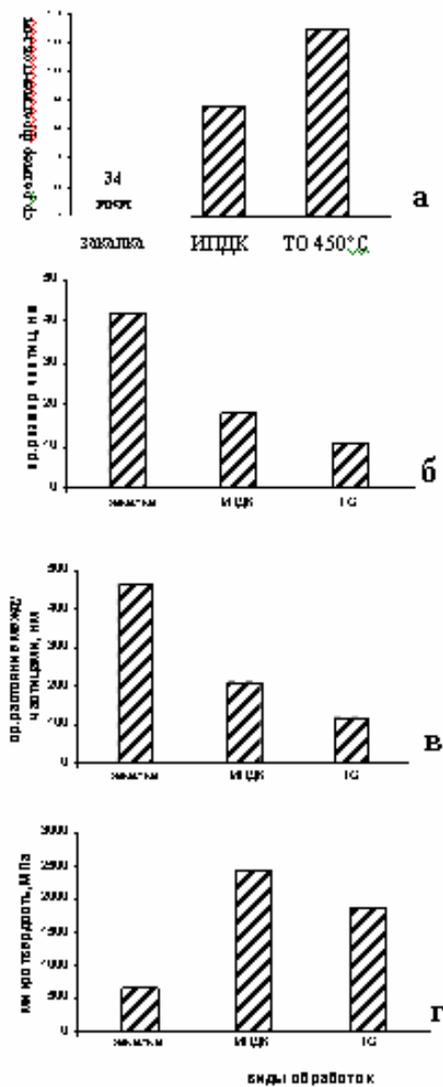


Рис. 3. Приведены гистограммы изменения структурных характеристик сплава Cu-1Cr-0.7Al-0.2Zr после закалки, ИПДК ($N = 5$) и пост-деформационного отжига (ТО-станд) при 450°C в течение 1 часа.

уменьшить температуру до 400°C и время выдержки до 20 минут.

Работа поддержана грантами РФФИ (проекты № 06-08-00971, 08-08-97027).

Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. «Объемные наноструктурные металлические материалы» - ИКЦ «Академкнига», 2007, 400с.
2. Осинцев О.Е., Федоров В.Н. Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки. – М.: Машиностроение, 2004, - 336 с.
3. Фаизова С.Н., Валиев Р.З., Латыш В.В., Александров И.В., Саркеева Е.А., Кандаров И.В.,//Тез. докл. на конф. «Нanomатериалы технического и медицинского назначения», Тольятти 2007,с.146.
4. Фаизова С.Н., Валиев Р.З., Балабанова Н.В.// Тез. докл. на конф. «Нanomатериалы технического и медицинского назначения», Тольятти 2007,с.339.

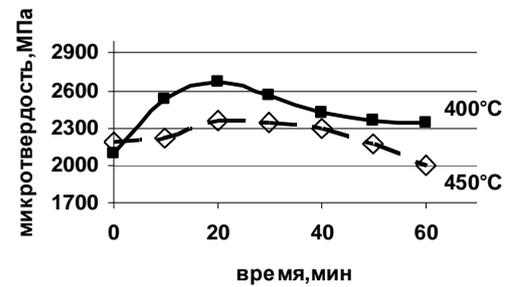


Рис. 4. Термообработка образцов после ИПДК ($N = 5$) при 400°C и 450°C.

Для оптимизации пост-деформационного отжига проводили отжиги при разных температурах с поэтапным увеличением времени выдержки. Оказалось, что максимальную прочность 2670МПа обеспечивает ТО при температуре 400°C в течении 20 минут. При этом прирост микротвердости после ИПДК составляет около 500МПа (рис.4). При более низких температурах (300°C и 200°C) показатели микротвердости заметно меньше.

Таким образом, интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) применительно к дисперсионно-упрочняющим медным сплавам системы Cu-Cr позволяет формировать высокопрочное состояние за счет сочетания двух процессов: измельчения структуры до нанометрических размеров и дисперсионного упрочнения при пост-деформационном отжиге. Для этого необходимо изменить традиционные режимы пост-деформационной термообработки (450°C 1 час) –

НАНОКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ, ПРОЧНОСТЬ И ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА И КОБАЛЬТА В УСЛОВИЯХ АБРАЗИВНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

Коршунов Л. Г., Черненко Н. Л., Шабашов В. А.

*Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург,
korshunov@imp.uran.ru*

Исследованы износостойкость и структурные изменения ряда аморфных сплавов (лента шириной 12 и толщиной 0,03 мм) на основе железа и кобальта в условиях абразивного изнашивания при комнатной температуре и при -196°C . Аморфные сплавы обладают уникальным комплексом физических (магнитные и др.), механических и коррозионных свойств, что обуславливает все возрастающее применение этих материалов в технике [1, 2]. Существенный научный и практический интерес представляют данные о трибологических свойствах аморфных сплавов и, в частности, о сопротивлении их абразивному изнашиванию, относящемуся к наиболее распространенным и интенсивным видам поверхностного разрушения элементов разнообразных технических устройств.

Испытания образцов осуществляли на лабораторной установке в условиях скольжения (возвратно-поступательного движения) образцов по поверхности закрепленного абразива (корунд, карборунд). Структуру материалов исследовали металлографическим, рентгенографическим, электронно-микроскопическим (на просвет) и ЯГР методами анализа. Поверхность и продукты изнашивания материалов анализировали с использованием сканирующего электронного микроскопа во вторичных электронах.

Показано, что абразивная износостойкость исследованных аморфных сплавов в 1,6–3,1 раза ниже, чем высокоуглеродистых инструментальных сталей, имеющих близкий уровень твердости. По уровню износостойкости при комнатной температуре аморфные сплавы лишь в 1,4–1,7 раза превосходят поликристаллическое арможелезо, обладающее примерно в 5 раз меньшей твердостью. Химический состав аморфных сплавов оказывает относительно слабое влияние на их сопротивление абразивному изнашиванию. Тип абразива (корунд, карборунд) в данном случае также незначительно влияет на сопротивление аморфных сплавов изнашиванию. Испытание аморфных сплавов в среде жидкого азота, как и испытания при комнатной температуре, также показали относительно невысокий уровень сопротивления аморфных сплавов абразивному изнашиванию. В среде жидкого азота износостойкость и удельная работа изнашивания аморфных сплавов $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$, $\text{Fe}_{73,5}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$ и $\text{Co}_{86,5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{2,5}$ в 2,4–3,1 раза ниже, чем стали X12M. Таким образом, для всех исследуемых аморфных сплавов не выполняется классическая пропорциональная зависимость между абразивной износостойкостью металлических материалов и их твердостью. Невысокий уровень абразивной износостойкости в значительной степени обусловлен деформационным разупрочнением данных материалов в процессе изнашивания. Это разупрочнение характеризуется заметным снижением микротвердости на поверхности изнашивания аморфных сплавов. Анализируемое разупрочнение приводит к росту глубины внедрения абразивных зерен в поверхность и к снижению сопротивления срезу поверхностного слоя, что и обуславливает относительно невысокую износостойкость аморфных сплавов.

Результаты исследования поверхности и продуктов изнашивания аморфных сплавов (рис. 1 и 2) показали, что абразивное изнашивание исследованных аморфных сплавов при комнатной и криогенной температурах происходит по механизму

микрорезания. Разрушение поверхности сплавов носит вязкий характер и связано с интенсивной локализованной пластической деформацией.

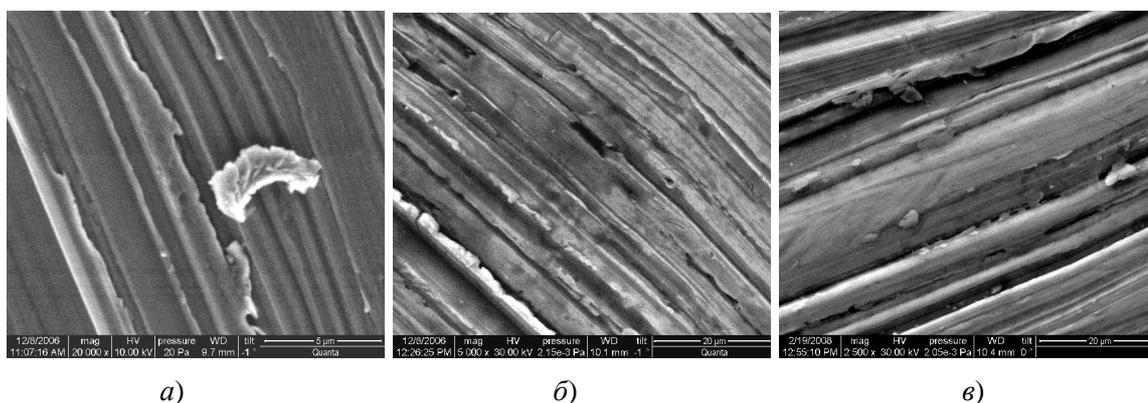


Рис. 1. Вид поверхности абразивного изнашивания аморфного сплава $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$ (а), (в) и стали X12М (б); а, б – испытание при комнатной температуре, в – при -196°C .

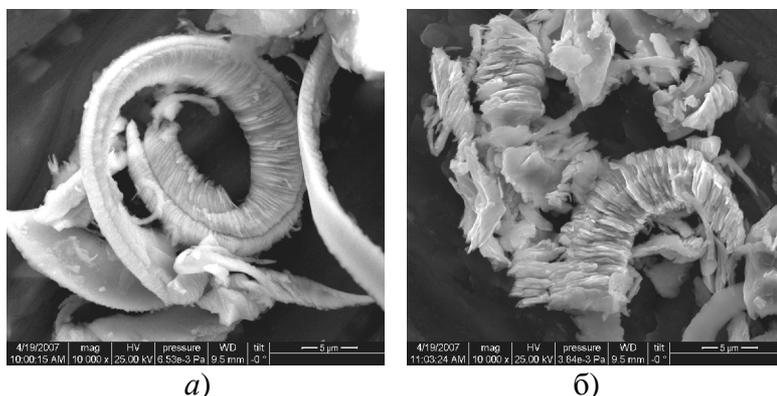


Рис. 2. Продукты абразивного изнашивания аморфных сплавов $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$ (а) и стали X12М (б).

Электронно-микроскопическое исследование обнаружило образование нанокристаллической структуры в отдельных наиболее деформированных микрообъемах поверхностного слоя исследованных аморфных сплавов [3]. Основной объем деформированного поверхностного слоя анализируемых материалов сохраняет аморфное состояние. Интенсивная пластическая деформация под действием абразивных частиц, вызвала заметные изменения в структурном состоянии приповерхностного слоя аморфных сплавов, а именно, формирование в аморфной матрице неоднородностей - фрагментов размером 10–50 нм и более, а также уменьшение ширины самого сильного «гало» на микроэлектронограммах (рис.3). Указанные изменения, очевидно, характеризуют начальную стадию кристаллизации аморфных сплавов, происходящей в рассматриваемых условиях интенсивного поверхностного деформирования. В претерпевших наиболее сильную пластическую деформацию локальных микрообъемах тонкого (несколько мкм) поверхностного слоя исследуемых аморфных сплавов формируются нанокристаллические структуры ОЦК и ГЦК фаз (рис. 4). Образование рассматриваемых нанокристаллических структур происходит при комнатной температуре и температуре жидкого азота. Оно, очевидно, инициировано действием высоких контактных сжимающих напряжений. Данные напряжения способствуют возникновению в сталях и сплавах при трении более плотных структур и фаз [4]. Небольшое (порядка нескольких процентов) количество нанокристаллической фазы, образующейся в исследуемых аморфных сплавах при абразивном изнашивании, не оказывает заметного влияния на прочностные и, соответственно, трибологические свойства поверхностного слоя исследуемых материалов.

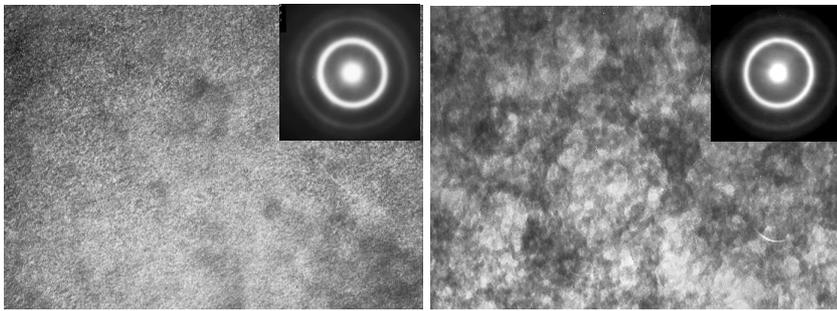


Рис. 3. Микроструктура сплава $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$ ($\times 100000$): *a* – исходная; *b* – после абразивного изнашивания в слое толщиной несколько мкм; испытания при 20°C .

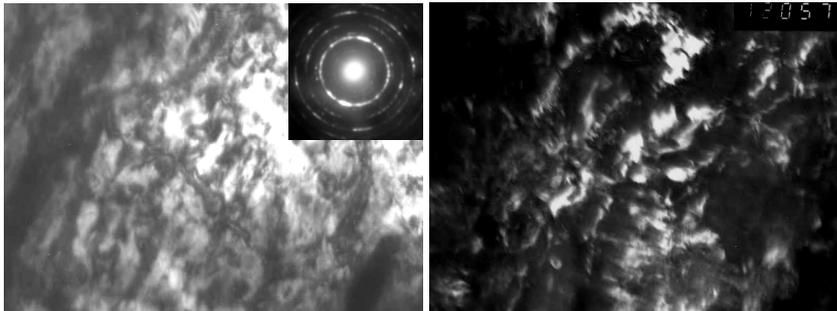


Рис. 4. Нанокристаллические структуры, образующиеся в сплаве $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$ при абразивном изнашивании (испытания при 20°C) в слое толщиной несколько мкм ($\times 120000$): *a* – светлопольное изображение; *b* – темнопольное изображение в рефлексе $(110)\alpha$.

Данные, полученные методом ЯГР, свидетельствуют о формировании в аморфной матрице сплава $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$ под воздействием абразива магнитной текстуры, а также о перераспределении атомов, приводящем к росту локального ближнего порядка, отвечающего фазам FeB , Fe_2B , Fe_3B и $\alpha\text{-Fe}$. Этот результат качественно согласуется с данными электронно-микроскопического исследования сплава $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{30}\text{Si}_3\text{B}_3$.

Работа выполнена по плану РАН (тема «Структура» № г.р. 01.2.00613392) при финансовой поддержке гранта РФФИ № 07-03-00339.

Список литературы

1. Аморфные металлические сплавы / Под редакцией Люборского Ф.Е.: Пер. с англ. - М.: Металлургия, 1987, 584 с.
2. Глезер А.М., Алдохин Д.В. Аморфные сплавы: структура, свойства, применение // Перспективные материалы. Структура и методы исследования. Учебное. Пособие. Под. Ред. Д.Л. Мерсона: ТГУ, МИСиС, 2006. С. 65-88.
3. Носкова Н.И., Коршунов Л.Г., Потапов А.П., Черненко Н.Л., Векслер А.С., Спивак Л.В. Нанокристаллизация аморфных сплавов, вызванная тепловым и силовым воздействием в различных средах // Структура и свойства нанокристаллических материалов. Сборник научных трудов. Российская академия наук. Уральское отделение. Екатеринбург, 1999. С. 26-37.
4. Коршунов Л.Г., Шабашов В.А., Черненко Н.Л., Пилюгин В.П. Влияние напряженного состояния зоны фрикционного контакта на формирование структуры поверхностного слоя и трибологических свойств сталей и сплавов //ФММ. 2008. Т. 105. № 1. С. 70-85.

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СМЗ СТРУКТУРЫ ПРИ ОТЖИГЕ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ, ПРОШЕДШЕЙ ИНТЕНСИВНУЮ ПЛАСТИЧЕСКУЮ ДЕФОРМАЦИЮ ПРИ КРИОГЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Михайлов С. Б., Михайлова Н. А.*, Мулюков Р. Р., Зарипова Р. З.****

УГТУ-УПИ,
*ИПС РАН, г.Уфа.,
**УрГУПС, г.Екатеринбург, Россия,
msb@mail66.ru

Сообщение посвящено вопросам изучения изменения свойств стали 12Х18Н9Т в процессе получения нанокристаллического структурного состояния. При изготовлении медицинского инструмента широкое применение находят коррозионностойкие аустенитные стали на хромоникелевой основе, в частности, и исследуемая сталь. Крупным недостатком этого класса сталей является сравнительно низкий уровень предела текучести, что не позволяет получать изделия малого поперечного сечения. Переход к нанокристаллическим структурным состояниям позволяет решить эту проблему.

В качестве способа получения нанокристаллического состояния исследуемой стали была использована схема сочетания интенсивного пластического деформирования при криогенных температурах с последующими рекристаллизационными отжигами. Пластическое деформирование осуществлялось прокаткой охлажденных до температуры жидкого азота, предварительно закаленных от 1100°С заготовок исследуемой стали.

Сочетание аустенитного состояния структуры с ее деформационной нестабильностью по отношению к мартенситному $\gamma \rightarrow \alpha$ превращению позволили реализовать высокие степени относительно однородной деформации без разрушения заготовок и получить сравнительно крупные образцы для исследования (квадрат 16x16 при длине порядка 120 мм.). По результатам определения намагниченности заготовки, охлажденные в жидком азоте, до деформирования имели чисто аустенитную структуру, после примененной прокатки в них оставалось 10...15 % аустенитной фазы.

Далее полученные образцы подвергались изохронным (30 мин., вода) отжигам с шагом последовательного повышения температуры на 50°С от комнатной вплоть до 1150°С. На определенных этапах отжигов производились измерения размера аустенитного зерна и ряда свойств: намагниченности, предела текучести, амплитудно-зависимого внутреннего трения (АЗВТ) и эффектов дифференциально-термического анализа (ДТА). Результаты этих измерений в обобщенном виде представлены в подборке рисунков на следующей странице.

Размер зерна. Электронномикроскопический анализ структуры показал существование нанокристаллического состояния исследованных образцов после проведения изохронных отжигов в температурную область 600...650 °С, (пунктирная кривая верхнего рисунка). При этом, на изображениях структуры отожженной в интервал 600...630 °С наблюдается размытие границ зерен, свидетельствуя о наличии существенных микроперенапряжений по границам образовавшихся новых зерен. Для более высоких температур характерно развитие процессов вторичной и собирательной рекристаллизации с формированием равноосных зерен с четким отображением их границ.

Фазовый состав. Судя по изменению намагниченности (верхний рисунок), в температурном интервале формирования нанокристаллического состояния

наблюдается наиболее интенсивное уменьшение количества магнитной фазы, свидетельствуя о протекании $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения, что дополнительно должно приводить к дроблению структуры.

Предел текучести существенно изменяется уже в процессе интенсивного пластического деформирования в связи с формированием мелкодисперсной двухфазной мартенсито - аустенитной структуры на основе интенсивно деформированной аустенитной матрицы. Такая структура обеспечивает почти четырехкратное увеличение предела текучести относительно отожженного состояния (кривая верхнего рисунка). Реализация наноструктурного состояния после отжига интенсивно деформированной структуры исследованной стали обеспечивает небольшое дополнительное упрочнение (в пределах 10%).

ДТА эффекты измерялись с целью возможной регистрации процессов рекристаллизации по ее тепловым эффектам. Но использованная измерительная ячейка установки ДТА Курнакова не позволила выявить ожидаемые тепловые эффекты рекристаллизации исследованных образцов. Однако было выявлено существенное различие в ходе термограмм ДТА после различных температур изохронных отжигов (нижний левый рисунок). Этот эффект ДТА в виде изменения площади под термограммами ДТА относительно отожженного состояния представлен на верхнем рисунке. Характерно, что с увеличением температуры изохронного отжига рассматриваемый эффект исчезает, однако это происходит при значительном перегреве относительно температурного интервала формирования нанокристаллического состояния структуры образцов. Очевидно, в данном случае, имеет место процесс релаксации наклепа структуры, возникшего в процессе интенсивного пластического деформирования. Наклеп структуры металла снижает его теплопроводность, что и находит свое отражение в случае динамического нагрева образца в измерительной ячейке ДТА.

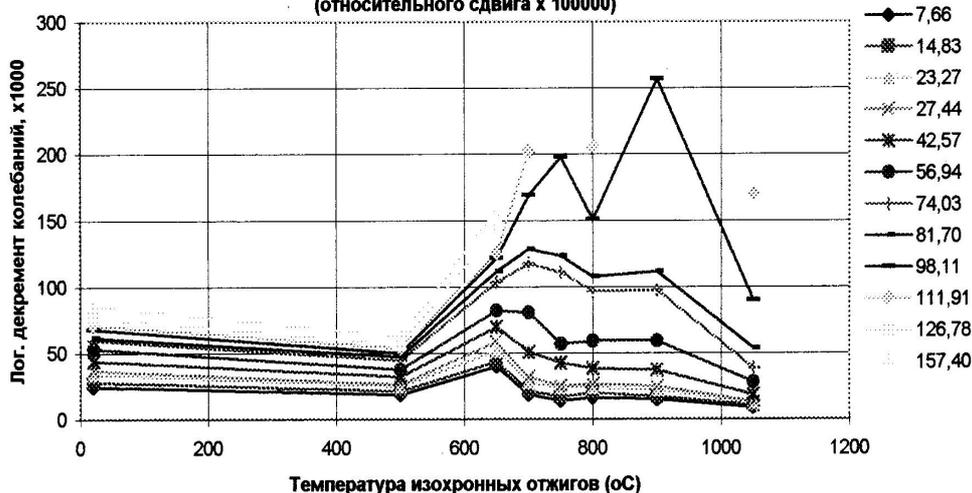
Вибропоглощение на основе измерений АЗВТ, как правило, используется для оценки подвижности дислокационного ансамбля структуры исследованных образцов. Представленные кривые (правый нижний рисунок), полученные на прямом крутильном маятнике при комнатной температуре, демонстрируют, что с ростом температур отжига, соответственно изменению структуры, кривые АЗВТ приобретают типичный вид кривых отожженных состояний с ГЦК решеткой (очень низкий фон, малые значения критических амплитуд, высокая крутизна кривой, чувствительность к наличию дисперсных частиц вблизи дислокаций). Сложность и многостадийность этого перехода более наглядно представлена кривыми однотипных амплитуд деформации АЗВТ в случае поперечных разрезов серии кривых АЗВТ для различных температур отжига (средний рисунок). Четко выявляются два температурных интервала повышения фона АЗВТ. Первый связан с процессом фазовой перекристаллизации структуры образцов, а второй, более высокотемпературный, очевидно, связан с рекристаллизацией непосредственно аустенита.

Таким образом, при отжиге интенсивно деформированной стали 12Х18Н9Т имеют место, как минимум пять температурных диапазонов характерных состояний. Интенсивно деформированное (до 500 °С), промежуточное, нанокристаллическое состояние (600...700 °С), предварительно отожженное состояние (700...959 °С) и полностью отожженное состояние (выше 950 оС). К наиболее высокопрочному состоянию можно отнести нанокристаллическое состояние, получаемое отжигом при 600...630 °С.

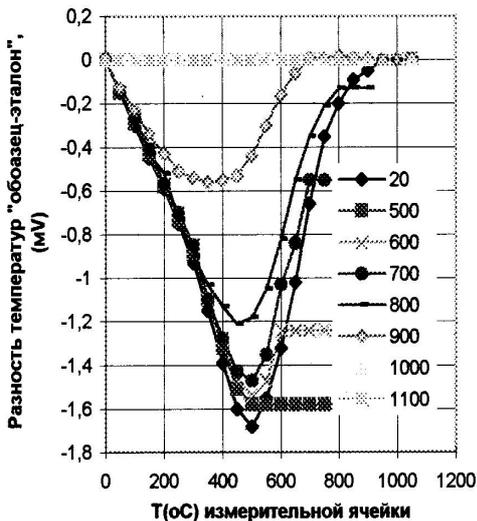
Влияние изохронных отжигов (30 мин) на размер зерна(D) и относительное изменение свойств интенсивнодеформированной стали 12Х18Н9Т



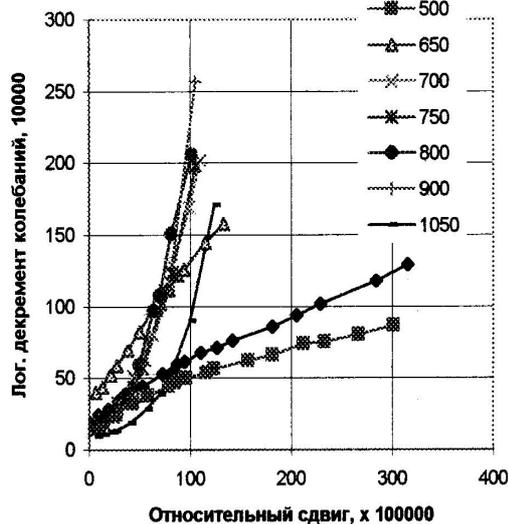
Кривые АЗВТ одностипных уровней деформации (относительного сдвига x 100000)



Термограммы ДТА



Кривые АЗВТ



ВЛИЯНИЕ ИСХОДНОГО СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КОМПОЗИТНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ МЕДИ ПРИ ВИНТОВОМ ПРЕССОВАНИИ

Пашинская Е. Г., Эльвих О. О. *

ДонФТИ НАН Украины, г. Донецк, Украина,

** ОМУРЧ, г. Горловка, Украина*

pashinska@mail.ru

Данная работа посвящена исследованию изменений структуры и свойств композитного сплава $\text{Cu} + \text{Cu}_2\text{O}$ после отжига, старения и винтового прессования (ВП). Первую группу образцов отжигали при температуре 650°C в течение 2 ч и подвергали ВП (ОВП) до степени деформации $e = 4.5$. Вторую группу образцов выдерживали в течение 60 суток при комнатной температуре для прохождения естественного старения и подвергали ВП (СВП) до $e = 3$. Для сравнения испытывали образцы после отжига и естественного старения (ОС). Физико-механические свойства исследовали методом деформации на сжатие в направлении, параллельном и перпендикулярном относительно оси ВП. Деформацию на сжатие осуществляли на установке 2167P-50 с компьютерной регистрацией кривых сжатия и одновременным фиксированием изменений структуры на полированной поверхности на цифровую камеру Nikon Coolpix 2000. Исследования изменений микротвердости и микроструктуры в продольном и поперечном сечениях проводили на всех этапах деформации.

Сопоставление структуры отожженных и состаренных образцов после ВП при сжатии показывают, что их поведение под нагрузкой существенно отличается. Образцы после СВП характеризуются следующими особенностями: в них позже начинают работать системы вторичного скольжения; угол наклона кривой на стадии III имеет меньшее значение, чем для образцов после ОВП; они отличаются также более высоким $\sigma_{0.2}$. Данные свидетельствуют о большей степени закрепления дислокаций и более низкой пластичности. Показано, что винтовое прессование композитного сплава приводит к измельчению зерен на 30-60% и повышению прочностных свойств материала: фиксируется увеличение твердости и предела текучести в несколько раз. Анализ показал, что кривые сжатия одного и того же образца в поперечном и продольном направлении существует разница, что свидетельствует об анизотропии структуры, сформированной ВП. Следует отметить, что разница между кривыми сжатия в поперечном и продольном сечениях увеличивается в такой последовательности: исходный образец \rightarrow СВП \rightarrow ОВП, что свидетельствует о меньшей анизотропии свойств в разных сечениях для исходных и образцов после СВП. С другой стороны, это говорит о большем вкладе ВП при деформации образцов, имеющих отожженную структуру.

Таким образом, исследование структуры, свойств, механических характеристик в процессе осадки композитного сплава $\text{Cu} + \text{Cu}_2\text{O}$, подвергнутых винтовому прессованию, показали, что совмещение ВП с одноосной деформацией приводит к измельчению структуры и увеличению твердости. Механические свойства таких материалов характеризуются повышенными прочностными и пластическими характеристиками. Показано, что для многофазных материалов на основе меди, склонных к старению, более эффективной может считаться обработка ВП, осуществленная после отжига. Поэтому для получения материала с повышенными значениями прочностных свойств и высоким уровнем пластических характеристик рекомендовано осуществлять ВП на отожженном материале, а для повышения прочностных характеристик выполнять дальнейшую деформационную обработку.

ПРОЦЕССЫ СТАРЕНИЯ В ДИСПЕРСИОННО-УПРОЧНЯЕМОМ СПЛАВЕ Cu-1Cr-0,7Zr-0,2Al, ПОДВЕРГНУТОМ РКУП

Фаизова С. Н., Рааб Г. И.*, Валиев Р. З.*, Латыш В. В.***, Аксенов Д. А.***

Институт Механики УНЦ РАН (г. Уфа),

** ИФПМ при УГАТУ (г. Уфа)*

*** НКТБ «Искра» (г. Уфа),*

**** УГАТУ (г. Уфа)*

Высокая электропроводность – основное свойство меди, благодаря которому медь широко применяется в электронике, электротехнике, машиностроении, авиационной промышленности, металлургии. В связи с развитием указанных областей техники к проводникам предъявляются новые требования – проводники должны обладать не только высокой электропроводностью, но и достаточно высокой прочностью для того, чтобы противостоять механическим нагрузкам как при обычных условиях, т.е. при температуре около 20 °С, так и при повышенных температурах.

Традиционно, сочетанием различных режимов термообработки и методов холодной деформации можно достичь прочности в дисперсионно-упрочняемых низколегированных медных сплавах порядка 500 МПа и обеспечить сохранение полученных свойств до 300-400 °С.

В последнее время для повышения прочности широко используются методы интенсивной пластической деформации (ИПД), в частности, равноканальное угловое прессование (РКУП). Результаты различных исследований показывают, что при ИПД повышение прочности в различных материалах и сплавах происходит за счет наноструктурирования. Для дисперсионно-упрочняемых медных сплавов методы ИПД необходимо сочетать с режимами термообработки как до деформации, так и после. Анализ литературных данных и результатов предварительных экспериментов, позволяет предположить, что на втором этапе обработки образцов из-за высокой дефектности структуры при ИПД ускоряются процессы распада пересыщенного твердого раствора легирующих элементов в медной матрице – дисперсионно-упрочняющие частицы появляются уже в ходе деформации. Очевидно, что имеет место обратное воздействие частиц на деформационное течение материала. Процесс взаимовлияния пластического течения и особенностей деформационно-стимулированного распада ТР является чрезвычайно важным фактором как для измельчения структуры при ИПД, так же и для результатов пост-деформационного отжига и, соответственно, старения.

Таким образом, для получения объемных медных заготовок с заранее заданными свойствами, важно правильно подобрать режимы термообработки как на предварительном этапе (до деформации), так и после ИПД для обеспечения старения. При этом необходимо установить закономерности взаимовлияния процессов растворения и выпадения частиц вторичных фаз легирующих элементов меди и механизмов деформации, что и является целью данной работы.

Методика эксперимента

Материал исследования. В качестве материала исследования был выбран низколегированный сплав Cu-1Cr-0.7Zr-0.2Al (% вес.).

Схема обработки:

1 этап. Предварительная термообработка – выдержка на воздухе при 1050° в течение 5 и 10 часов с последующей закалкой в воду.

2 этап. РКУП на оснастке с углом пересекающихся каналов 90°, температура комнатная, количество проходов - 8, размеры образцов: Ø40мм, длина 150мм.

3 этап. Для оптимизации режимов пост-деформационной ТО, приводящем к старению, проводили поэтапный отжиг: температуры отжига 200, 300, 400 и 450°C, время - от 10 минут до 10 часов. Для сравнения проводили отжиги при тех же режимах крупнозернистых образцов, полученных после предварительной термообработки (1 этап).

Методы исследования структуры: оптическая металлография (ОМ), растровая электронная микроскопия и EBSD (РЭМ) и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) – фольги и экстракционные реплики. Измерения микротвердости по Виккерсу (при нагрузке 100 г) проводили на микротвердомере Micromet 5101.

Основные результаты

1. В работе показано, что для формирования высокопрочного состояния в сплаве Cu–1Cr–0.7Zr–0.2Al необходимо создать субмикроструктурную структуру (150–170нм) с плотно расположенными дисперсионно-упрочняющими частицами нанометрического размера (средний размер частиц около 15нм, наиболее вероятный размер – около 5–10нм, расстояние между частицами 340нм). Для этого образцы, во-первых, необходимо подвергнуть РКУП и, во-вторых, оптимизировать режимы пост-деформационной термообработки.

2. Установлено, что время выдержки медного сплава предварительной термообработки существенно влияет на формирование высокопрочного состояния при пост-деформационной термообработке. Максимальное значение микротвердости – 2200 МПа – достигается после РКУП и пост-деформационной термообработки при 450 °С для образцов после выдержки при 1050 °С в течении 5 часов и последующей закалки с в воду.

3. Большой ресурс повышения микротвердости за счет дисперсионного упрочнения в состоянии сплава после РКУП по сравнению с состоянием после предварительной термообработки может свидетельствовать в пользу деформационно-стимулированного растворения частиц вторичных фаз в ходе ИПД.

УДК (669.24. + 669.12): 539.89 :539.25

РАЗЛИЧИЯ СТРУКТУРЫ НИКЕЛЯ И ЖЕЛЕЗА ПОСЛЕ БОЛЬШОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Чащухина Т. И., Воронова Л. М., Дегтярев М. В., Пилюгин В. П., Гапонцева Т. М.

ИФМ УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия
highpress@imp.uran.ru

Эволюция структуры никеля и железа в результате деформации под высоким давлением обнаруживает как общие закономерности, так и различия [1,2]. К общим закономерностям относится стадийность смены типа структуры с ростом степени деформации, дислокационная ячеистая структура заменяется структурой смешанного типа, в которой возрастает доля высокоугловых границ и на следующей стадии формируется субмикроструктурная (СМК) структура, образованная микрокристаллитами – элементами, ограниченными высокоугловыми границами деформационного происхождения. Различия выявляются при деформации на стадии СМК структуры. В никеле при выходе на эту стадию прекращается повышение твердости и измельчение элементов структуры [1], тогда как в железе наблюдается непрерыв-

ное упрочнение и измельчение [2]. Анализу этих различий и посвящена настоящая работа.

Образцы железа (99.97% Fe) и никеля (99.98% Ni) диаметром 5 мм и толщиной 0,3 мм деформировали сдвигом под давлением 6 ГПа с углом поворота наковальни от 1/24 до 10 оборотов. Распределение деформации определяли, учитывая сдвиговую компоненту и осадку, а также их изменение по радиусу образца [2]. Твердость измеряли по двум диаметрам через 0.25 мм и рассчитывали среднее значение. Погрешность определения твердости, связанная с измерениями на разных образцах при одинаковой расчетной степени деформации, не превышала 7%. При построении зависимости твердости ее значения, полученные на разных образцах, усредняли по интервалам деформации $\Delta e=0.4$. Структуру исследовали методом электронной микроскопии на расстоянии от 0.5 до 1.5 мм от центра образца, зафиксированном с точностью ± 0.2 мм. Размеры элементов структуры определяли по результатам более 400 измерений с погрешностью менее 10%.

На рис.1 приведено изменение твердости и среднего размера элемента структуры никеля и железа с увеличением степени деформации. Для обоих материалов в исследованном интервале деформации по перегибам на зависимостях выделены 3 стадии.

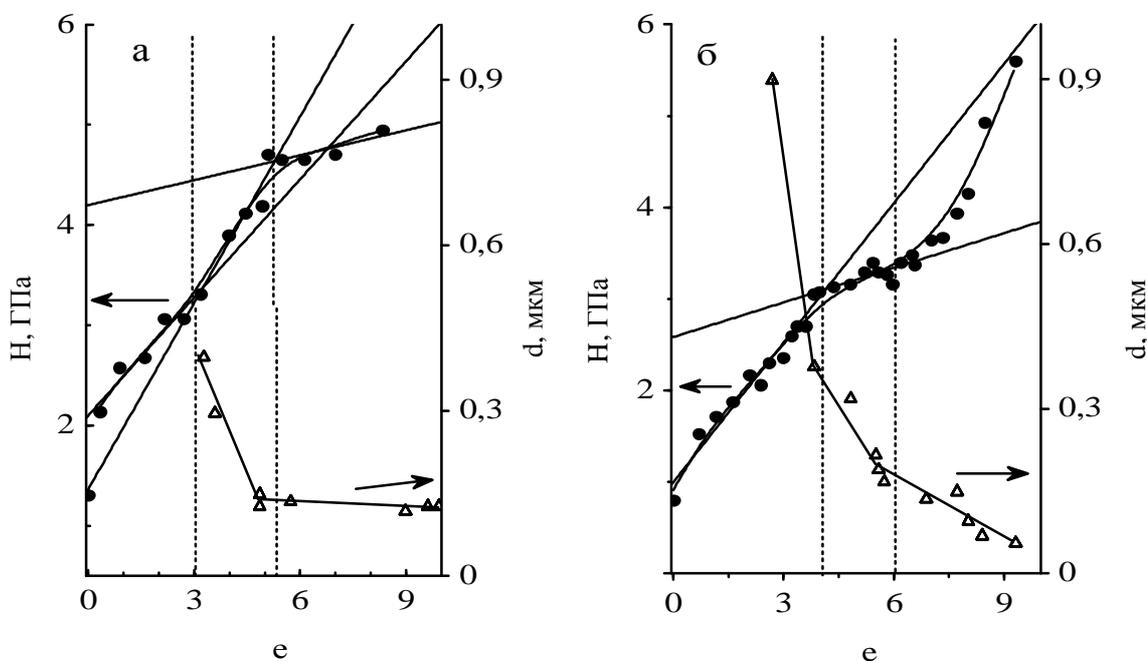


Рис. 1. Изменение твердости (●) и среднего размера элементов структуры (Δ) при деформации никеля (а) и железе (б).

По данным электронной микроскопии первая из них – это стадия ячеистой дислокационной структуры. Вторая - соответствует появлению высокоугловых разориентировок соседних элементов структуры вследствие ротационных мод деформации. На третьей высокоугловые границы микрокристаллитов формируют субмикрокристаллическую (СМК) структуру [1, 2]. Образование высокоугловых границ (стадия смешанной структуры), таким образом, начинается в никеле при $e=3$, а в железе позже, при $e=4$. Твердость обоих материалов при этом одинакова и составляет 3 ГПа, а средний размер элемента структуры 0.45 мкм. Стадия СМК структуры начинается по достижении логарифмической деформации $e=5.3$ и $e=6$. К началу стадии СМК структуры твердость никеля и железа достигает значений 4.5 и 3.2 ГПа, а размер элемента структуры 0.14 и 0.19 мкм, соответственно. То есть на стадии смешанной

структуры никель существенно сильнее упрочняется, а его структура – измельчается. Закономерность изменяется на противоположную на стадии СМК структуры, когда твердость железа непрерывно возрастает, а размер элемента структуры уменьшается. Твердость никеля на этой стадии, напротив, практически перестает изменяться, и размер элемента структуры стабилизируется.

В микрокристаллитах, образующих СМК структуру никеля, часто наблюдаются дислокационные границы, разделяющие микрокристаллит, так что разориентировка соседних частей может достигать 10° (рис. 2). Повышение степени деформации не приводит к измельчению микрокристаллитов. Их средний размер остается на уровне 0.12-0.13 мкм.

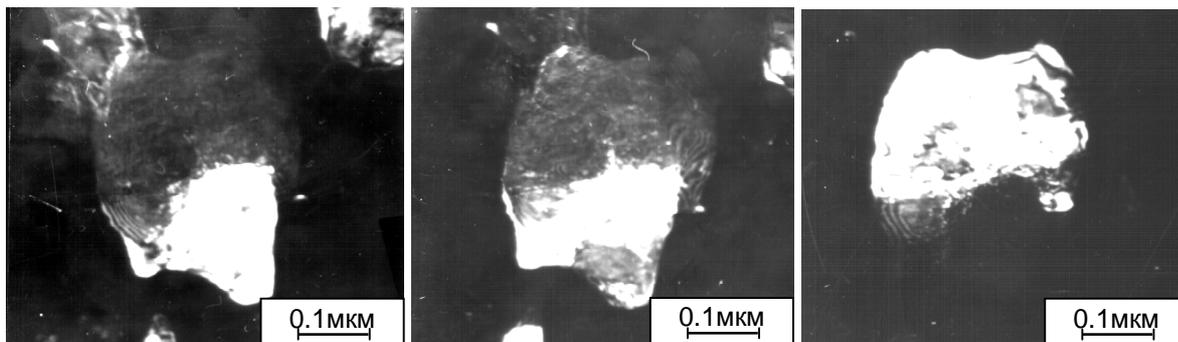


Рис. 2. Изменение контраста в микрокристаллите никеля при повороте гониометра на 5°

В железе на стадии СМК структуры (рис. 3) малоугловые границы внутри микрокристаллитов наблюдали значительно реже. При этом увеличение деформации на стадии СМК структуры сопровождалось измельчением микрокристаллитов. Средний размер уменьшился до 0.07 мкм.

Полученные в настоящем эксперименте размеры микрокристаллитов – существенно большие, чем оцененный теоретически характерный размер кристалла, ниже которого вероятность существования внутри кристалла подвижных дислокаций заметно снижается [3]. Для никеля его значения составляют 10–15 нм (0.010–0.015 мкм), а для железа – 2–5 нм (0.002–0.005 мкм).

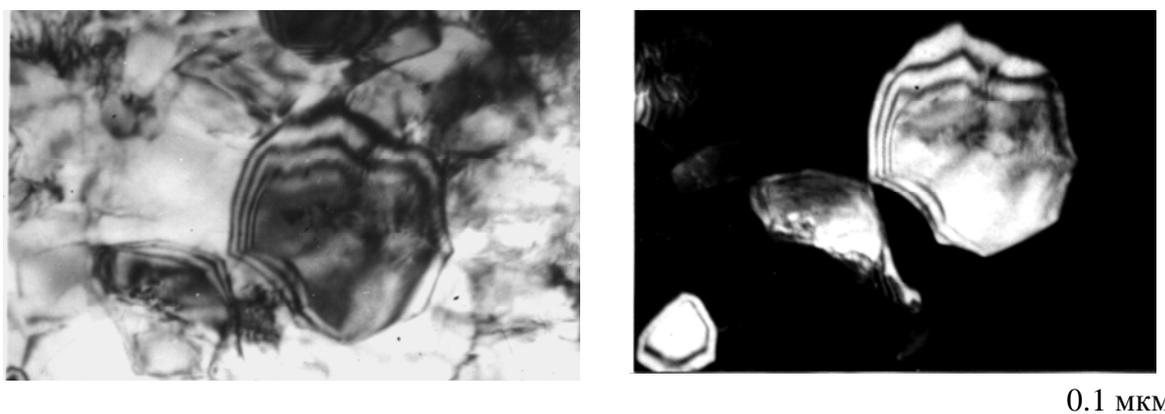


Рис. 3. СМК-структура в железе, $e=6$

Если наблюдаемая для железа тенденция позволяет ожидать дальнейшее измельчение микрокристаллитов с увеличением степени деформации, то в никеле, вероятно, вследствие динамического возврата, деформационное упрочнение снимается, и параметры структуры сохраняются неизменными (таб.).

Таблица. Распределения элементов структуры никеля и железа по размерам

	Тип структуры	ϵ	$d_{\text{ср}}$, МКМ	$d_{\text{вер}}$, МКМ	$d_{\text{мах}}$, МКМ
Ni	смешанная	3.3	0.40	0.18	1.3
		5	0.13	0.07	0.6
	СМК	5.6	0.14	0.08	0.6
		9.9	0.13	0.08	0.4
Fe	Смешанная	4.0	0.45	0.3	1.0
	СМК	6	0.19	0.17	0.7
		9.3	0.07	0.07	0.2

Различное поведение СМК структуры никеля и железа при деформации можно связать с различной подвижностью дислокаций. При сопоставимых температурно-силовых условиях подвижность дислокаций в никеле на 7 порядков выше, чем в железе [4] (значения скорости движения составляют порядка 10^4 и 10^{-3} см/с, соответственно). По данным, приведенным в монографии [5], деформация железа приводит к образованию малоугловых границ кручения, тогда как в никеле формируются преимущественно сравнительно более подвижные границы наклона. Можно заключить, что в результате ротационных мод деформации в железе малоподвижные малоугловые границы кручения, возникшие внутри микрокристаллитов, трансформируются в высокоугловые и таким образом происходит измельчение микрокристаллитов [2]. В никеле подвижные дислокационные границы наклона [5] внутри микрокристаллитов в ходе деформации на стадии СМК структуры непрерывно образуются и рассыпаются прежде, чем по ним пройдет разворот, и измельчения микрокристаллитов не происходит.

Таким образом, показано, что причиной различия поведения никеля и железа при деформации на стадии СМК структуры является динамический возврат, обеспечивающий неизменность структуры никеля.

Работа выполнена при частичной поддержке гранта РФФИ 08-03-00370.

Список литературы

1. В.П. Пилюгин, Т.М. Гапонцева, Т.И. Чашухина и др. Эволюция структуры и твердости никеля при холодной и низкотемпературной деформации под давлением. ФММ. 2008. Т. 105. № 4. С. 438-448.
2. Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Чашухина Т.И. и др. Образование и эволюция субмикрокристаллической структуры в чистом железе при сдвиге под давлением // ФММ. 2003. Т.96. №6. С.100-108.
3. Андриевский Р.А., Глезер А.М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах. 1. Особенности структуры. Термодинамика. Фазовые равновесия. Кинетические явления // ФММ. 1999. Т.88. №1. С.50-73.
4. Носкова Н.И. Дефекты и деформация монокристаллов. Екатеринбург: УрО РАН, 1995. 183 с.
5. М.А. Штремель. Прочность сплавов. Ч.1. Дефекты решетки. М.: Металлургия, 1982. 280с.

ЭФФЕКТЫ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И ФОРМИРОВАНИЕ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ В МЕДИ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ КАНАЛЬНО-УГЛОВЫМ ПРЕССОВАНИИ

Хомская И. В., Зельдович В. И., Шорохов Е. В. *,
Фролова Н. Ю., Жгилев И. Н. *, Хейфец А. Э.

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург, Россия,

khomskaya@imp.uran.ru

** Российский Федеральный ядерный центр–ВНИИТФ, г. Снежинск, Россия*

В работе рассматривается новый, динамический метод интенсивной пластической деформации материалов, в основе которого лежит схема равноканального углового (РКУ) прессования, предложенная Сегалом В.М. с сотрудниками [1], и получившая дальнейшее развитие в работах белорусских и уфимских ученых [2–3]. Новизна метода динамического канально-углового прессования (ДКУП), разработанного в РФЯЦ-ВНИИТФ (г. Снежинск) [4], состоит в использовании импульсных источников энергии: продуктов взрыва, горения пороха, электромагнитной энергии и т. д. С их помощью исследуемый образец к моменту начала деформирования разгоняется до скорости, необходимой для преодоления сопротивления материала и прохождения зоны пересечения каналов. ДКУП не требует дорогостоящего прессового оборудования и отличается от РКУ прессования кратковременностью (до 500 мкс) протекания процесса деформации и, следовательно, более высокой производительностью. Важно подчеркнуть, что кроме деформации простого сдвига, которая формирует структуру при РКУП, при ДКУП действует высокоскоростная деформация, что создает добавочный источник деформационного наклепа.

Материалом исследования была техническая медь марки М1 (99,90% Cu) после от-

жига по стандартному режиму, средний размер зерен составлял ~100 мкм. Образцы (см. таблицу) разгоняли с помощью пушки и направляли в матрицу, содержащую два или три канала, пересекающиеся под углом 90°. На рис.1 приведена схема прессования. Для всех экспериментов данной серии использовали матрицы, в которых внутренний радиус зоны пересечения каналов ($R_{внутр.}$) равен 7 мм, внешний радиус ($R_{внеш.}$) ~0,5 диаметра входного (D) канала (рис.1). Прессование проводили в двух матрицах. Первая матрица состояла из трех каналов: диаметр первого – 14 мм, второго – 10 мм, третий канал имел поперечное сечение размером 8 x 8 мм. Вторая матрица содержала два канала диаметром 16 и 14 мм. Исходные размеры образцов, характеристики матриц и параметры динамического прессования для каждого эксперимента приведены в таблице. Скорость деформации материала составляла 10^3 – 10^5 с⁻¹. Давление в образцах в области угла поворота (рис.1) не превышало 2 ГПа (см. таблицу).

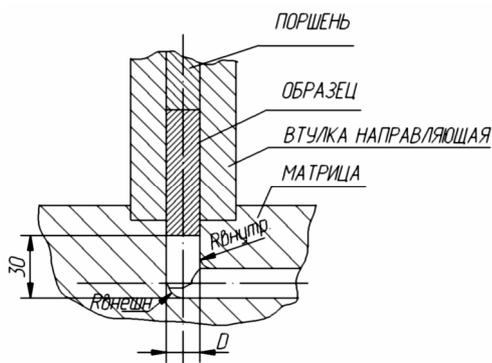


Рис. 1. Схема динамического канально-углового прессования

На примере 1-го образца, подвергнутого динамическому прессованию в матрице, содержащей три канала разного диаметра, в один проход, показано, что в процессе динамического прессования микроструктура меди изменялась под действием высокоскоростной деформации и одновременного повышения температуры. При

этом по мере увеличения степени деформации в образце сначала наблюдали образование ячеистых дислокационных структур с размером ячеек 200-500 нм и систем микродвойников толщиной 20-100 нм, затем - формирование субзеренной структуры динамической полигонизации и, наконец, при увеличении интенсивности воздействия и, следовательно, значительного повышения температуры - образование новых рекристаллизованных зерен (100-500 нм). В участках перехода из одного канала в другой наблюдали области сильной локализованной деформации (степень деформации составляет 60-80%). В этих же участках обнаружили полосы адиабатического сдвига (ПАС).

Таблица. Параметры динамического прессования: скорость разгона образца (V), давление (P); размеры образцов и характеристики матрицы

№	Исходные размеры образцов		Кол-во каналов в матрице	Кол-во проходов	D , мм	V , м/с	ω , рад/с	P , ГПа
	d , мм	l , мм						
1	14	65	3	1	14	95	-	2,0
2	16	65	2	1	16	77	-	1,5
3	16	65	2	2	16	77	-	1,5
4	16	65	2	4	16	215	-	1,5

На рис.2а приведена ПАС и окружающие ее участки локализованного течения. При большем увеличении видно (рис.2б), что ПАС состоит из дисперсных (0,5–1мкм) зерен. По-видимому, из-за высокой локальной сдвиговой деформации температура в этой области могла повыситься до 470 К, что достаточно для прохождения процесса рекристаллизации в наклепанной меди. Необходимо отметить, что сведения о наблюдении ПАС в меди в литературе отсутствуют, поскольку теплопроводность меди высока (385 Вт/м·К) [5] и, следовательно, локальный адиабатический нагрев без теплообмена с окружающими участками матрицы затруднен. Обычная пластическая деформация может понизить теплопроводность меди ~ в 2–3 раза [5]. В анализируемом участке из-за сильной локализации деформации, вызванной большими сдвиговыми напряжениями, развивающимися при нагружении ударными волнами, теплопроводность меди могла еще понизиться, что и привело к формированию ПАС.

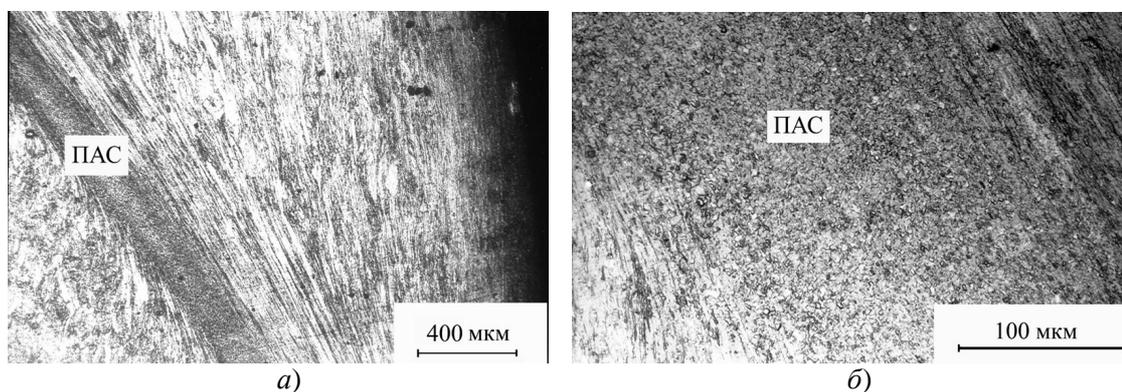


Рис. 2. Область локализованного течения и полоса адиабатического сдвига (ПАС) в первом образце при переходе из второго канала в третий (а) и структура ПАС (б)

Остальные образцы подвергали динамическому прессованию в матрице, содержащей два канала. Основная часть 2-го образца после прессования в один проход имеет волокнистую структуру с толщиной волокон $\sim 5\text{--}20\text{ мкм}$. Микротвердость такой структуры составляет 1440 МПа, что в 1,8 раза выше микротвердости исходной отожженной меди (780 МПа). Степень деформации, оцениваемую по удлинению волокон (зерен) составляет $\sim 60\%$. Волокнистая структура основной части 3-го образца после прессования в два прохода претерпевает существенные изменения: толщина волокон уменьшается до $\sim 0,5\text{--}3,0\text{ мкм}$, а исходные зерна настолько вытягиваются, что границы зерен не выявляются (рис.3а). Дифракционный и темнопольный анализ, показал, что тонкая структура волокон состоит из субмикродисперсных зерен размерами 50–100 нм, имеющих различные ориентировки (рис.3б). Микротвердость дисперсной структуры составляет 1880 МПа, что в 2,4 раза выше микротвердости исходной меди. Степень деформации в этой области превышает 80%. 4-й образец подвергали динамическому прессованию в четыре прохода. При увеличении числа проходов с двух до четырех структура становится более однородной и субмикроструктурной во всех участках образца. Микротвердость вдоль поперечного сечения образца изменяется незначительно (от 1580 до 1780 МПа).

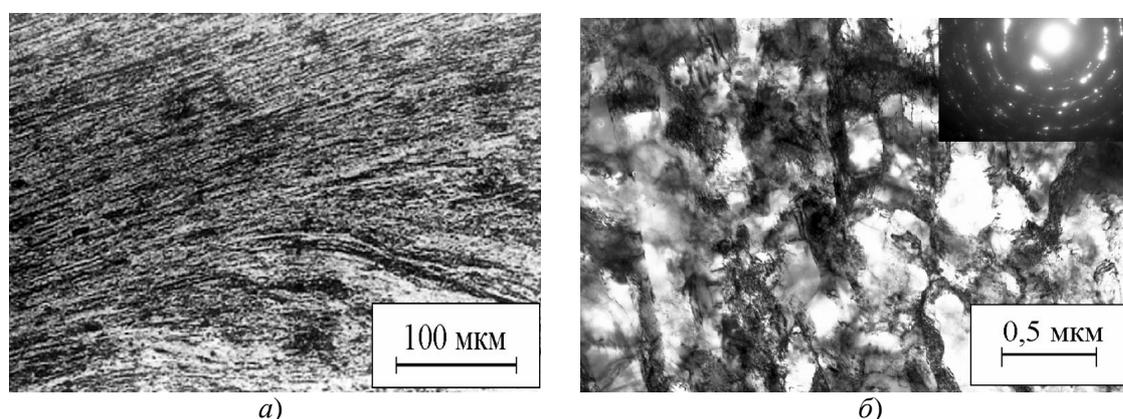


Рис. 3. Структура основной части третьего образца после прессования в два прохода: тонкая волокнистая структура (а) и дисперсные зерна внутри волокон в меди (б).

Таким образом, при ДКУП измельчение структуры меди (от 100 мкм до 100 нм) достигается уже при 2-4х кратном продавливании образца, в отличие от РКУ прессования, при котором для подобного измельчения требуется 8-12 проходов [3].

Работа выполнена по плану РАН № г.р. 01.2.006.13392 и при частичной поддержке проекта РФФИ 08-03-00106 и гранта НШ-643.2008.3

Список литературы

1. Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И. //Известия АН СССР. Металлы. 1981. №1. С.115-123.
2. Ахмадеев Н.А., Валиев Р.З., Копылов В.И., Мулюков Р.Р.//Металлы. 1992. №5. С.96-101.
3. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
4. Шорохов Е.В., Жгилев И.Н., Валиев Р.З. Патент № 2283717 РФ. Способ динамической обработки материалов // Бюллетень изобретений. 2006. №26. С. 64.
5. Осинцев О.Е., Федоров В.Н. Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки. Справочник. М.: Машиностроение, 2004. 336 с.

РАВНОМЕРНАЯ И ЛОКАЛИЗОВАННАЯ ДЕФОРМАЦИЯ В ТИТАНЕ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ КАНАЛЬНО-УГЛОВЫМ ПРЕССОВАНИИ

Фролова Н. Ю., Зельдович В. И., Шорохов Е. В.*, Хомская И. В., Хейфец А. Э.,
Жгилев И. Н.*, Гундырев В. М., Пацелов А. М.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург,
*Российский федеральный ядерный центр - ВНИИ технической физики
им. акад. Е.И. Забабахина, Снежинск, Челябинская обл.*

Получение материалов с нанокристаллическими структурами, обладающими особыми механическими и физическими свойствами, является важной научной задачей. Равноканальное угловое прессование (РКУП) – один из методов, позволяющих сильно измельчать структуру одновременно с упрочнением материала. Впервые метод был предложен Сегалом В.М. с сотрудниками [1]. Многократное повторение процесса приводит к "дроблению зерен".

В РФЯЦ-ВНИИ технической физики (г.Снежинск) был предложен метод динамического канально-углового прессования (ДКУП), при котором для продавливания материалов через каналы используются импульсные источники энергии [2]. Процесс ДКУП происходит значительно быстрее, чем в статических условиях. Динамический метод позволяет деформировать заготовки, сечение которых больше, чем при использовании прессового оборудования. Цель настоящей работы заключалась в ДКУП титана и структурном исследовании деформированных образцов в зависимости от количества числа проходов через каналы.

Цилиндрические образцы титана марки ВТ1-00 диаметром 14 мм, длиной 60 мм были подвергнуты ДКУП в один и два прохода. Первый образец, подвергнутый однократному прессованию, был разогнан со скоростью 92 м/с с помощью пушки и направлен в специальную матрицу. Матрица состояла из двух каналов, пересекающихся под углом 90 градусов. Внешний угол был около 35°. Второй образец, подвергнутый двукратному прессованию, разгоняли со скоростью 310 м/с. При втором проходе образец поворачивали на 180 градусов вокруг продольной оси. Скорость деформации была 10^3 - 10^5 с⁻¹. Для структурных исследований образцы были разрезаны вдоль по средней плоскости.

На рис. 1 видно, что два образца после ДКУП содержат трещины, которые идут поперек образца. Поперечные трещины имеют одинаковую криволинейную форму [3]. По внутренней стороне угла прессования трещины раскрыты, что говорит о больших растягивающих напряжениях. После одного прохода (рис.1а) между поперечными трещинами в центральной части образца наблюдаются продольные полосы адиабатического сдвига (ПАС). Появление ПАС связано с разной скоростью деформации материала по внутренней и внешней стороне каналов [3].

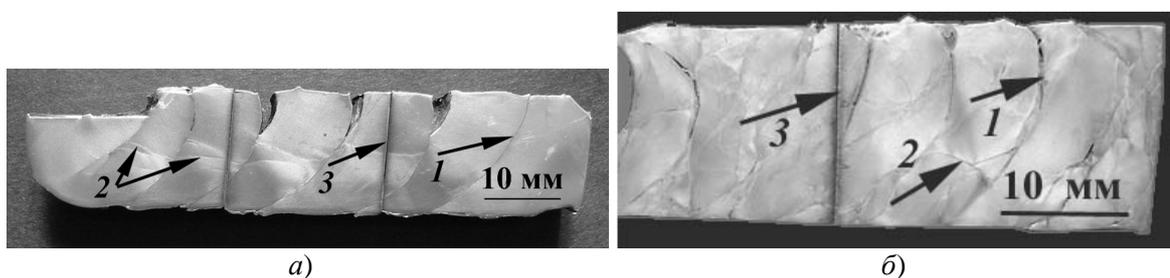


Рис. 1. Макроструктура титановых образцов после одного (а) и двух (б) проходов ДКУП.

В макроструктуре образца после двух проходов (рис.1б) наблюдаются подобные поперечные трещины, но количество их значительно больше, а расстояние между ними меньше, вследствие того, что ко второму проходу образец был уже упрочнен. Залечивания трещин при втором проходе не происходит, а только их накопление. При столкновении двух и более трещин образуются поры (рис.1б). Образцы при ДКУП претерпевают равномерную и локализованную деформацию. Равномерная деформация после одного прохода приводит к изменению формы зерен. Зерна вытягиваются в одном направлении под углом $\sim 30^\circ$ к оси образца, их длина составляет 15–20 мкм, ширина – около 4 мкм (рис.2а). Наблюдается упрочнение титана: величина микротвердости увеличивается от 160–180 кгс/мм² (в исходном состоянии) до 240–250 кгс/мм². После второго прохода величина деформации удваивается. Во втором образце структура преимущественно равноосная (рис.2б), хотя встречаются места с волокнистым строением. Размер зерен составляет 2–4 мкм. Значение микротвердости в этой части образца достигают ~ 280 кгс/мм². Электронно-микроскопическое исследование показало, что в деформированных зернах после первого прохода наблюдаются субзерна размерами от 0.3 до 1 мкм. После второго прохода удлиненные зерна-субзерна приобретают равноосную форму, размер которых равен поперечному размеру мелких субзерен после первого прохода. Возрастает разориентация субзерен, о чем свидетельствуют электронограммы, которые более равномерно заполнены рефlekсами [3].

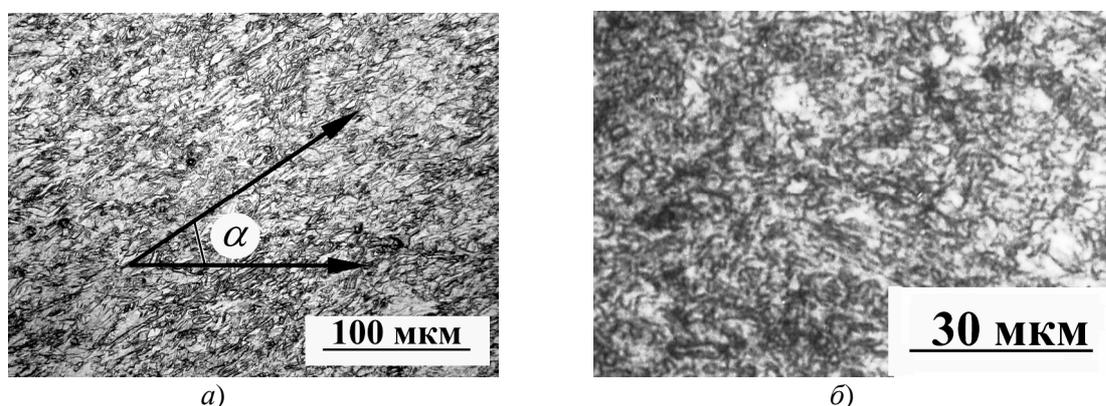


Рис. 2 Микроструктура титановых образцов после одного (а) и двух проходов (б).

В титановых образцах, прошедших ДКУП, наблюдается локализация деформации, в том числе ПАС (рис.3, 4). Характерной чертой ПАС в этом случае является их большая ширина 50–100 мкм (рис.3а), иногда наблюдаются трехслойные полосы (рис.3б). Это связано со свойствами самого титана, который обладает малой теплопроводностью и быстро упрочняется при деформации. Видно, что структура полосы неоднородна по ширине, и полоса состоит из трех слоев. По ее краям располагаются слои из более крупных зерен, что свидетельствует о более высокой температуре нагрева. В среднем слое размер зерен меньше, и структура сохраняет направленность. В образце, подвергнутом ДКУП в два прохода, вдоль некоторых трещин и вокруг пор наблюдаются градиентные структуры (рис.4). Появление крупных вытянутых зерен вдоль полосы говорит о еще более сильном нагреве материала в полосе течения. В области вытянутых зерен величина микротвердости равна исходному состоянию ~ 160 – 170 кгс/мм². В участке 3 (рис.4) рекристаллизация проходила в β -состоянии. При удалении от границы поры температура падает, видна область очень мелкого рекристаллизованного зерна (участок 2), микротвердость повышается до 240 кгс/мм². К области рекристаллизованного зерна в α -состоянии примыкает область деформированной структуры, микротвердость которой равна 280 кгс/мм².

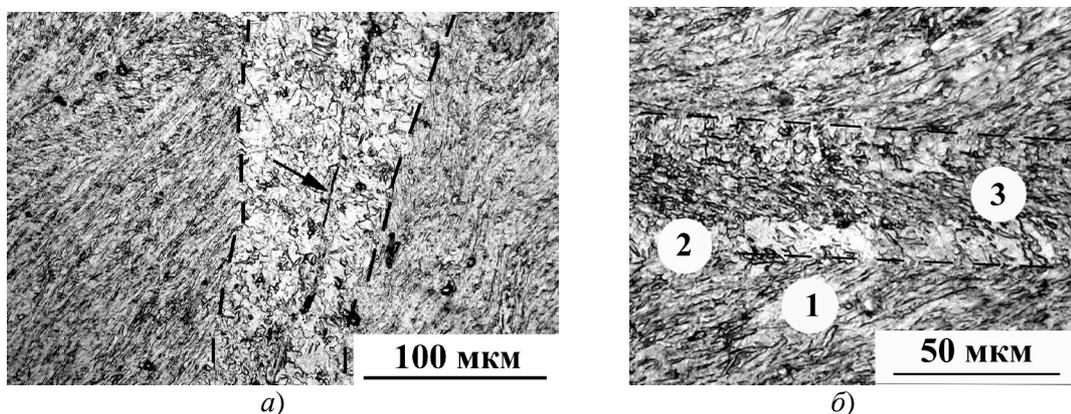


Рис. 3. Полосы локализованного течения вдоль поперечной трещины в образце после одного прохода (а), трехслойная ПАС (б). Продольное сечение образца.

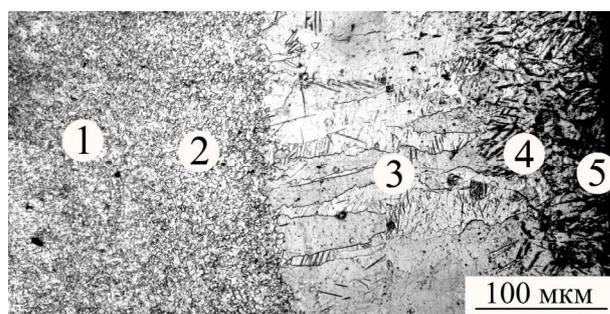


Рис. 4. Градиентная структура в образце после двух проходов ДКУП.

Таким образом, образцы при ДКУП в один и два прохода претерпевают равномерную и локализованную деформацию. Равномерная деформация создает в титане субмикроструктурную структуру. После первого прохода образуется неоднородная структура из удлиненных зерен-субзерен с поперечными размерами от 0.3 до ~1 мкм. После второго прохода удлиненные зерна-субзерна преобразуются преимущественно в равноосные, и их разориентация возрастает. ДКУП титана при комнатной температуре приводит к эффектам локализации деформации: образованию полос адиабатического сдвига и появлению трещин. Увеличение числа проходов от одного до двух сопровождается накоплением участков локализованной деформации. Появление градиентных структур указывает на еще больший нагрев материала в местах локализации деформации.

Работа выполнена по плану РАН (тема № г.р. 01.2.006.13392), при частичной поддержке РФФИ (грант 08.03.00106), Программы Президиума РАН "Исследование вещества в экстремальных условиях", Программы поддержки ведущих научных школ (грант НШ-643.2008.3).

Список литературы

1. Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И. Пластическая обработка металлов простым сдвигом // Известия АН СССР, Металлы. 1981. №1. С.115-123.
2. Шорохов Е.В., Жгилев И.Н., Валиев Р.З. Способ динамической обработки материалов: Патент № 2283717. РФ // Бюллетень изобретений. 2006. №26.
3. Зельдович В.И., Шорохов Е.В., Фролова Н.Ю. и др. Высокоскоростная деформация титана при динамическом канально-угловом прессовании // ФММ. 2008. Т.105. №4. С.431-437.

ФОРМИРОВАНИЕ И ЭВОЛЮЦИЯ НАНОРАЗМЕРНОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ПЛАЗМЕННОМ УПРОЧНЕНИИ ЧУГУННЫХ ВАЛКОВ И ЭКСПЛУАТАЦИИ

Ефимов О. Ю.¹, Иванов Ю. Ф.², Юрьев А. Б.³, Коновалов С. В.⁴, Громов В. Е.⁴

1 - ОАО «Западно-Сибирский металлургический комбинат», Новокузнецк, Россия

2 - Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

3 - ОАО «Новокузнецкий металлургический комбинат», Новокузнецк, Россия

4 - Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия
gromov@physics.sibsiu.ru

Одной из важных проблем металлургического производства, в значительной степени определяющей его эффективность, является повышение стойкости прокатных валков. Для ее решения применяется плазменная закалка рабочей поверхности калибров валков, которая диспергирует поверхность и придает материалу дополнительную прочность и износостойкость [1]. Для целенаправленного управления эксплуатационными свойствами чугуновых валков и разработки оптимальных режимов их упрочнения необходимо исследование физической природы и закономерностей формирования и эволюции структурно-фазовых состояний на различных масштабных уровнях в процессе плазменного упрочнения [2, 3] и последующей эксплуатации, что и является основной целью данной работы.

Материалом исследований являлись валки из чугуна марки СШХНФ с шаровидным графитом. Разработанная технология плазменного упрочнения заключалась в высокотемпературном нагреве плазменным потоком участка поверхности и его интенсивным охлаждением на массу валка со скоростями, обеспечивающими образование закалочных аустенитно-мартенситных структур. Это позволило повысить рабочий ресурс калибров горизонтальных валков универсальных клетей чистовой группы стана 450 в зависимости от номера клетки в 1,3 – 2 раза по количеству прокатанного металла.

Измерение зеренной и субзеренной структуры стали проводили методами металлографии травленого шлифа и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии. Для идентификации фаз применялся дифракционный анализ с использованием темнопольной методики и последующим индицированием микроэлектрограмм. Изображения тонкой структуры материала были использованы для: классификации структуры по морфологическим признакам; определения размеров, объемной доли и мест локализации вторичных фаз и выделений; скалярной и избыточной плотности дислокаций. В качестве параметров, характеризующих дислокационную субструктуру оценивалась амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки χ , толщина контура экстинкции h и уровень дальнедействующих полей напряжений σ .

Плазменная обработка чугуна привела к формированию многослойной структуры, формирующийся при высокоскоростной кристаллизации расплава и зоны термического влияния. Анализировались фольги, полученные с разной глубины от поверхности валка ~50 мкм, 160 мкм, 210 мкм, 260 мкм и 1100 мкм, а также с поверхностного слоя толщиной 0,5 мкм.

Было обнаружено формирование своеобразной структуры в поверхностном слое, где основными фазами являются α -фаза и цементит. Зерна α -фазы преимущественно имеют размеры 35-40 нм (формируется так называемая нанокристаллическая структура).

Эксплуатация валка, подвергнутого плазменному упрочнению, при прокатке арматуры диаметром 32 – 50 мм привела к множественным изменениям структуры и фазового состава материала. Для зерен первичного цементита начальная стадия эволюции субструктуры заключается в появлении изгибных экстинкционных контуров. Появление на электронномикроскопических изображениях структуры тонкой фольги изгибных экстинкционных контуров указывает на изгиб-кручение кристаллической решетки материала и свидетельствует о присутствии дальнедействующих полей напряжений. Контуров начинаются и заканчиваются на границе раздела цементит/матрица, указывая на то, что источниками кривизны-кручения кристаллической решетки являются контактные напряжения. В объеме карбидного зерна дислокации не выявляются, что свидетельствует о чисто упругом изгибе-кручении кристаллической решетки карбида. Оценки величины изгиба-кручения кристаллической решетки χ цементита показывают, что в объеме карбида $\chi \sim 142$ рад/см; вблизи границы раздела карбид/матрица $\chi \sim 425$ рад/см.

Одновременно с формированием в карбиде полей напряжений, приводящих к изгибу-кручению кристаллической решетки, в прилегающих к частице объемах матрицы образуется некоторый переходный слой, способствующий релаксации напряжений. По мере приближения к поверхности плазменной обработки валка наблюдается обогащение данного переходного слоя карбид / матрица углеродом. Это происходит вследствие того, что энергия взаимодействия атомов углерода с дислокациями выше, чем энергия взаимодействия атомов углерода с атомами железа в карбидной фазе. Несомненно, некоторая часть углерода уносится из данного переходного слоя дислокациями в объем материала, а другая часть образует наноразмерные частицы карбидной фазы. По мере приближения к поверхности валка карбидные зерна, под действием внешних термомеханических воздействий, разбиваются на блоки, что является, по-видимому, последней стадией их разрушения.

Колонии пластинчатого перлита, состоящие из параллельных друг другу, чередующихся пластин цементита и феррита под действием внешних термомеханических воздействий преобразуются следующим образом. В слое, расположенном на удалении ~ 700 мкм от поверхности, внешние нагрузки приводят к фрагментированию пластин феррита, разрезанию и растаскиванию пластин цементита. В слое, расположенном на удалении ~ 250 мкм от поверхности валка в зернах пластинчатого перлита при эксплуатации валка наблюдается разрушение перлитной структуры и одновременное выделение наноразмерных частиц карбидной фазы. Кристаллы пакетного и пластинчатого мартенсита под действием внешней нагрузки в объеме материала, находящемся на расстоянии ~ 250 мкм деформируются с одновременным распадом твердого раствора и допревращением остаточного аустенита. Это приводит к формированию вдоль границ кристаллов мартенсита прослоек цементита. Кристаллы мартенсита свою форму сохраняют.

Следующим этапом разрушения мартенситной структуры, выявляемым в слоях, расположенных на глубине 160-210 мкм, является исчезновение кристаллов мартенсита, очевидно, в результате протекания процесса рассыпания разделяющих их границ. В этом случае формируются объемы α -фазы (зерна), содержащие некоторое количество границ бывших кристаллов мартенсита.

Пластинчатый мартенсит, кристаллы которого разделены большеугловыми границами, реагирует на термомеханические воздействия таким образом, что образуются фрагменты, размеры которых уменьшаются, а разориентировка возрастает по мере приближения к поверхности валка. На заключительной стадии, характеризующейся практически полным разрушением пластин мартенсита, как отдельных элементов структуры, наблюдается образование областей с зернено-субзерненной структурой.

После эксплуатации валка формирующаяся в поверхностном слое структура α -фазы может быть отнесена к субмикроструктурной. Под действием термомеханической нагрузки средние размеры кристаллитов увеличиваются до 100-150 нм. Одним из основных структурных элементов чугуна после эксплуатации валков на прокатном стане является мартенсит отпуска. Границы раздела кристаллов мартенсита являются источниками полей напряжений, о чем свидетельствует наличие изгибных экстинкционных контуров на электронно-микроскопических изображениях.

Выполненные оценки показывают, что вблизи границы раздела кристаллов мартенсита толщина контура минимальна и меняется в пределах от $h_1 = 60$ нм до $h_2 = 250$ нм; следовательно, $\chi_1 = 28,3 \cdot 10^2$ рад/см, $\chi_2 = 6,8 \cdot 10^2$ рад/см; отсюда получаем: $\sigma_1 = 706$ МПа, $\sigma_2 = 346$ МПа. В центральной части кристаллов мартенсита данные характеристики будут иметь следующие значения: от $h_1 = 200$ нм до $h_2 = 715$ нм; следовательно, $\chi_1 = 8,5 \cdot 10^2$ рад/см, $\chi_2 = 2,4 \cdot 10^2$ рад/см; и $\sigma_1 = 387$ МПа, $\sigma_2 = 206$ МПа.

Также как в и пластинчатом мартенсита, в объеме кристаллов пакетного мартенсита (реек) присутствуют изгибные экстинкционные контуры, пересекающие, как правило кристалл перпендикулярно его границам.

Максимальный уровень полей напряжений был зафиксирован в приповерхностном слое валка в структуре наноразмерных зерен феррита. Эксплуатация валка при горячей прокатке арматуры приводит к увеличению средних размеров зерен, однако релаксацией дальнедействующих полей напряжений это не сопровождается. Максимальный уровень дальнедействующих полей напряжений в структуре поверхностного слоя ($\sigma = 1730$ МПа) становится несколько ниже по сравнению с плазменноупрочненным чугуном ($\sigma = 2450$ МПа). Данный структурный элемент наиболее опасен с точки зрения формирования в чугуне микротрещин. Минимальный уровень полей напряжений ($\sigma = 245$ МПа) зафиксирован в зернах структурно свободного феррита. Отметим, что величина данных полей близка к величине полей напряжений зерен феррита плазменноупрочненного чугуна ($\sigma = 350$ МПа).

В результате плазменной обработки чугунных валков, значительной повышающей их износостойкость, формируются α -фаза, γ -фаза, графит, карбид железа, которые распределены в объеме исследуемого материала закономерным образом и их содержание определяется глубиной анализируемого слоя. В поверхностном слое чугуна обнаружено формирование нанокристаллических (35–40 нм) зерен α -фазы. В процессе эксплуатации плазменноупрочненного чугунного валка при прокатке происходит выравнивание структурно-фазовых состояний материала по глубине.

Список литературы

1. Шахпазов Е.Х., Глезер А.М. Перспективы применения наноматериалов в черной металлургии // Проблемы черной металлургии и материаловедения. - 2007. - № 1. - С. 66-68.
2. Юрьев А.Б., Чинокалов В.Я., Ефимов О.Ю. и др. Влияние плазменной обработки поверхности на структуру и твердость чугуна с шаровидным графитом // МиТОМ. – 2006. - № 6. - С. 34-37.
3. Юрьев А.Б., Иванов Ю.Ф., Ефимов О.Ю. и др. Структурно-фазовые состояния валков после плазменного упрочнения и эксплуатации // Известия вузов. Черная металлургия. – 2006. - № 8. – С. 63-67.

ЭВОЛЮЦИЯ ДИСЛОКАЦИОННЫХ СУБСТРУКТУР В УСТАЛОСТНО-НАГРУЖЕННОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ

Коновалов С. В., Козлов Э. В.*, Иванов Ю. Ф.*, Громов В. Е.

Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия

gromov@physics.sibsiu.ru

**Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия*

Анализ эволюции дефектной субструктуры при усталостном нагружении металлов и сплавов позволяет устанавливать физическую природу этого сложного явления и прогнозировать приближение разрушения деталей и конструкций [1]. Методы современного физического материаловедения и особенно просвечивающая электронная микроскопия позволяют однозначно устанавливать закономерности накопления повреждений при усталости [2]. Важная роль в исследованиях усталости принадлежит анализу эволюции дислокационных субструктур (ДСС) [3].

Совершенно очевидно, что в зависимости от условий усталостных испытаний набор конкретных ДСС и пути их изменения могут различаться [1]. В условиях усталостных испытаний сталей и сплавов реально применяемых в конструкциях процесс формирования микротрещин и разрушения может определяться не конечными стадиями эволюции ДСС, идущими параллельно, а структурно-фазовыми превращениями. В настоящей работе выполнен количественный анализ путей и пределов эволюции ДСС в аустенитной стали 08X18H10T при усталости до разрушения и установлены причины последнего.

Образцы для усталостных испытаний вырезали таким образом, что длинная ось заготовки располагалась параллельно направлению прокатки. Усталостные испытания проводили на специальной установке по схеме циклического несимметричного консольного изгиба на образцах, форма и размеры которых апробированы в [2]. Температура испытаний - комнатная

Аналізу подвергались материалы в исходном состоянии, на промежуточной стадии нагружения и после разрушения N_2 . Исследовался объем материала, непосредственно примыкающий к зоне разрушения.

Анализ дислокационной субструктуры стали проводили методами электронной дифракционной микроскопии тонких фольг (электронный микроскоп ЭМ-125). По результатам исследований определяли среднюю скалярную плотность дислокаций, плотность дислокаций для данного типа дислокационной субструктуры, объемную долю различных типов дислокационных субструктур, величину кривизны-кручения кристаллической решетки [4,5].

В исходном состоянии аустенитной стали наблюдаются зерна, содержащие хаотически распределенные по объему зерна дислокации (структура дислокационного хаоса) и зерна, имеющие «упорядоченную» (организованную определенным образом) дислокационную субструктуру. К ним относятся сетчатая субструктура, дислокационные жгуты (сгущения), ячеисто-сетчатая слаборазориентированная дислокационная субструктура, оборванные малоугловые границы с ветвящейся и петлеобразной конфигурациями. Основной является хаотическая, занимающая ~0,75 объема материала. Скалярная плотность дислокаций, усредненная по объему материала, $\rho \sim 1,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

При усталостном нагружении стали до $N_1 = 100000$ циклов объемная доля хаотической субструктуры ~12%, сетчатой субструктуры ~67%, клубково-сетчатой –

15%, остальное – ячеисто-сетчатая субструктура. Средняя по объему материала плотность дислокаций $\rho \sim 2,1 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, что несколько выше, чем в исходном состоянии. Преобладающим типом дислокационной субструктуры разрушенном материале является сетчатая, в существенно меньшей степени присутствует клубково-сетчатая и ячеисто-сетчатая субструктуры. Средняя по объему материала плотность дислокаций $\rho \sim 4,8 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, что более чем в 3 раза выше средней плотности дислокаций исходного состояния.

В завершенных ДСС (ячеистая и фрагментированная) присутствуют границы раздела, по которым могут образовываться и распространяться микротрещины. Однако в этой стали наиболее опасными местами являются межфазные границы – γ -карбид TiC и γ - ϵ мартенсит (в исследованной стали усталостная деформация всегда обеспечивала появление ϵ -мартенсита). Именно по ним и происходит зарождение и развитие микротрещин.

Таким образом, выполненный анализ эволюции ДСС при усталостном нагружении до разрушения позволил установить количественные закономерности изменения параметров и роль ДСС в разрушении аустенитной стали. Основные причины разрушения обусловлены структурно-фазовыми превращениями при усталости.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых и их научных руководителей №МК-869.2008.8

Список литературы

1. Терентьев В.Ф. Усталость металлических материалов. М. Наука. 2002 – 248с.
2. Соснин О.В. Эволюция структурно-фазовых состояний аустенитных сталей при усталости. –Новосибирск: Наука, -2002. -211с.
3. Эволюция дислокационных субструктур при усталости / Н.А. Конева, О.В. Соснин, Л.А. Теплякова и др. - Новокузнецк.: Изд-во СибГИУ, 2001. – 96с.
4. Практические методы в электронной микроскопии / Под ред. М.О. Глоэра. – Л.: Машиностроение, Лен. отделение, 1980.- 378 с.
5. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. - М.: Мир, 1968.- 574с.

УДК 669.15: 543.96

ОБЩИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗВИТИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ FeCo СПЛАВОВ

Ширинов Т. М., Глезер А. М.*, Громов В. Е., Яскевич М. И.*, Коновалов С. В.

Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия

gromov@physics.sibsiu.ru

**ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина, Москва, Россия*

a.glezer@mail.ru

Целью данной работы явилось экспериментальное изучение влияния легирования переходными элементами IV периода Периодической системы элементов (ванадием, хромом, марганцем и никелем) на характеристики механического поведения бинарного сплава FeCo, стехиометрически упорядочивающегося по типу B2.

Объектом исследования служили используемый в промышленности магнитно-мягкий железокобальтовый сплав эквиатомного состава Fe-50 ат.% Co и тройные сплавы на его основе, легированные V, Cr, Mn и Ni. Концентрация ванадия в сплаве варьировалась от 1,5 до 3,5 ат.%, хрома – от 0,4 до 4,0 ат.%, марганца и никеля – от 2,0 до 6,0 ат.%. Легирование проводилось таким образом, чтобы эквиатомное соотношение Fe и Co в тройных сплавах не нарушалось. Образцы подвергались затем следующим режимам термической обработки:

Режим 1. Выдержка при 1000°C – 1 час, далее закалка в воду. Этот режим позволял получить состояние с относительно невысокой степенью атомного упорядочения (степень дальнего порядка по типу B2 $\eta \approx 0,3$).

Режим 2. Обработка 1, затем при 850°C – 1 час, далее ступенчатый отжиг по режиму: 600°C – 5 час., 550°C – 30 час., 500°C – 60 час., 450°C – 100 час. и медленное охлаждение с печью до комнатной температуры. Этот режим позволит получить сплавы с умеренным размером зерна и относительно высокой степенью атомного порядка ($\eta = 0,9$).

Механические испытания методом одноосного сжатия проводились на машине «Инстрон».

Из сравнения серий кривых σ - ϵ для сплавов различных систем следует, что для каждой из них по мере увеличения концентрации легирующего элемента характер зависимости претерпевает качественно аналогичные изменения. Для зависимостей σ - ϵ бинарного и тройных сплавов с относительно малым содержанием легирующего элемента в отожженном состоянии наблюдаются следующие особенности. При небольших значениях ϵ в той или иной степени выражена площадка текучести, далее деформация происходит с высоким по величине значением θ , которое очень медленно снижается по мере роста ϵ , а перед моментом разрушения образца резко падает до нуля. На отожженных сплавах с максимальным количеством легирующего элемента пластическая деформация на начальной стадии характеризуется высоким упрочнением, которое в процессе пластической деформации постепенно уменьшается.

Зависимости σ - ϵ закаленных сплавов с небольшим количеством легирующих элементов имеют характер, отличный от описанных выше для соответствующих отожженных сплавов. Кривые деформации практически не имеют площадки текучести, и уже на начальной стадии деформация осуществляется с высоким значением θ . Стадия с почти постоянным значением θ выражена слабо и имеет небольшую протяженность. В то же время характер зависимости σ - ϵ для закаленных сплавов с большим количеством легирующего элемента качественно аналогичен характеру зависимости σ - ϵ для соответствующих отожженных сплавов. В этом случае пластическая деформация, на начальных стадиях характеризуемая высокими значениями θ , далее, вплоть до момента разрушения, осуществляется с непрерывно снижающимся значением θ .

Снижение температуры механических испытаний до температуры кипения жидкого азота (77 K), качественно не изменяя характера зависимостей σ - ϵ , приводит к существенному изменению характеристик пластической деформации: к возрастанию величины $\sigma_{0,001}$, к некоторому изменению поведения θ и к уменьшению значения ϵ_p для каждого из сплавов.

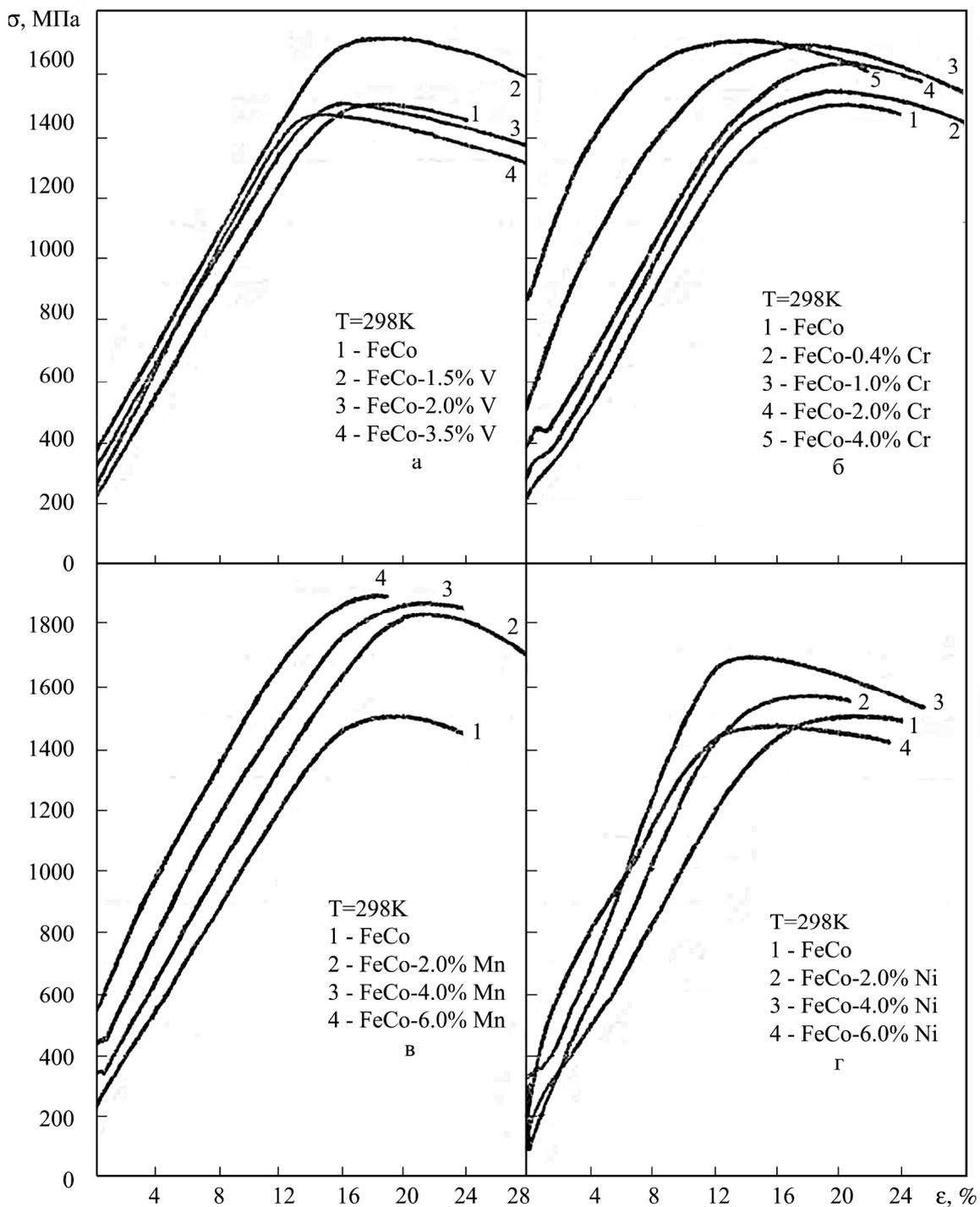


Рис. 1. Кривые деформации отожженных (упорядоченных) сплавов FeCo, легированных ванадием (а), хромом (б), марганцем (в) и никелем (г). Температура испытания 300 К.

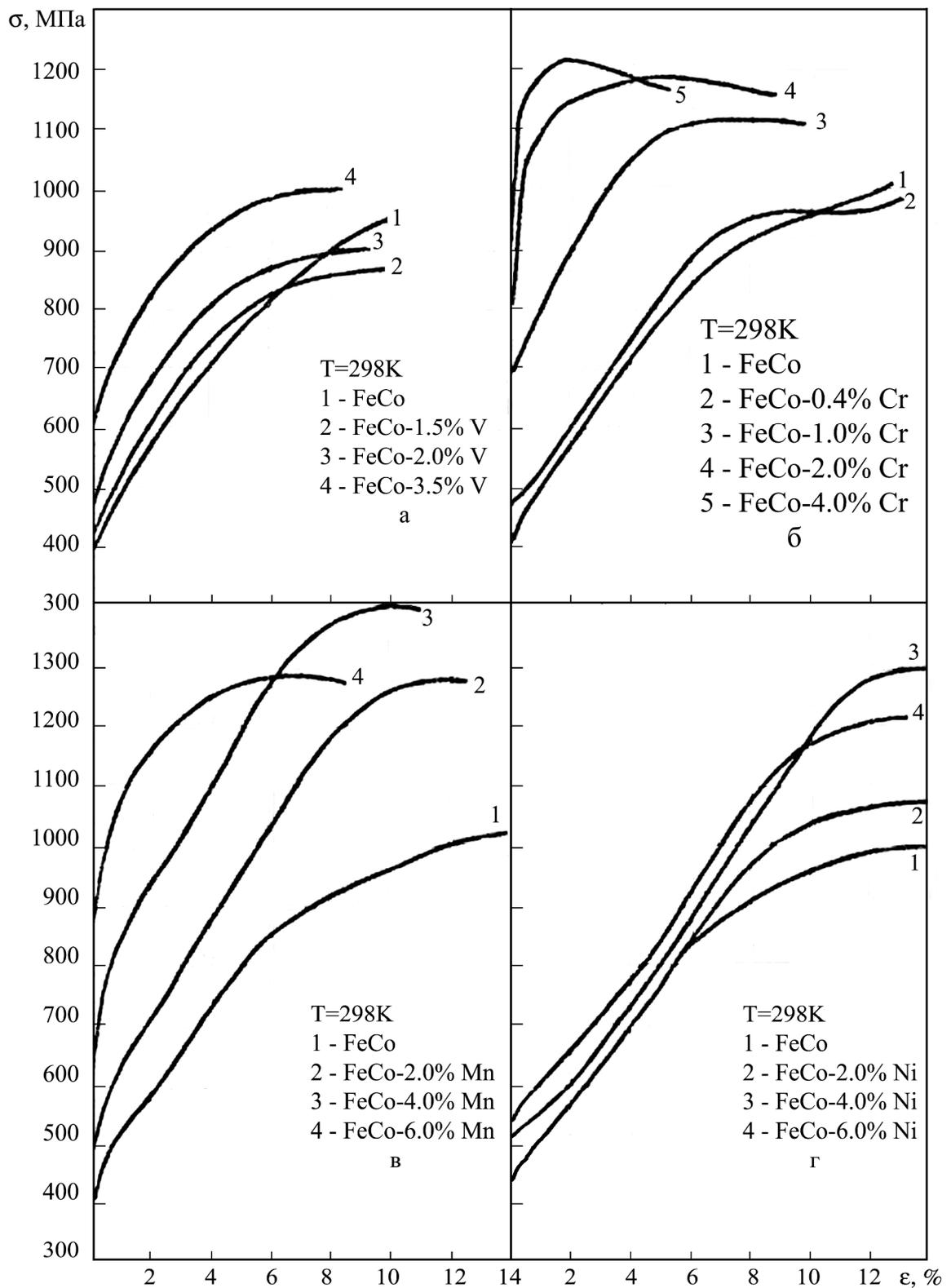


Рис. 2. Кривые деформации закаленных (разупорядоченных) сплавов FeCo, легированных ванадием (а), хромом (б), марганцем (в) и никелем (г). Температура испытания 300 К.

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЗАКАЛЕННОГО ИЗ ЖИДКОГО СОСТОЯНИЯ FeCo СПЛАВА

Ширинов Т. М., Глезер А. М.*, Коновалов С. В., Громов В. Е.

Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия

gromov@physics.sibsiu.ru

**ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина, Москва, Россия*

glezer@imph.msk.ru

Сплав FeCo с эквиатомным соотношением компонентов относится к классу магнитномягких материалов и обладает наибольшими значениями температуры Кюри и индукции магнитного насыщения, а также высоким значением магнитострикции. Полная реализация всех этих свойств встречает серьезные трудности из-за высокой хрупкости сплава, в значительной степени обусловленной образованием сверхструктуры типа B2 [1]. Для повышения пластичности сплава FeCo его легируют, как правило, ванадием. Это приводит к некоторому снижению магнитных свойств, но благоприятно сказывается на пластичности [2]. Известно, что закалка из жидкого состояния [ЗЖС] с успехом используется для получения лент микрокристаллических сплавов Fe-Si и Fe-Si-Al, обладающих повышенной склонностью к хрупкому разрушению [3]. Как показали проведенные структурные исследования, сплавы с высоким содержанием кремния и алюминия обладают в микрокристаллическом состоянии после ЗЖС гораздо более высокой пластичностью, что связано в основном с заметным снижением размера зерна, ярко выраженной внутризеренной фрагментацией и заметным вкладом в пластическое течение дислокаций с вектором Бюргерса $a\langle 100 \rangle$ [4].

В связи с вышесказанным представляет большой научный и практический интерес получение методом ЗЖС и исследование структуры, а также механических свойств сплава FeCo в надежде на аналогичное сплавам Fe-Si и Fe-Si-Al повышение их пластичности в микрокристаллическом состоянии.

Как известно [1], при охлаждении в сплаве FeCo протекает последовательно два фазовых превращения: полиморфное $\gamma \rightarrow \alpha$ (ГЦК \rightarrow ОЦК) в интервале температур 960–970⁰С и упорядочение ОЦК твердого раствора по типу B2 при 730⁰С. Полиморфное превращение при «обычных» скоростях превращения протекает полностью, и при комнатной температуре в сплаве не обнаруживается следов высокотемпературной γ -фазы. Переход в упорядоченное состояние относится к фазовому переходу второго рода и подавить его «обычной» закалкой практически не удастся.

Таким образом, цель данного исследования состояла в том, чтобы выявить особенности протекания фазовых превращений и формирующейся микроструктуры при ЗЖС сплава FeCo и выяснить возможность повышения пластичности сплава путем сверхскоростной закалки.

Объектом исследования служили ленточные образцы сплава Fe₅₀Co₅₀, полученные методом спиннингования из расплава в среде инертного газа. Образцы имели ширину 10 мм и толщину в интервале 40–50 мкм. Изотермические отжиги закаленных образцов проводили при температурах 200–1000⁰С в течение 1 ч.

Структурные исследования выполнены на аналитическом электронном микроскопе JEM-200СХ в режиме просвечивающей (ПЭМ) и растровой (РЭМ) электронной микроскопии при ускоряющем напряжении 200 кВ (ПЭМ) и 40 кВ (РЭМ). В работе использован метод высокотемпературной магнитометрии. Статические испытания магнитных свойств проводили в магнитном поле напряженность 5000 А/м в ин-

тервале температур 20–750⁰С. Кроме того, проведены измерения пластических свойств при испытании на изгиб при комнатной температуре.

Проведенное исследование показало, что закалка из расплава фактически не влияет на протекание в сплаве полиморфного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения и превращения второго рода $\alpha \rightarrow$ сверхструктура типа В2. Незначительное влияние заключается в наличии в структуре быстрозакаленного сплава малого количества остаточной γ -фазы и в небольшом снижении степени порядка по типу В2, которое, в свою очередь, зависит от конечной толщины ленточных образцов. Поскольку при спиннинговании расплава эффективная скорость охлаждения обратно пропорциональна конечной толщине, в образцах с меньшей толщиной (более высокой скоростью охлаждения) степень порядка ниже, чем в образцах с большей толщиной (более низкой скоростью охлаждения). Наименьшее значение степени порядка (0,4–0,5), полученное при ЗЖС, столь велико, что вслед за выполненными ранее исследованиями [3, 4] можно констатировать, что ЗЖС не способна подавить процессы атомного упорядочения, протекающие по механизму фазовых превращений второго рода. Применительно к полиморфному превращению можно отметить, что оно также не изменило своего механизма и не приобрело явных признаков мартенситного превращения.

Важной чертой структуры быстрозакаленных сплавов FeCo является то обстоятельство, что фазовая перекристаллизация, протекающая при резком охлаждении, изменяет характер структуры, сформировавшейся в условиях высоких скоростей охлаждения. В частности, в структуре сплава FeCo полностью отсутствуют призматические дислокационные петли, связанные с пересыщением решетки закалочными вакансиями и характеризующиеся объемной плотностью 10^{10} – 10^{11} мм⁻³ в других сплавах железа, не претерпевающих полиморфного превращения в процессе ЗЖС [4]. Вместе с тем субмикроразрывы не поглощаются межфазными границами и наследуются структурой α -фазы. Наследуются также и границы дендритных ячеек, представляющие по существу области, обогащенные одним из компонентов сплава. Следствием полиморфного превращения является также необычная форма границ зерен α -фазы. Взаимодействие межфазных границ при $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении и закалочных дефектов обуславливает не только резкое изменение плоскости расположения границ зерен, но и большую концентрацию в них дислокаций и субмикроразрывов. Тем не менее, эти дефекты не столь резко тормозят миграцию границ, как в случае большой плотности призматических петель. Достаточно сказать, что резкий рост зёрна в сплаве FeCo удается зафиксировать при отжигах выше 500⁰С, в то время как в сплавах Fe–Si, Fe–Si–Al этот процесс наблюдается при температурах выше 900⁰С [3, 4].

Дополнительные максимумы диффузного рассеяния, зафиксированные нами на микроэлектронограммах закаленных сплавов, полностью совпадают с теми, которые наблюдались ранее в сплавах Fe–Al [6]. Авторы работы [6] показали, что эти эффекты обусловлены ближним порядком смещений в расположении атомов. В нашем случае диффузные максимумы наблюдались только в тех образцах, прошедших ЗЖС, в которых $\eta = 0,75$ – $0,85$. Они в то же время отсутствовали в образцах, для которых $\eta = 0,4$ – $0,5$, но появлялись при последующем отжиге. Следует отметить, что упорядоченный сплав FeCo, полученный «обычным» способом и имеющий $\eta = 0,75$ – $0,85$, не обнаруживает на электронограммах дополнительных максимумов интенсивности. Таким образом, можно утверждать, что определяющую роль в формировании ближнего порядка смещений, в системе Fe–Co играют, с одной стороны, избыточные вакансии, фиксируемые в твердом растворе в процессе ЗЖС, и, с другой – достаточно высокая степень дальнего порядка по типу В2. Отсутствие хотя бы одного из этих условий не дает возможности проявиться эффектам статических смещений, ведущим к формированию эффектов диффузного рассеяния на микроэлектронограммах.

В заключение перейдем к обсуждению механических свойств. Как видим, ЗЖС ведет к заметному повышению пластичности сплава FeCo. При этом склонность к

хрупкому зернограничному разрушению возрастает по мере роста степени порядка в образцах, прошедших ЗЖС. Эксперименты, проведенные с использованием ЗЖС, еще раз доказывают правильность вывода о том, что это обстоятельство не связано со склонностью к образованию зернограничных сегрегации (примеси вытесняются по границы дендритных ячеек), а обусловлено снижением эффективной энергии зернограничных антифазных границ.

На основании проведенных экспериментов можно утверждать, что методом ЗЖС можно получить достаточно пластичный безванадиевый пермендюр (FeCo), что практически не реализуется при «обычных» способах выплавки, передела и термической обработки. Это, помимо всего прочего, должно привести к повышению важного эксплуатационного параметра – величины индукции магнитного насыщения, поскольку ванадий, как известно [2], снижает эту величину. Достигнутое в работе значение индукции насыщения 2,36 Тл, безусловно, нельзя считать предельным, поскольку проведенная предварительная термическая обработка, по-видимому, не является оптимальной с точки зрения полного устранения остаточной γ -фазы.

Список литературы

1. Глезер А.М., Молотилев Б.В. Упорядочение и деформация сплавов железа. – М.: Металлургия, 1984. – 168 с.
2. Глазырина М.И., Глезер А.М., Молотилев Б.В. Влияние легирующих элементов на характеристики атомного упорядочения сплава FeCo // ФММ. 1983. Т. 56. Вып. 4. С. 733-740.
3. Глезер А.М., Молотилев Б.В., Соснин В.В. Структурные особенности сплава сендаст (Fe-Si-Al), полученного закалкой из расплава. II. Закалочные дефекты // ФММ. 1984. Т. 58. Вып. 1. С. 370-376.
4. Глезер А.М., Соснин В.В., Молотилев Б.В. Основные закономерности формирования структуры в закаленных из жидкого состояния сплавах Fe-Si. Динамика структурных изменений // Изв. АН СССР. Сер. физ. 1985. Т. 49. № 8. С. 1593-1605.
5. Хирш П., Хови А., Никольсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. – М.: Мир., 1968. – 574 с.
6. Власова Е.Н., Дьяконова Н.Б. Модель ближнего порядка твердых растворов Fe-Al // ФММ. 1986. Т. 41. Вып. 3, С. 569-574.

УДК 539.3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ

Ершова А. Ю., Мартиросов М. И., Рабинский Л. Н.

*Московский авиационный институт (государственный технический университет)
Россия, Москва.*

Yershova_a@mail.ru

Рассматривается экспериментальное определение механических характеристик литьевого искусственного камня (ЛИК) – достаточно нового полимерного композиционного материала мелкозернистой структуры, обладающего рядом преимуществ по сравнению с некоторыми традиционными материалами, применяемыми в современных отраслях промышленности. Основными компонентами ЛИК являются ненасыщенная полиэфирная смола и мелкозернистый наполнитель.

ЛИК является беспористым и однородным в массе материалом, стойким к колебаниям температуры окружающей среды. Этот материал не изменяет цвет со временем, обладает высоким шумопоглощением, низкой теплопроводностью, высокими антибактериальными свойствами, стойкостью к ряду химически агрессивных сред и коррозии, а также повышенной износостойкостью. ЛИК характеризуется способностью к восприятию ударных и вибрационных нагрузок, поддается механической обработке, склеиванию. В отличие от натурального природного камня, материалу присуще отсутствие радиоактивного фона, что позволяет использовать ЛИК при реализации некоторых перспективных нанотехнологий.

Особенностью механических свойств литьевого искусственного камня, как и натурального, являются малый уровень деформаций (0,5% при сжатии и 0,05% при растяжении). Точное определение характеристик подобных материалов возможно лишь при применении современного оборудования и методов испытаний. При проведении экспериментов используется универсальная испытательная машина ZWICK Z100 (Германии).

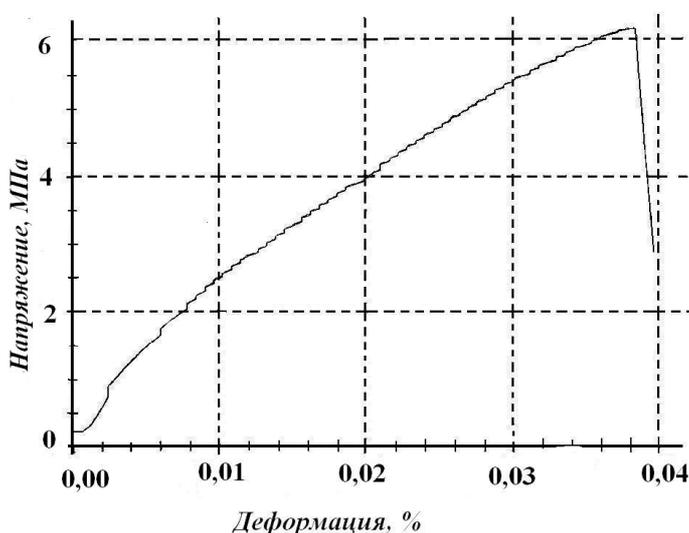


Рис. 1. Экспериментальная кривая растяжения ЛИК, полученная при скорости деформации $0,01 \text{ с}^{-1}$.

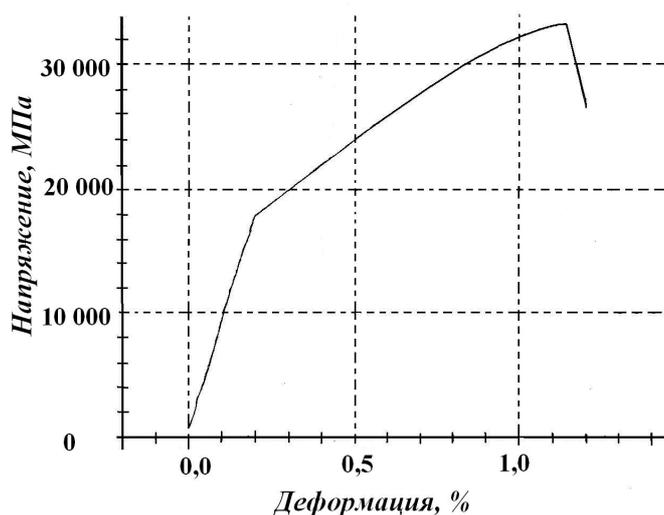


Рис. 2. Экспериментальная диаграмма сжатия ЛИК, полученная при скорости изменения напряжения 1 МПа/с .

Z100 (Германии).

По результатам машинных испытаний с использованием современного измерительного оборудования определены упругие характеристики ЛИК при растяжении и сжатии.

Анализируя диаграммы растяжения и сжатия а также и кривые полученные при тензометрическом методе измерения продольной и поперечной деформаций, определены такие упругие характеристики материала как модуль упругости и коэффициент Пуассона, необходимые для дальнейшего построения математической модели данного материала и проведения расчета типовых задач.

Получены кривые ползучести и релаксации напряжений при растяжении. Как известно, полимерные материалы проявляют ярко-выраженное вязкоупругое поведение в широком диапазоне температур. Исследуемый материал является композицией ненасыщенных полиэфиров (матрица) и жестких частиц минерального наполнителя. В этой связи естественно предположить, что изучаемый ЛИК также будет проявлять зависимость механических характеристик от времени. Для оценки вязкоуп-

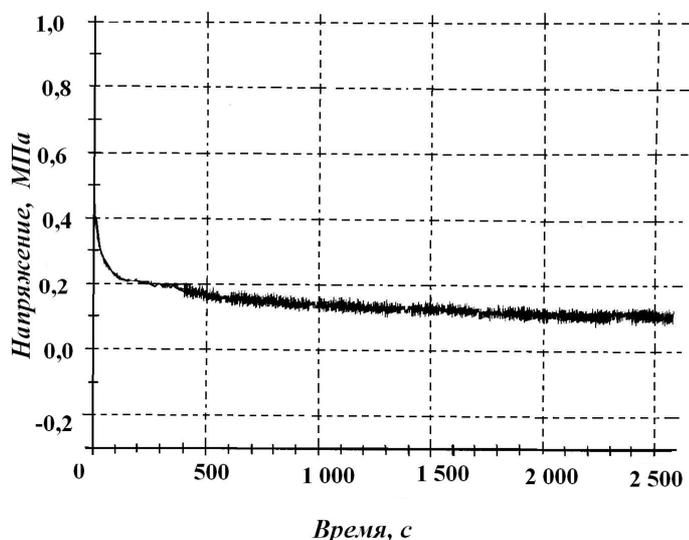


Рис. 3. Экспериментальная кривая релаксации материала при деформации $\varepsilon = 0,005\%$.

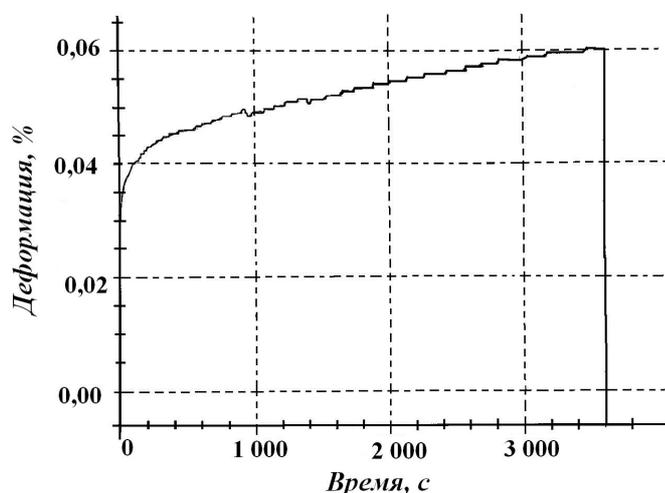


Рис. 4. Экспериментальная кривая ползучести при $\sigma = 1,8$ МПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (код проекта 08-08-12252-офи)

Список литературы

1. Д.Е. Бессонов, А.Ю. Ершова, Ю.П. Зезин, М.И. Мартиросов, Л.Н. Рабинский. Экспериментальные исследования деформирования и разрушения зернистых композитов на основе полиэфирных смол // Всероссийский научный журнал «Механика композиционных материалов и конструкций». Т. 14, № 1. 2008 г. М. :, 2008 г. – С. 111-125.

ругих характеристик ЛИК была проведена серия испытаний на ползучесть и релаксацию напряжений при растяжении при температуре 20°C .

Методами податливости и К-тарировки получены экспериментальные значения характеристик вязкости разрушения исследуемого материала: интенсивности высвобождения энергии, G_{1C} и критическое значение коэффициента интенсивности напряжений K_{1C} . В соответствии с методом податливости проведена серия испытаний на трехточечный изгиб образцов-брусков прямоугольного сечения с центральными краевыми надрезами.

Проведена оценка результатов испытаний с использованием формул и методов математической статистики. Дается сравнение механических характеристик образцов из ЛИК с аналогичными характеристиками натурального природного камня, а также некоторыми другими современными материалами.

ФРАКТАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРЫ ПРИРОДНОГО СОРБЕНТА ПО ДАННЫМ АСМ И ЯМР

Алексеев А. Д., Василенко Т. А., Кириллов А. К.

Институт физики горных процессов, г. Донецк, Украина

Рассмотрен способ определения фрактальной размерности структуры поверхности одного из сорбентов – каменного угля, основанный на исследовании рельефа поверхности, полученного с помощью сканирующего атомного силового микроскопа (АСМ) [1,2].

Измерения проводились на серийном атомно-силовом микроскопе *NanoScope IIIa* (фирма *Veeco*) в режиме периодического контакта (*Tapping mode*) кремниевыми зондами с номинальным радиусом острия 10 нм. Для проведения фрактального анализа были взяты 2D изображения рельефа и фазового состава поверхности образцов углей Донецкого угольного бассейна: КЖ (шахта Красноармейская), Д (шахта Трудовская) и А (шахта «2-2бис» п.о. Шахтерскантрацит). Анализировались площадки, сканированные АСМ, размером $3 \times 3 \mu\text{m}$, а также $1 \times 1 \mu\text{m}$, вырезанные из исходных изображений. Кроме того, исследовались данные для образцов угля КЖ, которые подвергались одноосному деформированию в камере высокого давления при нагрузке до 2 ГПа.

Определялась хаусдорфова размерность границ структур, которые выделялись на оцифрованном изображении поверхности с помощью градации яркости на 256 уровнях.

Вычисление фрактальной размерности геометрических объектов основано на методе вычисления количества квадратов, покрывающих границу объекта или весь объект с границей (*box counting method*). Полученная таким образом фрактальная размерность D_{BW} называется структурной хаусдорфовой размерностью d_f . Для учета мультифрактальности распределения структурной организации углей использовался метод фрактального спектра (*Range* [3]), который вычисляется во всем интервале яркостей изображения. Связь между структурной фрактальной размерностью d_f с показателем α спектра мощности эквивалентного временного ряда [4] определялась с помощью равенства $\alpha = 2d_f - 1$. Хаусдорфова размерность, показатель степени α в спектре мощности связаны с показателем Херста H с помощью равенств $\alpha = 1 + 2H$ и $H = d_f - 1$. Для рассматриваемых образцов были вычислены эти величины, с помощью которых можно сделать заключение о степени неравновесности (уровне самоорганизации) иерархической структуры угольного вещества.

Основные выводы, полученные методами фрактального анализа, состоят в следующем:

Сравнение данных для рельефа поверхности трех образцов угля. Оба метода определения фрактальной размерности показывают соответствие относительных характеристик образцов углей. Поскольку уголь КЖ имеет показатель Херста, наиболее близкий к значению 0.5, то рельеф его поверхности можно считать наиболее неупорядоченным (в стохастическом смысле), что выражается в значении спектрального индекса α , близкого к двум. При таком рассмотрении можно считать, что наиболее упорядоченной структурой рельефа поверхности обладает образец угля Д. Антрацит занимает промежуточное положение. Эти выводы относятся к интервалу

масштабов неоднородностей, соответствующих максимальным значениям фрактальной размерности границ структуры.

Сравнение данных для образцов угля, подвергнутых одноосному нагружению до 2 ГПа. Эти данные получены для двух образцов угля КЖ и имеют некоторые различия. Линейный метод анализа, соответствующий интегральным характеристикам в интервале относительных размеров $\Delta \ln(r) = -2.082 \div -0.693$ (от 29 до 150 нм), показал резкое снижение структурной фрактальной хаусдорфовой размерности до единицы, что привело к приближению спектрального индекса к единице, показателя Херста – к нулю. Это свидетельствует о том, что деформирование угля изменило равновесную структуру угольной среды по сравнению с исходным образцом и перевело ее в существенно напряженное состояние. Этот вывод относится к рельефу поверхности. Уменьшение фрактальной размерности можно объяснить спеканием угольного порошка при одноосном нагружении давлением до 2 ГПа в камере высокого давления, что привело к увеличению характерного размера структуры примерно в пять раз. В то же время для фазового состава образца №1 получено увеличение фрактальной размерности до $D_{BW} = 1.664$. При этом показатель Херста близок к 0.5, а спектральный индекс превосходит значение 2. Это означает, что структурные составляющие угольного вещества (алифатика и ароматика) приняли менее упорядоченную организацию, а характерные размеры неоднородностей уменьшились.

Таблица. Спектральная размерность, спектральный индекс и показатель Херста изображений рельефа поверхности углей

Марка	d_f		α		H	
	Boxes	Ranges	Boxes	Ranges	Boxes	Ranges
Д	1.2486±0.0422	1.256	1.497	1.512	0.248	0.256
КЖ	1.3322±0.0457	1.470	1.664	1.940	0.332	0.470
А	1.3025±0.0473	1.393	1.605	1.786	0.302	0.393

С помощью теории фракталов и анализа изображений структуры угольных образцов, полученных с помощью АСМ [1], определена область линейных масштабов иерархической структуры поверхности углей марки Д, КЖ и А, в которой ее можно считать монофракталом с фрактальной размерностью $d_f \cong \text{const}$. Из двумерных изображений поверхности для области монофрактала линейных масштабов иерархической структуры можно определить фрактальную размерность поверхности порового пространства D , предполагая скейлинговое распределение пор по размерам $f(r) \sim r^{-B}$, где f – плотность вероятности, $B = D - 1$, поскольку выполняется равенство $D = d_f + 1$ [5] в области монофрактала линейных масштабов иерархической структуры.

Результаты измерений с помощью методики ЯМР спин-эхо времени продольной T_1 и поперечной T_2 релаксации протонов воды в влагонасыщенных образцах ископаемых углей Д и А проводились с целью исследования их пористой структуры. В наших измерениях T_2 использовалась двух-импульсная методика ($90^\circ - \tau - 180^\circ$) спин-эхо, предложенная Г. Карром и И. Парселом [6]. Время продольной релаксации спинов протонов T_1 , необходимого для вычисления коэффициента диффузии, проводились методом прогрессивного насыщения [7]. Калибровка связи коэффициента диффузии D и времени релаксации T_1 для спектрометра спин – эхо определено из измерения времени релаксации воды $T_{1,w} = 1.8$ с и коэффициента самодиффузии воды $D_0 = 2.15 \cdot 10^{-9}$ м²/с в свободном пространстве [8].

Если известны нижняя граница l области фрактальности, то минимальный масштаб L_{cg} , на котором релаксируют спины в пространстве пор, связан со временем ре-

лаксации равенством $T_{2,short} = L_{cg}^2 / D_0$, где $L_{cg} = l(\Lambda/l)^{D-1}$, $\Lambda = D_0 / \rho$, D_0 – коэффициент самодиффузии воды [9], ρ – скорость поверхностной релаксации.

Минимальным значениям времени релаксации $T_2 = 88$ и 213 мкс соответствуют характерные размеры $L_{cg} \gg 439$ и 650 нм, что позволило определить значения $\rho = 2.6 \cdot 10^{-3}$ м/с и $7.3 \cdot 10^{-4}$ м/с для образцов углей Д и А.

Кроме минимальных масштабов структуры порового пространства, L_{cg} , ЯМР измерения спин-эхо позволили определить максимальный масштаб пор влагонасыщенных образцов L_{int} [9], поскольку при диффузионно-контролируемом режиме время релаксации T_2 связано с внутренним масштабом пор L_{int} равенством $T_{2,long} \approx L_{int}^2 / (2\pi^2 D_0)$. На основе теории фракталов получено: $L_{int} = 5.1$ мкм и 9.6 мкм для угля Д и А, соответственно. Имеется хорошее согласие с результатами определения размеров пор из предположения их сферической формы.

Данные ЯМР экспериментов позволяют утверждать, что при насыщении образцов угля парами воды реализуется механизм объемного заполнения пор. Следствием такого механизма являются полученные значения поверхностного слоя адсорбата, значительно превышающие размеры молекул воды (0.18 нм). Это означает, что формирование поверхностного слоя при адсорбции на поверхности пор углей определяется кластерным механизмом, при котором молекулы воды образуют конгломераты с энергией связи, превосходящей энергию связи H_2O с активными центрами поверхности пор углей [10].

Список литературы

1. Алексеев А.Д., Василенко Т.А., Кириллов А.К.. Фрактальный анализ иерархической структуры поверхности ископаемых углей // ФТРПИ, 2008, № 3.
2. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, 2004. – 114 с.
3. Zmeškal O., Veselý M., Nežádal M., Buchniček M. Fractal Analysis of Image Structures// HarFA - Harmonic and Fractal Image Analysis, 2001. –P. 3 – 5.
4. Зеленый А.М., Милованов А.В. Фрактальная топология и странная кинетика: от теории перколяции к проблемам космической электродинамики. // УФН, 2004.- т. 174.- № 8.- С.809-852.
5. Sapoval B., Russ S., Petit D., Koarb J.P., Fractal geometry impact on nuclear relaxation in irregular pores // Magn. Reson. Imaging, 1996, Vol. 14, P.863.
6. Carr H.J., Purcell E.M. Effects of diffusion on free precession in nuclear resonans experiments // Phys. Rev., 1954, Vol.94, 630-638.
7. Вашман А.А., Пронин И.С., Ядерная магнитная релаксационная спектроскопия. Москва, 1986.
8. Mitra P.P. Short-time behavior of the diffusion coefficient as a geometrical probe of porous media // Phys. Rev. B, 1993, Vol. 47, P.8565-8574.
9. Radlinski A.P., Ioannidis M.A., Hinde A.L, Haunbuchner M., et al. Angstrom-to-millimeter characterization of sedimentary rock microstructure // J.Colloid and Interface Science, 2004, Vol. 274, P.607- 612.
10. Ванин А.А., Пиотровская Е.М., Бродская Е.Н. Моделирование адсорбции метана в углеродных порах разных сечений // Журн. физ. химии, 2003, Т.77, № 5, С.921-927.

ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ НА ДИНАМИЧЕСКУЮ ПРОЧНОСТЬ И КИНЕТИКУ РАЗРУШЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ МЕДИ

Разоренов С. В., Канель Г. И., Иванчихина Г. Е.

Институт Проблем Химической Физики РАН, Черноголовка, Россия
razsv@icp.ac.ru

Хорошо известно, что центрами зарождения разрушений являются структурные неоднородности в теле. Монокристаллы наиболее свободны от внутренних дефектов, которые могли бы стать центрами гетерогенного зарождения несплошностей, и по этой причине демонстрируют наиболее высокую прочность. Различие значений динамической (откольной) прочности монокристаллов и поликристаллов, например, алюминия, меди и молибдена достигает двух- – трехкратного [1, 2] вследствие того, что развитие разрушения в местах скопления дислокаций и других микродефектов в поликристаллических материалах маловероятны просто потому, что разгрузка вследствие инициирования разрушения на более крупных дефектах не позволяет достичь высокого уровня растягивающих напряжений. При малой длительности и высоких перенапряжениях в материале с ростом скорости растяжения при динамических нагрузках происходят изменения в механизме разрушения – в субмикросекундном диапазоне вместо разрушения путем роста единичных катастрофических трещин имеет место эволюция рассеянных разрушений. Поскольку разрушение, представляющее собой кинетический процесс зарождения, роста и слияния несплошностей, не может происходить мгновенно, увеличение скорости приложения нагрузки позволяет создавать все более высокие избыточные напряжения в материале и тем самым инициировать разрушение на все более мелких дефектах.

Хотя, в принципе, механизм высокоскоростного разрушения и факторы, определяющие сопротивление разрушению, понятны, количественной теории явления в настоящее время не существует. Между тем, установление количественных связей между характеристиками дефектов и закономерностями высокоскоростного разрушения может дать новый способ описания свойств материалов, эффективный с материаловедческой точки зрения. С этой целью в данной работе проведена серия систематических измерений прочностных характеристик меди в различных структурных состояниях. Образцы представляли собой высокочистую медь в монокристаллическом и поликристаллическом состояниях, монокристаллы меди с 0.1% кремния или алюминия, как твердый раствор, в исходном состоянии и они же, подвергнутые термообработке при 1030°C в закиси меди в течение 24 часов. Выдержка монокристаллов меди с добавками кремния и алюминия в порошке Cu_2O при высокой температуре приводит к формированию в монокристаллической матрице достаточно равномерно рассеянных частиц SiO_2 или Al_2O_3 . В данной работе испытывались образцы монокристаллов меди, содержащие частицы SiO_2 со средним размером ~ 180 нм [3], размер частиц Al_2O_3 не определялся. Импульсы ударного сжатия различной длительности возбуждались в образцах толщиной от 0.5 до 3 мм ударом алюминиевой пластины толщиной 0.1 – 0.8 мм соответственно толщине образца со скоростью ~ 0.66 км/с. Длительность импульса ударной нагрузки варьировалась в пределах 10^{-7} с – 10^{-8} с, интенсивность импульса сжатия не превышала 5 ГПа. Характер деформирования и разрушения, а также количественные характеристики процесса – давление ударного сжатия, динамический предел упругости, откольную прочность, толщину откольной пластины, скорость деформирования перед разрушением определяли из анализа профилей скорости свободной поверхности образцов, непрерывная регистрация которых проводилась с помощью лазерного Доплеровского измерителя скорости “VISAR” [2]. Метод исследования основан на том факте, что процессы упруго-

пластического деформирования и разрушения сопряжены с изменением сжимаемости материала и проявляются в структуре волн сжатия и разрежения.

Можно отметить [1], что монокристаллы чистой меди имеют наибольшую прочность и характеризуются быстрым завершением процесса разрушения – полным отрывом откольной пластины. Поликристаллическая медь имеет наименьшее сопротивление разрушению, а процесс разрушения развивается медленно – связь между откалывающимся слоем и остальной частью образца сохраняется в течение относительно длительного времени, что приводит к затянутому торможению откольной пластины.

Приведенные на рис. 1, результаты измерений волновых профилей демонстрируют явное различие значений откольной прочности (пропорциональных величине декремента скорости Δu_{fs} , показанного на рис.1а) и характера откольного разрушения в зависимости от структурного состояния испытываемых образцов. Монокристалл твердого раствора Cu + 0.1% Si имеет несколько меньшую прочность, чем монокристалл чистой меди, и вязкий, подобно поликристаллическому, затянутый характер разрушения. С формированием нанодисперсных частиц SiO₂ сопряжено дальнейшее понижение сопротивления откольному разрушению и его ускорение, однако характер разрушения подобен разрушению чистых монокристаллов.

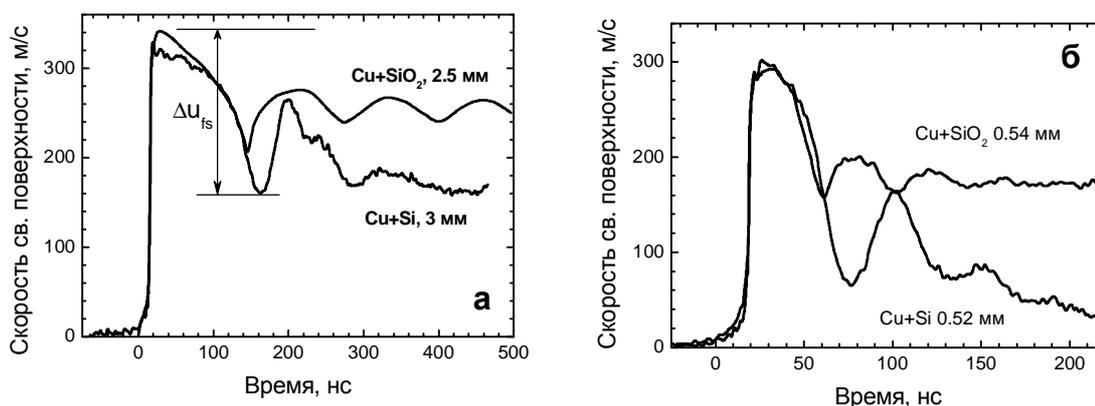


Рис. 1. Результаты измерения профилей скорости свободной поверхности монокристаллических образцов толщиной ~3 мм (а) и ~0.5 мм (б) меди с 0.1% кремния и меди с включениями окиси кремния.

Из сравнения рис.1а и 1б видно, что кристаллы меди с нанодисперсными включениями SiO₂ ведут себя аномально – их откольная прочность понижается с увеличением скорости растяжения. Такое поведение в последнем случае очевидно связано с иницированием разрушения на хрупких включениях. Сопротивление откольному разрушению относительно толстых (2.5 мм) монокристаллов твердого раствора Cu + 0.1% Si и монокристаллической меди с нанодисперсными включениями SiO₂ отличается слабо, но значительно превышает прочность поликристаллов и близко к откольной прочности монокристаллов чистой меди. В этих опытах разрушение происходило на расстоянии ~0.3 мм от поверхности образца. С трехкратным увеличением скорости деформирования и таким же уменьшением толщины откола (при толщине образцов ~0.5 мм) откольная прочность твердого раствора возрастает, еще более приближаясь к прочности монокристаллической меди, а прочность кристаллов меди с частицами SiO₂ падает, приближаясь к прочности поликристаллической меди (рис. 2а). Очень трудно объяснить эту аномалию в рамках какой-либо кинетики разрушения. Наиболее вероятной ее причиной представляется зависимость концентрации и размера частиц включений – очагов разрушения от расстояния до поверхности. Учитывая вклад диффузионных процессов в формирование оксидных включений при отжиге образцов твердого раствора в окружении Cu₂O, вполне естественно

ожидать, что размер включений уменьшается, а прочность материала, соответственно, возрастает по мере удаления от поверхности.

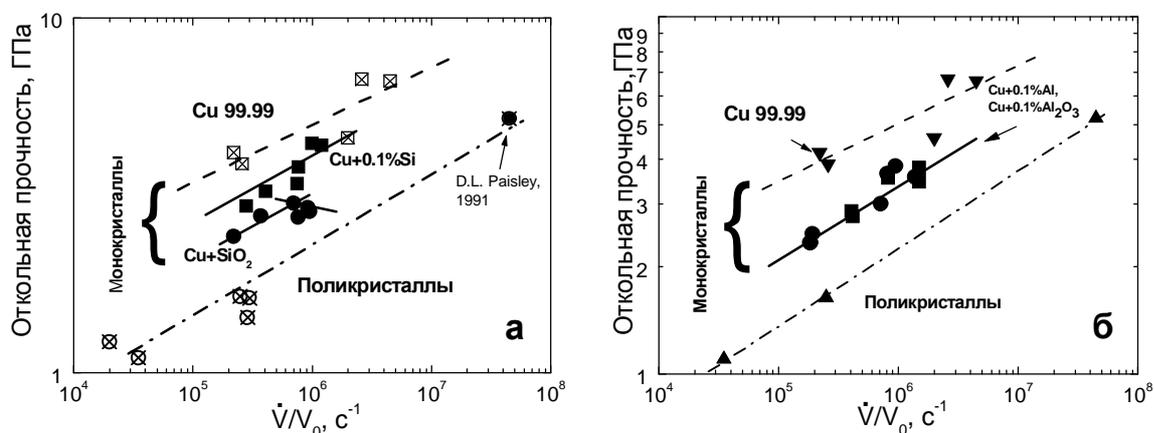


Рис. 2. Зависимость откольной прочности меди в различных структурных состояниях от скорости деформирования по результатам измерений авторов и данным работ [4, 5].

На рис. 2 показаны результаты измерения откольной прочности меди с различной структурой в широком диапазоне скорости деформирования. Видно (рис.2б), что прочность монокристаллов меди с 0.1% алюминия и характер откольного разрушения практически совпадают с тем, что наблюдалось для меди с 0.1% кремния. Однако отжиг, проведенный с целью формирования частиц окиси алюминия внутри монокристаллической матрицы меди, привел лишь к ускорению разрушения на завершающих стадиях без изменения откольной прочности.

Таким образом, проведенные эксперименты недвусмысленно демонстрируют сильное влияние структурных факторов на сопротивление высокоскоростному деформированию и разрушению твердых тел.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекта № 06-02-17057-а), программы Президиума РАН «Исследования вещества в экстремальных условиях. Теплофизика экстремального состояния вещества». Авторы выражают благодарность Н.И.Новохатской и А.В.Мазилкину (Институт физики твердого тела РАН) за помощь в подготовке и тестировании исследуемых образцов, а также Л.Г.Ермолову за помощь в подготовке и проведении взрывных экспериментов.

Список литературы

1. Канель Г.И., Разоренов С.В., Уткин А.В., Фортон В.Е. Ударно-волновые явления в конденсированных средах. М.: Янус-К, 1996, 407 с.
2. Antoun T., Seaman L., Curran D.R., Kanel G.I., Razorenov S.V., Utkin A.V. Spall Fracture. New York: Springer, 2003, 404 p.
3. Н.И.Новохатская, А.В.Серебряков, И.Д.Чашечкин, Разрушение дисперсноупрочненного сплава при растяжении. Металлофизика, 1982, т.4, №6, стр.46-50.
4. D.L. Tonks, D.J. Alexander, S.A. Sheffield, D.L. Robbins, A.K. Zurek, and W.R. Thissell. Spallation strength of single crystal and polycrystalline copper. J. Phys. IV France, 2000, **10**, Pr9-787-792.
5. Paisley, D.L., Warnes, R.H., and Kopp, R.A. Laser-Driven Flat Plate Impacts to 100 GPa with Sub-Nanosecond Pulse Radiation and Resolution for Material Property Studies. In: Shock Compression of Condensed Matter 1991, edited by S.C. Schmidt et al., Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, 825-828 (1992).

ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ АКУСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ВОЛОКНИСТОГО НАНОКОМПОЗИТА Cu-Nb

Паль-Валь П. П.¹, Нацик В. Д.¹, Паль-Валь Л. Н.¹, Ватажук Е. Н.¹,
Тихоновский М. А.², Куприянов А. А.²

¹ *Физико-технический институт низких температур им. Б. И. Веркина
Харьков, Украина,*

² *Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт"
Харьков, Украина,
vatazhuk@ilt.kharkov.ua*

В последние годы значительное внимание уделяется исследованию структуры и свойств интенсивно деформированных металлических материалов. В результате интенсивной пластической деформации (ИПД) в металлах формируется фрагментированная микроструктура с размерами отдельных фрагментов порядка нескольких десятых микрона. Получаемые наноструктурные материалы обладают повышенными механическими характеристиками и могут быть использованы при разработке современного оборудования, работающего в экстремальных условиях эксплуатации, например, в области низких и сверхнизких температур.

До сих пор метод ИПД, в основном, применялся к чистым металлам или однофазным металлическим системам. Существует, однако, достаточно широкий класс двухфазных сплавов (т.е., по существу, композитов), в которых обе фазы являются пластичными и их объемное соотношение может меняться в широких пределах. Представителем таких материалов являются двухфазные сплавы Cu-Nb, которые перспективны для использования в криогенной технике (обмотки импульсных магнитов, упрочняющие элементы технических сверхпроводников и др.). В настоящее время в литературе имеется ограниченное количество экспериментальных данных о свойствах таких композитов. В частности, отсутствуют данные об упругих и диссипативных свойствах указанных материалов при низких температурах. В настоящей работе представлены результаты исследования акустических свойств двухфазных волокнистых нанокompозитов Cu-32 об.% Nb в области температур 5–320 К.

Приготовление нанокompозитных образцов Cu-Nb осуществляли по следующей схеме. Сплав выплавлялся с помощью дуговой гарнисажной плавки в слитки, медная матрица которых содержала равномерно распределенные ниобиевые дендриты размером ~ 20 мкм. Полученный слиток диаметром около 120 мм при высокой температуре выдавливали в прутки и волочили в шестигранник со стороной около 2 мм. Из шестигранников в медном стакане диаметром 52 мм набирали заготовку, которую отжигали в вакууме при 1273 К в течение 1 часа, после чего стакан заваривали с обеих сторон в вакууме. Из заготовки путем гидроэкструзии и холодного волочения были получены прутки диаметром 3.2 мм. В процессе деформации ниобиевые дендриты вытягивались в ниобиевые нити (волокна) толщиной 0.2–0.5 мкм. Такого же порядка была толщина медных прослоек. Исследуемые образцы отрезались от полученных прутков с помощью электроискровой резки. Их торцы притирались с помощью абразивов до достижения требуемых размеров.

С целью обнаружения возможных изменений в структуре образцов при повышении температуры образцы после измерений отжигались в течение 1 часа в вакууме при температуре 750 К и охлаждались вместе с печью. Затем цикл измерений повторялся.

Акустические измерения были проведены в интервале температур 5 – 320 К методом двойного составного вибратора 1. В образцах возбуждались стоячие продольные волны на основной частоте вибратора $f \sim 70$ кГц, а также на третьей и пятой гармониках. Измерения декремента колебаний δ и динамического модуля Юнга E проводились в амплитудно-независимой области при постоянной амплитуде ультразвуковой деформации $\epsilon_0 \sim 5 \cdot 10^{-8}$.

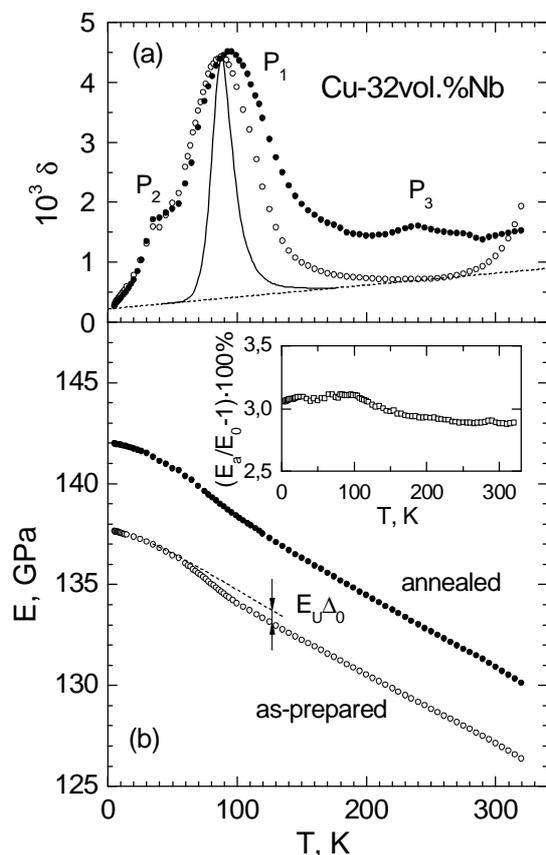


Рис.1. Зависимости декремента колебаний δ и модуля Юнга E от температуры.

При термоциклировании образцов, приготовленных по описанной выше технологии, на температурной зависимости декремента колебаний $\delta(T)$ в области низких температур был обнаружен хорошо выраженный пик внутреннего трения с температурой локализации $T_{p1} \approx 88$ К при частоте колебаний $f \approx 68$ кГц (рис. 1а). Ширина пика значительно превосходила ширину дебаевского пика (сплошная линия на рис. 1а). На восходящей (низкотемпературной) ветви пика был выявлен небольшой спутник основного пика при $T_{p2} \approx 35$ К. Увеличение частоты колебаний приводило к возрастанию температур пиков T_{p1} и T_{p2} , что свидетельствовало о термически активированном характере релаксационного процесса и позволяло оценить их активационные параметры (Табл. 1).

При термоциклировании образцов, приготовленных по описанной выше технологии, на температурной зависимости декремента колебаний $\delta(T)$ в области низких температур был обнаружен хорошо выраженный пик внутреннего трения с температурой локализации $T_{p1} \approx 88$ К при частоте колебаний $f \approx 68$ кГц (рис. 1а). Ширина пика значительно превосходила ширину дебаевского пика (сплошная линия на рис. 1а). На восходящей (низкотемпературной) ветви пика был выявлен небольшой спутник основного пика при $T_{p2} \approx 35$ К. Увеличение частоты колебаний приводило к возрастанию температур пиков T_{p1} и T_{p2} , что свидетельствовало о термически активированном характере релаксационного процесса и позволяло оценить их активационные параметры (Табл. 1).

Таблица 1. Основные активационные параметры низкотемпературных пиков.

Параметр	Пик P_1		Пик P_2	
	исходный	отожженный	исходный	отожженный
T_p, K	88	93	35	35
U_0, eV	0.093 ± 0.004	0.099 ± 0.007	0.017 ± 0.0004	0.017 ± 0.0004
t_0, s	$1 \cdot 10^{-11}$	$9 \cdot 10^{-12}$	$8 \cdot 10^{-9}$	$8 \cdot 10^{-9}$

Следует отметить, что, в отличие от крупнозернистых поликристаллов и монокристаллов, высокотемпературный отжиг сильно фрагментированных композитных образцов не приводил к уменьшению высоты пика, но увеличивал его ширину. Увеличение ширины пика P_1 в результате отжига может свидетельствовать о том, что оно определяется не внутренними напряжениями, а преимущественно композиционной неоднородностью образцов. Возможно и другое объяснение: из-за различия коэффициентов теплового расширения, на границах между ниобиевыми волокнами и медной матрицей при каждом термоциклировании могут возникать термоупругие напряжения, которые и являются главной причиной наличия широкого спектра времен релаксации в изученном композите.

Полученные значения активационных параметров близки к параметрам низкотемпературного пика Бордони и его спутника (пика Ниблетта-Уилкса), наблюдавшихся и подробно изученных ранее на крупнозернистых поликристаллах и монокристаллах чистой меди 2. Это позволяет сделать вывод о том, что обнаруженные в

сильно фрагментированном наноструктурном волокнистом композите Cu–32 об.% Nb пики внутреннего трения определяются низкотемпературной динамикой движения дислокационных сегментов в первичном и вторичном рельефах Пайерлса медной матрицы. Микроскопическим механизмом основного пика является термоактивированное зарождение двойных перегибов на дислокациях. Низкотемпературный пик-сателлит может быть обусловлен термоактивированным движением геометрических кинков через барьеры Пайерлса второго рода.

Таким образом, поведение декремента колебаний $\delta(T)$ изученного композита в области умеренно низких температур определяется, главным образом, свойствами медной матрицы. После высокотемпературного отжига на зависимости $\delta(T)$ появляется дополнительно слабый пик P_3 при температуре $T_{P_3} \approx 240$ К, который может представлять собой следы α -пика, наблюдавшегося ранее в ниобии различной чистоты [3,4].

Температурные зависимости динамического модуля Юнга E в исходном и отожженном образцах показывают наличие ступеньки, соответствующей пику декремента колебаний (рис. 1b). После отжига величина E возрастает на ≈ 3 % практически равномерно во всем интервале температур (см. вставку на рис. 1b). Постоянство величины $E_a/E_0 - 1$ (E_a – текущее значение модуля Юнга в отожженном образце, E_0 – соответствующее ему значение в исходном образце) в изученном интервале температур не согласуется с предположением, сделанным в 5, где значительное уменьшение динамических модулей упругости материалов, подвергнутых ИПД, объясняется проявлением низкотемпературной дислокационной релаксации (например, релаксации Бордони).

Изменение упругих модулей в результате пластической деформации или высокотемпературного отжига наблюдалось во многих работах, в том числе, и в работах авторов данной статьи. Как правило, оно связывалось с изменением дислокационного вклада в модули упругости. В области температур ниже комнатной возможно проявление различных термоактивированных дислокационных релаксационных процессов с энергиями активации в интервале 0.002 эВ $< U < 1$ эВ: миграция дислокационных кинков в потенциальном рельефе Пайерлса 2 рода, образование пар кинков на дислокациях, взаимодействие дислокаций с примесными центрами закрепления и др. Все релаксационные механизмы движения дислокаций дают температурно-зависимый вклад в модули упругости, как это было показано, например, для ряда ОЦК металлов в 6. Можно заключить, что наблюдаемое увеличение динамического модуля Юнга в результате отжига имеет недислокационную природу и обусловлено существенными изменениями других структурных свойств композита, в частности, релаксацией внутренних напряжений или изменением параметров текстуры материала.

Список литературы

1. V.D. Natsik, P.P. Pal-Val and S.N. Smirnov, *Acoust. Phys.* 44 (1998) 553.
2. D.H. Niblett and J. Wilks, *Adv. Phys.* 9 (1960) 1.
3. V.D. Natsik, P.P. Pal-Val, *et al*, *Low Temp. Phys.*, 26 (2000) 522.
4. J.G. Kirkwood and R.M. Fuoss, *J. Chem. Phys.* 9 (1941) 329.
5. N. Kobelev, E. Kolyvanov and Y. Estrin, *Acta Materialia*, 56 (2008) 1473.
6. P.P. Pal-Val, *Low Temp. Phys.*, 23 (1997) 938.

ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО АЛЮМИНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 4,2–295 К

Эстрин Ю. З.¹, Исаев Н. В.², Григорова Т. В.², Пустовалов В. В.²,
Фоменко В. С.², Шумилин С. Э.², Брауде И. С.^{2, 3}, Малыхин С. В.³,
Решетняк М. В.³, Янечек М.⁴

¹ ARC Centre of Excellence for Design in Light Metals, Department of Materials Engineering, Monash University, and CSIRO Division of Materials Science and Engineering, Clayton, Vic., Australia

² Физико-технический институт низких температур им. Б.И.Веркина НАН Украины, Украина, г. Харьков, vfomenko@ilt.kharkov.ua

³ Национальный Технический Университет “Харьковский Политехнический Институт”, Украина, г. Харьков,

⁴ Department of Metal Physics, Charles University, CZ-12116 Praha 2, Czech Republic

Развитие методов интенсивной пластической деформации, прежде всего, методов равноканального углового прессования (РКУП) [1] в последнее время позволило активизировать исследования механических свойств ультрамелкозернистого (УМЗ)-алюминия. Повышенный интерес к алюминию определяется тем, что он составляет основу целого класса материалов для авиационных, космических и криогенных технологий. Однако до настоящего времени механические свойства УМЗ алюминия ниже комнатной температуры остаются малоизученными, а проведенные исследования ограничиваются температурой кипения жидкого азота. Кроме того, алюминий является важным объектом для изучения особенностей физических механизмов низкотемпературной пластической деформации, обнаруженных ранее у моно- и поликристаллов с обычным размером зерна [2, 3]. В связи с этим изучение механических свойств УМЗ алюминия и их сравнение со свойствами крупнозернистых поликристаллов при низких и сверхнизких температурах представляет интерес для более глубокого понимания природы низкотемпературной пластичности.

Эксперименты проводились на алюминии технической чистоты 99,5%. Ультрамелкозернистые образцы приготавливались путем РКУП при комнатной температуре после 1, 4 и 8 проходов по маршруту В_c с поворотом на 90° вокруг продольной оси (далее образцы обозначены символами В1, В4, В8, соответственно). Исходные заготовки для РКУП имели размеры 30×10×10 мм³. После РКУП из заготовок механическим фрезерованием и электроискровой резкой получали плоские образцы в форме двойной лопатки для испытаний на растяжение. Размеры рабочей части образца составляли 10×3,1×0,9 мм. Для сравнения исследовались крупнозернистые поликристаллы алюминия (средний размер зерна 50 мкм) той же чистоты (далее обозначенные буквой А).

Структура образцов в зависимости от числа проходов РКУП изучалась методами трансмиссионной электронной микроскопии (ТЕМ) и рентгеновской дифрактометрии (XRD).

Образцы деформировались растяжением с начальной скоростью 10⁻⁴ с⁻¹ в интервале температур 4,2–295 К. Кривые записывали в координатах «нагрузка-время», а затем пересчитывали в координаты «истинное напряжение σ – истинная деформация ϵ ». Определяли зависимость от размера зерна d и температуры T следующих параметров: σ_y – предела текучести (по отклонению от закона пропорциональности при $\epsilon = 0,05$ %); $\theta = \partial\sigma/\partial\epsilon$ – коэффициента деформационного упрочнения.

Характеристики микроструктуры, полученные XRD и ТЕМ указаны в таблице.

образец	d , мкм	Da/a	L , мкм	ε	$\rho_L \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$	$\rho_\varepsilon \cdot 10^{12} \text{ м}^{-2}$
B1	~ 1,25	$-2 \cdot 10^{-4}$	0,135	$12,0 \cdot 10^{-5}$	1,65	7,0
B4	~ 1,0		0,140	$5,3 \cdot 10^{-5}$	1,53	1,4
B8	~ 0,75	$-8 \cdot 10^{-4}$	0,150	-	1,33	-
A	~50		3,5 [17]			0,24

Исследования методами TEM и XRD показали, что с ростом числа проходов средний размер зерна уменьшается (от 1,25 до 0,75 мкм), а его форма стремится к равноосной. Увеличение области когерентного рассеяния и понижение уровня микродеформаций указывают на то, что в результате прессования общая плотность несовершенств кристаллического строения внутри зерен алюминия снижается.

Типичные диаграммы растяжения поликристаллов алюминия B1, B4, B8 и A при трех различных температурах, иллюстрирующие последствия РКУП, представлены на рис. 1.

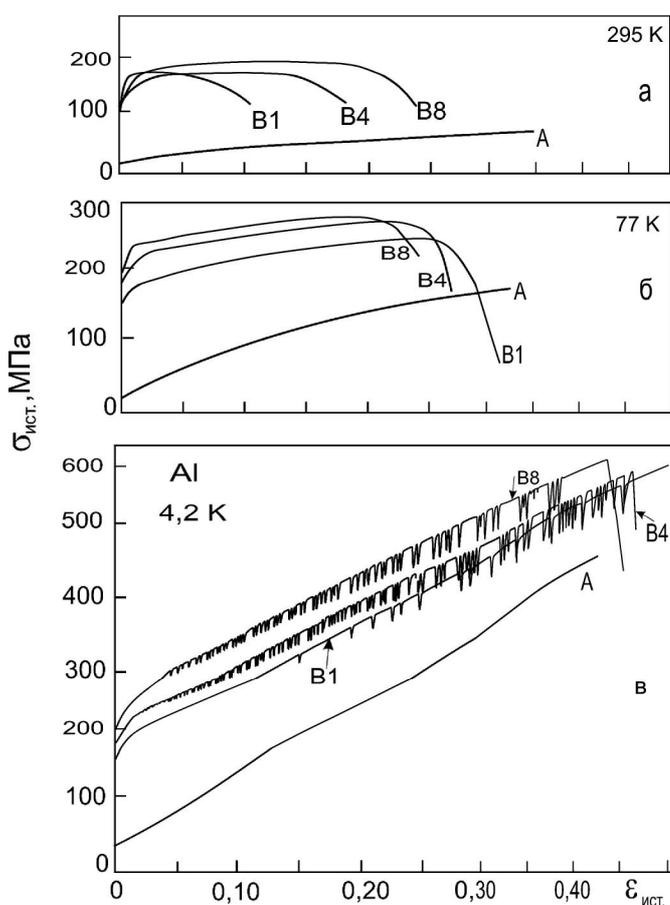


Рис.1. Кривые растяжения Al при 295 (а), 77 (б) и 4,2 К (в)

Установлено, что с понижением температуры вид кривых растяжения качественно изменяется: увеличиваются напряжение течения, максимальная пластическая деформация и скорость деформационного упрочнения. При температуре 4,2 К деформация УМЗ-алюминия, в отличие от крупнозернистого, становится нестабильной (скачкообразной). Амплитуда и частота скачков напряжения увеличиваются с ростом числа проходов РКУП. Особенностью диаграмм $\sigma(\varepsilon)$ РКУП-алюминия в изученном температурном интервале является наличие более протяженного начального (переходного) участка, чем на диаграммах обычного поликристалла, что может быть связано с дополнительной аккомодацией зерен ввиду возрастания соотношения между поверхностью зерен и их объемом.

Изменение предела текучести σ_y изученных поликристаллов алюминия в зависимости от температуры деформации

Т иллюстрирует рис. 2. Показано, что температурные зависимости предела текучести УМЗ-поликристаллов, как и обычных поликристаллов, типичны для случая термоактивированного открепления дислокаций от короткодействующих потенциальных барьеров. Однако, мощность и плотность таких барьеров в микроструктуре после РКУП заметно выше, о чем свидетельствуют рост граничной температуры T_0 и увеличение наклона кривых $\sigma_y(T)$. При $T < 50$ К температурная зависимость $\sigma_y(T)$ ослабевает, что может быть связано с изменением механизма скольжения дислокаций.

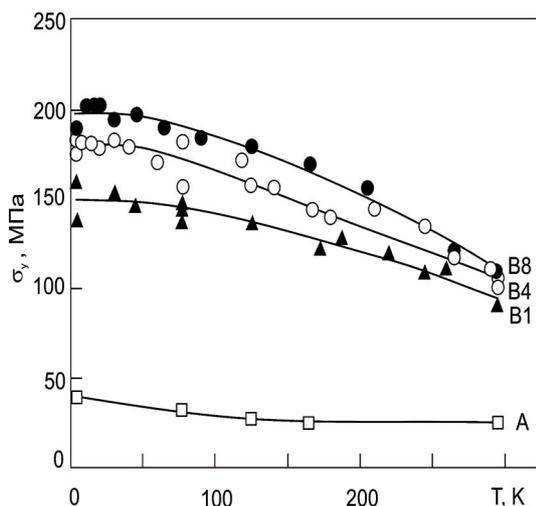


Рис. 2. Температурные зависимости предела текучести поликристаллов алюминия

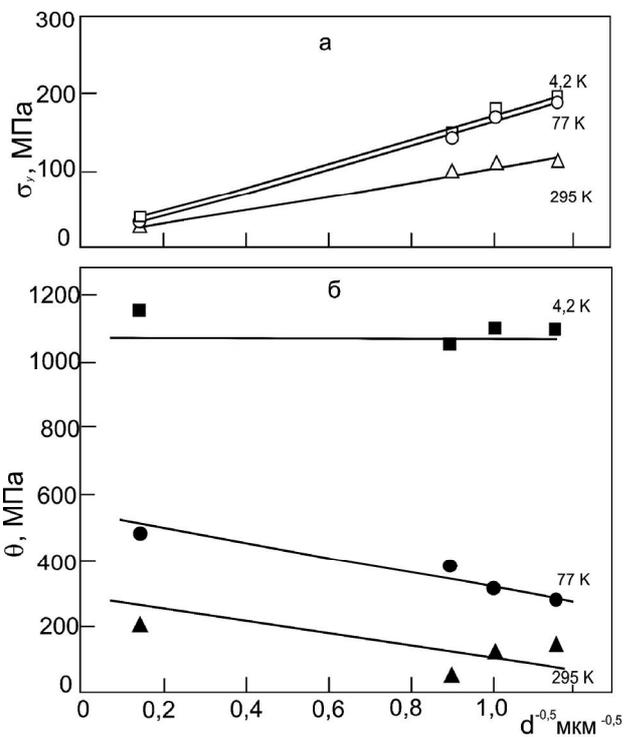


Рис.3. Влияние размера зерна на предел текучести и коэффициент деформационного упрочнения

Влияние среднего размера зерна на предел текучести и коэффициент деформационного упрочнения при различных температурах показано на рис. 3а, и 3б (На рис. 3,б коэффициент деформационного упрочнения рассчитан при $\epsilon = 0,1$). Установлено, что для предела текучести при всех изученных температурах выполняется соотношение Холла–Петча. Коэффициент Холла–Петча возрастает с понижением температуры. Коэффициент деформационного упрочнения УМЗ-алюминия при 295 и 77 К ниже, чем у крупнозернистого поликристалла. Однако при 4,2 К коэффициент деформационного упрочнения от размера зерна не зависит.

Полученные экспериментальные данные согласуются с представлениями о влиянии микроструктуры, создаваемой РКУП, на эволюцию плотности дислокаций при последующей деформации. По мере измельчения зерна и понижения температуры деформации механическое поведение УМЗ- алюминия определяется балансом скоростей аккумуляции и аннигиляции дислокаций.

Список литературы

1. Р. З. Валиев, И. В. Александров. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, Москва, (2000) 272 с.
2. D. A. Didenko, V. V. Pustovalov, J. Low Temp. Phys. **11**, 65 (1973)
3. Пустовалов В. В. ФНТ **26**, 515 (2000)

СКОРОСТНАЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ НАПРЯЖЕНИЯ ТЕЧЕНИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО АЛЮМИНИЯ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Исаев Н. В., Григорова Т. В.

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И.Веркина НАН Украины,
г.Харьков, Украина,
isaev@ilt.kharkov.ua*

Механизмы пластической деформации объемных ультрамелкозернистых (UFG) металлов и сплавов в значительной степени сохраняют дислокационный характер, присущий крупнозернистым (CG) материалам. Вместе с тем, процессы зарождения, скольжения и аннигиляции дислокаций приобретают ряд особенностей, влияющих на механическое поведение UFG материалов в широком интервале температур. Эффективным методом изучения этих особенностей является термоактивационный анализ, позволяющий установить зависимость деформационных и прочностных свойств материала от температуры и скорости деформации. Для развития представлений о кинетической природе деформации особую роль играют исследования, включающие область низких температур, где подавляются диффузионные процессы.

Настоящая работа посвящена изучению скоростной чувствительности напряжения течения поликристаллов алюминия в интервале температур 4,2 – 295 К.

Эксперименты проводились на алюминии технической чистоты 99,5%. UFG заготовки приготавливались путем РКУП при комнатной температуре. Из них вырезали плоские образцы для растяжения, с размерами рабочей части 10×3,1×0,9 мм. Для сравнения исследовались крупнозернистые поликристаллы алюминия (средний размер зерна 50 мкм) той же чистоты, вырезанные из проката и отожженные при 450 К в течение 2 ч.

Структура РКУП образцов изучалась методами трансмиссионной электронной микроскопии (ТЕМ) и рентгеновской дифрактометрии (XRD). Исследования проводились на микроскопе Philips CM200 при напряжении 200 kV. Образцы вырезались перпендикулярно направлению РКУП. В результате обработки микрофотографий определяли средний размер зерна. Исследования XRD проводили в фильтрованном $\text{Cu-K}\alpha$ излучении. Анализировали интенсивность, форму профилей и ширину дифракционных отражений, определяли размер ОКР, уровень средних микродеформаций и рентгеновскую плотность дислокаций.

Образцы деформировались растяжением в установке с He^4 -криостатом с начальной скоростью 10^{-4} c^{-1} . Регистрировали кривую «нагрузка-время» и скачок нагрузки при увеличении скорости штока. Строили зависимости $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}$ от напряжения σ (в координатах Хаазена) и определяли параметр $m = (1/\sigma)\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon} = \partial\ln\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}$.

Зависимости $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}(\sigma)$ для поликристаллов с размером зерна 50 мкм (CG) и 1,25-0,75 мкм (UFG) представлены на рис 1. Они близки к линейным с наклоном, зависящим от размера зерна d и температуры T . Рис. 2 иллюстрирует зависимость $m(T)$. Для сравнения указаны некоторые литературные данные для чистого алюминия.

При $T = 295 \text{ K}$ наклон прямой $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}$ в случае UFG алюминия выше, чем для CG (рис. 1,а). Значение m превышает соответствующую величину для CG не менее чем в 3–6 раз. В отличие от CG, прямая для UFG поликристалла не экстраполируется в начало координат, отсекая на горизонтальной оси отрезок σ_a . Повышение m в UFG

по сравнению с CG поликристаллами при $T \geq 295$ К ранее наблюдалось в алюминии [2] и ряде других ГЦК металлов. Значительный разброс данных для UFG поликристаллов обусловлен низким коэффициентом деформационного упрочнения (ранним образованием шейки, см. подробнее в [1]), что ограничивает интервал определения $\partial\sigma/\partial\ln\dot{\epsilon}$ (σ).

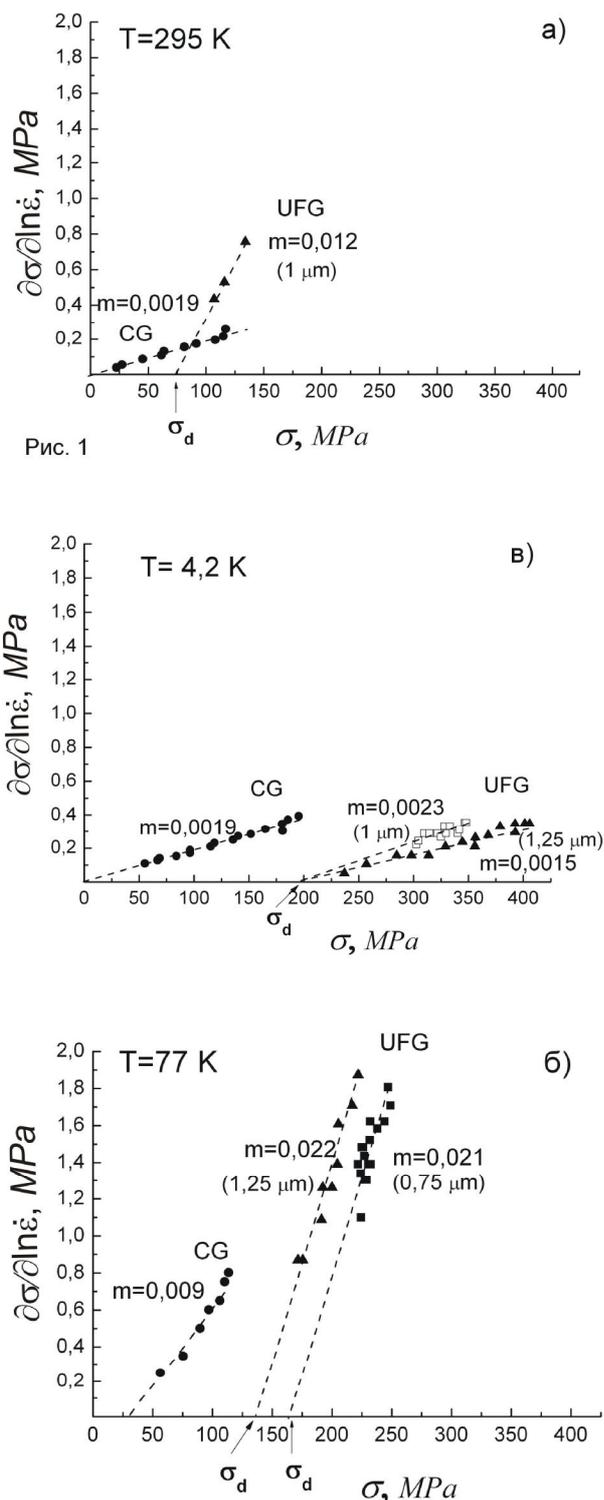


Рис. 1

которая влияет как на атермическую, так и на термическую компоненты напряжения течения. В рамках активационного анализа в CG поликристаллах, где основным короткодействующим препятствием для движения дислокаций являются дисло-

С понижением температуры до 77 К наклон m увеличиваются (рис. 1,б). В UFG при 77 К точность определения m повышается из-за увеличения однородной деформации [1]. Значение m в UFG поликристалле выше, чем в CG. С измельчением зерна напряжение σ_d также увеличивается. Ранее увеличение m с понижением температуры деформации CG поликристаллов в интервале 295 – 77 К наблюдалось в [3]. Для UFG поликристаллов низкотемпературные данные о скоростной чувствительности алюминия весьма ограничены. В работе [4] наблюдалось уменьшение m от 0,022 при 295 К до 0,01 при 77 К, которое авторы считают несущественным. Сложная зависимость $m(T)$ для никеля с максимумом в области 150 К обсуждается в работе [5].

При температуре деформации 4,2 К (рис.1,в) скоростная чувствительность напряжения течения UFG и CG алюминия одинаково низкая. При этом коэффициенты упрочнения UFG и CG поликристаллов одинаковы и типичны для ГЦК металлов [1, 3]. Значение m в алюминии совпадает с данными для никеля [5]. Напряжение σ_d достигает максимального значения, но в области UFG не зависит от d .

В изученном диапазоне d изменение напряжения течения в результате изменения скорости деформации пропорционально напряжению (закон Коттрелла–Стокса). Это означает, что в UFG и CG алюминии действует единый механизм пластической деформации,

кации леса внутри зерен, величина m не зависит от плотности дислокаций и размера зерен. При этом она изменяется прямо пропорционально T и обратно пропорционально энергетической ширине барьера. Зависимость $m(d, T)$ проанализирована в [6]. При фиксированной температуре увеличение m с уменьшением d объясняется взаимодействием дислокаций с короткодействующими барьерами в границах зерен.

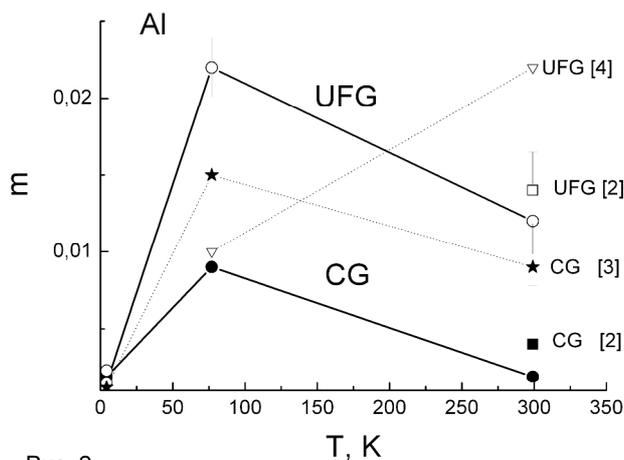


Рис. 2

Обсуждается роль ступенек атомных размеров, образовавшихся при поглощении или испускании границами дислокаций, которые играют роль зернограницного леса или служат источниками термоактивированной эмиссии дислокаций. Величина m может возрастать за счет увеличения плотности ступенек (изгиба дислокаций), увеличения начальной плотности дислокаций и скорости их накопления в объеме. В нашем случае уве-

личение m в UFG при 295 К коррелирует с высокой скоростью динамического возврата. Нельзя исключать, что с уменьшением размера зерен в результате РКУП величина m возрастает из-за более высокой начальной плотности дислокаций, а также зависимости m от скорости деформации [6]. Последнее обстоятельство может быть существенным в связи с сильной локализацией деформации в UFG алюминия. Отметим, что при 77 К высокие значения m для UFG алюминия (при сравнительно низком коэффициенте деформационного упрочнения, см. в [1]) свидетельствуют о не полном подавлении флуктуационно-диффузионных процессов.

Наконец, при 4,2 К, когда скорости деформационного упрочнения UFG и CG поликристаллов алюминия становятся одинаковыми [1], величина m перестает зависеть от предварительной механической обработки и размера зерна.

Единственным отличительным свойством UFG алюминия при низких температурах является высокое значение атермического напряжения σ_d , обусловленное, по-видимому, вкладом дислокационных стенок, границ ячеек и зерен. В связи с тем, что РКУП проводилось при комнатной температуре, нельзя исключать, что величина σ_d характеризует способность зерен накапливать дополнительные дислокации в ходе последующей деформации при низких температурах.

Список литературы

1. Ю.З. Эстрин, Н.В. Исаев, Т.В. Григорова, В.В. Пустовалов, В.С. Фоменко, С.Э. Шумилин, И.С. Брауде, С.В. Малыхин, М.В. Решетняк, М. Янечек ФНТ 2008, 9, in press
2. J. May, H. M. Hoppel, M. Goken Scripta Materialia 53 (2005) 189-194
3. Dong-Yeob Park, Marek Niewczas, Mater. Sci. Eng. A 2008, in press
4. H. Miyamoto, K. Ota, T. Mimaki Scripta Materialia 54 (2006) 1721-1725
5. L. Holland, E. Nieckmann, D. Brunner, C. Holste, W. Skrotzki Mater. Sci., A 424 (2006) 138-153
6. Г. А. Малыгин ФТТ, 2007, 49, вып 12, с. 2161

ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ГРАДИЕНТНЫХ НАНОКОМПОЗИТНЫХ СТРУКТУР

Будовских Е. А., Вострецова А. В., Танг Г., Громов В. Е.

Сибирский государственный индустриальный университет,

Новокузнецк, Россия

gromov@physics.sibsiu.ru

Одним из перспективных интенсивно развиваемым способом обработки металлов и сплавов является метод электровзрывного легирования (ЭВЛ), в котором инструментом воздействия на поверхность являются импульсные плазменные струи, формируемые при разряде емкостных накопителей энергии через проводники. Рабочее вещество ускорителя плазмы служит как для нагрева поверхностных слоев металлов, так и для их легирования. Основное преимущество ЭВЛ перед другими аналогичными способами обработки поверхности, состоит в том, что в качестве плазмообразующего вещества, которое собственно и вносится в поверхностный слой мишени, могут быть использованы любые электропроводные материалы – тонкие фольги металлов и сплавов, углеграфитовые и другие волокна. Кроме того, в область взрыва могут быть помещены порошковые навески того или иного вещества. Они увлекаются формируемой струей и переносятся на облучаемую поверхность. За один импульс может быть обработано до 10 см^2 площади поверхности.

Сдерживающим фактором для практического использования ЭВЛ является недостаточная изученность процессов, сопровождающих обработку. Модельное описание модифицирования поверхности потоками импульсной плазмы, учитывающее помимо термосилового также химический фактор воздействия, пока еще далеко от завершения. Это связано со сложностью понимания всей совокупности процессов, сопровождающих обработку, что необходимо для ее управления и оптимизации. Действительно, результаты ЭВЛ определяются одновременным действием на поверхность высоких температур и давлений со стороны ударно-сжатого слоя, формируемого вблизи облучаемой поверхности, адсорбции плазменных компонентов струи образующимся расплавом, гидродинамическими процессами перемешивания, обусловленными течением расплава и взаимодействием его с конденсированными продуктами взрыва проводников, процессами кристаллизации и формировании структуры сплава в твердом состоянии.

Наиболее важные результаты, полученные при исследовании ЭВЛ, следующие. Разработана и успешно эксплуатируется установка для ЭВЛ различных материалов. Проведены исследования структурно-фазового состояния технически чистого железа, подвергнутого ЭВЛ. Установлена зависимости глубины и радиуса зоны импульсного легирования, а также степени электровзрывного науглероживания ряда модельных металлов (титана, железа, никеля и меди) от режима обработки. Определены характерные режимы обработки, связанные с пороговым характером обработки, требующей оплавления поверхности, возникновением различных гидродинамических неустойчивостей расплава, обуславливающих его конвективное перемешивание, течением расплава под действием неоднородного давления струи, которое может привести к выплеску расплава за пределы зоны воздействия. Определены особенности структурно-фазовых состояний модифицированных слоев после высокоинтенсивных режимов обработки. Показана перспективность практического использования электровзрывного бороалитирования и боротитанирования промышленных сталей, позволяющего повысить одновременно как микротвердость и износостойкость, так и стойкость против высокотемпературного окисления.

Работа выполнена при финансовой поддержке грантами РФФИ № 07-08-92102-ГФЕН_а и 08-02-0002-а, 08-2-12012-офи.

СКАЧКООБРАЗНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Пустовалов В. В.

*Физико-технический институт низких температур им. Б.И.Веркина НАН Украины,
г.Харьков, Украина,
pustovalov@ilt.kharkov.ua*

Пластическая деформация с постоянной скоростью при низких температурах, начиная с 20-30 К, как правило, протекает в форме осцилляций деформирующего напряжения (скачкообразная деформация). Возникновение низкотемпературной скачкообразной деформации (НТСД) обусловлено спецификой динамики дислокаций и, возможно, особыми физическими условиями деформирования (низкая теплопроводность и теплоемкость образца, теплообмен с охлаждающей средой). За время, прошедшее с момента обнаружения НТСД в 50-х годах прошлого века, выполнено большое количество экспериментальных и теоретических работ. Одними из первых обнаружили низкотемпературную скачкообразную деформацию ученые Ленинградского Физико-технического института А.В.Степанов и О.В.Клявин. Дальнейший прогресс в понимании механизма НТСД и создании теории этого явления требует масштабной систематизации данных, т.к., как правило, при сравнении теорий НТСД с экспериментом использовались отдельные экспериментальные факты. В докладе сделана попытка собрать максимально доступное количество экспериментальных данных, систематизировать их, определить основные закономерности НТСД, рассмотреть теоретические гипотезы и сравнить теории с экспериментом. Суммируя теоретические гипотезы, многочисленные экспериментальные данные, сопоставляя теории с экспериментом, представляется возможным сформулировать схему и механизмы протекания скачкообразной деформации. Явление скачкообразной деформации можно представить состоящим из 4 стадий.

1. Возникновение в процессе низкотемпературного деформирования критической ситуации, приводящей в дальнейшем к катастрофическому увеличению скорости пластической деформации. Она, по-видимому, связана с возникновением в кристалле особой низкотемпературной дислокационной структуры, состоящей из многочисленных дислокационных скоплений. Количество дислокаций в скоплениях различно, они беспорядочно расположены по всему кристаллу. Критическая ситуация состоит в том, что при определенной деформации напряжение в голове ряда скоплений достигает значений, достаточных для преодоления препятствий. Чувствительность скачкообразной деформации к структуре поликристалла, чистоте и легированию означает, что такими препятствиями являются границы зерен, атомы примесей и легирующего элемента. Эта стадия никак не связана с тепловыми эффектами.

2. На следующей стадии происходит катастрофическое увеличение скорости пластической деформации, приводящее к резкому падению деформирующего напряжения. По-видимому, это сложный процесс, начальным этапом которого является разрядка дислокационных скоплений. Часть препятствий преодолевается силовым образом, часть - за счет инерционных эффектов. Это происходит, как показало изучение одиночного скачка, за времена, порядка микросекунд в динамическом режиме. Затем на процесс лавинообразного скольжения накладываются процессы разогрева, которые могут иметь различную величину и по-разному влияют на процесс скольжения. Наибольшие величины подъема температуры образца (сотни Кельвина) фиксировались в ОЦК металлах (ниобий, тантал), наименьшие (~Кельвина) в ГЦК металлах. За время порядка микросекунд могут происходить процессы термомеханической неустойчивости.

3. На третьей стадии скачок оканчивается за счет прекращения пластической деформации. Определяющим в этом случае является заметное снижение деформирующего напряжения. Об этом свидетельствует эксперимент в условиях ползучести, когда напряжение не снижается и первая же критическая ситуация приводит к разрушению кристалла. Температурные эффекты на этой стадии размываются и исчезают.

4. Последней стадией скачка является рост деформирующего напряжения до уровня, предшествующего началу скачка.

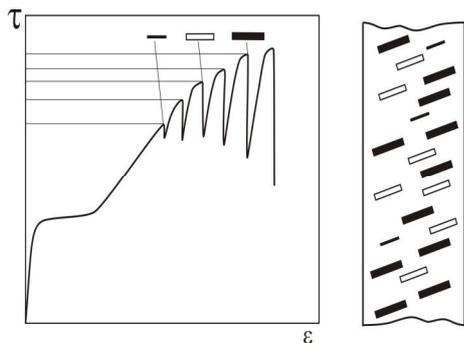


Рис. 1. Схематическое изображение пространственного протекания низкотемпературной скачкообразной деформации

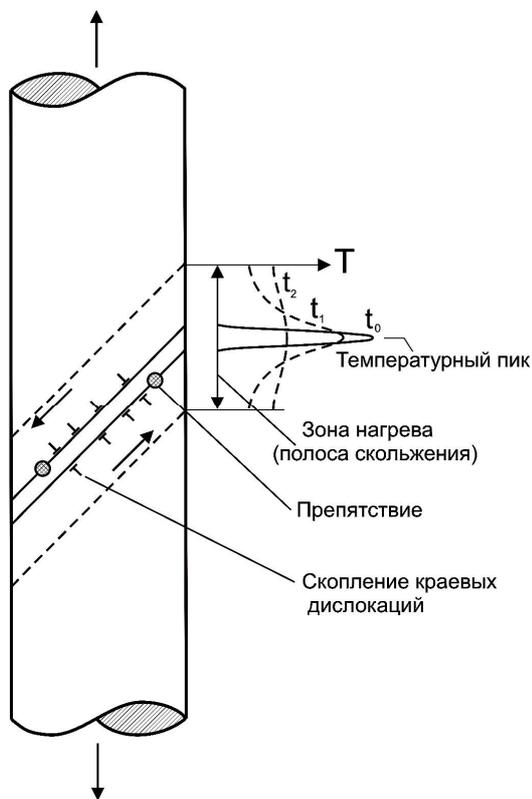


Рис. 2. Схема комбинированного двухстадийного процесса низкотемпературного спада нагрузки: I- первой происходит нестабильность скоплений дислокаций с высокими скоростями, генерирующая локализованный нагрев. Прерывание «температурной вспышки» со временем ($t_0 < t_1 < t_2 \dots$) вдоль длины образца приводит к увеличению скорости термоактивационного скольжения в нагретой зоне.

Учитывая металлографические наблюдения, измерение электросопротивления и оценки величины сдвигов в скачке, можно утверждать, что пластическая деформация, отвечающая единичному скачку, происходит в разных местах кристалла. Исключением является проявление геометрической неустойчивости, когда каждому скачку соответствует одно сужение (шейка) на образце.

Исходя из такого механизма НТСД, можно изобразить схему развития скачкообразной деформации в образце (рис.1 и рис.2). В одной из них [1] показано возможное пространственное расположение сдвигов в образце, в другой [2] – соседние скопления в полосе скольжения, разогрев и релаксация тепла.

Подробный обзор работ, посвященный экспериментальному и теоретическому исследованию низкотемпературной скачкообразной деформации, содержится в работе [3].

Список литературы

1. В.В.Пустовалов, Докторская диссертация, ФТИНТ АН УССР, г.Харьков (1974).
2. V.Obst, in Handbook of Applied Superconductivity, ed. V.Seeber, IOP Publishing Ltd, p.968 (1988).
3. В.В.Пустовалов, Физика низких температур **34**, №9, (2008).

УПРУГОЕ ПОВЕДЕНИЕ ВИНТОВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ В МАТЕРИАЛАХ С ВЫСОКОЙ ПОРИСТОСТЬЮ

Гуткин М. Ю.,^{1,2)} Смирнов М. А.,²⁾ Шейнерман А. Г.¹⁾

¹⁾ *Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия*

²⁾ *Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Россия*
gutkin@def.ipme.ru

В последние годы большое внимание привлекает разработка различных твердотельных структур, значительную долю которых занимают поры. Примером могут служить искусственные нанопористые материалы, которые находят применение в технологиях химического катализа, разделения смесей, накопления газов, в фотонике, нано- и оптоэлектронике. К таким материалам относятся нанопористые кремний, карбид кремния, оксид алюминия, а также металлические мембраны [1-4]. В процессе производства и использования эти материалы могут насыщаться решеточными дефектами, приводящими к деградации их структуры и свойств, как это происходит в нанослойных пленках [5,6], квантовых точках и проволоках [7]. С другой стороны, пористость самопроизвольно развивается при получении многих перспективных материалов, в которых она крайне нежелательна. В частности, отметим нанотрубки в нитриде галлия [8] и микротрубки в карбиде кремния [9], которые представляют собой полые ядра винтовых супердислокаций и приводят к отказу приборных полупроводниковых структур, созданных на основе этих материалов.

Построение континуальных моделей поведения дислокаций в подобных высокопористых структурах осложняется необходимостью учета сразу нескольких свободных границ ближайших к дислокации пор. Целью данной работы было получение и анализ точного аналитического решения граничной задачи теории упругости о винтовой дислокации, расположенной около двух цилиндрических пор круглого сечения.

Рассмотрим бесконечное упругоизотропное твердое тело, содержащее две параллельные бесконечные цилиндрические поры и параллельную их осям винтовую дислокацию с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = b\mathbf{e}_z$ (рис. 1). Поле упругих напряжений дислокации должно удовлетворять следующим граничным условиям на поверхностях пор:

$$[x\mathbf{s}_{xz}(x, y) + y\mathbf{s}_{yz}(x, y)]|_{x^2+y^2=r_1^2} = 0, \quad [(x-d)\mathbf{s}_{xz}(x, y) + y\mathbf{s}_{yz}(x, y)]|_{(x-d)^2+y^2=r_2^2} = 0. \quad (1)$$

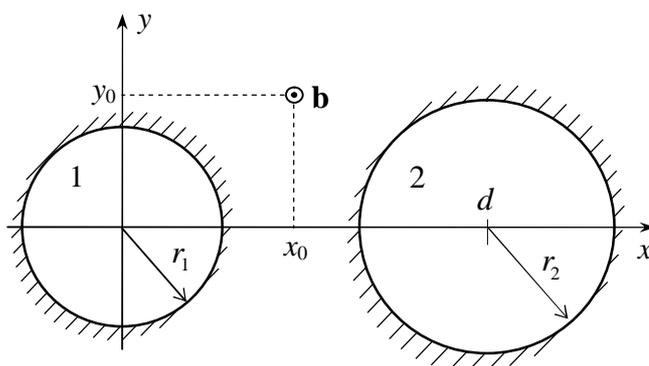


Рис. 1. Винтовая дислокация и две цилиндрические поры в бесконечном теле.

Для решения этой задачи используем метод бесконечных рядов дислокаций изображений: поле напряжений дислокации будем искать в виде суммы поля напряжений такой дислокации в бесконечной среде и поля напряжений, создаваемого бесконечными рядами виртуальных дислокаций, расположенных внутри микротрубок и обеспечивающих выполнение граничных условий (1). Частные случаи этой задачи, когда дислокация находилась внутри одной из пор или залегала на линии, соединяю-

щей их центры, рассмотрены соответственно в работах [10] и [11]. Заметим, что решение [11] неверно, поскольку не удовлетворяет граничным условиям (1). В общем случае (рис. 1) поле напряжений дислокации можно записать в виде бесконечных рядов:

$$s_{xz}(\mathbf{x}) = \frac{Gb}{2p} \operatorname{Im} \left\{ \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_0} + \sum_{k=0}^{\infty} \left[\frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(1+)}} - \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(1-)}} + \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(2+)}} - \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(2-)}} \right] \right\}, \quad (2)$$

$$s_{yz}(\mathbf{x}) = -\frac{Gb}{2p} \operatorname{Re} \left\{ \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_0} + \sum_{k=0}^{\infty} \left[\frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(1+)}} - \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(1-)}} + \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(2+)}} - \frac{1}{\mathbf{x} - \mathbf{x}_k^{(2-)}} \right] \right\}, \quad (3)$$

где G – модуль сдвига, $\zeta = x + iy$ – комплексная координата точки наблюдения, $\zeta_0 = x_0 + iy_0$ – положение реальной дислокации, $\zeta_k^{(1\pm)}$ и $\zeta_k^{(2\pm)}$ – положения виртуальных винтовых дислокаций соответственно внутри первой и второй пор. Последние определяются рекуррентными соотношениями:

$$\mathbf{x}_{k+2}^{(1\pm)} = \mathbf{x}^{(1)} + \frac{r_1^2 (\mathbf{x}_k^{(1\pm)} - \mathbf{x}^{(2)})}{r_2^2 - (\mathbf{x}_k^{(1\pm)} - \mathbf{x}^{(2)}) (\mathbf{x}^{(1)} - \mathbf{x}^{(2)})}, \quad \mathbf{x}_{k+2}^{(2\pm)} = \mathbf{x}^{(2)} + \frac{r_2^2 (\mathbf{x}_k^{(2\pm)} - \mathbf{x}^{(1)})}{r_1^2 + (\mathbf{x}_k^{(2\pm)} - \mathbf{x}^{(1)}) (\mathbf{x}^{(1)} - \mathbf{x}^{(2)})}, \quad (4)$$

где $\mathbf{x}_0^{(1+)} = \mathbf{x}^{(1)}$, $\mathbf{x}_0^{(1-)} = \mathbf{x}^{(1)} + r_1^2 / (\overline{\mathbf{x}_0 - \mathbf{x}^{(1)}})$, $\mathbf{x}_0^{(2+)} = \mathbf{x}^{(2)}$, $\mathbf{x}_0^{(2-)} = \mathbf{x}^{(2)} + r_2^2 / (\overline{\mathbf{x}_0 - \mathbf{x}^{(2)}})$, $\mathbf{x}_1^{(1\pm)} = \mathbf{x}^{(1)} + r_1^2 / (\overline{\mathbf{x}_0^{(2m)} - \mathbf{x}^{(1)}})$, $\mathbf{x}_1^{(2\pm)} = \mathbf{x}^{(2)} + r_2^2 / (\overline{\mathbf{x}_0^{(1m)} - \mathbf{x}^{(2)}})$, $k = 0, 1, 2, \dots$, $\mathbf{x}^{(1)}$ и $\mathbf{x}^{(2)}$ – координаты центров пор. В случае, показанном на рис. 1, $\mathbf{x}^{(1)} = 0$ и $\mathbf{x}^{(2)} = d$. Проведенные численные расчеты подтвердили, что это решение удовлетворяет граничным условиям (1).

Графическая интерпретация полученного решения представлена на рис. 2, где даны карты распределения упругих напряжений от винтовой дислокации, расположенной между двумя цилиндрическими порами разных радиусов.

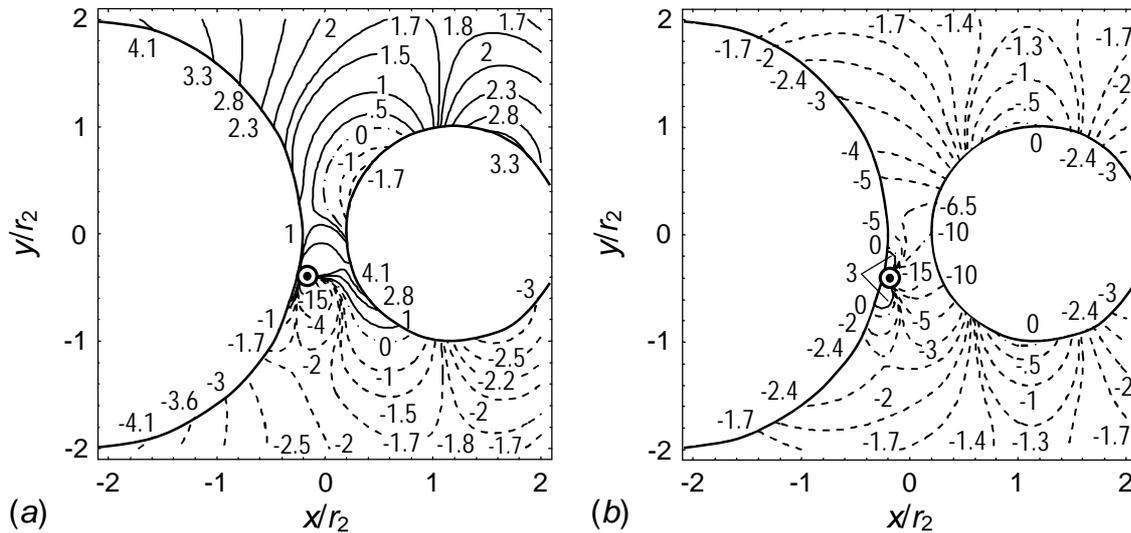


Рис. 2. Карты полей напряжений σ_{xz} (a) и σ_{yz} (b) от винтовой дислокации, расположенной в точке $(-0.2, -0.4)$ между цилиндрическими порами с отношением радиусов $r_1/r_2 = 2$. Центры пор лежат в точках $(-2.2, 0)$ и $(1.2, 0)$. Значения напряжений даны в единицах $Gb/(20\pi r_2)$.

Видно, что упругие поля распределяются сложным образом и очень сильно экранированы свободными поверхностями пор.

Найденное решение позволяет исследовать суммарную силу изображения, действующую на дислокацию со стороны пор, и погонную упругую энергию дислокации.

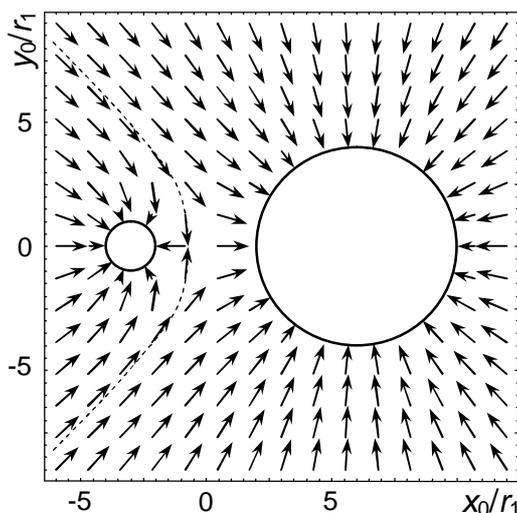


Рис. 3. Векторное поле силы изображения в случае, когда центры пор разного радиуса ($r_2/r_1 = 4$) находятся в точках $(-3, 0)$ и $(3, 0)$. Стрелки указывают только направление действия силы.

На рис. 3 показано векторное поле силы изображения в случае, когда дислокация находится около большой и малой поры. Очевидно, что обе поры притягивают к себе дислокацию, и между ними имеется точка неустойчивого равновесия, смещенная ближе к поверхности малой поры, поскольку большая пора сильнее притягивает к себе дислокацию, чем малая. Штриховая линия на рис. 3 разделяет области притяжения к разным порам.

Погонная упругая энергия дислокации рассчитывается как работа по ее зарождению в собственном поле напряжений:

$$W = \frac{b}{2} \int_{y_0+r_c}^R \sigma_{xz}(x=x_0, y) dy, \quad (5)$$

где R – параметр экранировки дальнего действующего поля дислокации, r_c – радиус обрезания поля на ее ядре, а компонента σ_{xz}

определяется выражением (2). Элементарное интегрирование при $R \gg (d, x_0)$ дает

$$W = \frac{Gb^2}{4p} \left\{ \ln \frac{R}{r_c} + \frac{1}{2} \sum_{k=0}^{\infty} \ln \frac{[(x_0 - x_k^{(1-)})^2 + (y_0 - y_k^{(1-)})^2][(x_0 - x_k^{(2-)})^2 + (y_0 - y_k^{(2-)})^2]}{[(x_0 - x_k^{(1+)})^2 + (y_0 - y_k^{(1+)})^2][(x_0 - x_k^{(2+)})^2 + (y_0 - y_k^{(2+)})^2]} \right\}. \quad (6)$$

Рекуррентные соотношения для декартовых координат виртуальных дислокаций довольно громоздки и здесь не приводятся. Для приближенных оценочных расчетов можно ограничиться только первым членом ряда (6) при $k = 0$. В таком нулевом приближении получаем: $W^0 \approx Gb^2 / (4p) \ln \{ R(r_0^2 - r_1^2)(r_d^2 - r_2^2) / (r_c r_0^2 r_d^2) \}$, где $r_0^2 = x_0^2 + y_0^2$, $r_d^2 = (d - x_0)^2 + y_0^2$.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант 08-02-00304-а) и Федерального агентства по науке и инновациям (грант МК-1702.2008.1).

1. W. Wulfhekel, D. Sander, S. Nitsche, et al., *Appl. Phys. A* **79** (2004) 411.
2. L. Suber, P. Imperatori, G. Ausanio, et al., *J. Phys. Chem. B* **109** (2005) 7103.
3. W. Lee, E. Moyan, W. Wulfhekel, et al., *Appl. Phys. A* **83** (2006) 361.
4. S. Matthias, R. Hillebrand, F. Müller, U. Gösele, *J. Appl. Phys.* **99** (2006) 113102.
5. L.B. Freund, S. Suresh. *Thin Film Materials: Stress, Defect Formation and Surface Evolution*. Cambridge University Press, 2003.
6. М.Ю. Гуткин, И.А. Овидько. *Физическая механика деформируемых наноструктур*. Том II: Нанослойные структуры. СПб, Янус, 2005, 352 с.
7. I.A. Ovid'ko, A.G. Sheinerman, *Adv. Phys.* **55** (2006) 627.
8. D. Cherns, *J. Phys.: Condens. Matter*. **12** (2000) 10205.
9. J. Heindl, H.P. Strunk, V.D. Heydemann, G. Pensl, *Phys. Stat. Sol. (a)* **162** (1997) 251.
10. M.Yu. Gutkin, A.G. Sheinerman, *Phys. Stat. Sol. (b)* **231** (2002) 356.
11. V.A. Lubarda, X. Markenscoff, *Mater. Sci. Eng. A* **349** (2003) 327.

ПОГЛОЩЕНИЕ МИКРОТРУБОК КАК МЕХАНИЗМ РОСТА ПОР НА ГРАНИЦАХ ПОЛИТИПОВ В РАСТУЩИХ КРИСТАЛЛАХ КАРБИДА КРЕМНИЯ

Гуткин М. Ю.,^{1,2)} Смирнов М. А.,²⁾ Шейнерман А. Г.,¹⁾ Аргунова Т. С.,^{3,4)}
Je J. H.,⁴⁾ Мохов Е. Н.,³⁾ Нагалюк С. С.³⁾

¹⁾ *Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия*

²⁾ *Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Россия*

³⁾ *Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия*

⁴⁾ *Pohang University of Science and Technology, Pohang, Republic of Korea*

gutkin@def.ipme.ru

Монокристаллический карбид кремния (SiC) является перспективным полупроводниковым материалом для силовой, высокочастотной, высокотемпературной и подверженной радиационному воздействию электроники [1]. Несмотря на достигнутый в последние годы значительный прогресс в развитии технологии выращивания высококачественных кристаллов SiC, в них по-прежнему содержится много различных дефектов, которые резко ограничивают возможности применения этих кристаллов. Наиболее часто встречаются дислокации, дефекты упаковки, микротрубки, малоугловые границы зерен и включения других политипов [2]. Самыми опасными из них считаются микротрубки (винтовые супердислокации с полыми ядрами) и микропоры. Недавние наблюдения показали, что микротрубки чаще всего группируются рядом с включениями других политипов SiC [3,4]. В процессе роста кристалла микротрубки могут накапливаться на границах этих включений, что приводит к их объединению в поры или образованию микротрещин [5]. Зародившиеся таким образом поры могут продолжать свой рост, поглощая подходящие микротрубки. В работе [6] это наблюдалось экспериментально, что послужило основой для построения теоретических моделей [7] взаимодействия включения и микротрубки в растущем кристалле SiC. Основной идеей было то, что ориентационное несоответствие решеток матрицы и включения создает поля упругих напряжений, а «севшая» на границу включения микротрубка приводит к их частичной релаксации. Предложенные модели позволяют определить равновесные положения одной отдельной микротрубки на поверхности включения, но они никак не описывают последующие процессы накопления микротрубок и их объединения с образованием поры. Целью настоящей работы является экспериментальное и теоретическое изучение роста поры на границе включения другого политипа в кристалле SiC за счет поглощения микротрубок в процессе роста кристалла.

Морфология пор и микротрубок исследовалась методом фазовой радиографии [4,6,7] на источнике синхротронного излучения Pohang Light Source (г. Поханг, Корея), станция 7B2. Эффективный размер источника составлял 60 мкм по горизонтали и 160 мкм по вертикали, энергия белого спектра изменялась от 6 до 40 кэВ. Детектор CCD, расположенный на расстоянии 34 м от источника, имел разрешение

1600×1200 пикселей. Для превращения рентгеновского излучения в видимый свет использовался кристалл-сцинтиллятор CdWO₄ толщиной 200 мкм. Включения других политипов SiC определялись по спектру фотолюминесценции (ФЛ). Кристалл 6H-SiC был выращен методом сублимации при температуре 2180°C. На рис. 1 представлены изображения участка его поперечного сечения, близкого к затравке, на которых наблюдаются микротрубки (рис. 1a, b), включения политипа 4H-SiC (рис. 1d, e) и щелевидные поры по границам этих включений (рис. 1a, b, c).

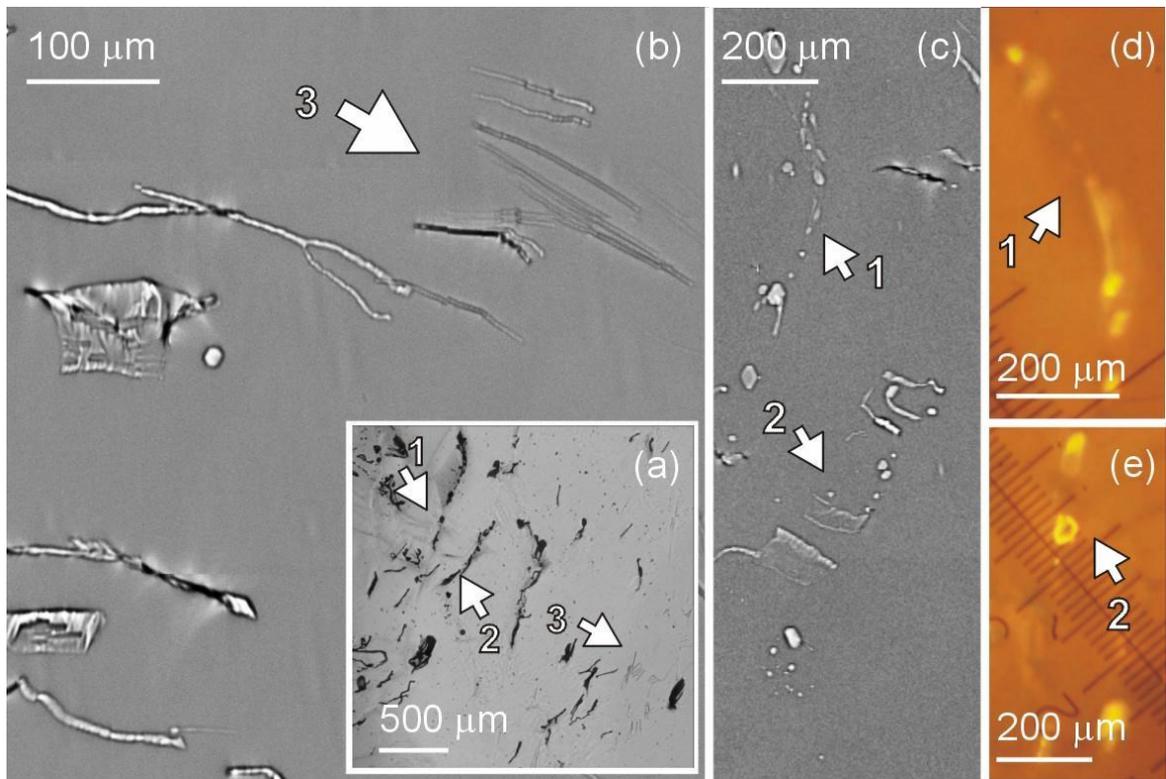


Рис. 1. (a) Оптическая микрофотография пластины, вырезанной близко от затравки. Отмечены крупные (1, 2) поры, а также группа микротрубок (3). (b) Синхротронное фазово-радиографическое изображение мелких щелевидных пор и микротрубок (3); (c) Фазово-радиографическое изображение щелевидных пор (1, 2), расположенных по границам включений. (d, e) ФЛ изображения включений политипов 4H-SiC.

В качестве модельной системы рассмотрим бесконечно длинное включение прямоугольного поперечного сечения в бесконечной упругоизотропной матрице (рис. 2). Продольная ось включения (ось z) ориентирована вдоль направления роста кристалла. Несовпадение решеток включения и матрицы задается компонентами тензора собственной дилатации включения b_{xz} и b_{yz} . На поверхности включения имеется эллиптическая пора, а поблизости от его границ находятся подвижные микротрубки. Предполагается, что рост поры происходит путем присоединения к ней таких микротрубок. Для анализа роста поры мы рассчитали силу, действующую на единицу длины микротрубки со стороны упругого поля включения с учетом поры на его границе. При этом влиянием свободной поверхности самой микротрубки пренебрегли. Поле напряжений включения рассчитывалось интегрированием полей виртуальных винтовых дислокаций, распределенных по сторонам сечения включения с плотностью, определяемой величиной соответствующей компоненты собственной дилатации включения. Для учета влияния поры в качестве упругого поля отдельной виртуальной дислокации использовалось решение [8] о винтовой дислокации вблизи эллиптической поры. Это же решение использовалось для отдельного учета притяжения микротрубки к свободной поверхности поры.

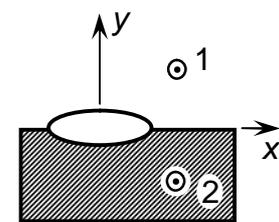


Рис. 2. Эллиптическая пора на границе включения и свободные микротрубки в матрице (1) и включении (2).

На рис. 3 даны примеры карт векторных полей суммарной силы, действующей на микротрубку с дислокационным зарядом $4c$ (c – постоянная решетки в направлении роста кристалла) вблизи включения политипа 4H-SiC в матрице политипа 6H-SiC.

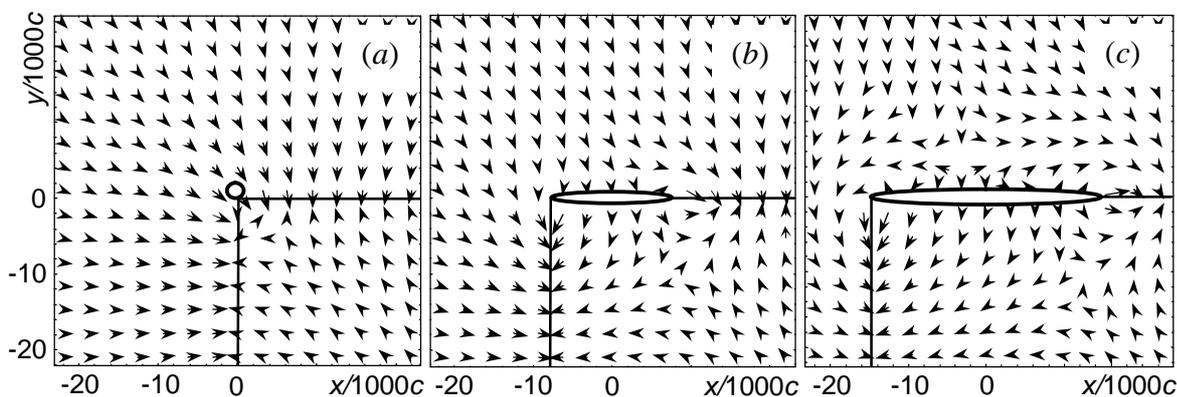


Рис. 3. Векторные поля силы, действующей на свободную микротрубку вблизи включения. (a) На угол включения «села» первая микротрубка, и следующая притягивается в то же место. (b) 35 микротрубок объединились в пору, которая продолжает притягивать микротрубки. (c) Поглотив 70 микротрубок, пора начала отталкивать подходящие к ней микротрубки.

В расчете предполагалось, что включение имеет сечение в виде квадрата со стороной 200 мкм, $b_{xz} = b_{yz} = 0.005$, и поглощение микротрубки увеличивает размер поры вдоль границы включения таким образом, что объем поры увеличивается на объем поглощенной ею микротрубки. По рис. 3 можно проследить, как меняется поле силы по мере образования и роста поры. Из предыдущих моделей [7] известно, что в данной ситуации первая трубка «садится» на угол включения. Туда же могут сесть и несколько следующих микротрубок (рис. 3а). Образовавшаяся в результате их объединения пора продолжает притягивать к себе микротрубки (рис. 3б) до тех пор, пока количество поглощенных микротрубок не достигнет критической величины (здесь оно равно 70, рис. 3с), после чего вблизи поры образуется зона отталкивания, и пора прекращает свой рост.

Рассмотрение различных подобных модельных ситуаций позволяет сделать вывод, что основное влияние на образование поры оказывают значения собственных дисторсий включения: при малой их величине на границе образуются отдельные микротрубки, при средней – из микротрубок формируется пора определенного размера, при большой – пора разрастается вдоль всей границы включения.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты 08-02-00304-а, 07-02-00156-а, 06-02-16244-а), Федерального агентства по науке и инновациям (грант МК-1702.2008.1), Правительства Санкт-Петербурга и Creative Research Initiatives of MOST/KOSEF, Korea.

Список литературы

- A. Fissel, *Phys. Rep.* **379** (2003) 149.
1. Y. Wang, G.N. Ali, M.K. Mikhov, et al., *J. Appl. Phys.* **97** (2005) 013540.
 2. N. Ohtani, T. Fujimoto, M. Katsuno, et al., *J. Cryst. Growth* **237-239** (2002) 1180.
 3. T.S. Argunova, M.Yu. Gutkin, J.H. Je, et al., *Mater. Sci. Forum* **457-460** (2004) 363.
 4. D. Siche, H.-J. Rost, J. Doerschel, et al., *J. Cryst. Growth* **237-239** (2002) 1187.
 5. T.S. Argunova, L.M. Sorokin, L.S. Kostina, et al., *Crystallogr. Rep.* **49** (2004) S33.
 6. M.Yu. Gutkin, A.G. Sheinerman, T.S. Argunova, et al., *J. Appl. Phys.* **100** (2006) 013540; *Phys. Rev. B* **76** (2007) 064117.
 7. T.-Y. Zhang, J.C.M. Li, *Mater. Sci. Eng. A* **142** (1991) 35.

ДЕФОРМАЦИОННОЕ ДВОЙНИКОВАНИЕ ВБЛИЗИ ВЕРШИНЫ ТРЕЩИНЫ В НАГРУЖЕННОМ НАНОМАТЕРИАЛЕ

Гуткин М. Ю.,^{1,2)} Овидько И. А.,¹⁾ Скиба Н. В.¹⁾

¹⁾ *Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия*

²⁾ *Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Россия*
gutkin@def.ipme.ru

Нанокристаллические материалы обычно имеют очень высокие показатели прочности и твердости, тогда как их пластичность и трещиностойкость при комнатной температуре малы [1,2]. Однако в последнее время удалось получить нанокристаллические металлы и керамики, обладающие пластичностью [3] и трещиностойкостью [4], нетипично высокими для этих материалов. Предполагается, что такое уникальное сочетание свойств обусловлено действием специфических механизмов пластической деформации, которые способны не только служить каналами релаксации напряжений в местах их концентрации, препятствуя зарождению нанотрещин, но и замедлять или останавливать рост уже образовавшихся (суб)микротрещин. Одним из таких механизмов является экспериментально наблюдаемое в нанокристаллических материалах испускание из границ зерен частичных дислокаций [5,6], которые служат носителями деформационного двойникования. Цель настоящей работы – построение теоретической модели зарождения деформационного двойника вблизи вершины микротрещины в нагруженном нанокристаллическом материале (металле или керамике).

Рассмотрим двумерную модель нанокристаллического материала, в котором под действием внешнего растягивающего напряжения s развивается плоская трещина длиной L (рис. 1). По типу нагружения эта трещина является одновременно трещиной плоского сдвига и нормального отрыва. Предполагается, что под действием внешнего сдвигового напряжения t у вершины трещины зарождается скользящая краевая решеточная дислокация с вектором Бюргера \mathbf{b} (B -дислокация, рис. 1). Достигнув границы зерна, эта дислокация останавливается и становится источником, на котором происходит зарождение в соседнем зерне частичных дислокаций Шокли.

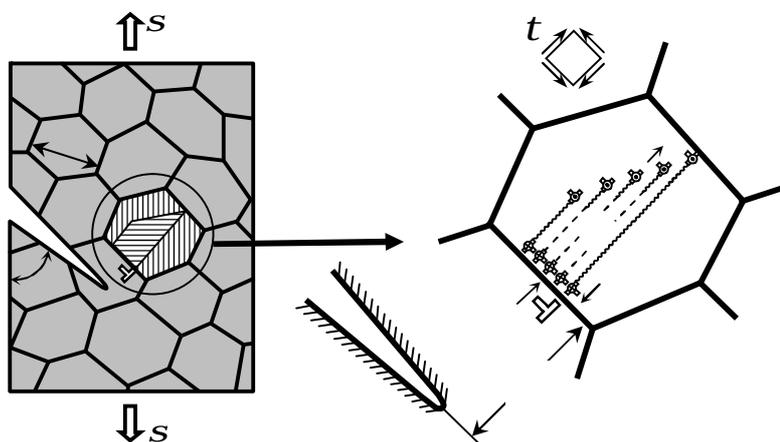


Рис. 1. Модель зарождения деформационного двойника на границе зерна в нанокристаллическом материале под действием внешнего приложенного напряжения t и поля напряжений плоской трещины длиной L .

Процесс эмиссии двойнивающей дислокации из границы зерна можно представить как появление диполя частичных дислокаций Шокли с векторами Бюргерса $\pm \mathbf{b}$, одна из которых (b -дислокация) скользит в тело зерна, а вторая ($-b$ -дислокация) остается в границе. Эти дислокации имеют краевые (с векторами Бюргерса $\pm \mathbf{b}_1$) и винтовые (с векторами Бюргерса $\pm \mathbf{b}_2$) компоненты. Двигаясь вдоль параллельных плоскостей скольжения, испущенные b -дислокации формируют позади себя полосы дефекта упаковки шириной p_i (здесь i – номер испущенной b -дислокации) с удельной поверхностной энергией g (рис. 1). При этом каждая последующая частичная дислокация устраняет дефект упаковки за предыдущей. Такое залечивание приводит к тому, что скольжение двойнивающих дислокаций обеспечивает понижение общей энергии системы. Представляется, что это является одной из основных причин кооперативного скольжения двойнивающих дислокаций по соседним кристаллографическим плоскостям.

Эмиссия первой b -дислокации становится возможной при достижении внешним сдвиговым напряжением t некоторой критической величины $t_c^{(1)}$. Первая испущенная b -дислокация затрудняет эмиссию следующей частичной b -дислокации. Это приводит к необходимости повышения величины внешнего сдвигового напряжения t до некоторого нового критического значения $t_c^{(2)} > t_c^{(1)}$, при котором оказывается возможным испускание второй b -дислокации. После испускания вторая b -дислокация занимает в теле зерна некоторое положение устойчивого равновесия. При испускании последующих b -дислокаций все повторяется. Результатом такой последовательной эмиссии b -дислокаций и перекрытия тянущихся за ними полос дефекта упаковки становится образование достаточно толстой двойниковой пластины.

Определим условия, необходимые для эмиссии любой из этих дислокаций. Для этого исследуем переход дефектной системы из $(n-1)$ -ого состояния с полной энергией W_{n-1} , соответствующего наличию $(n-1)$ диполя частичных $\pm b$ -дислокаций, в n -ое состояние с полной энергией W_n , соответствующее зарождению n -ого дислокационного диполя. Такая трансформация дефектной системы энергетически выгодна при выполнении условия $\Delta W_n = W_n - W_{n-1} < 0$. Выражение $\Delta W_n = 0$ позволяет найти критическое напряжение $t_c^{(n)}$ перехода дефектной системы из $(n-1)$ -ого состояния в n -ое. Подробный расчет разности энергий ΔW_n и равновесных положений p_i двойнивающих дислокаций представлен в работе [7].

Численные расчеты проводились на примере нанокристаллических Al и 3C-SiC с размером зерна $d = 30$ нм для следующих значений параметров модели. Для Al: $G = 27$ ГПа, $n = 0.31$ [8], $g = 120$ мДж м⁻² [9], $b_1 \approx 0.143$ нм и $b_2 \approx 0.022$ нм [8]. Для 3C-SiC: $G = 217$ ГПа, $n = 0.23$ [10], $g = 0.1$ мДж м⁻² [11], $b_1 \approx 0.154$ нм и $b_2 \approx 0.024$ нм [11]. Результаты расчета зависимости критического напряжения τ_c от числа частичных дислокаций n при различных значениях длины L показаны на рис. 2.

Видно, что во всех случаях на начальной стадии образования двойника наблюдается рост критического напряжения t_c (первая стадия локального упрочнения). Достигнув некоторого уровня t_{sat} , кривая $t_c(n)$ выходит на насыщение и до определенного момента не зависит от числа n испущенных частичных b -дислокаций (стадия локального течения за счет утолщения двойниковой пластины). Наконец, для испускания частичной дислокации с номером, превышающим некоторое критическое число n_c , снова требуется повышение критического напряжения (вторая стадия локального упрочнения). Из представленных на рис. 2 зависимостей также видно, что увеличение L ведет к значительному снижению критического напряжения.

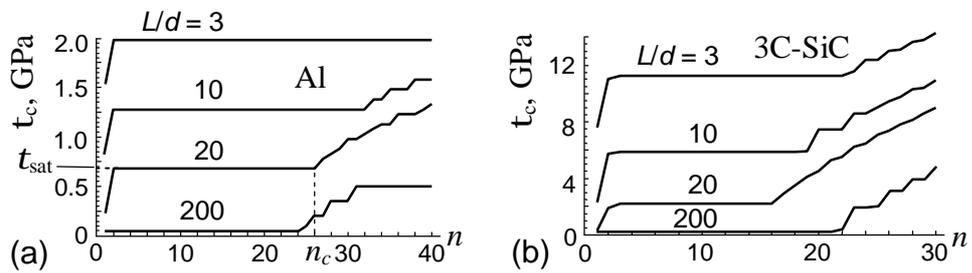


Рис. 2. Зависимость критического напряжения τ_c эмиссии двойнивающей дислокации от ее порядкового номера n в нанокристаллических Al (a) и 3C-SiC (b) при различных значениях длины трещины: $L/d = 3, 10, 20$ и 200.

На рис. 3 показаны зависимости положений p_{eq} устойчивого равновесия испущенных двойнивающих дислокаций от их номера n для разных длин трещин L . Фактически эти зависимости изображают конфигурацию фронта двойниковой пластины и, соответственно, ее равновесную форму. Видно, что она может меняться от почти клиновидной при больших L до почти прямоугольной при малых. Оценки толщины двойниковой пластины дают примерно 3–10 нм для Al и 3–6 нм для 3C-SiC, что хорошо согласуется с данными просвечивающей электронной микроскопии.

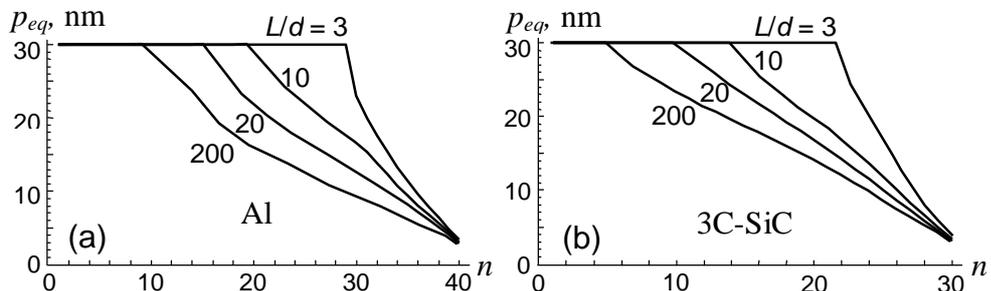


Рис. 3. Зависимость равновесного положения двойнивающей дислокации p_{eq} от ее номера n в нанокристаллических Al (a) и 3C-SiC (b) при различных значениях длины трещины: $L/d = 3, 10, 20$ и 200.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты 08-01-00225-а и 08-02-00304-а), Федерального агентства по науке и инновациям (грант Президента РФ МК-5122.2007.1 и контракт 02.513.11.3190) и Комитета по науке и высшей школе Правительства Санкт-Петербурга для молодых кандидатов наук 2008 г. (грант 30-04/88).

Список литературы

1. S. Veprek, A.S. Argon. *J. Vac. Sci. Technol.* **20**, 650 (2002).
2. C.C. Koch, I.A. Ovid'ko, S. Seal, S. Veprek. *Structural Nanocrystalline Materials: Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, Cambridge (2007).
3. Y.M. Wang, E. Ma. *Acta Mater.* **52**, 1699 (2004).
4. G.-D. Zhan, A.K. Mukherjee. *Rev. Adv. Mater. Sci.* **10**, 185 (2005).
5. M.W. Chen, E. Ma, K.J. Hemker, et al. *Science* **300**, 1275 (2003).
6. X.Z. Liao, F. Zhou, E.J. Lavernia, et al. *Appl. Phys. Lett.* **83**, 5062 (2003).
7. M.Yu. Gutkin, I.A. Ovid'ko, N.V. Skiba. *Phil. Mag.* **88**, 1137 (2008).
8. Дж. Хирт, И. Лоте. *Теория дислокаций*. Атомиздат, М. (1972). 600 с.
9. R.J. Asaro, J. Suresh. *Acta Mater.* **53**, 3369 (2005).
10. Z. Ding, S. Zhou, Y. Zhao. *Phys. Rev. B* **70**, 184117 (2007).
11. U. Kaiser, I.I. Khodos. *Phil. Mag. A* **82**, 541 (2002).

КОЛЛЕКТИВНАЯ МИГРАЦИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ

Гуткин М. Ю.,^{1,2)} Микаелян К. Н.,¹⁾ Овидько И. А.¹⁾

¹⁾ *Институт проблем машиноведения РАН, Санкт-Петербург, Россия*

²⁾ *Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Россия*

gutkin@def.ipme.ru

Необычайно высокие механические свойства нанокристаллических металлов (НКМ) объясняются специфическими механизмами пластической деформации, тесно связанными с границами зерен [1-5]. В последние годы особое внимание привлекает один из таких механизмов – рост зерен, стимулированный упругими напряжениями. Как следует из многочисленных экспериментов [6-12], этот механизм действует в процессе пластической деформации НКМ при комнатной [6-12] и криогенных [7,8] температурах. Компьютерное моделирование [13-17] показало, что такой рост зерен является атермическим и может происходить путем миграции границ зерен (ГЗ) и их тройных стыков, зернограничного скольжения, вращения и коалесценции зерен. Стимулированные напряжением миграция ГЗ и рост зерен изучались также в рамках двумерных дислокационно-дисклинационных теоретических моделей [18-21], из которых следует существование критических напряжений, необходимых для начала этих процессов. В моделях [18-21] рассматривалась миграция одной отдельной ГЗ, хотя в реальности рост зерна может происходить за счет миграции сразу нескольких соседних границ. Цель настоящей работы – теоретическое исследование коллективной миграции двух противоположных границ зерна и континуальное описание роста зерен как особого механизма пластической деформации в НКМ.

Рассмотрим начальные стадии коллективной миграции двух противоположных границ одного зерна. Упрощенная модель трех соседних прямоугольных зерен G1-G3, разделенных границами наклона A и D, показана на рис. 1. В случае

малых углов разориентировки Ω и w (рис. 1a) эти ГЗ представляют собой конечные периодические стенки полных решеточных дислокаций (рис. 1b), которые при переходе к континуальной дисклинационной модели превращаются в двухосные диполи частных клиновидных дисклинаций мощностью $\pm\Omega$ и $\pm w$ (рис. 1c). В случае больших углов разориентировки эти ГЗ сразу представимы такими дисклинационными диполями соответственно большей мощности. Под действием приложенного сдвигового напряжения t ГЗ смещаются со своих исходных позиций A и D в новые положения B и C. При этом происходит пластическая деформация, связанная со скольжением решеточных дислокаций (в случае малых Ω и w) или с пе-

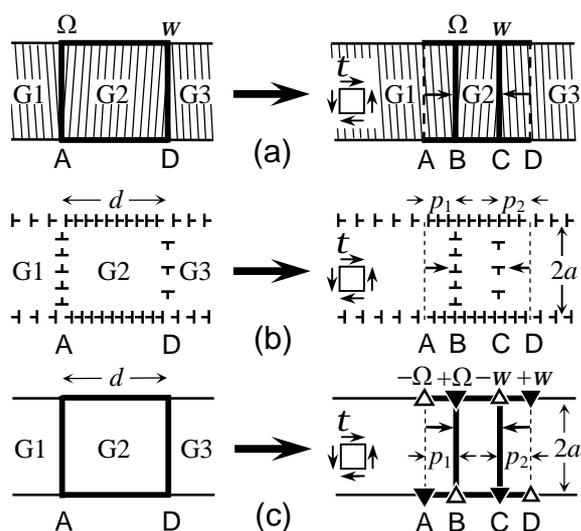


Рис. 1. Схема коллективной миграции малоугловых границ, разделяющих зерна G1-G3, под действием приложенного сдвигового напряжения t . Показаны (a) геометрическая, (b) дислокационная и (c) дисклинационная модели.

ремещением зернограницных дислокаций (в случае больших Ω и w), и соответственно меняется ориентация кристаллической решетки в областях АВ и CD, замечаемых мигрирующими ГЗ. Таким образом, стимулированная напряжением миграция ГЗ приводит к ротационной пластической деформации.

По предположению, в исходном положении ГЗ их тройные стыки с соседними границами зерен G1-G3 были геометрически скомпенсированными, т. е. не содержали стыковых дисклинаций. При смещении ГЗ в новые положения В и С бывшие тройные стыки А и D становятся двойными и нескомпенсированными. Также и новые тройные стыки В и С оказываются нескомпенсированными. Таким образом, переходя к континуальному дисклинационному описанию, получаем систему четырех двухосных диполей частичных клиновых дисклинаций с мощностями $\pm\Omega$ и $\pm w$ (рис. 1с). Диполи В и С подвижны, диполи А и D нет. Для анализа возможного развития такой дисклинационной системы было рассчитано изменение энергии ΔW , связанные с образованием этой системы, и исследована зависимость ΔW от основных параметров модели. Поскольку ΔW зависит от координат двух границ, p_1 и p_2 , его поведение удобно исследовать с помощью карт изолиний $\Delta W(p_1, p_2) = const$.

Пусть, например, $d = 2a$ и $\Omega = \omega$. Карты изолиний ΔW , построенные в этом случае для $t = 0.7D\Omega$ и $1.7D\Omega$, где $D = G/[2p(1-n)]$, G – модуль сдвига, ν – коэффициент Пуассона, приведены на рис. 2. Видно, что вид функции $\Delta W(p_1, p_2)$ и развитие ситуации в целом очень сильно зависят от уровня t . Пока t относительно мал, ГЗ мигрируют навстречу друг другу в устойчивом режиме (рис. 2а), и их положение определяется уровнем t . Такая устойчивая миграция начинается после того, как t достигнет некоторого критического уровня $\tau_c \approx D\Omega(b/d)\{\ln(d/b) - 1\}$.

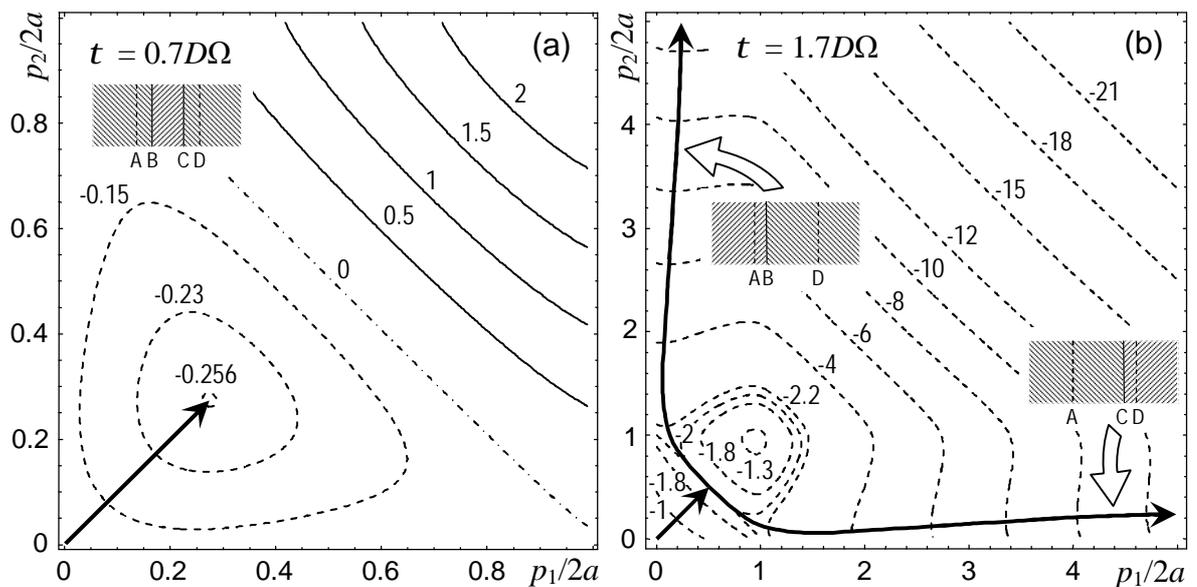


Рис. 2. Карты изолиний изменения энергии ΔW в пространстве относительных смещений $p_1/2a$ и $p_2/2a$ мигрирующих границ с одинаковыми углами разориентировки ($\Omega = \omega$) при двух разных значениях приложенного напряжения $\tau/(D\Omega) = 0.7$ (а) и 1.7 (б). Значения изменения энергии ΔW даны в единицах $2Da^2\Omega^2$. Врезки схематично изображают равновесную конфигурацию системы трех соседних зерен, соответствующую данному уровню напряжения τ . Жирные стрелки указывают примерную траекторию устойчивого (а) и неустойчивого (б) развития системы.

Для чистого нанокристаллического Al с типичными значениями $G = 27$ ГПа, $\nu = 0.31$, $b \approx 0.25$ нм, $\Omega = 0.085$ ($\approx 5^\circ$) и $d = 100$ нм эта оценка дает $\tau_c \approx 7$ МПа. Когда

t достигает следующей критической величины $\tau_m = D\Omega \ln 5 \approx 1.6D\Omega$ (≈ 850 МПа для тех же значений параметров), ГЗ встречаются и могут либо аннигилировать, либо пройти сквозь друг друга и мигрировать дальше. В последнем случае точка их встречи становится точкой бифуркации на карте изолиний ΔW (рис. 2b), возникающей из-за предположения о равенстве углов разориентировок этих ГЗ. Если уровень t остается порядка τ_m , то одна ГЗ захватывает другую, и они мигрируют вместе в одну сторону (происходит миграция зерна как целого) в неустойчивом режиме, пока ведущая ГЗ не достигнет линии исходной границы зерна G2. Пройдя эту линию, ведущая ГЗ отрывается от ведомой и продолжает дальнейшую неустойчивую миграцию, а ведомая ГЗ остается в равновесном положении у линии исходной границы зерна G2. При более высоком уровне t эта ведомая ГЗ теряет устойчивость и мигрирует в обратном направлении. Если же t существенно превышает τ_m , то ГЗ после встречи проходят сквозь друг друга и мигрируют в противоположном направлении в неустойчивом режиме. Итогом становится объединение зерен G1 и G3 в одно зерно с ориентацией решетки как у исходного зерна G2. Этот же результат можно рассматривать как неустойчивое разрастание зерна G2 за счет соседних зерен G1 и G3.

В рамках данной модели описаны такие характерные режимы миграции ГЗ, как их устойчивая миграция навстречу друг другу, захват одной ГЗ другой и их совместная неустойчивая миграция в одном направлении, отрыв одной ГЗ от другой и их последующая миграция в разные стороны. При любых режимах миграции ГЗ происходит разрастание одних зерен за счет других. Совместная миграция обеих ГЗ в одном направлении может рассматриваться как миграция всего зерна как целого. В целом, миграция ГЗ и рост зерен представляет собой эффективный механизм ротационной пластической деформации НКМ.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (гранты 08-01-00225-а и 08-02-00304-а), Федерального агентства по науке и инновациям (контракт 02.513.11.3190) и National Science Foundation (grant CMMI # 0700272).

Список литературы

1. K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh, *Acta Mater.* **51** (2003) 5743.
2. М.Ю. Гуткин, И.А. Овидько. Физическая механика деформируемых наноструктур. Том 1: Нанокристаллические материалы. СПб, Янус, 2003, 194 с.
3. D. Wolf, V. Yamakov, S.R. Phillpot, A.K. Mukherjee, H. Gleiter. *Acta Mater.* **53** (2005) 1.
4. M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson. *Prog. Mater. Sci.* **51** (2006) 427.
5. M. Dao, L. Lu, R.J. Asaro, J.T.M. De Hosson, E. Ma. *Acta Mater.* **55** (2007) 4041.
6. M. Jin, A.M. Minor, E.A. Stach, J.W. Morris Jr., *Acta Mater.* **52** (2004) 5381.
7. K. Zhang, J.R. Weertman, J.A. Eastman, *Appl. Phys. Lett.* **85** (2004) 5197; **87** (2005) 061921.
8. P.L. Gai, K. Zhang, J. Weertman, *Scripta Mater.* **56** (2007) 25.
9. X.Z. Liao, A.R. Kilmametov, R.Z. Valiev, et al., *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006) 021909.
10. D. Pan, S. Kuwano, T. Fujita, M.W. Chen, *Nano Letters* **7** (2007) 2108.
11. D.S. Gianola, S. Van Petegem, M. Legros, et al., *Acta Mater.* **54** (2006) 2253.
12. G.J. Fan, L.F. Fu, H. Choo, P.K. Liaw, N.D. Browning, *Acta Mater.* **54** (2006) 4781.
13. J. Schiøtz, *Mater. Sci. Eng. A* **375-377** (2004) 975.
14. T. Shimokawa, A. Nakatani, H. Kitagawa, *Phys. Rev. B* **71** (2005) 224110.
15. D. Farkas, A. Frøseth, H. Van Swygenhoven, *Scripta Mater.* **55** (2006) 695.
16. F. Sansoz, V. Dupont, *Appl. Phys. Lett.* **89** (2006) 111901.
17. J. Monk, D. Farkas, *Phys. Rev. B* **75** (2007) 045414.
18. С.В. Бобылев, М.Ю. Гуткин, И.А. Овидько, *ФТТ* **46** (2004) 1986.
19. S.V. Bobylev, M. Yu. Gutkin, I.A. Ovid'ko, *Acta Mater.* **52** (2004) 3793.
20. M. Yu. Gutkin, I.A. Ovid'ko, *Appl. Phys. Lett.* **87** (2005) 251916.
21. J.C.M. Li, *Phys. Rev. Lett.* **96** (2006) 215506.

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ АЗОТА И НАНЕСЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО ПОКРЫТИЯ ТОЛЩИНОЙ 80 НМ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ И ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ КРЕМНИЯ

Колпаков А. Я., Дручинина О. А.*

НИИ проблем разработки и внедрения ионно-плазменных технологий,

**ЦКП «Диагностика структуры и свойств наноматериалов»*

Белгородский государственный университет,

kolpakov@bsu.edu.ru, druchinina@bsu.edu.ru

Травление материалов ионами низких энергий широко применяется для повышения адгезии покрытий к подложке [1]. Известно, что облучение поверхности ускоренными ионами, кроме распыления приводит к накоплению в приповерхностном слое радиационных точечных дефектов [2] Это приводит при определенных дозах к аморфизации материала мишени (подложки), а также кластеризации дефектов и коалесценции их в более крупные, что сложным образом может влиять на механические свойства материала. Картина существенно усложняется в случае возможных фазовых переходов в модифицируемом материале, что наблюдается в кремнии как в процессе облучения ускоренными частицами, так и процессе его индентирования [3].

Целью данной работы являлось определение особенностей поведения кремния при индентировании в исходном состоянии, после облучения ионами азота, а также после облучения азотом и нанесения углеродного покрытия толщиной 80 нм. Выбор толщины покрытия в данном случае определялся условиями его применения на изделиях микромеханики, в частности, кантилеверах сканирующих зондовых микроскопов.

Ионное облучение кремния марки КЭФ-4,5 ионами азота и нанесение углеродного покрытия проводили на установке УВНИПА-1-001, оснащенной ионным газовым источником и импульсным источником углеродной плазмы. По результатам предыдущих исследований была выбрана доза ионного облучения - 90 Дж/см² [4].

Измерение микротвёрдости на поверхности образцов проводилось по методу Виккерса на цифровом автоматическом микротвердомере DM8 при нагрузках на индентор 10, 25, 50 г. Время выдержки под нагрузкой – 15 сек. Определялось среднее значение из 20 измерений. Результаты измерений микротвердости приведены в таблице 1.

Последующий анализ отпечатков и измерение длины трещин проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-51. На рис. 1 приведены изображения отпечатков от индентора, полученных при нагрузках 50, 25 и 10 г.

Анализируя качественно изображения отпечатков индентора, можно отметить наличие навалов (показаны стрелками) для нагрузок 50 и 25 г (рис. 1а), что характерно для пластичной формы деформации. Кроме того, наблюдается существенное уменьшение длины трещин для образцов кремния после обработки ионами азота и нанесения углеродного покрытия (рис. 1в), а также их полное отсутствие при нагрузке в 10 г. При этом влияние облучения ионами азота на процесс трещинообразования несущественно (рис. 1б).

Для исключения предположения о возможном образовании при ионном облучении соединения нитрида кремния был проведен рентгено-структурный микроанализ с использованием микроанализатора растрового микроскопа Quanta 200 3D. Наличие азота в процессе исследования поверхности кремния после очистки ионами азота не зафиксировано.

Таблица 1. Результаты измерения микротвердости

Объект микроиндентирования	Величина микротвердости		
	HV _{0,01} (ГПа)	HV _{0,025} (ГПа)	HV _{0,05} (ГПа)
кремний исходный	14,4	9,12	9,49
кремний после облучения	19,14	15,44	12,51
кремний после облучения, с покрытием	22,58	16,1	13,4

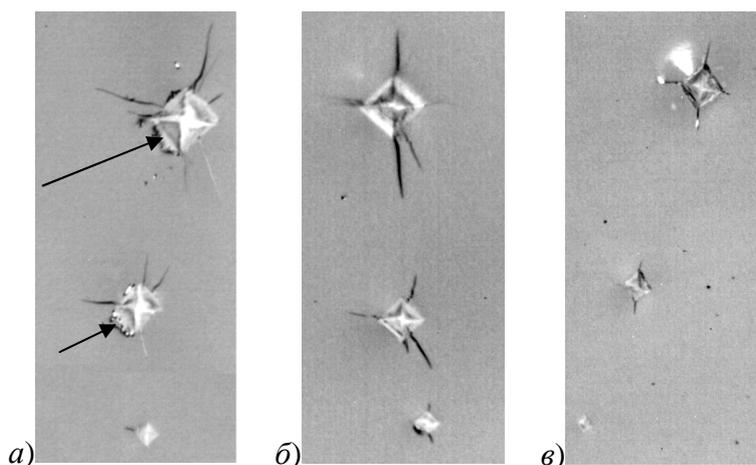


Рис. 1. Изображения отпечатков индентора на поверхности кремния (а), кремния облученного ионами азота (б) и кремния после облучения ионами азота и нанесения углеродного покрытия толщиной 80 нм (в); $\times 1000$.

Повышение микротвердости кремния после облучения ионами азота можем связать с эффектом насыщения данного материала точечными дефектами. Это и обуславливает упрочнение, вызванное «стопорением» дислокаций, что подтверждается отсутствием навалов у отпечатков индентора на поверхности кремния после облучения ионами азота (рис. 1б).

Установлено, что комплексное применение облучения ионами азота и нанесение углеродного покрытия толщиной 80 нм позволяет повысить микротвердость и трещиностойкость кремния. При этом вклад покрытия в повышение трещиностойкости является определяющим. Данный факт можно объяснить высоким уровнем напряжений сжатия в углеродном покрытии (порядка 10 ГПа), которые компенсируют напряжения растяжения, возникающие при индентировании.

Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования БелГУ (Госконтракт ФЦП № 02.552.11.7032)

Список литературы

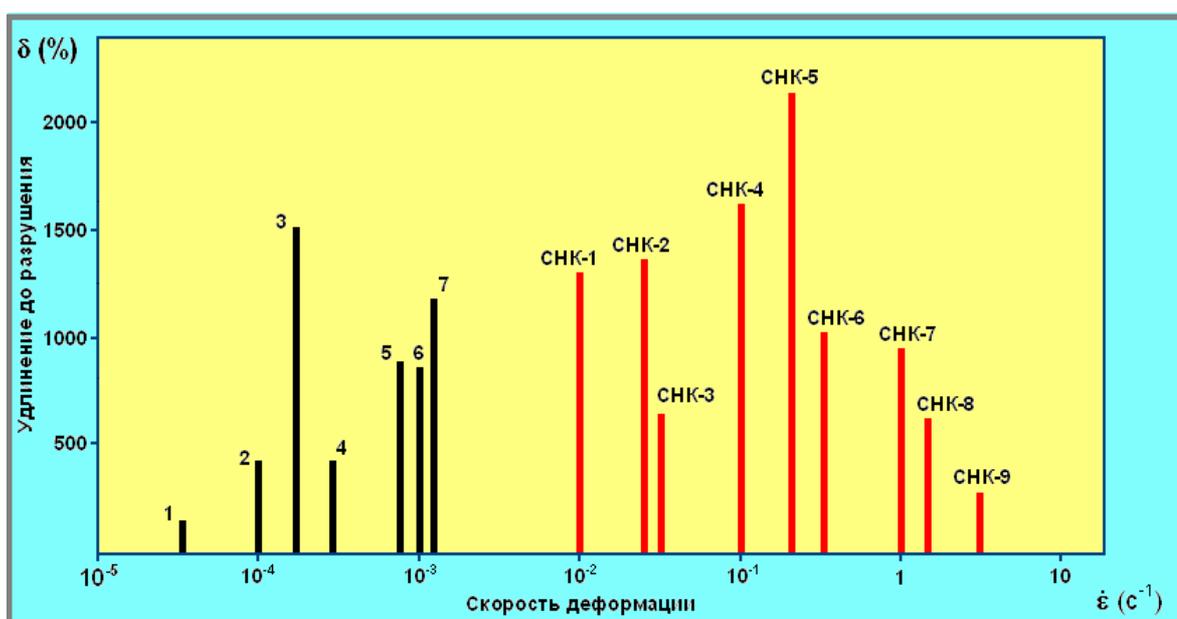
1. Ивановский Г.Ф. Ионно-плазменная обработка материалов. [Текст] – М.: Радио и связь, 1986. – 232 с.
2. Kinchin G.H. The Displacement of Atoms in Solids by Radiation [Text] / G.H. Kinchin, R.S. Pease // Rep. Progr. Phys. – 1995. – V. 18. - P 1-51.
3. Domnich V. Phase transformation in silicon under contact loading [Text] / V. Domnich, Y. Gogotsi // Rev. Adv. Mater. Sci. – 2002. – Vol.3. – P.1-36.
4. Колпаков А.Я. Модифицирование поверхности кремния легированными углеродными покрытиями нанометровой толщины [Текст] / М.Е. Галкина, А.Я. Колпаков, О.В. Сафронова, И.В. Суджанская // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2006. - №10. – С.53-56.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ И ФИЗИЧЕСКАЯ ПРИРОДА ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ СУБМИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Перевезенцев В. Н.

Нижегородский филиал Института машиноведения им.А.А.Благонравова РАН,
г.Нижний Новгород, Россия
pevn@uic.nnov.ru

Дан обзор оригинальных результатов исследований закономерностей механического поведения субмикро- и нанокристаллических (СНК) промышленных и модельных сплавов системы Al–Mg(Zn)–Sc–Zr, полученных методами интенсивной пластической деформации (ИПД). Интерес к этим сплавам обусловлен их способностью деформироваться в состоянии сверхпластичности при скоростях деформации в сотни и тысячи раз более высоких, чем сплавы, применяющиеся в настоящее время при промышленной сверхпластической формовке изделий. Диаграмма, демонстрирующая наибольшие величины удлинения до разрушения при различных скоростях деформации, для традиционных и исследованных в данной работе СНК алюминиевых сплавов приведена на рисунке.



Традиционные сплавы:

- 1 – Al 5456
- 2 – АМг6
- 3 – Al-10%Zn-0,9%Mg
- 4 – BA708
- 5 – Al-5,8%Mg-0,4%Zr
- 6 – В96Ц
- 7 – Супрал

СНК сплавы:

- 1 – Al 1421
- 2,6,8 – Al 1570
- 3 – Al-4,5%Zn-1,5%Mg-0,2%Sc
- 4,9 – Al-1,5%Mg-0,2%Sc-0,15%Zr
- 5,7 – Al-4,5%Mg-0,2%Sc-0,15%Zr

Установлено, что по сравнению с традиционными сверхпластическими сплавами поведение СНК сплавов в условиях сверхпластичности имеет ряд важных особенностей, а именно: отсутствие порообразования, необычно протяженная стадия

деформационного упрочнения, менее выраженная зависимость коэффициента чувствительности напряжения к скорости деформации, значительно более низкая нижняя граница температурного интервала проявления эффекта сверхпластичности и др.

Показано, что СНК сплавы, полученные методом ИПД кручением (ИПДК), обнаруживают одновременно как высокоскоростную, так и низкотемпературную сверхпластичность. Так, СНК сплав 1421, полученный ИПДК при 370°C, проявляет низкотемпературную сверхпластичность с относительным удлинением до разрушения $\delta=1030\%$ при температуре 350°C и скорости деформации $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ с}^{-1}$, а СНК сплав 1570, полученный ИПДК при 200°C, имеет удлинение $\delta \cong 500\%$ ($\dot{\epsilon} \cong 5 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$) при $T = 300^\circ\text{C}$ и достаточно высокую пластичность ($\delta \sim 300\%$, $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ с}^{-1}$) даже при крайне низкой для проявления эффекта сверхпластичности температуре 200°C.

Показано, что физическая природа низкотемпературной и высокоскоростной сверхпластичности (ВССП) связана с неравновесным состоянием границ зерен (ГЗ) и обусловленным этим уменьшением энергии активации диффузионно контролируемых процессов делокализации в ГЗ ядер дислокаций и зернограничного проскальзывания.

Рассмотрено влияние режимов дополнительной прокатки на параметры структуры и характеристики ВССП СНК сплавов. Показано, что оптимальными для получения листовых СНК сплавов с эффектом ВССП является прокатка при температурах и скоростях деформации, соответствующих температурно-скоростным условиям низкотемпературной сверхпластичности.

УДК 669.296:536.42

КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ПРИ $b \ll a$ ПРЕВРАЩЕНИИ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ЦИРКОНИЯ

Хлебникова Ю. В., Сазонова В. А., Родионов Д. П., Егорова Л. Ю.,
Калетина Ю. В., Солодова И. Л.

Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург Россия,
phym@imp.uran.ru

Цирконий обладает высокими коррозионными и сверхпроводящими свойствами, в нем с помощью термической обработки и легирования можно изменять физико-механические свойства в широком диапазоне. В цирконии высокотемпературная β -фаза имеет объемно-центрированную кубическую решетку, тогда как низкотемпературная α -фаза – гексагональную плотноупакованную решетку с соотношением параметров $c/a=1.593$, несколько меньшим, чем для идеальной упаковки ($c/a=1.633$). При $\beta \rightarrow \alpha$ (ОЦК \rightarrow ГПУ) превращении в цирконии реализуются ориентационные соотношения Бюргерса: $\{110\}_\beta \parallel (0001)_\alpha$, $\langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 11 \bar{2} 0 \rangle_\alpha$.

В работе рентгеноструктурными методами исследовали варианты выполнения ориентационных соотношений при $\{110\}_\beta \rightarrow (0001)_\alpha$ в макроскопических областях – пакетах в монокристалле циркония, а также микроструктуру пакетов и внутреннее строение отдельных реек α -фазы в пакете.

Монокристалл циркония был получен методом «плавающей» зоны при двух последовательных проходах. В качестве заготовки служил горячекованный прут

иодидного циркония чистотой 99.9%. В процессе зонного переплава градиент в зоне кристаллизации составлял 500°/см. Исследовали исходную структуру монокристалла, а также структуру нагретых до 960°С образцов, которые после 15 минутной выдержки были охлаждены до комнатной температуры с различными скоростями. Цикл $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращений проводили в вакууме $(2-3) \times 10^{-5}$ мм рт. ст. Скорость нагрева и охлаждения в интервале фазового превращения составляла 4–5°/с. Часть нагретых образцов была подвергнута резкой закалке в 10% водном растворе NaCl, скорость охлаждения при этом составляла 500–600°/с.

Макроструктура, выявленная химическим травлением поверхности продольного образца, вырезанного из слитка циркония, представлена на рис. 1. После травления отчетливо выявляются отдельные области различной величины и формы, подобные областям селективного отражения (ОСО) или пакетам, которые наблюдали в закаленных стальных монокристаллах при ГЦК \rightarrow ОЦК превращении. Подтверждение того, что исследуемый слиток циркония является псевдомонокристаллом, было получено при Лауэ-съемке в 15 различных точках образца. Нормаль к плоскости продольного образца практически точно соответствует кристаллографическому направлению $\langle 113 \rangle_{\beta}$. При этом в исследованных различных пакетах в 15-ти точках обнаружено пять различных ориентировок ГПУ-фазы. Осуществляется практически точное совпадение различных полюсов $\{110\}_{\beta}$ кубического исходного монокристалла и полюсов $\{0001\}_{\alpha}$ различных областей α -фазы в соответствии с ориентационными соотношениями. После цикла $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ -превращений происходит восстановление структуры исходного псевдомонокристалла. При превращениях $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ после цикла нагрева и охлаждения на полированной поверхности образца формируется отчетливый рельеф, что является подтверждением мартенситного характера превращения $\beta \rightarrow \alpha$, осуществляемого при охлаждении образца.



Рис. 1. Макроструктура продольного образца исходного монокристалла циркония, $\times 5$.

В качестве примера на рис. 2 приведена микроструктура отдельного пакета реек в образце после цикла $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращений. Отдельные области ГПУ-кристалла циркония состоят из ряда одинаково направленных мартенситоподобных реек α -фазы. Соседние рейки разделены границами, состоящими из ряда ямок травления. Ямки травления выявлены также и во внутренней части мартенситных реек, однако плотность их существенно ниже, чем по границам.

Методом дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) в сканирующем электронном микроскопе проведено определение ориентации реек α -фазы в двух стыкующихся под углом пакетах кристалла циркония. Ориентация нормалей к плоскости двух соседних реек из одного пакета близка. Две другие рейки из сопряженного пакета псевдомонокристалла циркония имеют также близкую между собой ориентацию, но существенно отличающуюся от ориентации первых реек. На основании дифракционных данных получена ориентация плоскости реек каждого пакета. Экспериментальные данные, полученные методом EBSD, позволяют заключить, что отдельные пакеты в

исследуемом Zr-кристалле состоят из мартенситоподобных реек α -фазы одинаковой или близкой ориентации. Полученные данные находятся в полном качественном согласии с результатами работ, где реечное строение пакета исследовали на образцах поликристаллического циркония.

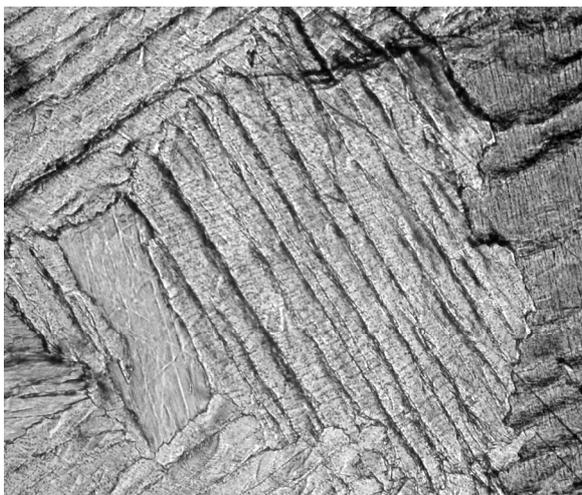


Рис.2. Микроструктура пакета в кристалле циркония после цикла $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращений, $\times 30$. Рельеф мартенситного превращения.

Отметим еще раз удивительное геометрическое повторение величины и формы отдельных пакетов в кристалле после цикла $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращений со скоростью 4-5°/с. Подобное явление ранее отмечали при мартенситном ГЦК \rightarrow ОЦК превращении в псевдомонокристаллах конструкционных сталей.

После закалки псевдомонокристалла циркония пакетная структура α -фазы сохраняется, но размеры реек уменьшаются в длину в 3-5 раз, а в ширину в 10-15 раз (рис.3). Сформировавшаяся структура часто встречается в сплавах циркония и титана и характеризуется как типичная структура «корзиночного плетения».

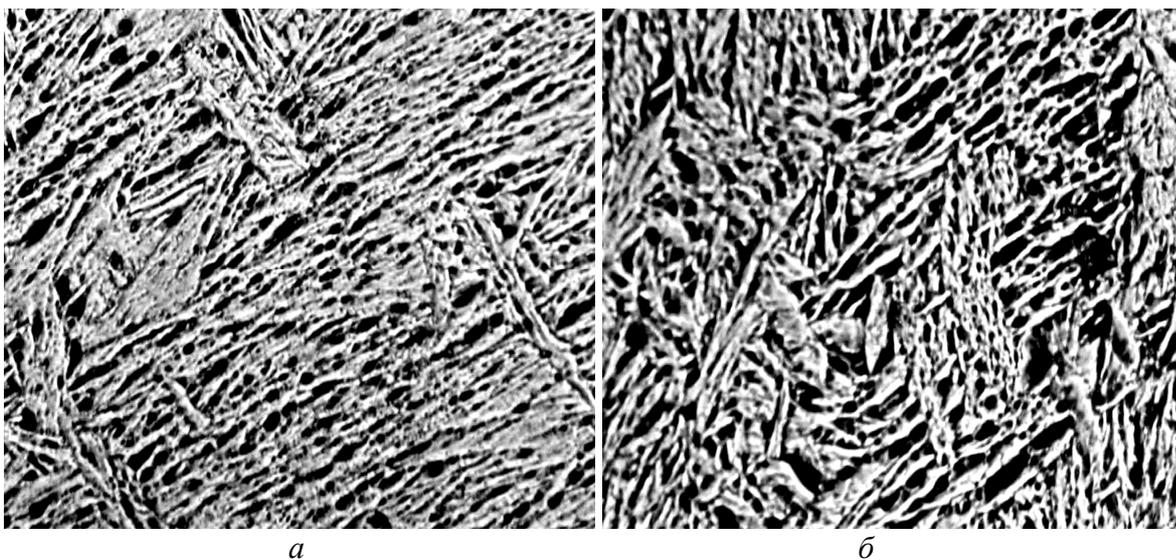


Рис. 3. Микроструктура циркония после закалки от 960°С в 10% растворе NaCl в продольном (а) и поперечном (б) сечениях кристалла, $\times 300$.

Часто на электронно-микроскопических изображениях структуры как исходных, так и закаленных псевдомонокристалльных образцов циркония внутри реек присутствуют дисперсные выделения частиц. В соответствии с полученным значением межплоскостного расстояния $d \sim 0.269$ нм для плоскости $\{111\}$ γ -гидрида наблюдаемые выделения частиц принадлежат γ -гидриду циркония.

Работа выполнена по плану РАН (тема № г.р. 01.2.006 13392), при частичной финансовой поддержке гранта НШ-643.2008.3.

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ В ОРИЕНТИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ КОБАЛЬТА ПРИ $\beta \rightarrow \alpha$ -ПРЕВРАЩЕНИИ В РАЗНЫХ ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Хлебникова Ю. В., Родионов Д. П., Сазонова В. А., Табатчикова Т. И.

*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург, Россия,
phym@imp.uran.ru*

Исследование проведено на монокристаллах чистого кобальта, выращенных из расплава по методу Чохральского [1]. При выращивании из расплава вначале идет ориентированное зарождение и рост гранецентрированного монокристалла, совершенство которого определяется чистотой материала, а также термическими напряжениями, имеющими место в слитке при его охлаждении. При охлаждении кристалла до температуры фазового в силу $\beta \rightarrow \alpha$ - полиморфного превращения ГЦК \rightarrow ГПУ, происходящего при охлаждении, монокристалл кобальта превращается в мартенситный псевдомонокристалл [2].

В псевдомонокристалле кобальта наблюдается пластинчатая мартенситная структура, при этом большая часть пластин (более 95 %) имеет одинаковую ориентировку (рис. 1). Пластины других ориентировок встречаются редко, их количество менее 5 %, по этой причине их присутствие в структуре не может быть определено рентгеновскими методами. Толщина пластин мартенсита, определенная методом электронной микроскопии, составляет от 0.1 до 0.8 мкм. Количество остаточной ГЦК высокотемпературной фазы также не превышает 5 %, и при электронно-микроскопическом исследовании фольг областей с ГЦК структурой не было обнаружено. При выращивании кристалла кобальта $\beta \rightarrow \alpha$ -превращение приводит к образованию достаточно совершенного кристалла с рассеянием ориентации в плоскости $(0001)_\alpha$, не превышающем 2° .

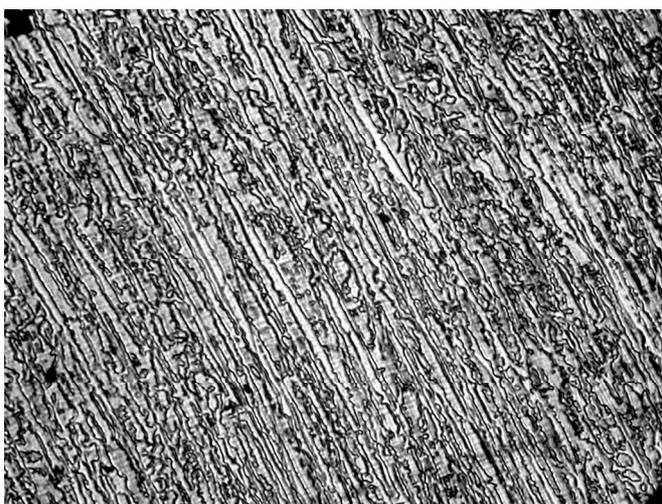


Рис. 1. Структура монокристалла α -Со в плоскости, перпендикулярной оси роста, $\times 100$.

Многочисленные циклические нагревы псевдомонокристалла кобальта выше 417°C до температур 600, 800, 1000°C приводят к восстановлению монокристаллической ГЦК-ориентации кристалла, а охлаждение до комнатных температур приводит к восстановлению ГПУ - ориентировки кристалла. При этом следует отметить некоторое увеличение количества остаточной ГЦК β -фазы.

При закалке монокристаллического ГЦК -кобальта от температуры 530°C со скоростями 600÷750 град./с в псевдомонокристалле реализуются все 4 возможных (по ориентационным соотношениям Вассермана) варианта кристаллов ГПУ-мартенсита [3]. Структурные элементы имеют форму пластин. Пластины α -кобальта различной ориентировки на плоскости $(0001)_\alpha$ располагаются под углами 60° (или 120°) друг к другу, образуя равносторонние треугольники. При высокотемпературной закалке монокристалла кобальта от 1000°C со скоростью охлаждения в интервале температур полиморфного $\beta \rightarrow \alpha$ -превращения 600÷700 град./сек также происходит образование псевдомонокристалла. Однако в этом случае весь объем кристалла разбивается на пакеты, которые легко выявляются на травленной поверхности образца в виде макроскопических областей селективного отражения. В пределах пакета группируются мартенситные пластины одной ориентировки (рис. 2). Исходя из ориентационных соотношений вариантов ГЦК \rightarrow ГПУ-превращения, может происходить образование 4-х типов пакетов.

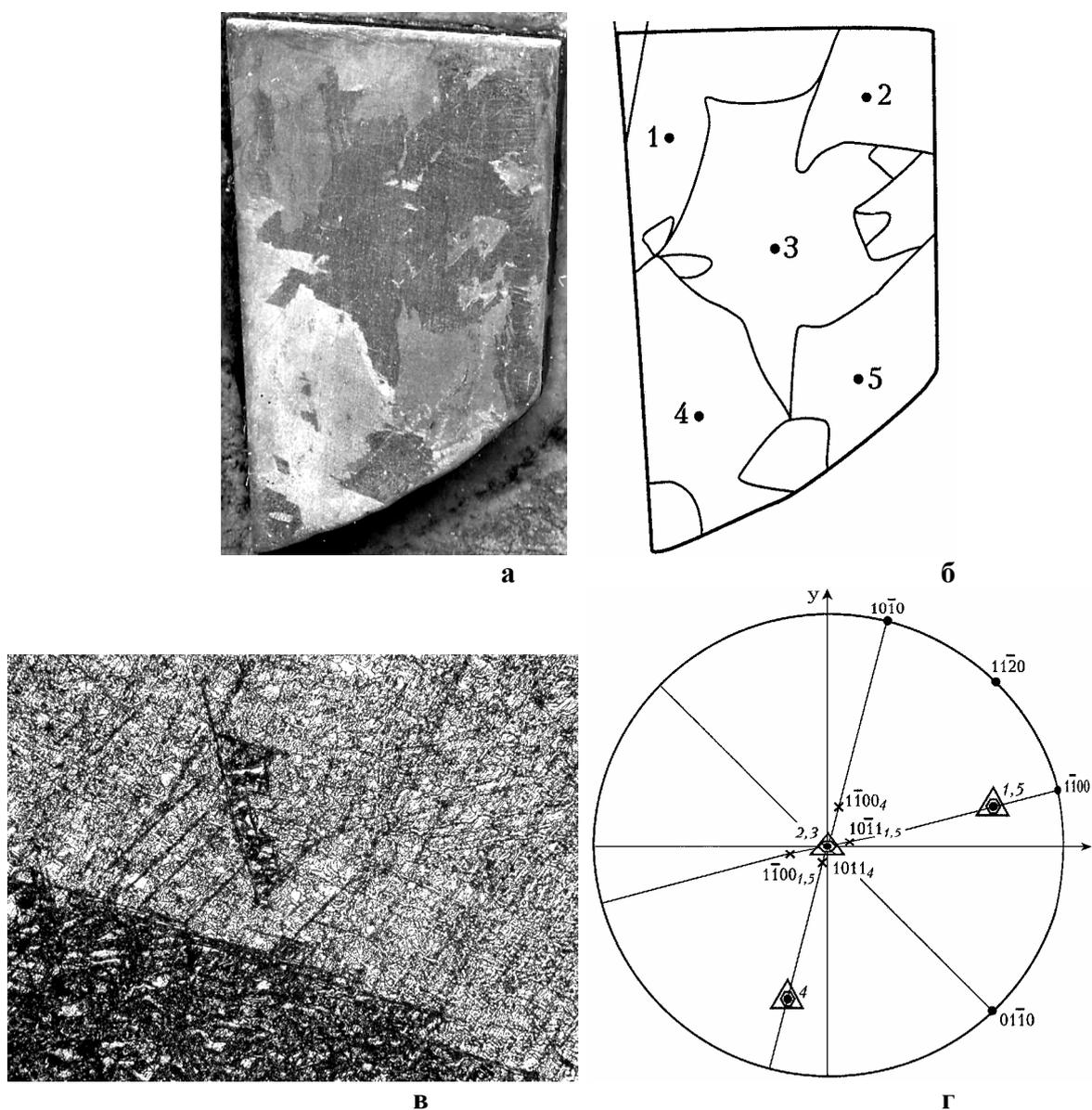


Рис. 2. Макро- и микроструктура закаленного от 1000°C в соленую воду монокристалла α -кобальта, плоскость $(0001)_\alpha$: а – макроструктура, х 3; б – схема Лауэ-съемки образца; в – микроструктура границы пакетов, х 150; г – полюсная фигура.

Повторный нагрев предварительно закаленного от температуры 530°C (ГЦК-область) со скоростью более 500 град/сек кристалла приводит к его перекристаллизации в интервале температур 600-800°C (рис. 3). Количество образующихся центров рекристаллизации невелико и при значительной скорости их роста образуется крупное зерно.

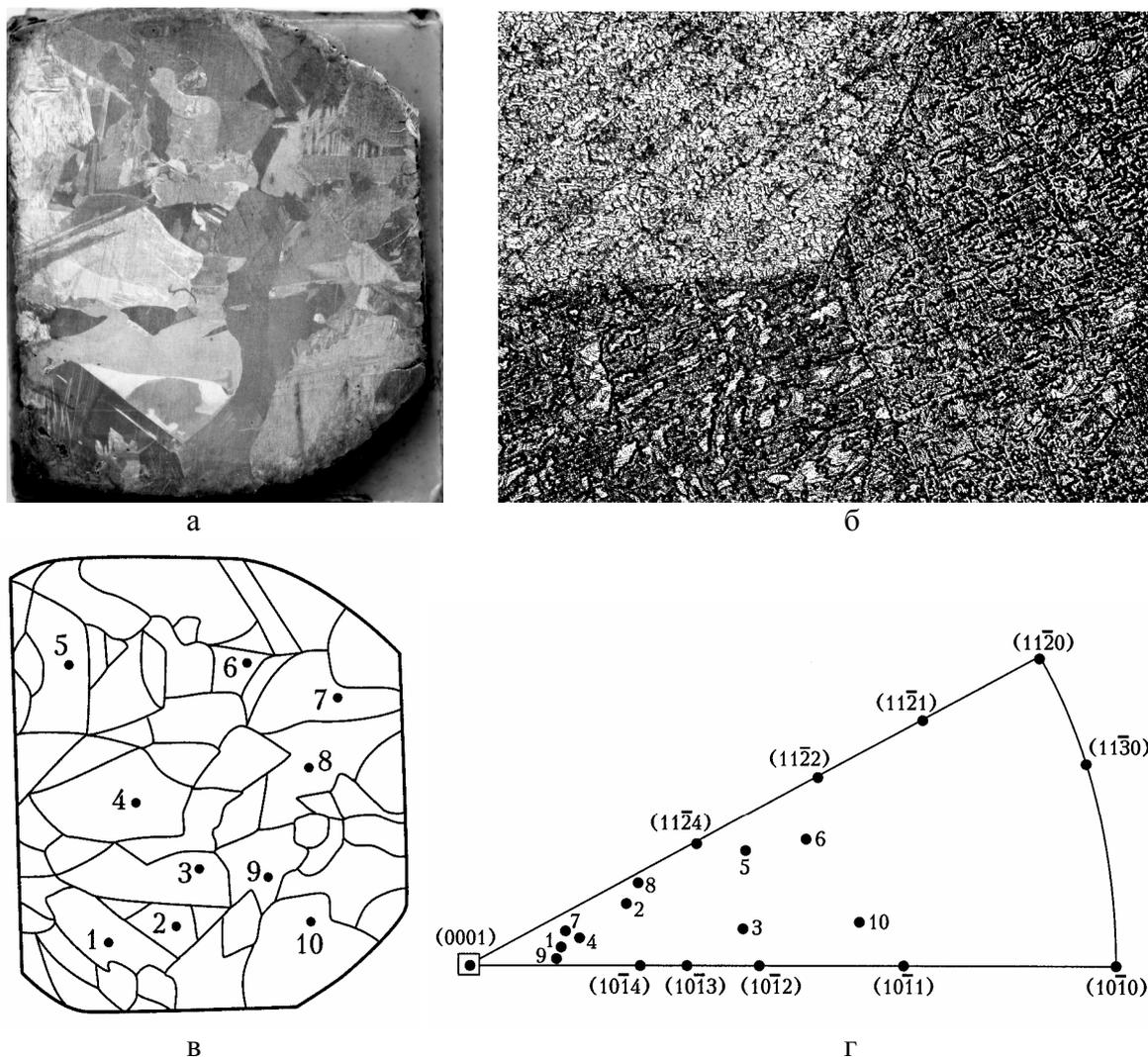


Рис.3. Структура перекристаллизованной монокристаллической пластины α - Со после двойной закалки в соленую воду от 530 и 1000°C: а - макроструктура образца, $\times 3$; б - микроструктура тройного стыка зерен, $\times 40$; в – схема Лауэ-съемки образца; г – ориентация нормалей к поверхности перекристаллизованных зерен (исходная ориентация $(0001)_{\alpha}$).

Работа выполнена при финансовой поддержке грантов Российского фонда фундаментальных исследований № 08-02-00047 и Роснауки НШ-643.2008.3.

Список литературы

1. Родионов Д.П., Счастливец В.М. Стальные монокристаллы. Екатеринбург: Изд. УрО РАН. 1996. 276 с.
2. Birbing H., Sobilean F. Structure et transformation allotropique du cobalt // Rev. Metallurgie. 1955. V. 52. №7. P. 569.
3. Wasserman G. Über die Umwandlung des Cobalts // Metallwirtschaft. 1932. V. 11. №2. S. 61-70.

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ БИКРИСТАЛЛОВ ЗАДАННОЙ КРИСТАЛЛОГЕОМЕТРИИ

Сурсаева В. Г., Семёнов В. Н.

Институт физики твёрдого тела РАН, Черноголовка, Россия

Бикристаллы используются для исследования свойств одиночных границ зёрен и их влияния на свойства материалов. Границы кручения и границы наклона отличаются расположением плоскости по отношению к оси разворота зёрен. Граница наклона располагается параллельно оси разворота, а кручения – перпендикулярно ей. Как те, так и другие границы можно получить, поворачивая монокристалл относительно другого на заданный угол. Однако невозможно корректно воспроизводить углы поворота, а тем более положение границы в пространстве, поскольку соединение монокристаллических затравок и поликристаллической заготовки для бикристалла осуществляется плавлением небольшой зоны затравок и заготовки, что сопровождается несовпадением геометрического и теплового центров проплавленной зоны, что в свою очередь вызывает отклонение от заданного угла разворота и искривление образующейся границы. Известно, что угол разворота зёрен оказывает самое сильное влияние на кинетические и механические свойства границ зёрен. Менее сильное влияние оказывает положение границы относительно кристаллографических решёток зёрен. В работе представлены разработанные нами методики получения бикристаллов с высокоточными кристаллографическими параметрами для легкоплавких и тугоплавких металлов. Принципы, заложенные в основу получения металлических бикристаллов, одни и те же. Однако способы их реализации зависят от температуры плавления металлов.

Легкоплавкие металлы: цинк и алюминий

Бикристалл изготавливается методом направленной кристаллизации (с использованием печи сопротивления) от двух монокристаллических затравок. Для бездеформационной резки используется электроискровой станок. В зависимости от того, какие углы разворота соседних зёрен заданы изначально, можно применять различные способы “раскрытия” затравок. Если требуется получить бикристалл с симметричной границей, то можно разрезать монокристаллическую затравку под нужным углом на две части и затем сложить их по плоскости реза, перевернув одну из разрезанных половинок на 180° . При этом совершается только один рез, что позволяет избежать лишней деформации затравки и в результате, граница бикристалла оказывается строго симметричной, а угол разориентации бикристалла равен удвоенному углу между направлением плоскости реза и направлением плоскости, относительно которой мы хотим получить симметричную границу [1]. Граница может быть несимметричной, тогда монокристаллические затравки располагаются под изначально заданными углами. Интерес для различных исследований представляют бикристаллы, у которых в зерне с одним кристаллографическим направлением расположено зерно с другим кристаллографическим направлением, образуя две одинаковые границы. С помощью разработанных нами приёмов две границы могут сомкнуться, образуя полупетлю. Такие образцы мы использовали для изучения подвижности границ и влияния на неё различных факторов. Например, исследовали влияние фасетирования на движение такой границы под действием капиллярной движущей силы. рис.1 и рис.2.

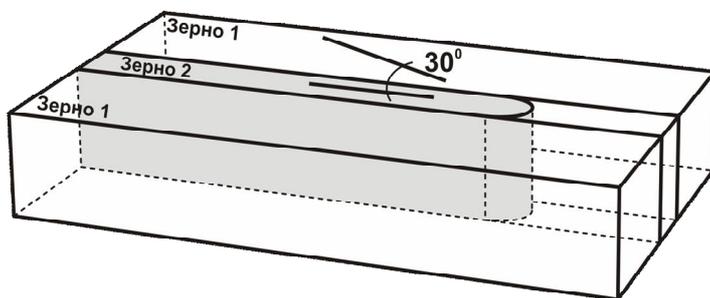


Рис. 1. Схема бикристалла для исследования движения границы в форме полупетли в цинке. Базисные плоскости перпендикулярны поверхности образца в обоих зёрнах, угол между ними 30° . Граница наклона с углом разориентации 30° [3].

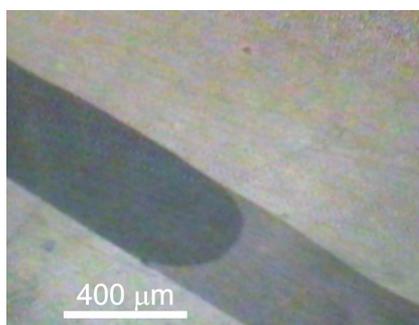


Рис. 2. Оптическая микрофотография формы границы в бикристалле цинка при температуре 673К [3].

Тугоплавкие металлы: молибден и ниобий

Бикристалл изготавливается методом плавающей зоны (с использованием кольцевой электронной пушки) от двух монокристаллических затравок. Для изготовления затравок используются два ориентированных цилиндрических монокристалла, основанием которых являются плоскости, перпендикулярные оси роста. Цилиндры разрезаются по диаметральным плоскостям таким образом, чтобы плоскости реза составляли между собой заданный угол. Бикристаллическую затравку набирают совмещением вместе монокристаллических половинок от двух цилиндров [2]. В процессе ориентирования и резки затравок возникают неточности, и невозможно получить симметричную границу. Если разрезать только один цилиндр, повернуть одну из половинок на 180° вокруг оси, перпендикулярной плоскости реза, и совместить их по плоскости реза, то такая операция приводит к высокому совпадению кристаллографических плоскостей при совмещении плоскостей реза [1]. Это особенно важно для изучения механических свойств границ зёрен. В результате граница бикристалла оказывается строго симметричной, а угол разориентации бикристалла равен удвоенному углу между направлением плоскости реза и направлением плоскости, относительно которой мы хотим получить границу.

Для исследования влияния положения плоскости в бикристалле на термодинамические (положение фасеток) свойства в качестве затравки использовали один монокристаллический цилиндр диаметром 8 мм нужной нам кристаллографической ориентации: в этом цилиндре вырезали коаксиально цилиндр диаметром 3 мм и не вынимая поворачивали его на заданный заранее угол. В результате после соединения с поликристаллической заготовкой и направленной кристаллизации получали бикристалл, в котором внутреннее зерно было окружено внешним зерном кольцеобразной формы, образуя границу наклона, плоскость залегания которой изменялась на 360° .

Для соединения монокристаллических затравок и поликристаллической заготовки используется миниатюрная печь сопротивления. Она представляет собой графитовый корпус, в среднюю часть которого вставлен нагреватель (нихромовая спираль). При пропускании через нагреватель тока, на поверхности средней части, находящейся над нагревателем, образуется зона с температурой, достаточной для плавления цинка. Область перехода от затравок к заготовке должна быть уже, чем затравки и заготовка, чтобы дефекты затравок не прорастали в получаемый бикристалл. Для алюминия в такой же конструкции используется силитовый нагреватель.

Такие бикристаллы использовались для изучения фазовых переходов фасетирования на границе зерна [3].

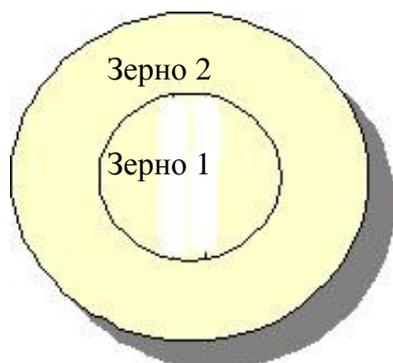


Рис. 3. Схема бикристалла для исследования влияния положения границы на её форму в ниобии.

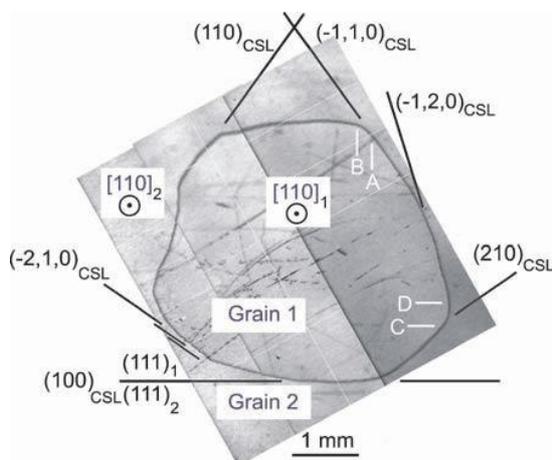


Рис. 4. EBSD фотография формы границы наклона $[110]$ в бикристалле ниобия [4].

Авторы благодарят Российский Фонд Фундаментальных исследований за финансовую поддержку направления исследований в рамках проекта РФФИ – ННИО 05 02 04017.

Список используемой литературы

1. Сурсаева В.Г., Глебовский В.Г., Копецкий Ч.В., Семёнов В.Н. Авторское свидетельство № 1089179 (1983)
2. Глебовский В.Г., Ломейко В.В., Москвин С.И., Семёнов В.Н., Винников Л.Я. ФММ, 54, № 7, с. 774-777 (1982)
3. V. G. Sursaeva, B. B. Straumal, A. S. Gornakova, L. S. Shvindlerman, G. Gottstein *cta Mater.* 56 (2008) 2726-2734
4. B. Straumal, V.N.Semenov, A.S. Khruzhcheva, Tadao Watanabe, *Journal of Materials Science* **40**, 871– 874 (2005)

ВОЗМОЖНОСТИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ ПРОЦЕССОВ ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ И РАЗРУШЕНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ. ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ Nano Indenter[®] G200

Коренков В. В., Воронов Г. А. *, Наседкин А. Ю.

Центр «Нанотехнологии и наноматериалы» ТамГУ, Тамбов, Россия,

korenkov@tsu.tmb.ru

** ЗАО «SCAN», Москва, Россия,*

voronov@scan.ru

Методы исследования материалов посредством локального нагружения принято условно разделять на макро-, микро- и наноиндентирование, ориентируясь в основном на характерные размеры области испытания. Международный стандарт ISO 14577, выделяет в подобных испытаниях три диапазона: макро- ($2 \text{ Н} \leq P \leq 30000 \text{ Н}$), микро- ($P < 2 \text{ Н}$, $h > 20 \text{ нм}$) и нано- ($h \leq 20 \text{ нм}$). Наноиндентирование в такой физиче-

ской классификации можно отнести к ситуации, в которой отклик на локальную нагрузку обусловлен небольшой пластической деформацией на фоне большой упругой. При этом твердость зачастую достигает теоретического предела прочности кристаллической решетки на сдвиг или близка к нему. Доминирующие атомные механизмы пластического течения в этих условиях сильно отличаются от традиционных дислокационных и требуют специального изучения.

С учетом таких особенностей поведения материалов при локальном нагружении, можно выделить три группы задач, которые можно решать методами наноиндентирования. Эти группы задач приведены ниже.

1. Установление границ резкого изменения механических свойств по мере уменьшения размеров объекта или области локального нагружения. Изучение закономерностей механического поведения различных материалов в области с характерным размером $h \leq 200$ нм и выявление природы наномеханических размерных эффектов, атомных механизмов пластического деформирования и разрушения в наномасштабе.
2. Разработка методов локальных испытаний, замещающих материал- и трудоемкие стандартные методы одноосных макроиспытаний (в частности, растяжение/сжатие) на одноразовых образцах многократными неразрушающими на одном образце в области нагрузок, где механические свойства можно считать размерно независимыми.
3. Моделирование и изучение трибомеханических процессов в элементарных наноконтактах (сухое трение, абразивный и эрозионный износ, тонкий помол, механоактивация поверхности и т.п.), с целью установления их механизмов на атомарном и нано- уровнях и последующего использования полученных данных для целенаправленного управления этими процессами в инженерной практике.

Контактный нанотестинг является, по существу, единственным экспериментальным средством получения именно количественных, а не только оценочных значений величин, характеризующих механические свойства поверхностных слоев материалов в нано- и субмикрообъемах. Это достигается за счет использования нагрузок, контролируемых с высокой точностью, высокочувствительных датчиков нормального и латерального перемещения зонда известной геометрии и позволяет достоверно определять площадь контакта индентора с материалом и мгновенные значения действующих напряжений. Кроме того, мониторинг в реальном времени отклика материала на силовое воздействие зонда позволяет исследовать кинетику микроструктурных процессов в наномасштабе, что затруднительно осуществить другими методами.

Одна из привлекательных особенностей наноиндентирования – это возможность извлечения разнообразных количественных характеристик материала из первичных данных путем смены протокола испытаний и программы обработки этих данных. Для большого числа таких характеристик и свойств существуют ясные общепринятые определения, стандарты, алгоритмы и программы их расчета. Таковыми можно считать:

- модуль Юнга E ;
- твердость H ;
- вязкость разрушения K_{Ic} ;
- локальные наноконтактные характеристики, в частности, контактную жесткость S , ее действительную S_r и мнимую S_{im} компоненты;
- критические значения силы P_c и контактных напряжений $\langle \sigma_c \rangle$ упруго-пластического перехода;
- макроскопический предел текучести σ_y ;

- показатель степени n в случае аппроксимации деформационного упрочнения степенным законом $\sigma = \sigma_y + B\varepsilon_p^n$, ε_p – пластическая деформация;
- диаграмму нагружения $\sigma = f(\varepsilon)$, восстанавливаемую по диаграмме $P = f(h)$;
- энергию W_{pl} , поглощенную в цикле «нагружение-разгрузка», и энергию упругого восстановления отпечатка W_e после разгрузки;
- долю упругой и пластической деформации под индентором по отношению к полной;
- показатель степени β в законе Мейера $P = Mh^\beta$ для роста силы вдавливания по мере увеличения глубины погружения конического или пирамидального индентора в материал;
- коэффициент скоростной чувствительности предела текучести и твердости $y' = \frac{\partial \ln \Delta S_y}{\partial \ln \Delta \dot{\epsilon}}$ и $y'' = \frac{\partial \ln \Delta H}{\partial \ln \Delta \dot{\epsilon}}$ соответственно;
- скорость dh/dt , энергию активации W_a , активационный объем v^* а также показатель степени g в законе логарифмической ползучести $dh/hdt = qt^g$;
- характеристики скачков деформации (амплитуда, скорость, длительность скачков и интервал между ними), статистические характеристики ансамбля скачков в прерывистых модах пластического течения;
- области и размерно-скоростные границы режимов монотонной и скачкообразной деформации под индентором для материалов, склонных к динамическому деформационному старению (эффект Портевена-Ле-Шателье);
- внутренние напряжения в приповерхностных слоях;
- моменты образования трещин на всех стадиях испытания;
- предел контактной выносливости по отношению к знакопеременному локальному нагружению;
- пористость;
- температуру хладноломкости.

Перечисленные методики измерений имеют специфические особенности и, зачастую, противоречивые требования к аппаратному обеспечению. Наибольшие возможности для исследователей обеспечивает система для наноиндентирования Nano Indenter[®] G200 (США). Это достигается, благодаря техническому принципу аппаратной реализации прибора G200, а также гибкости используемого программного обеспечения TestWorks.

Конструкция индентирующей головки с линейным электромагнитным приводом обеспечивает строго вертикальное движение колонны индентора без боковых отклонений за счет двух уникальных поддерживающих пружин, а смещение колонны определяется калиброванным по интерферометру емкостным датчиком. Это обеспечивает следующие характеристики для различных индентирующих головок Nano Indenter[®] G200 соответственно:

- разрешающую способность по силе $\Delta P = 50$ нН при максимальном усилии до 10 Н и по перемещению индентора $\Delta h = 0.01$ нм при максимальном перемещении более 500 мкм,
- разрешающую способность по силе $\Delta P = 1$ нН при максимальном усилии до 10 мН и по перемещению индентора Δh менее 0.01 нм при максимальном перемещении более 15 мкм.

Высокая точность измерений обеспечивается жесткостью конструкции прибора. Жесткость рамы Nano Indenter[®] G200 составляет $5 \cdot 10^6$ Н/м. А также реализованной в приборе компенсацией температурного дрейфа. Nano Indenter[®] G200 полностью удовлетворяет трем частям стандарта ISO 14577 1, 2, 3.

Программное обеспечение TestWorks позволяет управлять прибором, настраивать испытания, осуществлять сбор, регистрацию данных и визуализацию поверхностей образцов. Индентирование всех образцов на столе объектов полностью автоматизировано. Имеется возможность использования как 20 встроенных, так и собственных методик испытаний, расчетной модели Оливера-Фарра или модели пользователя. Автоматическая генерация отчетов с возможностью группировки серий испытаний облегчает анализ данных и повтор эксперимента. TestWorks является наиболее мощным программным инструментом для наноиндентирования.

В работе рассмотрены отдельные аспекты применения Nano Indenter® G200 для исследования зависимости характеристики пластичности широкого круга материалов от масштабов деформирования в диапазоне от 20 нм до 10 мкм, влияния микродобавок Al_2O_3 на твердость, модуль Юнга и динамическую вязкость разрушения тетрагональной поликристаллической структуры диоксида циркония ZrO_2 в поверхностном слое толщиной до 200 нм. Анализируются возможности метода непрерывного измерения жесткости в контакте (CSM) для исследования динамики вязкоупругого отклика полимеров на локализованное в области от 10 нм до 100 нм силовое воздействие.

Работа выполнена в рамках Приоритетного национального проекта «Образование» при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ (проекты № 06-08-01433 и № 06-02-96316).

УДК 602.18:620.17

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6

Мухаметрахимов М.Х.

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия

MSIA@mail.ru

В последние два десятилетия большой научный и прикладной интерес вызывают наноструктурированные (НС) материалы, имеющие средний размер зерен, меньший 100 нм и 1 мкм, соответственно. Повышенный интерес к НС материалам обусловлен тем, что их конструкционные и функциональные свойства значительно превосходят свойства обычно применяемых на практике промышленных материалов.

Уменьшение размера зерен до наноразмерного уровня в сплаве ВТ6 в результате всесторонней изотермическойковки приводит к существенному повышению его прочностных и усталостных свойств при удовлетворительных характеристиках пластичности. В обычном мелкозернистом состоянии этот сплав даже после упрочнения закалкой и старением демонстрирует заметно меньшие прочностные свойства (на 30%) и предел выносливости (на 20%) при том же уровне пластичности. Дополнительная холодная прокатка повышает предел прочности НС материала еще на 10-12% при сохранении пластичности. Это обстоятельство показывает, что достижение НС состояния в титановом сплаве ВТ6 позволяет реализовать рост прочности при одновременном сохранении характеристик пластичности материала. Необходимо отметить, что высокая прочность НС сплава ВТ6 сохраняется в интервале эксплуатационных для этого материала температур, т.е. до $T = 400^\circ C$. Дальнейшее повышение температуры приводит к резкому снижению прочностных характеристик и проявлению эффекта низкотемпературной сверхпластичности, который наблюдается на 200-

300°C ниже температурного интервала сверхпластичности обычного мелкозернистого материала.

Это явление можно реализовать при изготовлении силовых конструкций ответственного назначения с использованием сварки и формовки листовых заготовок в НС состоянии.

Исследованы влияние температуры сварки, давления и времени выдержки на структуру и свойства НС материала. Определены оптимальные режимы диффузионной сварки и выбор термической обработки НС сплава ВТ6. Повышение температуры сварки до 850°C сопровождается интенсивным укрупнением зерна и исчезновением приконтактных зон. Экспериментально установлено, что вакуумный отжиг не устраняет пористость ТФС температурой области низкотемпературной сверхпластичности и не повышает механических свойств.

Установлена преимущественно деформационная природа формирования ТФС при сварке давлением НС титанового сплава в температурно-скоростных условиях низкотемпературной сверхпластичности и это является основополагающим для разработки физической модели формирования ТФС.

Практический интерес к полученным результатам определяется уникальной возможностью сварки давлением при температурах в интервале 600-850°C не только НС, но и промышленных титановых сплавов использованием наноструктурных листов в виде промежуточных прокладок. Это открывает новые возможности для изготовления широкого ассортимента сложнопрофильных изделий при относительно низких температурах с использованием недорогого штампового инструмента. Результаты экспериментов являются научной основой для изготовления из титановых сплавов широкохордной полый лопатки вентилятора современного авиадвигателя при пониженной температуре.

ВОЗМОЖНОСТИ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕДЕНИЯ И СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ СИНЕРГЕТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Прокопьев Е. П.^{1,2}, Тимошенко С. П.¹

¹Московский государственный институт электронной техники (МИЭТ),
Зеленоград, Москва, Россия, spt@mice.ru

²ФГУП ГНЦ РФ Институт теоретической и экспериментальной физики
им. А.И.Алиханова, Москва, Россия, epprokopiev@mail.ru

На основании экспериментов и проведенных расчетов [1-18] можно сделать практически важные выводы. В образцах кремния при облучении, содержащих достаточно большие концентрации неравновесных междоузельных атомов кремния, при термообработках при низких температурах и даже комнатной температуре при наличии определенного сорта ловушек (например, РО) концентрация междоузельных атомов кремния C_I может претерпевать неравновесный фазовый переход второго рода $C_I = 0$ при $C_{PO} \geq C_{PO}^{kp}$ и $C_I = C_I'$ (конечное значение) при $C_{PO} < C_{PO}^{kp}$. То же самое относится и к величине C_V . Наличие таких бистабильных состояний C_I или C_V дает возможность при определенных условиях (например, создание ловушек для I и V) осознанно контролировать наличие собственных междоузельных атомов кремния или вакансий в кристалле. Например, из литературы [15–18] известно, что парамет-

ры изготавливаемых $p-n$ переходов можно значительно улучшить, если провести дополнительную операцию – облучение при низких температурах (вплоть до комнатной) слабыми дозами заряженных частиц. По-видимому, в процессе облучения создаются и (или) активируются дополнительные стоки (РО) для междоузельных атомов или вакансий, а их концентрации могут претерпевать неравновесные фазовые переходы. Это, по-видимому, и улучшает электрофизические параметры $p-n$ переходов и другие физико-химические параметры кремния и структур на основе кремния.

При этом временная эволюция $C_I(t)$ подчиняется уравнению Шлегля [8], а C_I принимает одно из двух возможных значений $C_I = 0$ при $C_{PO} \geq C_{PO}^{kp}$ и $C_I = C_I'$ (конечное значение) при $C_{PO} < C_{PO}^{kp}$. Действительно, при этой «температуре» перегретой решетки кремния $k_{k1} \approx 8,6 \cdot 10^{-13}$ см³/с, $k_2 \approx 4,5 \cdot 10^{-20}$ см⁶/с, $C_V \approx 1,2 \cdot 10^7$ см⁻³, так что, $(C_s)_{kp} \approx 2,3 \cdot 10^8$ см⁻³, а $C_I \approx 2,4 \cdot 10^8$ см⁻³, при $C_s \approx 10^8$ см⁻³. Естественно, что при $C_s > 2,3 \cdot 10^8$ см⁻³ $C_I = 0$. Интересно отметить, что выполненные оценки величин C_I согласуются со значением $C_I \approx 10^{11}$ см⁻³ при 1000 °С, приведенным в [18]. Там же отмечается, что собственный междоузельный атом кремния образует два донорных и два акцепторных уровня в запрещенной зоне кремния. Это результат имеет фундаментальное значение для физики и химии кремния (в том числе и для наноматериалов, используемых в электронной и атомной промышленности). Отметим, что квази-химический подход Шлегля может с успехом применяться и при рассмотрении поведения в кремнии легирующих примесей III и V групп.

Особо важную роль представляет важный случай эволюции атмосферы собственных точечных дефектов в наноматериалах (например, нанокремний на полимере) при получении и эксплуатации. Как известно, высокие эксплуатационные характеристики и свойства технически важных материалов (как впрочем и всех материалов) на атомарном уровне связаны с генерацией на начальном этапе собственных френкелевских междоузельных пар (атомов и вакансий). Эти междоузельные атомы и вакансии в процессе работы материалов в свою очередь взаимодействуют между собой весьма сложным образом, в результате чего создаются дефекты или комплексы дефектов сложного состава, которые могут давать, в конечном счете, дислокации, разупорядоченные области (РО) и поры. Такого рода нанодефекты и дефекты могут играть роль активных центров нарушения основных характеристик материала, например, к механическим и радиационным воздействиям. Предохранение основных эксплуатационных характеристик несомненно связано с необходимостью наличия в материале неких ловушек междоузельных атомов и вакансий. Эти нанобъекты в больших количествах наблюдаются в наноматериалах. В объеме наноматериала в качестве ловушек собственных междоузельных атомов и вакансий могут служить интерфейсы, поры, пустоты, вакансии и т.д. нанометровых размеров, формирующие «пустое» пространство в материале. Под пустотой здесь понимается пространство наноматериала, свободное от наночастиц материнского материала, формирующих его каркас. Это пустое пространство наноматериала, по-существу является его внутренней атмосферой, содержащей помимо атомов и молекул земной атмосферы свои собственные атомы и вакансии и их комплексы, находящиеся в термическом равновесии с поверхностью наночастиц. Большое значение в связи с этим приобретают исследования процессов тепло- и массопереноса в объеме наноматериалов, несомненно имеющие свои ярко выраженные особенности, связанные с малыми размерами нанобъектов: наночастиц, нанобъектов пустоты и чрезвычайно развитой поверхности раздела между наночастицами материала и нанобъектами «пустоты». Вследствие чрезвычайно высоких скоростей диффузионных процессов в наномате-

риалах несомненно имеют место самозалечивание механических и радиационных нарушений твердотельного каркаса наночастиц в процессе эксплуатации. Эти высказанные соображения на качественном уровне соображения в свою очередь могут быть подкреплены элементарными расчетами, основанными на расчетах с использованием простейших синергетических моделей.

В этом случае из проведенных следует, что, как и для случая обычных образцов кремния, концентрациям C_I собственных междоузельных атомов кремния (I) и концентрациям C_V вакансий (V) в атмосфере собственных дефектов кремния возможно присуще наличие бистабильных состояний, переход между которыми может быть описан квазихимическими реакциями Шлегля. Наличие таких бистабильных состояний дает возможность при определенных условиях (создание ловушек, например, бивакансий C_{bV} в процессе эксплуатации и облучения) осознанно контролировать наличие собственных междоузельных атомов в кремнии. В связи с этим в рамках синергетического подхода выдвинута гипотеза о высоких эксплуатационных характеристиках наноматериалов, объясняющая на основе синергетических подходов высокие эксплуатационные характеристики наноматериалов на основе кремния (например, слои гибкого кремния нанометровых размеров). Здесь ловушками собственных междоузельных атомов кремния и вакансий является поверхность гибкого кремния. В объеме наноматериала, как уже упоминалось, в качестве ловушек собственных междоузельных атомов и вакансий могут служить интерфейсы, поры, пустоты, вакансии и т.д. нанометровых размеров. Причем суммарная концентрация C_{nD} ловушек нанообъектов в наноматериалах очень велика. Поэтому в наноматериалах, по-видимому, реализуется преимущественно случай $C_{nD} \gg C_{bV}^{kp}$ (C_{bV}^{kp} – критическое значение C_{bV} , при котором наблюдаются переходы $C_I \rightarrow 0$, $C_V \rightarrow 0$, так что $C_I = 0$, $C_V = 0$). Это возможно предохраняет наноматериалы от образования дислокаций и РО, источником которых могут служить собственные междоузельные атомы и вакансии, образующиеся в процессе работы наноматериала (особенно в экстремальных условиях), что и объясняет его высокие эксплуатационные свойства (например, механические и радиационные свойства) по сравнению со свойствами обычных материалов.

Список литературы

1. А.И.Гусев. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. М.: Физматлит, 2005. С.270-292
2. Николис Г., Пригожин И. Познание сложного. Введение. М.: Мир, 1990. 342 с. Гл. 6.
3. Пригожин И. От существующего к возникающему. М.: Мир, 1985. 342 с.
4. Николис Г., Пригожин И. Самоорганизация в неравновесных системах. М.: Мир, 1979. 517 с.
5. Хакен Г. Синергетика. М.: Мир, 1980. 404 с.
6. Прокопьев Е.П. // ФХОМ. 1992. № 4. С.107-111.
7. Прокопьев Е.П // Письма в ЖТФ. 1992. Т. 18, вып. 21. С. 80 - 84.
8. Schlögl F. // Zs. Phys. 1972. V.253. № 1. P.147-161.
9. Колобов Н.А., Самохвалов М.М. Диффузия и окисление полупроводников. М.: Металлургия, 1975. С.228-233.
10. Frank W., Goesele U., Mehrer H., Seeger A. Diffusion in Silicon and Germanium. Copyright. Acad. Press. Inc. 1984. P.63
11. Marooka M., Yoshida M. // J. Appl. Phys. 1989. V.29. №3. P.457.
12. Okino T., Yoshida M. // J. Appl. Phys. 1989. V.28. №1. P.86.
13. Шелль Э. Самоорганизация в полупроводниках. М.: Мир, 1991. 459 с.
14. Kang U., Schroder D.K. // Appl. Phys. 1989. Vol.65, №3. P.2974.

15. Прокопьев Е.П. О геттерировании и синергетическом подходе в проблеме кремния. Деп. в ВИНТИ. 5.07.91. М.: 1991. 71 с.
16. Прокопьев Е.П. // Высокочистые вещества. 1992. № 4. С. 47- 53.
17. Прокопьев Е.П. // Известия вузов. Химия и химическая технология. 1994. Т.37, №7-9. С. 18.
18. Прокопьев Е.П. // Высокочистые вещества. 1995. № 5. С. 24 - 29.

РАЗМЕРЫ НАНОДЕФЕКТОВ В ПОРИСТЫХ СИСТЕМАХ И НЕКОТОРЫХ ДЕФЕКТНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО ДАННЫМ МЕТОДА ПОЗИТРОННОЙ АННИГИЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

¹Графутин В. И., ¹Залужный А. Г., ¹Илюхина О. В., ¹Мясищева Г. Г.,
^{1,2}Прокопьев Е. П., ²Тимошенко С. П., ¹Фунтиков Ю. В.

¹ *Институт теоретической и экспериментальной физики им. А.И.Алиханова, Москва, eprokopiev@mail.ru, (<http://www.prokopiev.narod.ru>)*

¹ *Московский институт электронной техники (Технический университет)*

Позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) [1–4] включает себя в основном три метода: изучение временного распределения аннигиляционных фотонов (ВРАФ), углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) и доплеровского уширения аннигиляционной линии с энергией 0,511 МэВ (ДУАЛ) [1,2]. Метод ВРАФ дает сведения об электронной плотности в месте аннигиляции позитрона, а методы УРАФ и ДУАЛ дают информацию о распределении импульсов электронов. Проведенные исследования [1,2] позитронной аннигиляции в компактированных нанокристаллических металлах и сплавах [3], а также в полупроводниках [1,2] и пористом кремнии [2] показали, что позитроны эффективно зондируют свободные объемы (в основном вакансии и дивакансии) с размерами ≤ 1 нм как в металлах и сплавах, так и в полупроводниках и пористых системах.

Ниже рассматривается важный вопрос о методах определения размеров нанобъектов по временам жизни τ и ширинам узких импульсных распределений $\theta_{1/2}$ для позитронов, аннигилирующих в вакансиях, порах и пустотах и в интерфейсах в компактированных нанокристаллических материалах, а также в различных материалах, подвергаемых облучению различными элементарными частицами и γ лучами, на основе теоретических представлений, приведенных в [5], и различные примеры их применений.

Обычно для расчетов используется простая модель, когда позитрон и Ps находятся в сферической яме радиусом R_0 с бесконечно высоким потенциальным барьером. Для того чтобы избежать детальных расчетов электронной плотности, обычно допускается [5], что ортопозитроний ($o-Ps$) и позитрон аннигилируют эффективно в некоем пограничном слое свободного объема толщиной R_w

$$\lambda = 2P = 2 \left[1 - \frac{R}{R_0} + (2\pi)^{-1} \sin \left(\frac{2\pi R}{R_0} \right) \right], \quad (1)$$

где $R = R_0 - R_w$. Анализ аннигиляции $o-Ps$ в материалах с известными значениями радиусов пор на основе уравнения (1) показывают, что величина $R_w \equiv \Delta R = R_0 - R = 1,656 \text{ \AA}$. Таким образом, уравнение (1) является основой для оп-

ределения радиусов пор. ВРАФ спектроскопия оказалась особо эффективным методом определения размеров ультрамикropор (с размерами $R_0 \leq 10 \text{ \AA}$) и их распределения по радиусам [5].

Применим ту же самую квантовую модель Ps с целью получения связи между экспериментальными значениями $\theta_{1/2}$ ($FWHM$ (full width half-maximum)) узкой компоненты УРАФ и радиусом свободного объема R . В этом случае соотношение между R и $\theta_{1/2}$ для парапозитрония ($p - Ps$) имеет вид [5]

$$R = \frac{16,60}{\theta_{1/2}} - R_w, \quad (2)$$

где R , R_w и $\theta_{1/2}$ выражаются в \AA и $mrad$ соответственно. Используя уравнения (1), (2), можем оценивать радиусы свободных объемов в пористых системах, дефектных материалах и наноматериалах по измерению величин $\theta_{1/2}$ узкой компоненты методом УРАФ. Отметим, что в рассматриваемых нами случаях кремния и кварца случаях для соотношения между R и $\theta_{1/2}$ рационально использовать приближенную формулу

$$R \approx R_0 = 16,6 / \theta_{1/2}, \text{ мрад} \quad (3)$$

так как значение R_w для кремния и кварца в случае $p - Ps$ в литературе не нашли. В формуле (3) $\theta_{1/2}$ – ширина узкой компоненты в спектрах УРАФ, определяемая движением центра масс парапозитрония.

Далее рассмотрение кинетической схемы аннигиляционных распадов и превращения позитрона и парапозитрония в области захвата позитронов слоя дает возможность получить связь между константой захвата k_{tr} и интенсивностью узкой компоненты $I_{tr} \cong I_1$

$$k_{tr} \cong I_{tr} \lambda_{tr}, c^{-1} \quad (4)$$

Здесь $\lambda_{tr} \approx 10^{10} c^{-1}$ – скорость аннигиляционного распада позитрона (парапозитрония) в области захвата, для $o - Ps$ величина $\lambda_{tr} \approx 10^9 c^{-1}$.

В свою очередь, величина константы k_{tr} в свою очередь может быть оценена по известной формуле

$$k_{tr} = \sigma_+ \nu \bar{N}_d, \quad (5)$$

Здесь σ_+ – среднее значение сечения захвата дефектами объемных состояний парапозитрония; ν – скорость термализованных состояний парапозитрония; \bar{N}_d – средняя концентрация дефектной области кристалла, чувствительных к термализованным объемным состояниям парапозитрония, D_+ – коэффициент диффузии объемных состояний парапозитрония. Из приведенных выражений можно определить величины k_d , \bar{N}_d и \bar{R}_d , если известны такие параметры, как λ_1 , D_+ , $\bar{\sigma}_+(i)$ и ν . Ниже приводятся наши данные по определению размеров нанообъектов и их концентраций методом УРАФ для пористого кремния, кремния и монокристаллов кварца, облученных протонами, и порошках кварца.

Для экспериментального значения в пористом кремнии $\theta_{1/2} \approx 1,0 \text{ мрад}$ [4], получили среднее значение радиуса пор $R \approx 20,7 \text{ \AA} \approx 2 \text{ нм}$. Их концентрация в пористом слое оказалась равной $\sim 10^{14} \text{ см}^{-3}$.

Согласно [6], средние концентрации радиационных дефектов в протонированных пластинах кремния в приповерхностных слоях с определенными значениями \bar{k}_d получились заключенными в пределах $\bar{N}_d \sim 10^{16} - 10^{17} \text{ см}^{-3}$. По формуле (1) по вре-

менам жизни позитронов в точечных дефектах [3] оценили их средний радиус $R_d \approx 1,6$ Е. Таким образом, на основании вышеизложенного можно полагать, что в исследованных нами пластинах кремния, облученных протонами, обнаруживаются прежде всего радиационные дефекты типа вакансий V и их комплексов. Именно точечные радиационные дефекты с размерами (диаметрами) порядка от 3 до 10 Е являются эффективными центрами захвата позитронов.

Как показали наши эксперименты, при аннигиляции полностью термализованных атомов парапозитрония в монокристаллах кварца в интервале температур 288-633 К полная ширина узкой компоненты на ее полувысоте $\theta_{1/2}$ составляет всего $\theta_f \approx 1,03 \div 1,25$ мрад, а для широкой компоненты $\theta_w \approx 10$ мрад. Используя уравнение (3), определили радиусы свободных объемов в кварце по измерению величин $\theta_{1/2}$ узкой компоненты методом УРАФ. Оказалось, что радиусы локализации атома парапозитрония зависят от температуры и изменяются в температурном интервале от 15 до 360 °С от значения 13,3 Е при 15 °С до значения 16,3 Е при 360 °С. Отсюда из данных табл.2 определили концентрацию центров захвата парапозитрония в кварце: при $R \approx 12 \cdot 10^{-8}$ см, $I_f \approx 0,03$ $\bar{N}_d = k_{tr} / \sigma_{ps} v = I_f \lambda_{tr} / \pi R^2 v \approx 4,2 \cdot 10^{14}$ см⁻³. Согласно этим данным можно полагать, что эффективными свободными центрами (областями захвата позитрония) являются скорее всего вакансии или дивакансии, возникающие в результате упругих напряжений, обусловленных примесями внедрения, и радиационных нарушений в объеме кристалла кварца,

В случае порошков кварца спектры УРАФ разлагались на три компоненты с интенсивностями I_{gi} и ширинами $(\theta_{1/2})_{gi}$ (табл.3). Компоненту с интенсивностью I_{g1} и шириной $(\theta_{1/2})_{g1}$ относили к аннигиляции позитронов на частицах кварца. Компоненты с интенсивностями I_{g2} , I_{g3} и ширинами $(\theta_{1/2})_{g2}$, $(\theta_{1/2})_{g3}$ относили к аннигиляции $p - Ps$, захваченного ловушками различного типа с радиусами R_{g2} , R_{g3} в пространстве порошка. В этом случае для определения радиусов R_{g2} , R_{g3} использовали формулу (3) Таким образом, проведенные нами исследования позитронной аннигиляции в порошках кварца показали, что позитроны эффективно зондируют различные свободные объемы в этих образцах кварца.

Таким образом, проведенные нами исследования позитронной аннигиляции в пористом кремнии, пластинах кремния и монокристаллах кварца, облученных протонами, а также в порошках кварца показали, что позитроны эффективно зондируют различные нанообъекты в этих веществах.

Список литературы

1. В.И.Графутин, Е.П.Прокопьев. // Успехи физических наук. 2002. Т.172. №1. С.67-83.
2. Е.П.Прокопьев, С.П.Тимошенко, В.И.Графутин, Г.Г.Мясищева, Ю.В.Фунтиков. Позитроника ионных кристаллов, полупроводников и металлов. М.: Ред.-изд. отдел МИЭТ (ГУ), 1999. 176 с.
3. А.И.Гусев. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. М.: Физматлит, 2005. С.270-292
4. С.А.Гаврилов, В.И.Графутин, О.В.Илюхина, Г.Г.Мясищева, Е.П.Прокопьев, С.П.Тимошенко, Ю.В.Фунтиков. Письма в ЖЭТФ. 2005. Т.81. Вып.11-12. С.680-682.
5. Y.C.Jean. Positron Annihilation Spectroscopy for Chemical Analysis: A Novel Probe for Microstructural Analysis of Polymers // Microchem. J. 1990. Vol.42. P.72-102.
6. В.И.Графутин, О.В.Илюхина, В.В.Калугин, Г.Г.Мясищева, Е.П.Прокопьев, Ю.В.Фунтиков, Ан.С.Тимошенко, Д.К.Григорьев, С.П.Тимошенко. Физика и химия обработки материалов. 2006. №5. С.5-12.

ДИНАМИЧЕСКИЕ КОНФИГУРАЦИОННЫЕ ВОЗБУЖДЕНИЯ И ЗАРОЖДЕНИЕ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ

Каминский П. П., Хон Ю. А.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

Khon@ispms.tsc.ru

Дислокации и микроскопические (зародышевые) трещины (размером около 10^{-4} mm) принадлежат к числу основных дефектов, зарождение и развитие которых приводит к пластической деформации и разрушению твердых тел. Основные закономерности зарождения дефектов экспериментально хорошо изучены [1,2]. Отметим некоторые из них. Во-первых, дефекты всегда зарождаются либо на свободной поверхности, либо на границах раздела. Во-вторых, дефекты зарождаются при напряжениях $\sigma \ll \sigma_{th} \approx 0,1\mu$ (σ_{th} – теоретическая прочность, μ – модуль сдвига).

Если использовать известные потенциалы межатомного взаимодействия, то во всех указанных моделях дефекты могут зарождаться только при $\sigma \approx (0,1-1) \sigma_{th}$ и температуре $T \gg 0$ К. Убедительного объяснения столь разительного расхождения теоретических оценок с экспериментом в рамках существующих моделей нет. Задача о зарождении дефектов в кристаллах при низких температурах и малых степенях деформации остается нерешенной. В работе предлагается один из подходов к ее решению.

Деформируемый кристалл не является изолированной системой и находится в смешанном квантовомеханическом состоянии. В этом состоянии среднее значение любой физической величины определяется как некогерентная смесь всевозможных чистых состояний. К числу чистых состояний, в частности, относятся идеальный кристалл, кристалл с дефектами, в том числе кристалл со свободной поверхностью. Чистые состояния конденсированной среды различаются типом ближнего порядка в распределении атомов. Переход от одного типа ближнего порядка к другому происходит за счет динамических конфигурационных возбуждений (ДКВ) [3]. ДКВ являются возбуждениями электрон-ионной системы и представляют кластеры, в которых вследствие флуктуаций межатомного взаимодействия устанавливается ближний порядок в распределении атомов, отличный от исходного. Отсюда вытекает, что зарождение дефектов следует рассматривать как неравновесное (кинетическое) структурное превращение в смешанном состоянии кристалла.

Для характеристики ближнего порядка в деформируемом кристалле вводятся два параметра порядка p , q . В случае зарождения дислокации параметр порядка q определяет долю атомов в возбужденном состоянии, а p - долю атомов, смещения которых протекают за счет тепловых флуктуаций. При зарождении микротрещины параметр порядка p определяет долю атомов в состоянии предразрушения, q - распределение избыточного объема.

В локальном приближении неравновесной термодинамики при скоростях $v_i/c_s \ll 1$ (c_s – скорость звука) получены уравнения эволюции для параметров порядка

$$t_p \frac{dp}{dt} = X(p, q, e_{ij}, T) + t_p \operatorname{div}[D_{pp} \nabla p + D_{pq} \nabla q], \quad (1)$$

$$t_q \frac{dq}{dt} = Y(p, q, e_{ij}, T) + t_q \operatorname{div}[D_{qq} \nabla q + D_{qp} \nabla p], \quad (2)$$

где X , Y – безразмерные функции источников и стоков, t_p , t_q - характерные времена изменения параметров порядка, D_{pp} , D_{qq} , D_{pq} , D_{qp} - коэффициенты переноса, извест-

ным образом зависящие от напряжений и температуры. Зарождение дислокаций и микротрещин описывается разными функциями X , Y .

Проведен анализ решений уравнений (1), (2). Показано, что при нахождении системы в автоколебательном режиме формируются бегущие локализованные импульсы смещений атомов (рис.1). Здесь распределению параметра порядка q соответствуют кривые 1,3,5,7, а p - кривые 2,4,6,8. Кривые построены для моментов времени $300t_q$ (кривые 1,2), $500t_q$ (кривые 3,4), $1500t_q$ (кривые 5,6), $2400t_q$. Ближний порядок в импульсе характерен для не упруго деформированной среды. Параметры порядка меняются в фазе. Перед импульсом и за ним среда находится в исходном упруго деформированном состоянии. Такой тип решений описывает движущуюся дислокацию. Если среда находится в режиме расслоения однородного состояния, тогда происходит локализация избыточного объема (рис. 2). Это соответствует образованию микротрещины. Из рис. 2 видно, что параметры порядка меняются в противофазе.

Показано, что зарождение дефекта происходит гетерогенным образом. Источником начальных возмущений выступают неоднородности структуры. В совершенном кристалле такими источником являются поверхности раздела, включая его свободную поверхность.

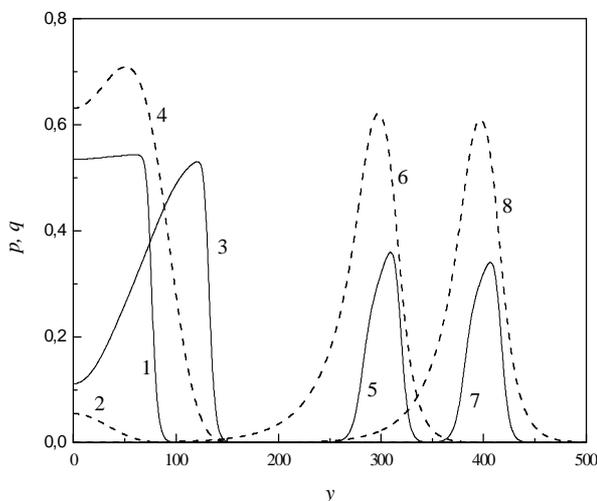


Рис. 1.

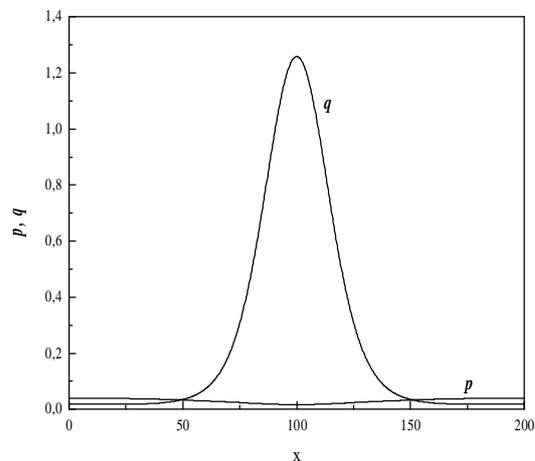


Рис. 2.

Таким образом, учет динамических конфигурационных возбуждений в смешанном состоянии кристалла позволяет дать непротиворечивое описание основных закономерностей неупругой деформации кристалла, протекающей путем гетерогенного зарождения элементарных носителей сдвиговой деформации – дислокаций и микротрещин. Реальное значение предела упругости и предела прочности кристалла обусловлено структурными переходами в смешанном состоянии кристалла.

Список литературы

1. Дударев Е.Ф. Микропластическая деформация и предел текучести поликристаллов. Томск: Изд-во ТГУ, 1988.- 255 с.
2. Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г. Эволюция микроскопических трещин и пор в нагруженных твердых телах. ФТТ, 2005, т. 47, вып.5, с. 801-807.

НОВЫЕ ПИГМЕНТИРОВАННЫЕ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, СОДЕРЖАЩИЕ НАНОЧАСТИЦЫ

Николайчик А. В., Прокопчук Н. Р.

*Белорусский государственный технологический университет, г. Минск,
Республика Беларусь
polirana@mail.ru*

Развитие промышленности неизбежно требует создания новых лакокрасочных материалов (ЛКМ) с заданным комплексом свойств. Наиболее простой и эффективный путь их регулирования – введение модификаторов. Модификаторами для полимерных композиционных материалов могут служить практически все существующие и созданные материалы. Особый интерес представляют нанодисперсные материалы, имеющие перспективность использования в качестве высокоэффективных добавок к ЛКМ.

Ранее нами было проведено исследование влияния углеродных наночастиц на структуру и свойства лаковых непигментированных лакокрасочных материалов, производимых в Республике Беларусь, которое показало возможность и целесообразность данной модификации. Опираясь на собственный и мировой опыт в области нанотехнологий, применяемых в лакокрасочной промышленности, нами была предпринята попытка модификации пигментированных ЛКМ углеродными наноматериалами.

Цель работы – исследовать возможность и определить целесообразность модификации наиболее перспективных промышленно производимых в Республике Беларусь пигментированных ЛКМ (грунтовок, эмалей, воднодисперсионных красок) углеродными наноматериалами, которые являются побочными продуктами отечественного производства, а также изучить влияние количественного и качественного содержания наномодификаторов на структуру и свойства модифицированных материалов и покрытий.

В качестве основных объектов исследования были выбраны алкидные и меламиналкидные эмали, используемые на предприятиях по окраске автомобильных деталей, а также в гражданском и промышленном строительстве.

В качестве углеродных наноматериалов были использованы углеродные нанотрубки (УНТ), алмазосодержащая шихта (АШ-А) и ультрадисперсный алмаз (УДА), основные характеристики которых приведены в табл. 1.

При проведении данного исследования мы учитывали сложность введения тонкодисперсных частиц в полимерную матрицу и для обеспечения их дисперсности, агрегативной устойчивости и равномерного распределения в ЛКМ использовали обработку поверхности частиц в сочетании с применением современной диспергирующей техники.

Результаты испытания основных эксплуатационных свойств модифицированных меламиналкидных покрытий на основе эмали МЛ-12 и немодифицированного образца позволяют выделить наиболее эффективную нанодобавку – алмазосодержащую шихту, введение которой увеличивает наиболее ценное свойство лакокрасочного материала – адгезию – с 1 до 0 баллов (наивысшая адгезия по методу решетчатых надрезов).

Таблица 1. Основные характеристики использованных в работе углеродных наноматериалов (УНМ)

Наименование УНМ	Технология изготовления	Размер частиц, нм	Удельная поверхность, м ² /г	Изготовитель
Углеродные нанотрубки (УНТ)	Реакция смеси Н ₂ , СО и N ₂ в плазме высоковольтного разряда при атмосферном давлении	40-200 (диаметр) 1500-5000 (длина)	100-150	Институт тепло- и массообмена НАН Беларуси, г. Минск
Алмазосодержащая шихта (АШ-А)	Детонационный синтез энергией взрыва смесевых зарядов тротилгексогена в вакуумных камерах	4-6	350-450	НП ЗАО «Синта», г. Минск
Ультрадисперсный алмаз синтетический (УДА)	Детонационный синтез энергией взрыва смесевых зарядов тротилгексогена в вакуумных камерах	3-10	350-500	ЗАО «Ас-тим», г. Гродно

Повышение прочностных характеристик меламиналкидного покрытия при модификации алмазосодержащей шихтой уловить не представляется возможным, поскольку эти характеристики для меламиналкидной эмали МЛ-12, определяемые с помощью существующих методов, максимальны. Ультрадисперсный алмаз также можно считать эффективной добавкой к эмали МЛ-12, поскольку с ее введением в систему увеличиваются твердость покрытия и адгезия, хотя и в менее значительной степени по сравнению с АШ. Однако следует отметить некоторое снижение эластичности покрытия, которая для лакокрасочных покрытий оценивается прочностью при ударе и изгибе. Введение в меламиналкидную систему углеродных нанотрубок не представляется целесообразным, поскольку это приводит к неизменяемости, а в большинстве случаев и к падению свойств получаемых покрытий. Для систем МЛ-УДА и МЛ-АШ оптимальной концентрацией нанодобавки является 0,5% мас.

Было интересно проверить действие нанодобавок на свойства универсальных лакокрасочных материалов, используемых не только в автомобиле- и станкостроении, но и в быту. Поэтому была проведена модификация алкидной пентафталевой эмали ПФ-266, предназначенной для покрытия полов, углеродными нанотрубками и алмазосодержащей шихтой. В сравнении с меламиналкидными модификация алкидных ЛКМ углеродными наноматериалами позволяет более существенным образом изменять (улучшать) комплекс физико-химических свойств формируемых покрытий. Это вполне объяснимо, поскольку известно, что один и тот же наполнитель или модификатор может по-разному влиять на структуру и свойства различных пленкообразующих веществ. Вероятно, проявление большей эффективности УНМ в случае внедрения их в алкидную матрицу можно объяснить более сильным межмолекулярным взаимодействием в меламиналкидном полимерном материале. Наибо-

лее эффективно применение наполнителей в полимерах с гибкими макромолекулами, то есть с низким уровнем межмолекулярного взаимодействия.

Так, даже углеродные нанотрубки, которые не улучшали и даже снижали некоторые свойства в меламиноалкиде, при добавлении их в универсальную алкидную эмаль ПФ-266 повышают прочность при ударе. Модификация эмали ПФ-266 алмазо-содержащей шихтой носит аналогичный характер. Введение оптимальных концентраций обеих добавок приводит к увеличению этого свойства, косвенно характеризующего величину эластичности покрытия, в 2,5 раза.

По всей видимости, наблюдаемый эффект связан с тем, что поверхность углерода может адсорбировать часть функциональных групп олигомера, которые в отсутствие модификатора должны участвовать в процессе отверждения. В результате этого формируется более совершенная, непереотвержденная трехмерная структура полимера. Подтверждением этого предположения является снижение твердости алкидного покрытия при его модификации наночастицами. При использовании в качестве модификатора алкидного покрытия углеродных нанотрубок имеет место допинговый эффект, заключающийся в том, что наиболее эффективное модифицирующее влияние наночастиц проявляется при введении малого («допингового») количественного содержания добавок (до 0,05 % мас.). Существует некоторая пороговая концентрация наполнителя, обеспечивающая максимальное увеличение эксплуатационных свойств покрытия. Вероятно, это связано с размерами и формой наночастиц углеродных нанотрубок, которые позволяют макромолекулам проникать внутрь этих трубок и не участвовать в процессах отверждения. И если в небольшом количестве это явление положительно сказывается на формировании оптимальной сетчатой структуры, то при увеличении концентрации углеродного наноматериала адсорбируется слишком большое количество групп, которые должны участвовать в процессах отверждения, что приводит к образованию дефектных участков в отвержденном материале и, следовательно, к незначительному падению эксплуатационных свойств модифицированного покрытия.

Механизм воздействия наноразмерных углеродных модификаторов на свойства покрытий заключается, по-видимому, во влиянии на молекулярную и надмолекулярную структуры полимерных материалов. С одной стороны, введение нанодобавок в рецептуры ЛКМ приводит к снижению густоты химической сетки и формированию новой наиболее эффективной сетчатой структуры, фрагменты которой обладают гибкостью, что подтверждается результатами исследования способности полимерных образцов к набуханию в ксилоле. С другой стороны, введение в полимерный материал малых добавок веществ, химически с ним не взаимодействующих, может оказывать влияние на морфологию надмолекулярной структуры, которая для редкосшитых полимеров мало отличается от таковой для линейных полимеров. Выполненные электронные микрофотографии покрытий показывают, что, являясь зародышеобразователями кристаллизации, наночастицы способствуют формированию мелкодендритной структуры, обнаруженной в модифицированном меламиноалкидном материале, и, тем самым, повышают деформационно-прочностные, физико-механические, адгезионные и защитные свойства покрытия.

ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА ПРОЧНОСТЬ ПРОМЫШЛЕННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1421

Могучева А. А., Кайбышев Р. О.

Белгородский государственный университет, г. Белгород, Россия,
annam08@mail.ru

С давних пор интенсивно ведутся работы, направленные на улучшение механических свойств алюминиевых сплавов, в том числе за счет формирования в них УМЗ структуры посредством интенсивной пластической деформации. При этом общепринято, что одним из наиболее перспективных методов является равноканальное угловое (РКУ) прессование. [1]. Формирование однородной ультрамелкой рекристаллизованной микроструктуры обеспечивает высокие служебные свойства и улучшение обрабатываемости этих сплавов. [2].

Рассматриваемая тема, несмотря на снизившийся интерес к Al-Li сплавам и малый объем их использования, в настоящее время остается актуальной, потому что среди существующих алюминиевых сплавов пока нет альтернативы Al-Li сплавам с точки зрения достижения комплекса эксплуатационных свойств [3].

В связи с этим целью данной работы является изучение влияния микроструктуры на механические свойства, для определения оптимального режима получения микроструктуры для повышения прочностных свойств.

Исходная микроструктура деформированного прутка алюминиевого сплава 1421 характеризуется сильной неоднородностью. Структура состоит из крупных вытянутых, вдоль направления прессования, зерен, в приграничных областях которых расположены скопления мелких рекристаллизованных зерен. Объемная доля нерекристаллизованных зерен составляет 88%. Средний размер мелких рекристаллизованных зерен составляет ~5 мкм. Размер крупных вытянутых зерен составляет 171 мкм в продольном и 21 мкм в поперечном направлениях. Средняя плотность дислокаций в теле зерен составляет $\rho=5 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$.

В просвечивающем электронном микроскопе были выявлены два типа частиц: Al_2LiMg (S_1 - фаза) и дисперсные частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$. Частицы Al_2LiMg (S - фаза) имеют пластинчатую форму с размером 1 мкм в продольном и 0,5 мкм в поперечном направлении. В отличие от S -фазы, дисперсные частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ имеют равноосную форму и средний размер ~40 нм.

С увеличением степени деформации $e = 2,4,8$ при температуре 325°C в результате РКУ прессования сплава системы Al-Li-Mg формируется однородная рекристаллизованная структура, размер зерен уменьшается с 171/21 до 1,7 мкм. В результате РКУ прессования при температуре 325°C после $e=2$ в материале формируется частично рекристаллизованная структура, занимающая 70% объема материала. Рекристаллизованные зерна имеют равноосную форму и средний размер 3 мкм (по данным оптики), БУГ занимают 50% объема материала. Средний угол разориентировки составляет 21,3%. С увеличением степени деформации до $e = 4$ объем рекристаллизованной структуры увеличивается до 81%. При этом средний размер рекристаллизованных зерен существенно не изменяется и составляет величину 2.1 мкм, при существенном увеличении доли БУГ 78,7%. Наблюдается также увеличение угла разориентировки границ до 30,7%. Средняя плотность дислокаций в теле зерен составляет $\rho = 5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. В результате РКУ прессования до степени деформации $e=8$ сплава системы Al-Mg-Li-Sc при температуре 325 °C увеличивается однородность микроструктуры, размер зерен уменьшается до 1,7 мкм. Объемная доля рекристаллизованной структуры при $e = 8$ составляет 85%, Большеугловые границы занимают

80% объема материала. Средний угол разориентировки составляет $33,5^\circ$. Средняя плотность дислокации в теле зерен составляет $\rho = 2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$.

В таблице 1 приведены механические свойства для трех состояний сплава 1421, для сравнения в ней также представлены типичные механические свойства сплавов системы Al–Li–Mg после стандартной термической обработки.

Изучение влияния УМЗ структуры на механические свойства показало, что на прочностные свойства УМЗ материалов влияет не только средний размер зерна, но и дефектная структура границ зерен [4]. В сплаве 1421 имеются крупные выделения фазы Al_2LiMg , формирующиеся главным образом на границах зерен. По мере развития старения эти частицы растут, а упрочняющая δ' -фаза (Al_3Li) исчезает, что привело к падению прочности [5].

Таблица 1. Механические свойства сплава 1421 при комнатной температуре.

Состояние	Размер зерен, мкм		$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %
	мелкие	крупные			
Исх.деф. ТО	5	171/21	400	522	14.3
РКУП 2 пр. ТО	3	120/10	329	480	11.33
РКУП 4 пр. ТО	2	7	378	490	13.1
РКУП 8 пр. ТО*	1,7		360	453	10
1421, РКУП 10 пр.*	–	–	275	370	10

Сплав, деформированный до $e = 4$, демонстрирует большие показатели прочности и пластичности чем сплав, деформированный РКУ прессованием до $e = 2$ и $e = 8$ (табл. 1). Чуть большая пластичность сплава 1421 в этом состоянии объясняется отсутствием крупных строчечных скоплений S_1 – фазы, которые служили основными местами образования трещин, при растяжении сплава деформированного до $e = 2$. Понижение механических свойств с потерей пластичности в сплаве, деформированном до $e = 8$, происходит за счет выделения большого количества грубых первичных частиц фазы S_1 , которые образуют почти сплошной каркас. Незначительное понижение прочности сплава, деформированного до $e = 8$ можно объяснить с точки зрения структурного разупрочнения.

Данная работа позволила сделать вывод, что служебные свойства сплава Al–Li–Mg определяются характером старения. Установлено, что формирующаяся деформированная структура сильно влияет на фазовые превращения при старении. Образование субмикроструктурных зерен изменяет схему старения от ПТР→ δ' → S'' , которое наблюдается в исходном материале, на схему ПТР→ S'' . Выделение крупных частиц по большеугловой границе зерен приводит к снижению прочностных свойств.

Список литературы

1. Segal V.M. Materials processing by simple shear // Mat. Sci. Eng. – 1995. – A197. – pp. 157-164.
2. Фридляндер И.Н., Чуистов К.В., Березина А.Л., Колобнев Н.И. Алюминий-литевые сплавы. Структура и свойства. - Киев: Наукова Думка, 1992, - 192 с.
3. Захаров В.В. Некоторые проблемы использования Al-Li сплавов. Металловедение и термическая обработка металлов. 2003, № 2, с. 8-14.
4. Валиев Р. З., Александров И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. - М.: Логос, 2000, -272 с.
5. Промышленные алюминиевые сплавы: Справ. Изд./Алиева С.Г., Альтман М.Б., Амбарцумян С.М. и др. 2-е изд., перераб. И доп. – М.:Металлургия, 1984. 528 с.

ИЗУЧЕНИЕ ОДНООСНОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ИНТЕРМЕТАЛЛИДЕ Ni_3Al , СОДЕРЖАЩЕМ АНТИФАЗНЫЕ ГРАНИЦЫ

Синица Н. В.

*Алтайский государственный технический университет им. И. И. Ползунова,
г. Барнаул
sinitsanikita@mail.ru*

Большое количество различных схем взаимодействия точечных, линейных и объемных дефектов между собой и с элементами исходной структуры материалов (например, внедрение антифазных границ, границ зерен и т.д.) затрудняет возможность экспериментально исследовать все ситуации, реализуемые на практике.

Параллельно с традиционными методами физического эксперимента в последнее время все более пристальное внимание уделяется методам компьютерного моделирования. Применение методов компьютерного эксперимента, необходимо, поскольку обеспечивает рассмотрение процессов на наноразмерном уровне и позволяет получать результаты, которые невозможно получить экспериментально.

Целью настоящей работы является изучение системы состоящей из интерметаллида Ni_3Al и внедренных антифазных границ для получения физически более прочного соединения.

Задачами работы явились проведение компьютерных экспериментов по изучению одноосной деформации кристалла в модельном ГЦК-металле; проведение компьютерных экспериментов по изучению динамики развития дефектов локализованных вблизи внедренных антифазных границ в условиях деформации; проведение анализа механизмов деформации в исследуемых образцах при одноосном растяжении;

В качестве объекта исследования взят сплав Ni_3Al . Структура сплава представлена в виде кубической гранецентрированной ячейки, что соответствует сверхструктуре $L1_2$.

В работе для расчета динамики атомной структуры применяется метод молекулярной динамики с использованием парных потенциальных функций Морзе, подходящих с точки зрения соотношения затрат машинного времени и качества получаемых результатов.

Одноосная деформация растяжения расчетного блока кристалла производится по следующему алгоритму. Инициализируется блок в виде прямоугольного параллелепипеда с основанием в виде квадрата в плоскости $\{001\}$, высота соответствует направлению $\langle 001 \rangle$. К расчетному блоку кристалла прикладываются свободные граничные условия в направлениях $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ и жесткие в направлении $\langle 001 \rangle$.

Исследовался блок кристалла, в который по центру внедрялась сдвиговая антифазная граница (САФГ) в плоскостях типа $\{100\}$ расположенных параллельно либо перпендикулярно оси деформации; термическая АФГ (ТАФГ) образованная удалением одной из плоскостей типа $\{100\}$ моноатомного (АА) или биатомного (АВ) состава.

Динамическая одноосная деформация растяжения задавалась посредством поступательного смещения всех атомов, составляющих жесткие границы, вдоль оси $\langle 001 \rangle$ на 0.02 нм через 10^{-13} с, что соответствует скорости деформации 20 м/с. Структурная перестройка атомов внутри расчетного блока кристалла реализуется с использованием метода молекулярной динамики. Взаимодействие между различными парами атомов в сплаве Ni_3Al задается в виде парных потенциалов Морзе с параметрами, найденными в [1].

Компьютерный эксперимент выполняется при температуре, соответствующей 300 К, которая корректируется через каждые 10^{-13} с.

Результаты и обсуждение

После введения антифазных границ выполнялась процедура динамической релаксации расчетного блока кристалла при $T = 300$ К для определения среднего значения энергии системы.

На рисунках 1–3 показано изменение запасенной энергии деформации кристалла с внедренными вдоль и перпендикулярно оси растяжения консервативных и неконсервативных антифазных границ в зависимости от времени растяжения. Согласно исследования [2], на рисунке можно выделить следующие этапы одноосной деформации: 1 – область квазиупругой деформации, 2 – пластической деформации, 3 – область начала разрыва (течение), 4 – разрушение, 5 – сверхбыстрое охлаждение.

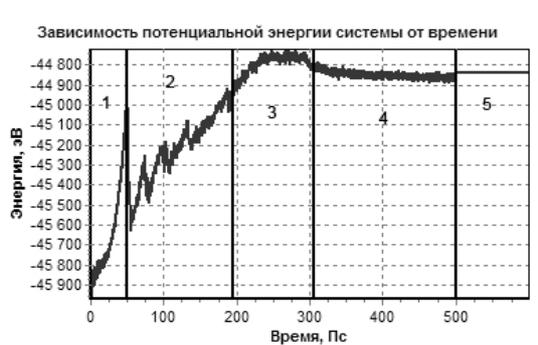


Рис. 1. Изменение запасенной энергии с внедренной САФГ $\langle 110 \rangle \{001\}$

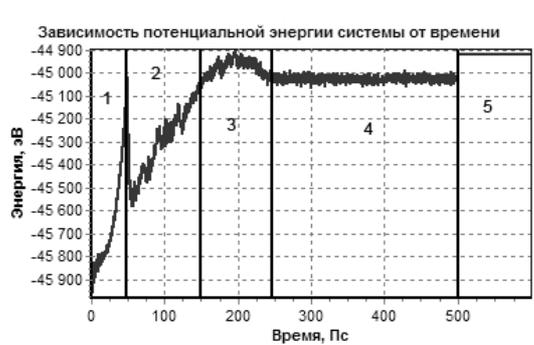


Рис. 1а. Изменение запасенной энергии с внедренной САФГ $\langle 110 \rangle \{100\}$

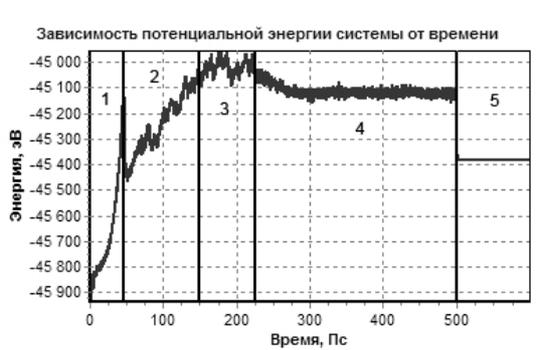


Рис. 2. Изменение запасенной энергии с внедренной ТАФГ удаления AA $\langle 001 \rangle$

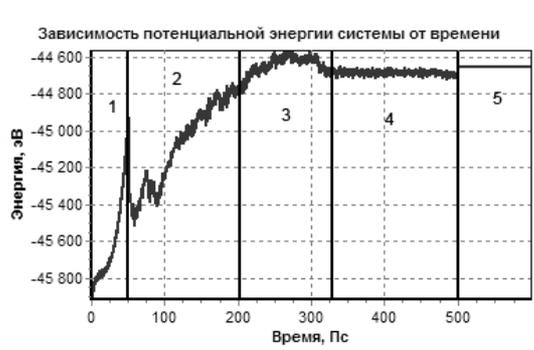


Рис. 2а. Изменение запасенной энергии с внедренной ТАФГ удаления AA $\langle 100 \rangle$



Рис. 3. Изменение запасенной энергии с внедренной ТАФГ удаления AB $\langle 001 \rangle$



Рис. 3а. Изменение запасенной энергии с внедренной ТАФГ удаления AB $\langle 100 \rangle$

Особенностью течения процесса одноосной деформации с внедренными планарными дефектами является изменение временных интервалов этапов одноосной деформации. Так для кристалла с внедренной сдвиговой границей вдоль оси растяжения, наблюдается «сжатие» временных интервалов этапов деформации на 20–

50 Пс к точке начала эксперимента, по сравнению с кристаллом с внедренной границей перпендикулярно оси растяжения. Точка разрыва исследуемого образца с сдвиговой границей внедренной перпендикулярно оси растяжения позволяет сделать вывод, что данная конфигурация является более прочной и устойчивой к деформации по сравнению с конфигурацией с внедренной границей расположенной вдоль оси растяжения.

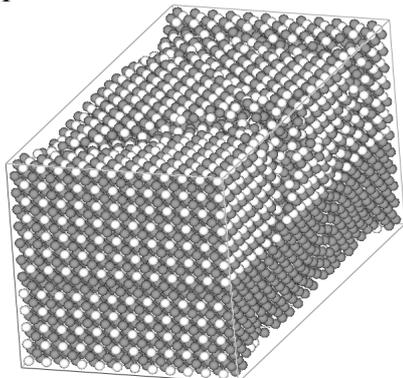


Рис. 4. Структурные изменения образца на 51 Пс, с внедренной ТАФГ удаления АВ $\langle 100 \rangle$

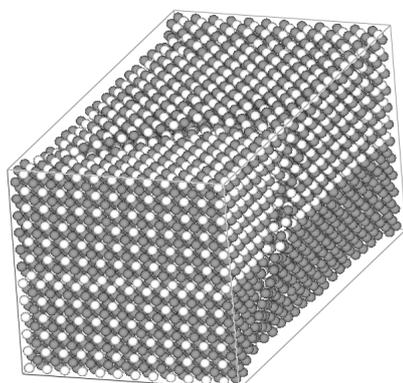


Рис. 5. Структурные изменения образца на 51 Пс, с внедренной ТАФГ удаления АА $\langle 100 \rangle$

Анализ результатов полученных в образце с внедренными термическими антифазными границами показал, что физически более устойчивым к деформации являются образцы с внедренными антифазными границами, внедренными вдоль оси растяжения (рис 2а.,3а), о чем свидетельствуют более продолжительные этапы пластической деформации и этап течения.

Картина структурных изменений в образце с внедренными термическими границами вдоль оси растяжения показаны на рис. 4 и 5.

Анализ промежуточных результатов одноосной деформации образца с внедренными антифазными границами позволяет увидеть промежуточные структуры, образующиеся внутри исследуемого образца, такие как двойники, границы зерен и др., в дополнение к уже внедренным антифазным границам.

В результате исследования выявлены основные закономерности одноосной деформации кристалла с внедренными антифазными границами в различных направлениях.

а) эксперименты показали, что при внедрении антифазных границ происходят структурные превращения на иных временных этапах, нежели в образце без планарных дефектов;

б) при внедрении сдвиговых антифазных границ более значимым является граница, внедренная перпендикулярно оси растяжения, что позволяет «растягивать» кристалл большее время;

в) при внедрении термической антифазной границей в направлении $\langle 001 \rangle$ деформация локализуется вблизи ТАФГ и наблюдается обратное действие к выводу б), т.е внедрение термической границы вдоль оси растяжения позволяет увеличить время деформации, что положительно сказывается на прочности кристалла;

Список литературы

1. Н. В. Горлов Моделирование на ЭВМ плоских дефектов в упорядоченных сплавах типа A_3B и $A_3B(C)$, диссертация к.ф.-м.н., Томск 1987
2. Яшин А.В. Деформация в сплавах сверхструктуры $L1_2$ при разрыве. Образование, наука, инновации – вклад молодых исследователей: материалы III (XXXV) Международной научно-практической конференции / Кемеровский госуниверситет. – Кемерово: ООО «ИНТ», 2008. -Вып.9. -Т.1. -539 с. 524..527

МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ АСПЕКТ ПРИ ОБРАЗОВАНИИ ПОР, ГАЗОВЫХ ПУЗЫРЕЙ И ВКЛЮЧЕНИЙ В ЛЕЙКОСАПФИРЕ

Письменный В. А., Ветров В. Н.

Научно-исследовательский и технологический институт оптического материаловедения ВНЦ «ГОИ им.С.И.Вавилова» Санкт-Петербург, Россия
antitov@peterlink.ru

Одним из главных дефектов кристаллов лейкосапфира являются поры и газовые пузыри, которые часто образуются в кристаллах особенно при нарушении режима кристаллизации. Общим мнением является представление, что газовые пузыри образуются вблизи фронта кристаллизации в результате диссоциации расплава, выделения пара, растворенных в расплаве примесей и концентрационного переохлаждения расплава. Отмечено, что пузыри и поры в кристалле лейкосапфира образуют скопления вдоль фронта кристаллизации и цепочки или сетки в объеме кристалла. Поры имеют сферическую или овальную форму, но в ряде случаев наблюдаются поры неправильной конфигурации, что объясняется особыми условиями кристаллизации. Однако изучение скоплений пор в кристаллах лейкосапфира выращенных методом Киропулоса показало, что газовая теория не может объяснить всех особенностей образования пор, пузырей и включений. Предложенный универсальный механизм, основанный на термодинамическом анализе высокотемпературных химических реакций, не отражает технологические особенности разных приемов выращивания лейкосапфира и роль кристаллической структуры при образовании пор, газовых пузырей и включений.

Для изучения дефектов использовали кристаллы лейкосапфира, выращенные на установках типа «Омега» в вольфрамовых тиглях $\varnothing 100 \times 200$ мм из осколков лейкосапфира, из мелкодисперсной шихты окиси алюминия марки «осч». Затравка имела 90° ориентировку, т.е. кристаллографическая ось третьего порядка L_3 была перпендикулярна оси затравки.

Кристаллы лейкосапфира имели цилиндрическую или коническую форму. При 90° -градусной ориентировке затравки, часть боковой поверхности кристалла ограничена гранями пинакоида $\{0001\}$, а остальная часть представляет цилиндрическую несингулярную поверхность. Несингулярная поверхность может быть совершенно гладкой без видимых скульптур роста, покрыта ступеньками, вытянутыми вдоль трехфазной линии или бороздами и гребнями. На гранях пинакоида наблюдаются слои роста толщиной от долей микрона до десятых долей миллиметра. Слои роста имеют прямолинейную или неправильную ломаную форму. Верхняя поверхность кристалла обычно имела скульптуры роста в виде ступенек в форме окружности или неправильной формы замкнутых линий. При условиях кристаллизации с минимальным отклонением от равновесного состояния на верхней поверхности кристалла скульптуры роста отсутствуют или слабо выражены. При выращивании из переохлажденного расплава торцевые кромки слоев роста ограничиваются гранями пинакоида $\{0001\}$, гексагональной призмы $\{1100\}$, ромбоэдров $\{1011\}$, $\{0111\}$ и другими простыми формами. В этом случае на поверхности кристалла образуются ярко выраженные слои роста параллельные граням, которые могут соприкасаться друг с другом и образовывать борозды. Параллельные борозды вытянутые вверх образуются на несингулярной поверхности при ускоренном росте кристалла. Кроме грубых слоев роста на поверхности кристаллов наблюдаются тонкие слои толщиной $3 \cdot 10^{-4} \div$

0,5мм. Торцы тонких слоев состоят из чередующихся участков граней размером порядка толщины слоя одной простой формы и несингулярных поверхностей.

В выращенных кристаллах лейкосапфира можно выделить следующие скопления пор различной формы и размеров:

- одиночные поры и небольшие скопления пор, внутри которых последние располагаются хаотично или в виде параллельных цепочек,

- скопления пор вдоль фронта кристаллизации в виде зон толщиной от долей до 5÷10 мм имеющих слоистую структуру. В тоже время отдельные слои состоят из параллельных сеток пор отстоящих друг от друга на равных расстояниях. Сетки пор располагаются под углом 70- 90° к фронту кристаллизации;

- пакеты пор, имеется в виду набор из параллельных сеток с изогнутой поверхностью и отстоящих друг от друга на равных расстояниях равных расстоянию между бороздами на поверхности кристалла;

- узкие дорожки пор шириной 5÷10 мм вдоль образующей фронта кристаллизации, причем поры располагаются в них хаотично или в виде параллельных цепочек;

- скопление поры в верхней части кристалла в виде полусферы или изогнутых слоев выпуклостью направленной вверх;

Используя приведенную классификацию скоплений пор в кристаллах лейкосапфира можно обнаружить взаимосвязь скульптур роста и скоплений пор. Если скульптуры роста отсутствуют или слабо выражены в кристалле пор мало или они отсутствуют.

В результате проведенных исследований можно заключить, что поры в кристаллах лейкосапфира образуются в результате локального (или общего) переохлаждения и захвата расплава скульптурами роста, что особенно заметно при исследовании скопления пор.

Кроме описанных выше скоплений пор на поверхности кристалла вдоль трехфазной линии обнаружены цепочки ограненных ямок и изометрические пузыри вблизи этих цепочек. Эти цепочки ямок являются всплывшими на поверхность расплава пузырями и разрушившимися при кристаллизации расплава. Пузыри не успевшие всплыть концентрируются возле трехфазной линии и образуют хаотичные скопления.

Наряду с порами и пузырями в кристаллах лейкосапфира наблюдаются металлические включения, как на поверхности, так и в объеме, причем рентгенографический анализ показал наличие молибдена и графита, что говорит о восстановительных свойствах расплава [1].

Многообразие форм пор, пузырей, а также их скоплений и периодичность проявления их в кристаллах лейкосапфира позволяет сделать вывод, что кристаллографический аспект при их образовании проявляется через захват расплава скульптурами роста, а также особенности кристаллизации вдоль трехфазной линии.

Список литературы

1. Багдасаров Х.С., Кобзарева С.А., Костомаров Д.В., Антонов Е.В., Малашко Я. И., Мунчаев А.И., Природа образований газовых включений в монокристаллах лейкосапфира. Перспективные материалы, № 4, 2004г., С.31-37.

ИМЕННОЙ УКАЗАТЕЛЬ

Абросимов Н.В.	87	Голяндин С.Н.	31, 104
Аксенов Д.А.	179	Гоник М.А.	83
Александров И.В.	165	Гоник М.М.	83
Александров С.Е.	152	Грабко Д.З.	150, 152
Алексеев А.Д.	203	Графутин В.И.	251
Амосова О.В.	125	Григорова Т.В.	212, 215
Андреев Е.П.	16, 38, 40	Громов В.Е.	190, 193, 194, 198, 218
Анкудинов А.В.	142	Грунский О.С.	108
Антонов П.И.	3, 10, 43, 46	Гундырев В.М.	187
Аргунова Т.С.	224	Гурин В.Н.	96
Асрян А.А.	29, 60	Гуськов А.П.	111, 114
Бахолдин С.А.	49	Гуткин М.Ю.	221, 224, 227, 230
Бахолдин С.И.	10, 13, 43, 46, 68	Даницэ З.Н.	152
Бенгус В.З.	160	Дегтярев М.В.	180
Бетехтин В.И.	125	Денисов А.В.	43
Бидыло М.И.	160	Дмитриевский А.А.	163
Богомоллов Л.М.	23	Дорогов М.В.	124
Боровский Б.В.	23	Дручинина О.А.	233
Бородин А.В.	22, 23	Дынкин Н.К.	83
Бородин В.А.	17	Егорова Л.Ю.	236
Брауде И.С.	212	Ершова А.Ю.	200
Будовских Е.А.	218	Ефимов О.Ю.	190
Валиев Р.З.	165, 168, 179	Жгилев И.Н.	184, 187
Василенко Т.А.	203	Жданов А.В.	17, 21, 22
Васильев М.Г.	65	Закупин А.С.	23
Васюков В.М.	163	Залужный А.Г.	251
Ватажук Е.Н.	209	Зарипова Р.З.	175
Верезуб Н.А.	78	Засимчук Е.Э.	147
Ветров В.Н.	264	Зельдович В.И.	184, 187
Викарчук А.А.	119, 124	Иванов Ю.Ф.	190, 193
Водовозов А.Н.	136	Иванчихина Г.Е.	206
Войцеховский В.Н.	99	Ивлева Л.И.	91
Волков В.В.	57	Ивченко В.А.	145
Волошин А.В.	41	Илюхина О.В.	251
Воронов Г.А.	244	Исаев Н.В.	212
Воронова Л.М.	180	Исаев Н.В.	215
Вострецова А.В.	218	Кадомцев А.Г.	125
Гайдук А.И.	38	Кайбышев Р.О.	259
Галактионов Е.В.	68, 71, 73	Калетина Ю.В.	236
Галактионова Н.Е.	71, 73	Каминский П.П.	254
Гапонцева Т.М.	180	Камынина В.Е.	23
Гиляров В.Л.	106	Кандаров И.В.	165
Глебовский В.Г.	101		
Глезер А.М.	194, 198		
Головин Ю.И.	127, 163		
Голышев В.Д.	81		

Канель Г.И.	206	Нагальюк С.С.	224
Кардашев Б.К.	104	Наседкин А.Ю.	244
Киреенко О.Ф.	8	Нацик В.Д.	209
Кириллов А.К.	203	Низкая Т.В.	83
Классен Н.В.	133, 136, 155	Никаноров С.П.	8, 104
Клемешев С.А.	88	Николайчик А.В.	256
Князев С.А.	139, 142	Новиков Г.В.	158
Ковалевский Д.В.	68	Носов Ю.Г.	10, 13, 49
Козлов Э.В.	193		
Колпаков А.Я.	233	Обидов Б.А.	139, 142
Коневский П.В.	40	Овидько И.А.	227, 230
Коновалов С.В.	190, 193, 194, 198	Орлов А.Д.	155
Коренков В.В.	244	Осипов В.Н.	27, 31, 104
Корсуков В.Е.	139, 142		
Корсукова М.М.	139	Паль-Валь Л.Н.	209
Корсукова М.М.	142	Паль-Валь П.П.	209
Корчунов Б.Н.	27, 31, 104	Пацелов А.М.	187
Коршунов Л.Г.	172	Пашинская Е.Г.	178
Кравецкий Д.Я.	117	Перевезенцев В.Н.	235
Кривко О.А.	155	Пилюгин В.П.	180
Крымов В.М.	8, 10, 13, 43, 46, 49, 60, 139, 142	Письменный В.А.	264
		Подольский А.В.	160
Кульков А.М.	99	Прокопчук Н.Р.	256
Куприянов А.А.	209	Прокопьев Е.П.	248, 251
Курлов В.Н.	29, 52, 55, 57, 60, 133, 136, 155	Пронин И.И.	142
		Простомолотов А.И.	76, 78
Латыш В.В.	165, 179	Пунин Ю.О.	43
Летнев А.В.	158	Пустовалов В.В.	219, 212
Ли Х.	160		
Лиао П.К.	160	Рааб Г.И.	179
Литвинов Л.А.	16, 38, 40, 41	Рабинский Л.Н.	200
Лощенов В.Б.	55, 57	Разоренов С.В.	206
		Решетняк М.В.	212
Мажитова Н.В.	168	Родионов Д.П.	236, 239
Мальгин Г.А.	129	Розенберг О.А.	41
Малыхин С.В.	212	Россоленко С.Н.	29, 60, 155
Мамедов В.М.	43, 49, 62, 65	Руколайне С.А.	65
Мартиросов М.И.	200	Русанов А.А.	88
Медведева Е.В.	145	Рябова А.В.	55
Микаелян К.Н.	230		
Миргородская Я.Ю.	152	Сазонова В.А.	236, 239
Михайлов С.Б.	175	Саллум М.И.	43, 108
Михайлова Н.А.	175	Самойлов В.М.	136
Могучева А.А.	259	Саркеева Е.А.	165
Москалев А.В.	13, 43	Сафронов Р.И.	16
Мохов Е.Н.	224	Семенов В.Н.	101, 242
Мубассарова В.А.	23	Семенов Д.А.	117
Мулюков Р.Р.	175	Синани А.Б.	40, 83
Мухаметрахимов М.Х.	247	Синегубов М.Ю.	163
Мышляев М.М.	138	Синица Н.В.	261
Мясищева Г.Г.	251	Скиба Н.В.	227
		Слуцкер А.И.	125

Смирнов М.А.	221, 224	Черненко Н.Л.	172
Смирнов П.В.	88	Чиванов А.В.	158
Смирнов С.Н.	160	Шабашов В.А.	172
Солодова И.Л.	236	Шведова М.В.	99
Сурсаева В.Г.	242	Шейнерман А.Г.	221, 224
Сучкова Н.Ю.	163	Шикимака О.А.	150, 152
Сычев В.Н.	23	Шикунова И.А.	52, 55, 57
Сычева Н.А.	23	Ширинов Т.М.	194, 198
Табатчикова Т.И.	239	Шмурак С.З.	155
Табачникова Е.Д.	160	Шорохов Е.В.	184, 187
Танг Г.	218	Штейнман Э.А.	133
Тверьянович Ю.С.	108	Шульпина И.Л.	46
Тимошенко С.П.	248, 251	Шумилин С.Э.	212
Тихоновский М.А.	209	Эльвих О.О.	178
Толочко О.В.	125	Эстрин Ю.З.	212
Тропп Э.А.	68, 71, 73	Эфрос Б.М.	145
Фадин Ю.А.	8	Юдин М.В.	17, 21, 22, 23
Фаизова С.Н.	165, 168, 179	Юрьев А.Б.	190
Федоров В.А.	158	Юферев В.С.	43, 49, 62, 65
Федоров В.Ю.	31, 32, 35	Якобсон В.Э.	99
Филонов К.Н.	133, 136	Янечек М.	212
Фоменко В.С.	212	Ярматов И.Т.	147
Францев Д.Н.	23	Яскевич М.И.	194
Фролова Н.Ю.	184, 187	Ясников И.С.	119, 122
Фунтиков Ю.В.	251		
Харя Е.Е.	152	Deshko V.I.	94
Хейфец А.Э.	184, 187	Golishev V.D.	94
Хлебникова Ю.В.	236, 239	Je J.H.	224
Хомская И.В.	184, 187	Karvatsky A.Ya.	94
Хон Ю.А.	254	Lenkin A.V.	94
Цыбускина И.И.	119	Lokhmanets Yu.V.	94
Чашухина Т.И.	180		

СОДЕРЖАНИЕ

Антонов П.И. (Санкт-Петербург) А.В. СТЕПАНОВ И ЕГО МЕТОД.	3-7
Фадин Ю.А., Киреенко О.Ф., Крымов В.М., Никаноров С.П. (Санкт-Петербург) ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	8-10
Носов Ю.Г., Бахолдин С.И., Крымов В.М., Антонов П.И. (Санкт-Петербург) ОГРАНИЧЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ САПФИРА, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	10-13
Носов Ю.Г., Бахолдин С.И., Крымов В.М., Москалев А.В. (Санкт-Петербург) ТОНКАЯ СТРУКТУРА ГРАНЕЙ МОНОКРИСТАЛЛОВ САПФИРА, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	13-15
Андреев Е.П., Сафронов Р.И., Литвинов Л.А. (Харьков/Украина) ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ВЫРАЩИВАНИЯ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА САПФИРОВЫХ СТЕРЖНЕЙ БОЛЬШОГО ДИАМЕТРА	16-17
Бородин В.А., Жданов А.В., Юдин М.В. (Черноголовка) ТЕРМОУПРУГИЕ НАПРЯЖЕНИЯ В ТОНКИХ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ПЛАСТИНАХ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	17-20
Жданов А.В., Юдин М.В. (Черноголовка) МЕНИСКИ РАСПЛАВА В РОСТЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ТРУБ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	21
Бородин А.В., Жданов А.В., Юдин М.В. (Черноголовка) ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ПОЛЯ В ТОНКИХ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ПЛАСТИНАХ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА, В НЕСИММЕТРИЧНЫХ УСЛОВИЯХ РОСТА	22
Камынина В. Е., Бородин А. В., Юдин М. В., Францев Д.Н. (Черноголовка) ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ НА ГАЗОВЫЕ ВКЛЮЧЕНИЯ В ЛЕНТАХ САПФИРА, ВЫРАЩИВАЕМЫХ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА.	23
Богомоллов Л.М., Боровский Б.В., Закупин А.С., Мубассарова В.А., Сычев В.Н., Сычева Н.А. (Бишкек/Киргизия) ОТ ЭКСПЕРИМЕНТОВ В.А. СТЕПАНОВА ПО ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКИМ ЭФФЕКТАМ В КРИСТАЛЛАХ NaCl К СОВРЕМЕННЫМ ИССЛЕДОВАНИЯМ ЭЛЕКТРОЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ТРЕЩИНООБРАЗОВАНИЯ В ГОРНЫХ ПОРОДАХ.	23-26
Осипов В.Н., Корчунов Б.Н. (Санкт-Петербург) СТАБИЛЬНОСТЬ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ СТРУКТУРЫ СОСТАВА Al-Mn, ПОЛУЧЕННОЙ МОДИФИЦИРОВАННЫМ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	27-28
Россоленко С. Н., Курлов В. Н., Асрян А. А. (Черноголовка) ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОФИЛЬНЫХ КРИВЫХ МЕНИСКОВ ДЛЯ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ ПО СПОСОБУ СТЕПАНОВА.	29-30
Корчунов Б.Н., Федоров В.Ю., Осипов В.Н., Голяндин С.Н. (Санкт-Петербург) ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ В РАСПЛАВЕ АЛЮМИНИЯ НА РОСТ И СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	31-32

Федоров В.Ю. (Санкт-Петербург) ДИСПЕРСНОСТЬ И КИНЕТИКА РОСТА КРИСТАЛЛОВ K_2SO_4 В КАПЛЯХ ИСПАРЯЮЩЕГОСЯ РАСТВОРА.	32-35
Федоров В.Ю. (Санкт-Петербург) СХОДСТВО И РАЗЛИЧИЯ В ПРОЦЕССАХ МЕХАНИЧЕСКОГО И ТЕПЛОВОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛА	35-37
Андреев Е.П., Гайдук А.И., Литвинов Л.А. (Харьков/Украина) ПРИЧИНЫ ВОЗНИКНОВЕНИЯ РЕГУЛЯРНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ ДЕФЕКТОВ В ПРОФИЛИРОВАННОМ САПФИРЕ	38-39
Коневский П.В., Литвинов Л.А., Андреев Е.П., Синани А.Б. (Харьков/Украина, Санкт-Петербург) РАЗРУШЕНИЕ САПФИРА ПРИ ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ	40-41
Литвинов Л.А., Волошин А.В., Розенберг О.А. (Харьков/Украина, Киев/Украина) ЗАВИСИМОСТЬ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ САПФИРА ОТ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ	41-42
Крымов В.М., Бахолдин С.И., Москалев А.В., Мамедов В.М., Юферев В.С., Антонов П.И., Денисов А.В., Саллум М.И., Пунин Ю.О. (Санкт-Петербург) УПРАВЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫМ ПОЛЕМ И ОСТАТОЧНЫМИ НАПРЯЖЕНИЯМИ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ САПФИРОВЫХ ЛЕНТ ШИРИНОЙ 30 ММ.	43-45
Шульпина И.Л., Бахолдин С.И., Крымов В.М., Антонов П.И. (Санкт-Петербург) РЕНТГЕНОПОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ ЛЕНТОЧНЫХ КРИСТАЛЛОВ САПФИРА.	46-48
Мамедов В.М., Юферев В.С., Бахолдин С.А., Крымов В.М., Носов Ю.Г. (Санкт-Петербург) МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПОЛЕЙ И ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕПЛОВОЙ ЗОНЫ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ ЛЕНТ САПФИРА ШИРИНОЙ 50 ММ	49-51
Курлов В.Н., Шикунова И.А. (Черноголовка) ПРОФИЛИРОВАННЫЕ КРИСТАЛЛЫ САПФИРА ДЛЯ МЕДИЦИНЫ	52-54
Курлов В.Н., Шикунова И.А., Рябова А.В., Лощенов В.Б. (Москва, Черноголовка) САПФИРОВЫЙ ДИАГНОСТИЧЕСКИЙ СКАЛЬПЕЛЬ	55-56
Шикунова И.А., Волков В.В., Курлов В.Н., Лощенов В.Б. (Черноголовка, Москва) САПФИРОВЫЕ ИГЛОВЫЕ КАПИЛЛЯРЫ ДЛЯ ЛАЗЕРНОЙ МЕДИЦИНЫ	57-60
Асрян А.А., Россоленко С.Н., Курлов В.Н., Крымов В.М. (Черноголовка, Санкт-Петербург) АНАЛИЗ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОФИЛЬНЫХ КРИВЫХ МЕНИСКОВ ПРИ РОСТЕ БАЗИСНООГРАНЕННЫХ САПФИРОВЫХ ЛЕНТ.	60-61
Мамедов В.М., Юферев В.С. (Санкт-Петербург) НЕСТАЦИОНАРНАЯ МОДЕЛЬ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ ОКСИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО	62-64
Васильев М.Г., Мамедов В.М., Руколайне С.А., Юферев В.С. (Санкт-Петербург) ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕПЛОТЫДЕЛЕНИЯ В МНОГОСЕКЦИОННОМ НАГРЕВАТЕЛЕ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНАТА ВИСМУТА НИЗ-	65-67

КОГРАДИЕНТНЫМ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО	
Бахолдин С.И., Ковалевский Д.В., Галактионов Е.В., Тропп Э.А. (Санкт-Петербург) НЕЛИНЕЙНОЕ АНИЗОТРОПНОЕ ТЕПЛОВОЕ РАСШИРЕНИЕ В ЗАДАЧАХ РОСТА КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА	68-70
Галактионова Н.Е., Галактионов Е.В., Тропп Э.А. (Санкт-Петербург) ВАРИАЦИОННАЯ ЗАДАЧА О КОНТАКТЕ РАЗНОРОДНЫХ ФАЗ.	71-73
Галактионова Н.Е., Галактионов Е.В., Тропп Э.А. (Санкт-Петербург) СИНГУЛЯРНО ВОЗМУЩЕННАЯ ЗАДАЧА О ТРЁХФАЗНОЙ ЛИНИИ В СЛУЧАЕ КОНТАКТА ДИСПЕРСНОЙ ЧАСТИЦЫ С ПОДЛОЖКОЙ	73-75
Простомолотов А.И. (Москва) ИНТЕГРИРОВАННОЕ ПРИМЕНЕНИЕ ЧИСЛЕННЫХ МЕТОДОВ ПРИ ОПТИМИЗАЦИИ ТЕПЛОВЫХ УЗЛОВ УСТАНОВОК ВЫТЯГИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА	76-78
Верезуб Н.А., Простомолотов А.И. (Москва) МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ВЫТЯГИВАНИИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ТРУБОК КРЕМНИЯ ИЗ РАСПЛАВА	78-81
Гольшев В.Д. (Александров) НОВЫЙ БЕСТИГЕЛЬНЫЙ ОТФ-МЕТОД ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ: ПЕРВЫЙ ОПЫТ И ПЕРСПЕКТИВЫ	81-82
Синани А.Б., Дынкин Н.К. (Санкт-Петербург) ТВЕРДОСТЬ САПФИРА В РАЗЛИЧНЫХ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ НАПРАВЛЕНИЯХ.	83
Гоник М.А., Гоник М.М., Низкая Т.В. (Александров) КОНТРОЛЬ ЗА ФОРМОЙ МЕНИСКА РАСПЛАВА ПРИ УПРАВЛЕНИИ РОСТОМ КРИСТАЛЛОВ БЕСТИГЕЛЬНЫМ ОТФ МЕТОДОМ.	83-86
Абросимов Н.В. (Берлин/Германия, Черноголовка) ВЫРАЩИВАНИЕ ПРОФИЛИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ	87
Русанов А. А., Смирнов П. В., Клемешев С. А. (Санкт-Петербург) АВТОМАТИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА ЛИТИЯ ИЗ РАСПЛАВА МЕТОДОМ НИЗКОГО УРОВНЯ РАСПЛАВА	88-90
Ивлева Л.И. (Москва) РОСТ И СВОЙСТВА МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ОКСИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ДЛЯ НЕЛИНЕЙНОЙ ОПТИКИ	91-93
Deshko V.I., Golishev V.D., Karvatsky A.Ya., Lenkin A.V., Lokhmanets Yu.V (Александров, Киев/Украина) HEAT EXCHANGE MODELS FOR CRYSTAL GROWTH CONTROL CONSIDERING INTERFACE RADIATION	94-96
Гурин В.Н. (Санкт-Петербург). ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ НОВОГО МЕТОДА ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАССЛАИВАЮЩИХСЯ СИСТЕМ	96-98
Якобсон В.Э., Войцеховский В.Н., Кульков А.М., Шведова М.В. (Санкт-Петербург) ОПТИЧЕСКАЯ ОДНОРОДНОСТЬ И ФОРМЫ РОСТА ГРАНЕЙ {201} КРИСТАЛЛА КТiOPO ₄ (КТР)	99-101

Глебовский В.Г., Семенов В.Н. (Черноголовка) ЗАВИСИМОСТЬ СТРУКТУРНОГО КАЧЕСТВА ПРОФИЛИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА ОТ УСЛОВИЙ ВЫРАЩИВАНИЯ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ ЗОННОЙ ПЛАВКИ	101-104
Никаноров С.П., Кардашев Б.К., Осипов В.Н., Корчунов Б.Н., Голядин С.Н. (Санкт-Петербург) СТРУКТУРА, УПРУГОСТЬ, МИКРО- И МАКРОПЛАСТИЧНОСТЬ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ РАЗНЫХ СКОРОСТЯХ ЗАТВЕРДЕВАНИЯ	104-105
Гиляров В.Л. (Санкт-Петербург) О ЛАТЕРАЛЬНЫХ ДЕФОРМАЦИЯХ И СРЕДНИХ КВАДРАТАХ АМПЛИТУД КОЛЕБАНИЙ АТОМНО ЧИСТЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ МОНОКРИСТАЛЛОВ.	106-107
Саллум М.И., Грунский О.С., Тверьянович Ю.С. (Санкт-Петербург) ДЕФЕКТЫ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ В КРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ	108-110
Гуськов А.П. (Черноголовка) ВЛИЯНИЕ МЕЖФАЗНОГО НЕРАВНОВЕСНОГО СЛОЯ РАСПЛАВА НА СТАЦИОНАРНЫЙ РЕЖИМ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ.	111-113
Гуськов А.П. (Черноголовка) ТЕРМОДИНАМИКА ФОРМИРОВАНИЯ ЭВТЕКТИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ	114-116
Семенов Д.А., Кравецкий Д.Я. (Москва) ОРГАНИЗАЦИОННО-ТЕХНИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ РАЗВИТИЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА ПРОФИЛИРОВАННОГО ЛЕЙКОСАПФИРА В УСЛОВИЯХ РЫНКА.	117-119
Ясников И.С., Цыбускина И.И., Викарчук А.А. (Тольятти) НЕКОТОРЫЕ МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ МИКРОКРИСТАЛЛОВ СЕРЕБРА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРООСАЖДЕНИЯ	119-121
Ясников И.С. (Тольятти) ЭКЗОТИЧЕСКАЯ МОДИФИКАЦИЯ ГАБИТУСА ПЕНТАГОНАЛЬНЫХ МАЛЫХ ЧАСТИЦ	122-124
Викарчук А.А., Дорогов М.В. (Тольятти) СПОСОБЫ ПОЛУЧЕНИЯ СПЕЦИФИЧЕСКИХ НАНООБЪЕКТОВ И МИКРОИЗДЕЛИЙ ИЗ НИХ	124-125
Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Слуцкер А.И., Толочко О.В., Амосова О.В. (Санкт-Петербург) ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И НАНОПОРИСТОСТЬ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ.	125-126
Головин Ю.И. (Тамбов) РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВАХ ТВЕРДЫХ ТЕЛ	127-128
Малыгин Г.А. (Санкт-Петербург) ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ МИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ	129-132
Филонов К.Н., Курлов В.Н., Классен Н.В., Штейнман Э.А. (Черноголовка) НОВЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КАРБИДОКРЕМНИЕВЫХ ПОКРЫТИЙ	133-135

Филонов К.Н., Курлов В.Н., Классен Н.В., Самойлов В.М., Водовозов А.Н. (Черноголовка, Москва) НОВЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ	136-138
Мышляев М.М. (Москва) ЭМ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ВЫСОКОСКОРОСТНАЯ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬ НАНОСТРУКТУРНЫХ СПЛАВОВ	138
Корсуков В.Е., Князев С.А., Корсукова М.М., Крымов В.М., Обидов Б.А. (Санкт-Петербург) ИЗМЕНЕНИЕ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ И НАНОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ГОРЯЧЕКАТАНЫХ ФОЛЬГ Mo В ПРОЦЕССАХ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ И РАСТЯЖЕНИЯ В СВЕРХВЫСОКОМ ВАКУУМЕ	139-141
Корсуков В.Е., Князев С.А., Корсукова М.М., Крымов В.М., Обидов Б.А., Пронин И.И., Анкудинов А.В. (Санкт-Петербург) ИЗМЕНЕНИЕ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ И НАНОРЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ХОЛОДНОКАТАННЫХ ФОЛЬГ ПЛАТИНЫ ПРИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ В СВЕРХВЫСОКОМ ВАКУУМЕ	142-144
Ивченко В.А., Медведева Е.В., Эфрос Б.М. (Екатеринбург, Донецк/Украина) ВЛИЯНИЕ НАНОБЛОЧНОЙ СТРУКТУРЫ НИКЕЛЯ НА ЕГО ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА	145-146
Засимчук Е.Э., Ярматов И.Т. (Киев/Украина) ПОВЕРХНОСТНЫЙ РЕЛЬЕФ КАК АППАРАТ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ САМООРГАНИЗАЦИИ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛА В ПРОЦЕССЕ АКТИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	147-149
Shikimaka O., Grabco D. (Кишинев/Молдова) FRACTURE BEHAVIOR OF IONIC, IONIC-COVALENT AND COVALENT CRYSTALS UNDER MICRO- AND NANOINDENTATION	150-152
Грабко Д.З., Шикимака О.А., Александров С.Е., Харя Е.Е., Миргородская Я.Ю., Даницэ З.Н. (Кишинев/Молдова) ЭВОЛЮЦИЯ ИЗМЕНЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛА ПО МЕРЕ УДАЛЕНИЯ ОТ ПОВЕРХНОСТИ ФРИКЦИОННОГО КОНТАКТА В УСЛОВИЯХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	152-154
Классен Н.В., Курлов В.Н., Россоленко С.Н., Кривко О.А., Орлов А.Д., Шмурак С.З. (Черноголовка) СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫЕ ВОЛОКНА И НАНОСЦИНТИЛЛЯТОРЫ ДЛЯ УЛУЧШЕНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННОГО, СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО И ВРЕМЕННОГО РАЗРЕШЕНИЙ РАДИАЦИОННЫХ ДЕТЕКТОРОВ	155-157
Новиков Г.В., Летнев А.В., Чиванов А.В., Федоров В.А. (Тамбов) ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРИРОВАННОГО ПОТОКА НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО β -ОБЛУЧЕНИЯ НА СВОЙСТВА АМОРФНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ	158-160
Табачникова Е.Д., Подольский А.В., Бенгус В.З., Смирнов С.Н., Бидыло М.И., Ли Х., Лиао П.К. (Харьков/Украина, Кноксвилл/США) ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Ni-20%Fe ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ	160-162
Дмитриевский А.А., Головин Ю.И., Сучкова Н.Ю., Васюков В.М., Синегубов М.Ю. (Тамбов) ПОЛЗУЧЕСТЬ КРЕМНИЯ В УСЛОВИЯХ НИЗКОИНТЕНСИВНОГО ОБЛУЧЕ-	163-165

НИЯ БЕТА-ЧАСТИЦАМИ	
Фаизова С.Н., Валиев Р.З., Латыш В.В., Александров И.В., Саркеева Е.А., Кандаров И.В. (Уфа) РАСТВОРЕНИЕ И ВЫДЕЛЕНИЕ ЧАСТИЦ ВТОРИЧНЫХ ФАЗ В МЕДНЫХ СПЛАВАХ СИСТЕМЫ Cu–Cr–Zr ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	165-168
Фаизова С.Н., Валиев Р.З., Мажитова Н. В. (Уфа) ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕРМООБРАБОТКИ СПЛАВА СИСТЕМЫ Cu–Cr ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ	168-171
Коршунов Л.Г., Черненко Н.Л., Шабашов В.А. (Екатеринбург) НАНОКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ, ПРОЧНОСТЬ И ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА И КОБАЛЬТА В УСЛОВИЯХ АБРАЗИВНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ	172-174
Михайлов С.Б., Михайлова Н.А., Мулюков Р.Р., Зарипова Р.З. (Уфа, Екатеринбург) ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СМЗ СТРУКТУРЫ ПРИ ОТЖИГЕ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ, ПРОШЕДШЕЙ ИНТЕНСИВНУЮ ПЛАСТИЧЕСКУЮ ДЕФОРМАЦИЮ ПРИ КРИОГЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ	175-177
Пашинская Е.Г., Эльвих О. О. (Донецк/Украина, Горловка/Украина) ВЛИЯНИЕ ИСХОДНОГО СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КОМПОЗИТНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ МЕДИ ПРИ ВИНТОВОМ ПРЕССОВАНИИ	178
Фаизова С.Н., Рааб Г.И., Валиев Р.З., Латыш В.В., Аксенов Д.А. (Уфа) ПРОЦЕССЫ СТАРЕНИЯ В ДИСПЕРСИОННО-УПРОЧНЯЕМОМ СПЛАВЕ Cu–1Cr–0,7Zr–0,2Al, ПОДВЕРГНУТОМ РКУП	179-180
Чашухина Т.И., Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Пилюгин В.П., Гапонцева Т.М., (Екатеринбург) РАЗЛИЧИЯ СТРУКТУРЫ НИКЕЛЯ И ЖЕЛЕЗА ПОСЛЕ БОЛЬШОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ	180-183
Хомская И.В., Зельдович В.И., Шорохов Е.В., Фролова Н.Ю., Жгилев И.Н., Хейфец А.Э. (Екатеринбург) ЭФФЕКТЫ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И ФОРМИРОВАНИЕ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ В МЕДИ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ КАНАЛЬНО-УГЛОВОМ ПРЕССОВАНИИ	184-186
Фролова Н.Ю., Зельдович В.И., Шорохов Е.В. Хомская И.В., Хейфец А.Э., Жгилев И.Н., Гундырев В.М., Пацелов А.М. (Екатеринбург, Снежинск) РАВНОМЕРНАЯ И ЛОКАЛИЗОВАННАЯ ДЕФОРМАЦИЯ В ТИТАНЕ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ КАНАЛЬНО-УГЛОВОМ ПРЕССОВАНИИ	187-189
Ефимов О.Ю., Иванов Ю.Ф., Юрьев А.Б., Коновалов С.В., Громов В.Е. (Новокузнецк, Томск) ФОРМИРОВАНИЕ И ЭВОЛЮЦИЯ НАНОРАЗМЕРНОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ПЛАЗМЕННОМ УПРОЧНЕНИИ ЧУГУННЫХ ВАЛКОВ И ЭКСПЛУАТАЦИИ	190-192
Коновалов С.В., Козлов Э.В., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е. (Новокузнецк, Томск) ЭВОЛЮЦИЯ ДИСЛОКАЦИОННЫХ СУБСТРУКТУР В УСТАЛОСТНО-НАГРУЖЕННОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ	193-194
Ширинов Т.М., Глезер А.М., Громов В.Е., Яскевич М.И., Коновалов С.В. (Новокузнецк, Москва)	194-197

ОБЩИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗВИТИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ FeCo СПЛАВОВ	
Ширинов Т.М., Глезер А.М., Коновалов С.В., Громов В.Е. (Новокузнецк, Москва) СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЗАКАЛЕННОГО ИЗ ЖИДКОГО СОСТОЯНИЯ FeCo СПЛАВА	198-200
Ершова А.Ю., Мартиросов М.И., Рабинский Л.Н. (Москва) ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ	200-202
Алексеев А.Д., Василенко Т.А., Кириллов А.К. (Донецк/Украина) ФРАКТАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРЫ ПРИРОДНОГО СОРБЕНТА ПО ДАННЫМ АСМ И ЯМР	203-205
Разоренов С.В., Канель Г.И., Иванчихина Г.Е. (Черноголовка) ВЛИЯНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ НА ДИНАМИЧЕСКУЮ ПРОЧНОСТЬ И КИНЕТИКУ РАЗРУШЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ МЕДИ.	206-208
Паль-Валь П. П., Нацик В. Д., Паль-Валь Л. Н., Ватажук Е. Н., Тихоновский М.А., Куприянов А. А. (Харьков/Украина) ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ АКУСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО ВОЛОКНИСТОГО НАНОКОМПОЗИТА Cu–Nb.	209-211
Эстрин Ю.З., Исаев Н.В., Григорова Т.В., Пустовалов В.В., Фоменко В.С., Шумилин С.Э., Брауде И.С., Малыхин С.В., Решетняк М.В., Янечек М. (Clayton/Australia, Харьков/Украина, Praha/Czech Republic) ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО АЛЮМИНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 4,2–295 К.	212-214
Исаев Н.В., Григорова Т.В. (Харьков/Украина) СКОРОСТНАЯ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ НАПРЯЖЕНИЯ ТЕЧЕНИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО АЛЮМИНИЯ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ	215-217
Будовских Е.А., Вострецова А.В., Танг Г., Громов В.Е. (Новокузнецк) ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ГРАДИЕНТНЫХ НАНОКОМПОЗИТНЫХ СТРУКТУР	218
Пустовалов В.В. (Харьков/Украина) СКАЧКООБРАЗНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ	219-220
Гуткин М.Ю., Смирнов М.А., Шейнерман А.Г. (Санкт-Петербург) УПРУГОЕ ПОВЕДЕНИЕ ВИНТОВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ В МАТЕРИАЛАХ С ВЫСОКОЙ ПОРИСТОСТЬЮ	221-223
Гуткин М.Ю., Смирнов М.А., Шейнерман А.Г., Аргунова Т.С., Же Ж.Н., Мохов Е.Н., Нагалюк С.С. (Санкт-Петербург). ПОГЛОЩЕНИЕ МИКРОТРУБОК КАК МЕХАНИЗМ РОСТА ПОР НА ГРАНИЦАХ ПОЛИТИПОВ В РАСТУЩИХ КРИСТАЛЛАХ КАРБИДА КРЕМНИЯ.	224-226
Гуткин М.Ю., Овидько И.А., Скиба Н.В. (Санкт-Петербург) ДЕФОРМАЦИОННОЕ ДВОЙНИКОВАНИЕ ВБЛИЗИ ВЕРШИНЫ ТРЕЩИНЫ В НАГРУЖЕННОМ НАНОМАТЕРИАЛЕ.	227-229
Гуткин М.Ю., Микаелян К.Н., Овидько И.А. (Санкт-Петербург) КОЛЛЕКТИВНАЯ МИГРАЦИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕ-	230-232

ФОРМАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ.	
Колпаков А.Я., Дручинина О.А. (Белгород) ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ АЗОТА И НАНЕСЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО ПОКРЫТИЯ ТОЛЩИНОЙ 80 НМ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ И ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ КРЕМНИЯ	233-234
Перевезенцев В.Н. (Н.Новгород) ЗАКОНОМЕРНОСТИ И ФИЗИЧЕСКАЯ ПРИРОДА ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ СУБМИКРО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ	235-236
Хлебникова Ю. В., Сазонова В. А., Родионов Д. П., Егорова Л. Ю., Калетина Ю.В., Солодова И. Л. (Екатеринбург) КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ПРИ $\beta \leftrightarrow \alpha$ ПРЕВРАЩЕНИИ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ЦИРКОНИЯ	236-238
Хлебникова Ю.В., Родионов Д.П., Сазонова В.А., Табатчикова Т.И. (Екатеринбург) ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ В ОРИЕНТИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ КОБАЛЬТА ПРИ $\beta \rightarrow \alpha$ -ПРЕВРАЩЕНИИ В РАЗНЫХ ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ	239-241
Сурсаева В.Г., Семёнов В.Н. (Черноголовка) ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ БИКРИСТАЛЛОВ ЗАДАННОЙ КРИСТАЛЛОГЕОМЕТРИИ	242-244
Коренков В.В., Воронов Г.А., Наседкин А.Ю. (Тамбов, Москва) ВОЗМОЖНОСТИ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ ПРОЦЕССОВ ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ И РАЗРУШЕНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ. ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ	244-247
Мухаметрахимов М.Х. (Уфа) ИСПОЛЬЗОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6	247-248
Прокопьев Е.П., Тимошенко С.П. (Москва) ВОЗМОЖНОСТИ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕДЕНИЯ И СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ СИНЕРГЕТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ	248-251
Графутин В.И., Залужный А.Г., Илюхина О.В., Мясищева Г.Г., Прокопьев Е.П., Тимошенко С.П., Фунтиков Ю.В. (Москва) РАЗМЕРЫ НАНОДЕФЕКТОВ В ПОРИСТЫХ СИСТЕМАХ И НЕКОТОРЫХ ДЕФЕКТНЫХ МАТЕРИАЛАХ ПО ДАННЫМ МЕТОДА ПОЗИТРОННОЙ АННИГИЛЯЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	251-253
Каминский П.П., Хон Ю.А. (Томск) ДИНАМИЧЕСКИЕ КОНФИГУРАЦИОННЫЕ ВОЗБУЖДЕНИЯ И ЗАРОЖДЕНИЕ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ.	254-255
Николайчик А.В., Прокопчук Н.Р. (Минск/Беларусь) НОВЫЕ ПИГМЕНТИРОВАННЫЕ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, СОДЕРЖАЩИЕ НАНОЧАСТИЦЫ	256-258
Могучева А.А., Кайбышев Р.О. (Белгород) ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА ПРОЧНОСТЬ ПРОМЫШЛЕННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1421».	259-260
Синица Н.В. (Барнаул) ИЗУЧЕНИЕ ОДНООСНОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ИНТЕРМЕТАЛЛИДЕ Ni_3Al ,	261-263

СОДЕРЖАЩЕМ АНТИФАЗНЫЕ ГРАНИЦЫ	
Письменный В.А., Ветров В.Н. (Санкт-Петербург) МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ АСПЕКТ ОБРАЗОВАНИЯ ПОР, ГАЗОВЫХ ПУЗЫРЕЙ И ВКЛЮЧЕНИЙ В ЛЕЙКОСАП- ФИРЕ	264-265
ИМЕННОЙ УКАЗАТЕЛЬ	266-268
СОДЕРЖАНИЕ	269-277

Научное издание

**XVIII Петербургские чтения по проблемам прочности и роста кристаллов,
посвященные 100-летию со дня рождения члена-корреспондента АН СССР
профессора А.В.Степанова**

Материалы конференции, Ч.1.,
21-24 октября 2008 г., Санкт-Петербург, Россия

Все работы публикуются в авторской редакции.

Оформление и компьютерная верстка Черняевой Е.В.