



Доцент Т.Н. Плужникова и аспирант Р.А. Кириллов проводят исследования на электромеханической машине для статических испытаний Instron 5565 (2006 г.)

– Предложен механизм залечивания трещин асимметричного скола в ЩГК, обусловленный обратимым движением дислокаций, испущенных вершиной трещины при остановке, вызванным воздействием малых доз ионизирующего излучения. При этом уменьшается пластическое вскрытие трещины, приводящее, как правило, к залечиванию трещины за счет восстановления ионных связей.

– Установлено, что дислокации, введенные в кристалл последующим ультрафиолетовым или на начальной стадии рентгеновским излучением, приводятся в движение в направлении действия касательных напряжений. Движение дислокаций объясняется уменьшением числа стопоров за счет распада дивакансий при рентгеновском облучении и облегченном огибании стопоров дислокациями при взаимодействии последних с экситонами.

УДК 539.3

САМОПРОИЗВОЛЬНОЕ И ИСКУССТВЕННОЕ ЗАЛЕЧИВАНИЕ МИКРОТРЕЩИН

© Т.Н. Плужникова, Ю.И. Тялин, В.А. Федоров

Ключевые слова: залечивание; ювенильные поверхности; взаимодействие; пластическое течение; геометрический фактор; внешнее воздействие.

Рассмотрены механизмы самопроизвольного и искусственного восстановления сплошности в щелочногалоидных кристаллах. Определены факторы, интенсифицирующие восстановление связей или препятствующие этому. Выделены две стадии залечивания: быстрая и медленная. Моделированием оценено изменение сил взаимодействия между поверхностями скола в зависимости от их взаимного расположения.

Механическое разрушение кристаллических тел обусловлено появлением и развитием трещин. Устранение последних или частичное их заживление позволяет увеличить надежность и долговечность конструкций, сохранить их прочностные характеристики.

К настоящему времени накоплен определенный объем экспериментальных данных и определен ряд закономерностей, характерных для залечивания пор и трещин в различных материалах.

Несмотря на значительный интерес к проблеме «залечивания» трещин, пор, усадочных раковин и т. д., количество работ, посвященных восстановлению сплошности в прозрачных диэлектриках, относительно невелико. В них практически не затрагиваются физические процессы, происходящие при схлопывании трещин без воздействия каких-либо внешних факторов. Есть лишь единичные попытки рассмотрения механизмов восстановления нарушенных межатомных связей. До настоящего времени остается достаточно много неизученных вопросов в заживлении трещин, в частности, касающихся факторов и условий, при которых залечивание происходит наиболее интенсивно.

Работа посвящена экспериментальному и аналитическому исследованию микромеханизмов залечивания трещин в щелочногалоидных кристаллах (ЩГК), а

также установлению условий и факторов, интенсифицирующих восстановление разрушенных связей или препятствующих этому.

Исследована кинетика процессов самопроизвольного залечивания трещин асимметричного скола.

Для регистрации быстропротекающих процессов применялась установка, в основе которой использовался сверхскоростной фоторегистратор СФР-1М. Съёмки процессов проводились в режимах фоторегистрации и лупы времени.

Методом скоростной кинематографии исследованы кинетика роста и морфология залечивания трещин несимметричного скола. Установлено, что при асимметричном сколе в ЩГК наблюдается несколько вариантов развития трещин: 1) трещина бокового откола самозалечивается за счет релаксации напряжений в ее вершине, обусловленной ростом магистральной трещины; 2) самопроизвольное залечивание магистральной трещины при развитии трещины бокового откола; 3) появление нескольких трещин бокового откола, наличие которых делает возможным залечивание как первичной трещины бокового откола, так и магистральной.

Определены критические скорости развития и схлопывания магистральных трещин и трещин боково-

го откола, при которых поверхности трещин сохраняются физически чистыми. Скорость магистральной трещины без образования бокового откола достигает для кристаллов LiF 492 ± 54 м/с и для KCl – 705 ± 18 м/с, а с зарождением бокового откола – 307 ± 66 м/с и 618 ± 40 м/с соответственно. Это объясняется перераспределением энергии между магистральной трещиной и трещиной бокового откола. Скорость распространения трещины бокового откола сопоставима со скоростью схлопывания этой трещины и составляет не менее 60 ± 4 м/с. Средняя скорость видимого закрытия магистральной трещины для кристаллов LiF равна 314 ± 47 м/с и KCl – 278 ± 69 м/с. Процесс бокового откола происходит поэтапно: рост боковой трещины, ее возможное частичное залечивание и окончательный выход на боковую грань.

Показано, что развитие трещины происходит неравномерно, скачкообразно. Длина трещины может меняться в колебательном режиме. После бокового откола трещина, как правило, самозалечивается.

Определено время раскрытия трещины при ее обратном движении в кристалле, составляющее 10–15 мкс. За это время поверхности трещины не успевают загрязниться атмосферным воздухом и, оставаясь ювенильными, легко схватываются, восстанавливая сплошность кристалла.

Показано, что возникновению бокового откола предшествует значительное изменение поля упругих напряжений в вершине магистральной трещины.

Исследованы структура и морфологические особенности самозалечивания трещин асимметричного скола в ЩГК и кальците.

Исследования проводили на оптически прозрачных монокристаллах LiF, NaCl, KCl и CaCO₃ с количественным содержанием примесей от 10^{-2} до 10^{-3} вес.%. Из крупных блоков по плоскостям спайности выкалывали образцы размером $15 \times 30 \times 2$ мм для ЩГК и $10 \times 15 \times 2$ мм – для кальцита. Каждый образец ЩГК скалывали по плоскости спайности (100) на некотором расстоянии от оси симметрии кристалла.

Дислокационную структуру вершины остановившейся трещины исследовали на монокристаллах LiF и CaCO₃. После асимметричного скола по (100) кристаллы LiF скалывали дополнительно по плоскости (010) для получения контрольного и испытуемого образцов. На образующихся при этом чистых поверхностях химическим травлением в растворах FeCl₃ и виннокаменной кислоты выявляли дислокационную структуру, соответственно для LiF и CaCO₃.

Качество залечивания трещин определяли на микротвердомере ПМТ-3, путем запуска трещины через залеченный участок.

Установлено, что при несимметричном сколе монокристаллов LiF, NaCl, KCl, CaCO₃ всегда имеет место самопроизвольное залечивание.

Выявлены морфологические особенности наблюдаемых вариантов откола и фигур травления. При остановке исходной трещины боковой откол в ЩГК происходит преимущественно по плоскости (001) (~73 %) и с меньшей вероятностью по плоскости (101) (~22 %). В кальците боковой откол проходит только по плоскости (001). Прямоугольный откол зарождается, как правило, на расстоянии $2 \div 5$ мм от вершины исходной

трещины. Откол же под углом 45° развивается непосредственно из вершины остановившейся трещины.

Установлено, что остановившаяся трещина асимметричного скола имеет большую длину, чем отколовшаяся часть кристалла. Оставшаяся в кристалле трещина после откола и разгрузки образца чаще всего самозалечивается. Определены зависимости относительных размеров трещин скола и длины залеченного участка от степени асимметричности.

Характер распространения остановившихся и оставшихся в кристалле трещин определяется геометрией образца и пластичностью кристалла.

Отмечено, что длина залеченного участка и плотность дислокаций у вершин трещин экспоненциально зависят от степени асимметричности скола.

При самозалечивании траектория бывшей трещины может практически не выявляться при травлении или оставлять строчку обычных и реанимирующих дислокаций. Во всех случаях наблюдается визуальное восстановление сплошности. Незалеченными, как правило, остаются трещины, в вершине которых имеет место значительная микропластичность.

При увеличении асимметричности скола имеет место тенденция к понижению симметричности фигур травления относительно плоскости трещин. Причем вид симметрии может быть различным – от двулучевой «розетки» до четырехлучевой. При увеличении степени асимметричности уменьшается число лучей и изменяется их длина, а также соотношение размеров лучей, лежащих по разные стороны от плоскости трещины.

Неоднородное распределение напряжений в вершине трещины влияет на развитие микропластических сдвигов в этой области. Увеличение асимметричности скола и, как следствие, неоднородности поля напряжений сопровождается изменением фигур травления в вершине трещины от симметричных к несимметричным, и выявляющихся преимущественно в одной из систем скольжения.

Выявлено, что длина залеченного участка зависит от степени асимметричности скола. Уменьшение степени асимметричности скола приводит к увеличению длины залеченного участка.

Установлено существование критического пластического вскрытия трещины $\delta_{кр} \approx 40$ нм. При вскрытиях меньших $\delta_{кр}$ после выхода части дислокаций на поверхность трещины ее берега могут сблизиться на расстояния, достаточные для восстановления ионных связей. Таким образом, самопроизвольное залечивание будет чаще наблюдаться тогда, когда пластичность тем или иным образом подавлена.

Экспериментально найдено, что плотность дислокаций в лучах «розеток» экспоненциально спадает по мере удаления от вершины трещины. В непосредственной близости от вершины залеченной трещины имеется ограниченная зона, свободная от дислокаций.

Предложена методика оценки качества залечивания трещин, основанная на аномальном растрескивании поверхности кристалла при его индентировании с определенной ориентацией пирамидки Виккерса. Вблизи залеченного участка у вершин трещин асимметричного скола наносили отпечаток пирамидкой Виккерса, диагональ которого ориентировали по $\langle 110 \rangle$. Трещины от воздействия индентора проходили сквозь русло само-

залечившейся трещины, не меняя траектории своего движения. При наличии свободной поверхности и отсутствии залеченного участка трещина от пирамидки Викакса меняла свою траекторию и уходила в трещину скола, указывая тем самым на отсутствие залечивания.

Предложен механизм залечивания трещин, заключающийся в восстановлении межсионных связей при соприкосновении ювенильных поверхностей трещины. Вследствие бокового откола начинается разгрузка образца, и исходная трещина тормозится. Пока еще образец остается нагруженным, в вершине трещины имеет место заметная эмиссия дислокаций. В зависимости от их числа и геометрии скольжения создается различное по величине пластическое вскрытие δ трещины. В какой-то момент времени эмиссия дислокаций прекратится и, по мере дальнейшего уменьшения нагрузки, начнется первая «быстрая» стадия залечивания – пластическое закрытие трещины. Оно может развиваться как за счет обратимого сваливания в нее испущенных дислокаций, так и за счет движения новых дислокаций противоположного знака по соседним параллельным плоскостям скольжения или им перпендикулярным, если движение дислокаций по первичной полосе скольжения затруднительно. Первое обусловлено действием сил отталкивания между дислокациями, лежащими в одной плоскости скольжения, и сил изображения, второе – действием упругих напряжений в образце. Если результирующее (конечное) вскрытие δ окажется достаточно малым, $\delta < 40$ нм, то части кристалла, двигаясь по инерции навстречу другу, схлопываются. Так как процесс развивается достаточно быстро, то большая часть поверхности трещины остается ювенильной, что способствует восстановлению ионных связей. Совершенное залечивания будет, очевидно, определяться разностью испущенных и «новых» дислокаций (и геометрией их скольжения). При сравнимости этих величин на месте фронта остановившейся вершины трещины сохранится микропустота в виде узкого канала. Размеры этого канала в дальнейшем могут быть уменьшены (2-я стадия залечивания), если в результате какого-либо внешнего воздействия часть оставшихся дислокаций будет поглощена им. В «быстрой» стадии залечивания, очевидно, немаловажным фактором является совпадение рельефа соединяемых поверхностей, которое может быть идеальным. В случае значительной пластичности в вершине трещины, ее раскрытие δ оказывается достаточно велико ($\delta > 40$ нм), и за счет описанных выше процессов возможно лишь частичное сближение берегов вскрытия. Необходимо внешнее силовое воздействие, направленное на сближение поверхностей, которые уже не будут ювенильными. После их соединения на поверхности наблюдения будут выявляться строчки обычных и реанимирующих дислокаций.

Методом моделирования оценено изменение сил взаимодействия между поверхностями скола в зависимости от их взаимного расположения.

Геометрическое несовпадение поверхностей разрыва может быть одной из причин, препятствующих реанимации нарушенных связей.

Поверхности скола в ионных кристаллах можно представить в первом приближении как две бесконечные плоскости, мозаично заряженные ионами разных

знаков. В кристаллах фтористого лития – это ионы Li^+ и F^- , которые взаимодействуют между собой по закону Кулона.

Ионы в каждой плоскости жестко закреплены на расстояниях a , равных параметру решетки ($2 \cdot 10^{-10}$ м). Расстояние между плоскостями выбиралось кратным a . В каждой из плоскостей задавали последовательно 5×5 , 10×10 , ..., 50×50 ионов. Затем в центре одной из плоскостей выбирали квадрат единичной площади и оценивали силу взаимодействия его с другой плоскостью. В модели определяли силу взаимодействия для кристаллов фтористого лития.

Исследовались несколько случаев:

- изменение силы взаимодействия при параллельном сдвиге плоскостей друг относительно друга в пределах параметра решетки;
- изменение силы взаимодействия при повороте одной из поверхностей относительно другой на угол до 5° ;
- изменение силы взаимодействия при параллельном сдвиге одной из плоскостей на $a/2$ в одном направлении с последующим поворотом относительно другой плоскости на угол до 5° ;
- изменение силы взаимодействия при параллельном сдвиге одной из плоскостей на $a/2$ в двух взаимно перпендикулярных направлениях с последующим поворотом относительно другой плоскости на угол до 5° ;
- изменение расстояния между двумя взаимодействующими плоскостями от одного до нескольких параметров с последующим разворотом на угол до 5° .

Расчеты показывают, что при сдвиге плоскостей на доли параметра решетки сила притяжения существенно уменьшается. Так, при сдвиге на $\sim 0,3a$ сила взаимодействия убывает на порядок. Это же относится и к силе отталкивания. С увеличением числа ионов в плоскостях численное значение силы притяжения незначительно уменьшается, и при числе ионов в плоскостях 30×30 выходит на насыщение. Восстановление ионных связей наиболее вероятно в случае, если параллельный сдвиг плоскостей будет равен четному числу параметров решетки.

Результат расчета реально отражает физическую картину, так как при взаимодействии заряженных плоскостей без относительного сдвига значение силы максимально и численно равно теоретической прочности на разрыв $\sim E/\pi$. При развороте плоскостей даже на малый угол $\sim 3^\circ$ происходит резкое уменьшение сил взаимодействия между ними. Дальнейшее увеличение угла разворота сопровождается монотонным уменьшением значений силы на 2 порядка. При углах разворота $\geq 30^\circ$ сила взаимодействия приближается к нулю, причем это тем существеннее, чем большее число атомов находится в плоскости.

При параллельном сдвиге плоскостей относительно друг друга на $a/2$ в одном направлении и при сдвиге одновременно на расстояние $a/2$ в двух направлениях с последующим поворотом наблюдается уменьшение амплитуды силы по сравнению со значениями силы в исходном состоянии. Увеличение числа ионов во взаимодействующих плоскостях ведет к меньшим флуктуациям значений силы около нуля при развороте плоскостей относительно друг друга.

Экстраполяция результатов расчета в область с большим числом взаимодействующих атомов показы-

вает, что при допущениях, принятых в работе, ошибка расчета не превышает 10 %.

Таким образом, показано, что одной из причин, препятствующих залечиванию трещин, является геометрический фактор – несовпадение мест разрыва, созданных вследствие параллельного смещения и разворота взаимодействующих плоскостей. При этом сила взаимодействия уменьшается на 2–3 порядка.

Влияние геометрического фактора можно уменьшить, если исключить сопутствующее скольжение в кристаллографических плоскостях, создающее тангенциальное смещение поверхностей трещины.

Исследовалось влияние электромагнитного излучения различных длин волн на процессы самозалечивания трещин в ШГК после асимметричного скола, как фактора, активизирующего процесс самозалечивания трещин.

Исследования проводили на монокристаллах LiF и CaCO₃ с содержанием примесей 10⁻⁴, 10⁻³ и 10⁻² вес.%.

В первой серии экспериментов кристаллы нагревали в печи в интервале температур от 300 до 773 К.

Во второй серии экспериментов кристаллы подвергали воздействию светового излучения с длинами волн (350 ÷ 760) нм от вольфрамовых ламп накаливания мощностью 20 и 100 Вт с максимальной энергией излучения в спектре 1,06 и 1,24 эВ соответственно, одновременно нагревающих образцы до температур 325 ÷ 355 К. Освещенность поверхности образцов в зависимости от мощности лампы и светофильтра изменялась от 4 лк до 15 клк. Время воздействия варьировалось от 10 до 1500 часов.

В третьей серии кристаллы подвергали воздействию излучения с длиной волны $\lambda = 0,154$ нм. Облучение кристаллов рентгеновскими лучами проводили на аппарате ДРОН-2. Время воздействия изменялось от 3 до 60 минут. Облучению подвергали участок предполагаемого залечивания трещины узконаправленным пучком шириной ~1 мм.

Установлено, что в процессе отжига или длительной временной выдержки при комнатной температуре вид залеченного участка и дислокационная картина у вершины трещины заметно меняется. Причем уменьшается суммарная плотность дислокаций в окрестности вершины, и могут исчезать целые линии скольжения, образующие в исходном состоянии характерный дислокационный «крест». Отжиг образца приводит к более заметным изменениям дислокационной структуры, чем длительнее временная выдержка.

Увеличение температуры позволяет сократить время, необходимое для залечивания микротрещин. Экспоненциальный характер полученных зависимостей говорит о протекании термоактивированных процессов.

Показано, что воздействие электромагнитного излучения видимого диапазона приводит также к изменению дислокационной структуры у вершины трещины. Уменьшается суммарная плотность дислокаций в окрестности вершины. Зависимости изменения числа дислокаций у вершин трещин от времени воздействия излучения носят экспоненциальный характер.

Установлено, что при прочих равных условиях процессы релаксации напряжения и залечивания протекают в кристаллах, подверженных воздействию элек-

тромагнитного излучения видимого диапазона, интенсивнее в ~5 раз по сравнению с нагревом.

Совместное действие электромагнитного излучения видимого диапазона и нагрева усиливает эффект.

Воздействие света увеличивает подвижность дислокаций и стимулирует процессы залечивания у вершин остановившихся трещин также за счет обратимого движения дислокаций.

Действие света разной интенсивности и разного спектрального состава приводит к разным изменениям дислокационных фигур травления у вершин трещин после асимметричного скола. Зависимость эффекта от спектрального состава излучения выражается кривой, максимальные значения на которой лежат в области коротких длин волн видимого диапазона.

Воздействие света и одновременный нагрев способствуют релаксации механических напряжений и приводят, соответственно, к изменению плотности дислокаций у вершины трещины. Последнее, по-видимому, обусловлено различием величин энергии, получаемой кристаллом при нагреве и освещении.

Полученные экспоненциальные зависимости говорят о протекании термически активируемых процессов. Интенсивность залечивания и релаксации напряжений зависит, как показано, от спектрального состава излучения и его интенсивности. По-видимому, и при нагреве и при действии видимого излучения активизируется один и тот же механизм, вероятность срабатывания которого тем больше, чем меньше длина электромагнитного излучения. Наибольший эффект наблюдается при воздействии рентгеновского излучения.

Исследовано движение дислокаций при воздействии ультрафиолетового излучения.

Установлено, что в щелочно-галоидных кристаллах величины пробегов лидирующих дислокаций в лучах дислокационных «розеток», генерированных индентором Виккерса, имеют максимум при небольших временах нагружения и одновременного УФ облучения. По мере увеличения времени воздействия на кристалл фиксируемые величины пробегов уменьшаются и становятся сопоставимыми с величинами пробегов, дислокаций при нагружении без облучения. Наблюдаемый максимум наиболее выражен для краевых дислокаций как по величине, так и по степени его локализации.

Установлено, что при одновременном УФ облучении и нагружении ШГК наблюдается разупрочнение материала (25 %). При предварительном же облучении кристаллов наблюдается обратный эффект – кристалл упрочняется (15 %). Предполагается, что наблюдаемые явления могут быть связаны с дислокационно-экситонным взаимодействием.

Экспериментально установлено неравноценное релаксационное подрастание статического «упругого» двойника в ионных кристаллах исландского шпата при воздействии постоянной нагрузки и совместном воздействии постоянной нагрузки и УФ облучения, обусловленное изменением условий движения двойнивающих дислокаций, в частности, за счет более легкого преодоления стопоров.

В основу наблюдаемых эффектов может быть положен механизм взаимодействия дислокации в ионных кристаллах с низкоэнергетическими экситонами. Последние образуются при облучении ионных кристаллов

УФ и рентгеновскими лучами. Взаимодействие экситона с заряженной ступенькой на дислокации сопровождается смещением ее на одно межатомное расстояние. Это взаимодействие вызывает увеличение винтовых составляющих дислокации, остановленной каким-либо стопором. Аннигиляция винтовых отрезков сопровождается отрывом дислокации от стопора. Таким образом, дислокационно-экситонное взаимодействие может способствовать преодолению дислокацией стопора и обеспечивать ее более легкое движение. При дислокационно-экситонном взаимодействии образуются

F-центры, распад которых сопровождается люминесценцией. В наших экспериментах наблюдалась люминесценция щелочногалоидных кристаллов при воздействии УФ излучения и исландского шпата при рентгеновском излучении, что косвенно подтверждает действие предложенного механизма.

Таким образом, искусственное залечивание микротрещин можно интенсифицировать воздействием электромагнитного излучения от теплового до рентгеновского. Наибольший эффект наблюдается при воздействии рентгеновского излучения.

Pluzhnikova T.N., Tyalin Yu.I., Fedorov V.A. Spontaneous and artificial healing of microcracks. Mechanisms of spontaneous and artificial restoration of continuity in alkali-halide crystals have been discussed. Factors intensifying or blocking restoration of bonds have been determined. Two stages of healing have been identified: fast and slow ones. By modeling, we have estimated change of interaction forces between cleavage surfaces depending on their relative position.

Key words: healing; juvenile surfaces; interaction; plastic flow; geometric factor; external action.