

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна

Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В.

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ
ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З ФІЗИЧНОГО
МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА:**

- 1. ВИВЧЕННЯ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ ТА
ВИЗНАЧЕННЯ МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК
МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ.**
- 2. ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ.**

ХАРКІВ 2007

УДК 538.9:539.3+548.5(075.8)

ББК 22.37я73

Б15

Рекомендовано до друку вченою радою фізичного факультету
Харківського національного університету імені В. Н. Каразіна
(протокол № 9 від 23.11.2007 р.)

Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з фізичного матеріалознавства: 1. Вивчення пластичної деформації та визначення механічних характеристик металів і сплавів. 2. Вирощування монокристалів. - Х.: ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2007. - 36 с.

Методичні вказівки містять необхідний матеріал для теоретичної підготовки та рекомендації щодо виконання лабораторних робіт з фізичного матеріалознавства для студентів III та IV курсів фізичного факультету ХНУ імені В. Н. Каразіна.

УДК 538.9:539.3+548.5(075.8)

ББК 22.37я73

Б15

© ХНУ імені В. Н. Каразіна, 2007.

© Бадіян Є.Ю., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., 2007

© І.М. Дончик, макет обкладинки, 2007.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1

ВИВЧЕННЯ ПЛАСТИЧНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ ТА ВИЗНАЧЕННЯ МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

Мета роботи: *ознайомитися з основними механізмами пластичної деформації твердих тіл; навчитися по діаграмах деформації, які отримані при одноосьовому розтяганні зразків, визначати характеристики міцності та пластичності; з використанням оптичної мікроскопії вивчити деформаційний рельєф випробуваних зразків.*

ВСТУП

Під дією зовнішніх сил тверде тіло деформується. На початковій стадії навантаження виникає пружна (оборотна) деформація, тобто вихідні розміри тіла відновлюються після зняття прикладених зовнішніх сил. Пружна деформація лінійно залежить від прикладеної напруги. Величина пружної деформації реальних матеріалів становить соті частки відсотка. По досягненні певного навантаження разом із пружною відбувається пластична (необоротна) деформація (ПД). ПД матеріалів - це залишкова деформація, що зберігається в зразку після зняття навантаження. Для різних металів і сплавів та умов випробувань величина ПД може досягати значень від часток відсотка до декількох десятків і навіть сотень відсотків.

На цей час природа пружної деформації з'ясована і є строга теорія пружності, у теорії ж пластичної деформації залишається багато невирішених проблем. Найбільш перспективною теорією, що пояснює різні процеси пластичності й міцності, є дислокаційна. Відповідно до цієї теорії низька міцність реальних кристалів (на 3-4 порядки нижче розрахункової (теоретичної) міцності) є наслідком наявності в них великої кількості лінійних дефектів – дислокацій, що володіють здатністю легко переміщатися по окремих кристалографічних площинах і взаємодіяти як між собою, так і з іншими дефектами кристалічної решітки. ***Пластична деформація металів відбувається шляхом необоротного зсуву однієї частини кристала відносно іншої завдяки переміщенню дислокацій у кристалі, що є основним мікромеханізмом ПД.*** Відомі й інші механізми ПД: дифузійне масоперенесення, зерномежеве проковзування, ротаційні механізми. Оскільки існують різні способи переміщення дислокацій, що приводять до ПД, то не дивно, що явище це досить складне, і в цей час немає ні однієї загальноприйнятої теорії, що могла б повною мірою кількісно описати ПД. Характер ПД істотно залежить від температури, швидкості деформації, передісторії зразка, його розмірів, внутрішньої структури, а у випадку монокристалів – від кристалографічної орієнтації відносно напрямку прикладеного напруження.

1. Основні механізми пластичної деформації

Відомо, що зсувна пластична деформація кристалічних тіл відбувається шляхом ковзання, двійникування, вигину й повороту однієї частини кристала відносно іншої. На рис. 1 схематично представлені різні механізми зсувної деформації в кристалах.

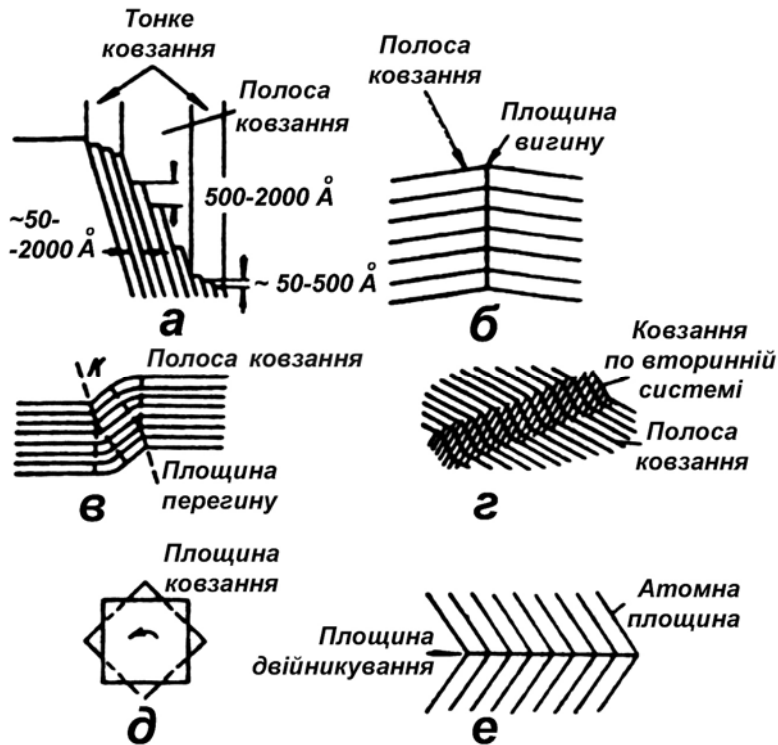


Рис. 1. Схематичне зображення зсувної деформації в кристалах:

а – лінії тонкого ковзання і смуги ковзання; б – вигин; в – перегин; г – смуги деформації; д – поворот решітки; е – двійникування

Застосування рентгенографії, електронної мікроскопії та різних ядерно-фізичних методів дослідження дозволило розглянути механізми ПД на атомному рівні, розширити пізнання про структурні зміни та еволюцію дефектної структури кристалічних тіл при ПД.

Основними механізмами зсувної ПД вважаються **ковзання** і **двійникування**. На добре відполірованих поверхнях деформованих кристалів в оптичному мікроскопі можна спостерігати одну або кілька систем паралельних тонких ліній у випадку ковзання та плоскопаралельних смуг при двійникуванні.

Процеси ковзання і двійникування на атомному рівні добре описані після відкриття дислокацій – елементарних носіїв зсувної деформації.

Розглянемо ковзання і двійникування на макроскопічному рівні як кінцевий результат спостережуваного єдиного акту зсувної деформації.

Ковзання. Під ковзанням розуміють зсувне переміщення однієї частини кристала відносно іншої, при якому кристалічна будова обох частин не змінюється. В області зсуву кожний атом площини переміщується на однакові відстані, що становлять ціле число періодів решітки. Ковзання відбувається по певних кристалографічних площинах і напрямках зсуву в цих площинах, які відповідно називаються **площинами ковзання** і **напрямами ковзання**.

Сукупність площин ковзання і напрямків ковзання становлять *систему ковзання*.

Перетинання площини ковзання з поверхнею кристала дає звичайно чітку помітну *лінію ковзання*, у результаті чого спочатку гладка поверхня монокристала в процесі деформації стає східчастою. Сходи виникають там, де дислокації виходять на поверхню зразка. На рис. 2 *а* показана мікрофотографія поверхні деформованого монокристала алюмінію. Лінії на цьому знімку представляють сходи на поверхні, кожна з яких виникла в результаті виходу на поверхню більше 50 дислокацій, що рухалися в одній площині ковзання. Група близько розташованих ліній ковзання утворюють *смугу ковзання* (рис. 2 *б*).

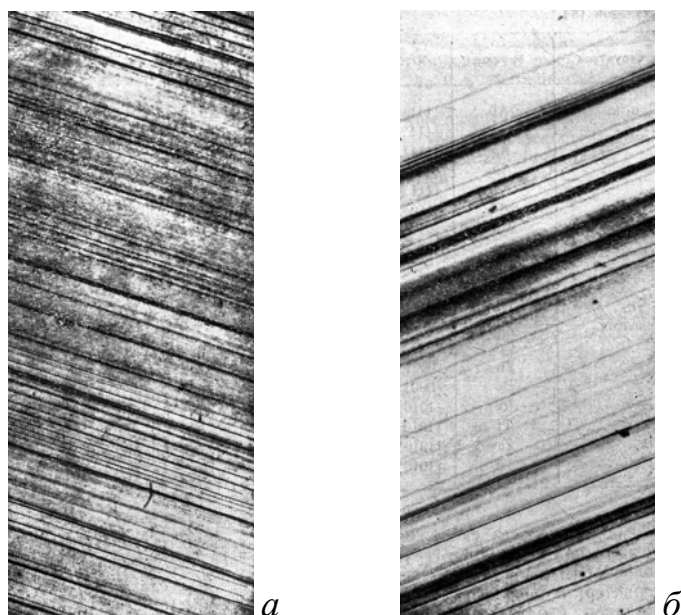


Рис. 2. Поверхня монокристала алюмінію після деформації на:

а – 20% при $T=90$ К (видні тільки лінії тонкого ковзання), $\times 12500$;

б – 30% при кімнатній температурі (більша частина ліній ковзання згрупована в смуги ковзання), $\times 12500$

При більших ступенях деформації звичайно має місце перехід від однієї системи ковзання до декількох систем ковзання. Структура на поверхні перетерплює зміни: з'являються хвилясті лінії ковзання, спостерігається перетинання ліній ковзання і фрагментація смуг ковзання (рис. 3).

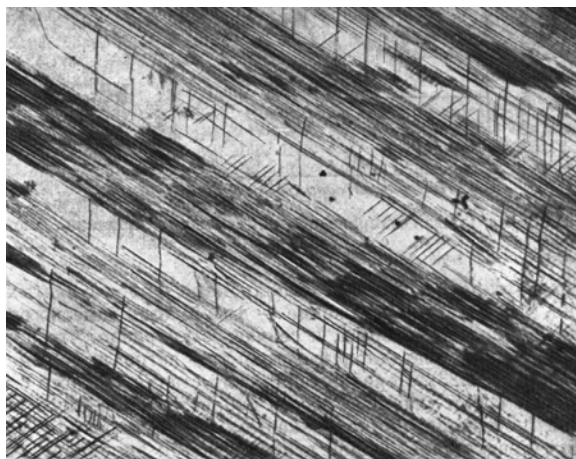


Рис. 3. Множинне ковзання в кристалі алюмінію, $\times 100$

Процес деформації, природно, залежить від природи кристалів і умов випробувань, але у всіх випадках ковзання відбувається по певних кристалографічних площинах і неоднорідно.

Кристалографія ковзання. Ковзання повинне відбуватися по найбільш щільно упакованих площинах тому, що між ними в кристалі найбільша відстань; у щільно упакованої атомної площини поверхнева енергія на одиницю площі відносно мала, завдяки цьому здатність атома утворювати зв'язок значною мірою використана в самій площині. Якщо над такою щільно упакованою площиною перебуває інша, їй подібна, то сили взаємодії конфронтуючих атомів ослаблені у зв'язку з порушенням кругової симетрії міжатомних сил через вплив близько розташованих сусідів у самій щільно упакованій площині.

Напрямки легкого ковзання в кристалі також відповідають самим найбільш щільно упакованим напрямкам у площині ковзання і є найкоротшими відстанями, трансляція по яких відновлює вихідну кристалічну решітку в результаті одиничного зсуву. Із цієї причини речовина в області зсуву залишається кристалічною в процесі ПД.

Двійникування. Іншим зсувним механізмом ПД є двійникування. *Двійникування кристалів – це явище, що полягає в утворенні в кристалі двох областей з різною орієнтацією, зв'язаних певним перетворенням симетрії: дзеркальним відбиттям у деякій кристалографічній площині (площина двійникування), поворотом навколо певної кристалографічної осі (вісь двійникування); інверсією відносно точки (двійники відбиття, аксіальні двійники, двійники інверсії).* Якщо одна з двійникових структур займає незначну частину всього кристалу, то її називають **двійниковим прошарком**, а іншу частину - **материнським кристалом**. Двійники виникають у процесі росту кристалів (двійники росту), під дією зовнішніх навантажень (механічні двійники), при нагріванні деформованих кристалів (двійники відпалу), при фазових перетвореннях (двійники фазових перетворень). *Механічне двійникування – один з основних механізмів ПД кристалів, особливо в умовах, що затрудняють процес ковзання.*

2. Критичне напруження зсуву

Зсувна деформація по певних площинах і напрямках ковзання або двійникування кристалів починаються при досягненні діючих у них дотичних напружень критичного значення. Це положення відомо як **закон критичного сколюючого напруження Шмідта**.

Ковзання (або двійникування) починається в першу чергу в тих площинах і напрямках, де дотична складова напруги раніше досягає критичної величини, достатньої для виникнення ковзання. При даній величині зовнішньої сили значення дотичного напруження залежить від

взаємної орієнтації зовнішньої сили, площини й напрямку ковзання. Тому, хоча і є декілька кристалографічно еквівалентних площин і напрямків легкого ковзання, не для всіх величина дотичного напруження однакова. У результаті ковзання розвивається послідовно: коли вичерпуються сприятливо розташовані стосовно зовнішньої сили площини й напрямки, у процес деформації вступають інші, менш сприятливо орієнтовані.

Для того, щоб порівнювати поведінку кристалів різних орієнтацій, напруження стікання прийнято перераховувати на напруження уздовж напрямку зсуву в площині ковзання (так зване приведені напруження зсуву).

Критичне напруження зсуву можна визначити при одноосьовому розтяганні по-різному орієнтованих монокристалів. Розглянемо кристал із площею поперечного перерізу S (рис. 4), до якого прикладене розтягуюче навантаження P , що викликає розтягуюче напруження σ_t ; OX – напрямок ковзання в площині ковзання, λ - кут між віссю розтягання і напрямком ковзання. Вісь розтягання становить кут χ із площиною ковзання, тому площа ковзання дорівнює $S/\sin\chi$. Звідси напруження розтягання в площині ковзання дорівнює

$$(P/S)\sin\chi = \sigma_t \sin\chi, \quad (1)$$

а напруження зсуву по площині ковзання, приведені до напрямку ковзання, становить

$$\tau = \sigma_t \sin\chi \cos\lambda = \sigma_t \cos\varphi \cos\lambda, \quad (2)$$

де φ – кут між віссю розтягання і нормаллю ON до площини ковзання. Добуток $\sin\chi \cos\lambda$ визначає **фактор орієнтації (фактор Шміда)**: чим він менше, тим нижче дотичні напруження в даній системі ковзання при заданому зусиллі, що розтягує.

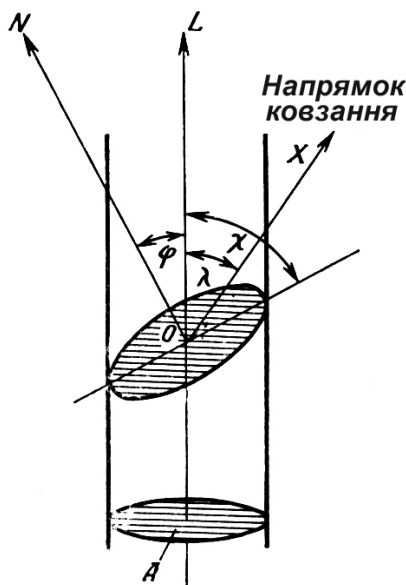


Рис. 4. До визначення приведеного напруження зсуву по системі ковзання

Вираз (2) показує, що за деяких умов напруження τ дорівнює нулю, а саме у тому випадку, коли вісь розтягання перпендикулярна до площини ковзання, тобто $\lambda = 90^\circ$, або коли вісь розтягання паралельна площини ковзання й $\chi = 0$. Таким чином, для двох граничних орієнтувань деформація ковзанням не повинна мати місця, оскільки напруження зсуву в напрямку ковзання дорівнює нулю. З іншого боку, максимальне зсувне напруження отримуємо у тому випадку, коли $\sin \chi \cos \lambda = 0,5$, що відповідає значенням кутів χ і λ , рівним 45° . Звідси випливає, що $\tau_{\max} = 0,5 \sigma_t$.

З виразу (2) випливає, що пластична деформація кристала починається, коли приведені напруження зсуву у відповідній площині та напрямку ковзання досягає певного критичного значення $\tau_{кр}$, що не залежить від орієнтації кристала:

$$\tau_{кр} = \sigma \sin \chi \cos \lambda, \quad (3)$$

де σ – розтягуюче напруження, при якому починається пластичне стікання.

3. Види механічних випробувань

Залежно від характеру напруженого стану, створюваного у випробуваному матеріалі, і умов його навантаження розрізняють кілька видів механічних випробувань.

При **статичних випробуваннях** навантаження прикладається до зразка порівняно повільно і плавно зростає. До статичних випробувань належать: випробування на розтягання; випробування на стиск; випробування на крутіння; випробування на вигин (при цьому матеріал у відповідних зонах піддається дії стискаючих і розтягуючих напружень).

При **динамічних випробуваннях** навантаження прикладається з ударом і з великою швидкістю – ударне розтягання, ударний вигин (ударна в'язкість). Випробування при повторно-змінному навантаженні частіше проводять в умовах вигину або крутіння. Навантаження при цьому додається статично або динамічно багаторазово.

Швидкості деформування і деформації при динамічних випробуваннях на кілька порядків більше, ніж при статичних. Так, у стандартних випробуваннях на динамічний вигин швидкість деформування становить 3-5 м/с, а швидкість деформації – порядку 10^2 с^{-1} , у той час як при статичних випробуваннях ці величини становлять $10^{-5} - 10^{-2} \text{ м/с}$ и $10^{-4} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ відповідно. *Швидкість деформування* – це змінення довжини зразка за одиницю часу. *Швидкість деформації* – це змінення відносного подовження (в %) за одиницю часу.

Кожне із зазначених випробувань не визначає всіх механічних властивостей матеріалу і його поведінки в готових виробах, а лише виявляє

сукупність властивостей, які характерні для нього в даному напруженому стані. Механічні випробування зразків стандартних розмірів і форми в умовах однакового напруженого стану дають основні вихідні дані, що дозволяють порівнювати та оцінювати властивості різних матеріалів.

4. Діаграми деформації

Джерелом кількісної і якісної інформації відносно параметрів міцності і пластичності та характеру деформації можуть бути діаграми (криві) деформації. Діаграми деформації знімаються на спеціальних установках при різних типах випробувань. Найпоширеніший вид деформаційних випробувань зразків матеріалу – *одноосьове розтягання*. При розтяганні зразків діаграми розтягання записуються або будуються в координатах «*навантаження - подовження*» ($P - \Delta l$) або «*напруга - деформація*» ($\sigma - \varepsilon$). У цьому випадку навантаження P , яке вимірюють при перерізі, що безперервно змінюється, відносять до початкового перерізу зразка S_0 , тобто до перерізу, що у момент виміру вже не існує. У такий спосіб визначають *умовне напруження* :

$$\sigma = \frac{P}{S_0} . \quad (4)$$

Під дією прикладеного розтягуючого навантаження зразок (наприклад, у вигляді стрижня) деформується – збільшується в довжині та зменшується в діаметрі. Якщо довжина стрижня від вихідної l_0 зростає до l_n , то *умовну відносну деформацію* стрижня визначають як

$$\varepsilon = \frac{l_n - l_0}{l_0} , \quad (5)$$

тобто за величину деформації приймається відношення зміни розміру зразка до його вихідного значення. Як і у випадку напруження, іноді визначають не умовну, а дійсну деформацію, тобто враховують безперервну зміну розмірів тіла в процесі деформування.

Для визначення характеристик міцності і пластичності матеріалів по діаграмах деформацій використовуються спеціальні розривні установки, що дозволяють розтягувати зразки при різних швидкостях і температурах і записувати діаграми деформацій аж до руйнування останніх. Звичайно випробовують на розрив стандартні зразки із круглим або прямокутним перерізами. Для дослідницьких цілей використовуються зразки довільної форми, зручної для вивчення того або іншого ефекту.

Криві деформації відбивають інтегральний характер залежності між прикладеним до зразка напруженням і викликану їм деформацією. Багато особливостей і ефектів ПД (зуб і площадка плинності, стрибкоподібна де-

формація, стадії деформації та ін.) було виявлено саме по кривих деформації.

Різним структурним станам кристалічних матеріалів відповідають різні діаграми деформацій. Схеми трьох найбільш типових діаграм деформацій при розтяганні представлені на рис. 5.

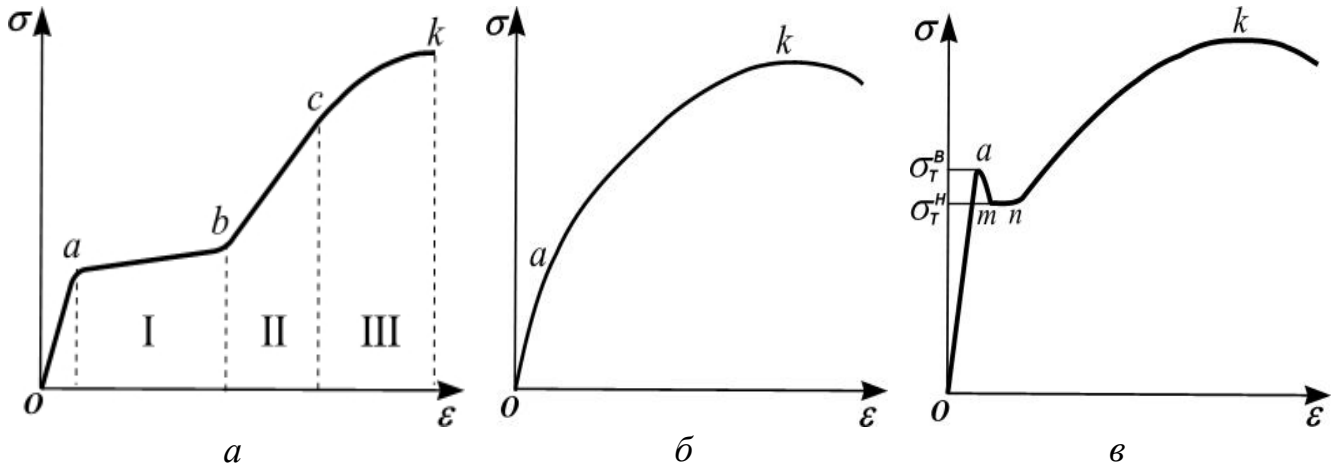


Рис. 5. Схеми типових діаграм деформацій зразків різних матеріалів

Перша схема діаграми деформації (рис. 5 а) притаманна монокристалам із ГЦК-решіткою ; друга (рис. 5 б) – полікристалам із ГЦК- і ГЦУ- решітками; третя (рис. 5 в) – кристалам із ОЦК-решіткою і більшості металів із ГЦК- і ГЦУ- решітками з високою концентрацією крапкових дефектів (після гартування, опромінення, деформації, старіння матеріалів).

На рис. 5 а наведена **діаграма деформації для монокристалів із ГЦК-решіткою** і з орієнтацією осі розтягання уздовж кристалографічного напрямку, сприятливого для початкового ковзання по одній із систем паралельних щільно упакованих площин.

На початковій стадії (І) ПД ковзанням здійснюється в основному рухом дислокацій в одній системі ковзання (*стадія легкого ковзання*). На поверхні зразка фіксуються тонкі, паралельні одна інший довгі лінії ковзання (до 1 мм) – сліди виходу дислокацій на поверхню зразка (рис. 6 а).

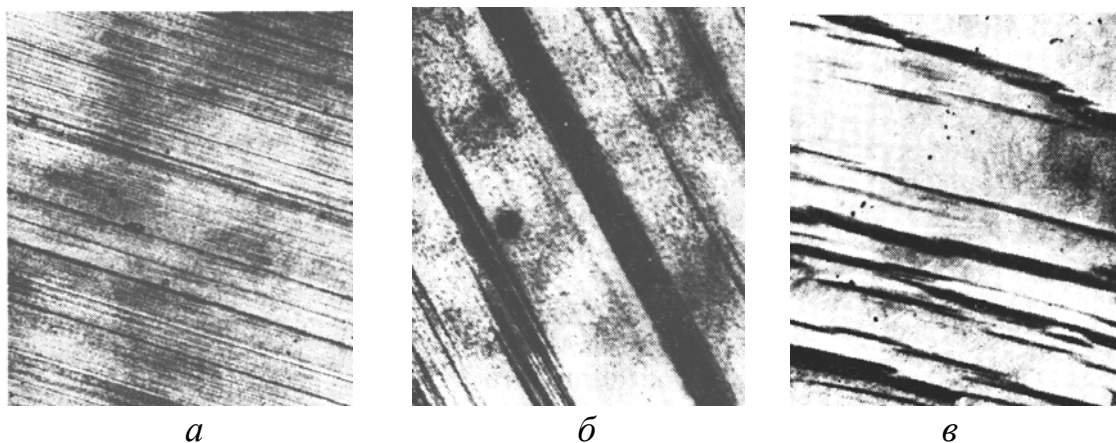


Рис. 6. Поверхневі лінії та смуги ковзання на різних стадіях пластичної деформації міді

Після стадії легкого ковзання в міру подальшої деформації починається *стадія множинного ковзання* (II) – рух дислокацій у двох і більше системах. При цьому зростає число зустрічей і перетинань дислокацій і відповідно число бар'єрів, що перешкоджають їхньому руху. Деформація стає все більше неоднорідною. На поверхні можна спостерігати нерівномірно розподілені лінії ковзання, витягнуті в різних напрямках і скривлення ліній ковзання (утворюються *смуги ковзання*) (рис. 6 б).

При подальшому збільшенні ступені деформації за стадією множинного ковзання спостерігається *стадія інтенсивно розвиненого поперечного ковзання* (III), яка пов'язана з інтенсивним розвитком поперечного ковзання гвинтових дислокацій. При цьому спостерігається фрагментація смуг ковзання (рис. 6 в).

Діаграми деформації полікристалічних матеріалів (рис. 5 б) відбивають усереднену криву залежності «напруження - деформація» конгломерату по-різному орієнтованих відносно напрямку прикладеного навантаження окремих зерен.

Полікристал принципово відрізняється від монокристалу наявністю в його структурі сітки малокутових і висококутових меж зерен. Полікристал можна розглядати як сукупність довільно орієнтованих монокристалів (зерен), відділених один від іншого межами зерен. При розтяганні такого кристала усередині кожного зерна вдалині від меж зерен картина на початкових стадіях ПД у першому наближенні повинна відповідати картині деформації монокристала. Через різну орієнтацію зерен деформація в них починається не одночасно і розвивається неоднорідно. У першу чергу ковзання виникає у сприятливо орієнтованих зернах, усередині яких є система ковзання, де діють максимальні дотичні напруження, що перевищують критичне напруження, що сколює (при цьому на поверхні зразка з'являються довгі тонкі лінії). Таких зерен у зразку, як правило, відносно мало і вони роз'єднані. Для подальшої деформації зразка необхідна участь у деформації більшості зерен. Отже, потрібно забезпечити естафетну передачу деформації від зерна до зерна. При деформації кожне окреме зерно не може змінювати свою форму та орієнтацію незалежно одне від одного. Відповідно до критерію Мізеса при деформації полікристалів для збереження суцільності по межах зерен необхідно, щоб у прикордонних областях діяло як мінімум п'ять різних систем ковзання в кожному зерні.

Для матеріалів з ОЦК-решіткою та більшості металів із ГЦК- і ГЦУ-решітками з високою концентрацією домішкових дефектів на діаграмах деформації спостерігаються **зуб і площадка плинності** (рис. 5 в). Існує поняття про верхню і нижню границі плинності. До верхньої границі плинності σ_T^B деформація вважається пружною, але відразу ж після неї спостерігається різке спадання напруження до значення нижньої границі

плинності σ_T^H , при якому наступна деформація (звичайно 0,1-1,0%) іде при незмінному зовнішньому зусиллі і утворюється площадка плинності (*mn*). Під час подовження, що відповідає цій площадці, зразок на робочій довжині покривається характерними смугами Чернова-Людєрса, у яких локалізується деформація. Зуб і площадка плинності обумовлені різким збільшенням числа рухливих дислокацій на початку пластичного плину за рахунок розблокування раніше закріплених дислокацій і за рахунок утворення нових. Подальший хід діаграми деформації для таких матеріалів якісно збігається з ходом деформаційної кривої для полікристалів (рис. 5 б, в).

Для характеристики полікристалічних матеріалів користуються діаграмами деформації. Однак для з'ясування механізмів ПД набагато більший інтерес представляють експериментальні криві деформації для монокристалів. Так, вплив типу кристалічної решітки, умов деформування на вид діаграми деформації більш наочно проявляються при випробуванні монокристалів.

5. Характеристики міцності, які визначаються при випробуваннях на розтягання

Загальне для всіх діаграм деформації, які наведені на рис. 5, – це наявність прямолінійної області (*oa*), що відповідає пружної деформації (ε_y), і криволінійної частини (*abck*), що відповідає пластичній (необоротній) деформації зразка. Після зняття навантаження в пружній області зразок вертається до первісних вихідних розмірів, тобто лінія навантаження йде уздовж прямої *ao*, і деформація знижується до нуля. Таким чином, основною ознакою пружної деформації є її оборотність. Відповідно до закону Гука відношення напруження до деформації в цій області $E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$ – величина стала – визначає «жорсткість» матеріалу і називається **коефіцієнтом пружності або модулем Юнга**.

Максимальна величина прикладеного напруження, яка не викликає залишкової деформації після її зняття, називається **границею пружності** σ_y , а напруження, що відповідає початку відхилення від лінійного ходу кривої деформації (від закону Гука), – **границею пропорційності** $\sigma_{n.y}$. Визначення дійсного значення σ_y і $\sigma_{n.y}$ пов'язане з технічними труднощами, тому що передбачає проведення вимірів дуже малих деформацій.

Однієї з найважливіших характеристик механічних властивостей матеріалів є **фізична границя плинності** σ_m , яка дорівнює мінімальному напруженню початку пластичної деформації. Фактично вона відповідає границі пружності σ_y і стартовому напруженню руху дислокацій (як еле-

ментарних носіїв пластичності) або напруженню початку роботи джерел дислокацій, зародження та переміщення яких приводить до необоротного залишкового деформування кристалічних тел. Найбільш достовірними значеннями істинної або фізичної границі плинності можна вважати величину напруження безпосередньої реєстрації за допомогою оптичного або електронного мікроскопа початку необоротного переміщення дислокацій або величину критичної амплітуди коливань при визначенні внутрішнього тертя.

На практиці в більшості випадків користуються **умовною границею плинності** – величиною напруження, прикладення якого до зразка викликає певне значення залишкової деформації. Звичайно це значення дорівнює **0,2%** залишкової деформації (іноді 0,1% або 0,3% і більше), тому величина умовної (технічної) границі плинності позначається $\sigma_{0,2}$.

Діаграма пластичної області деформації представляє складну криву, що відбиває особливості ПД на різних стадіях деформування. Перехід із пружної області деформації в пластичну виявляється по початку зменшення кута нахилу до осі абсцис дотичної до деформаційної кривої. ПД, як правило, відбувається з підвищенням навантаження, тобто супроводжується **деформаційним зміцненням (наклепом)**. Воно полягає в тім, що якщо кристалічний зразок піддавався ПД за рахунок прикладення напруження σ_1 , то для його подальшої пластичної деформації необхідне більше напруження $\sigma_2 > \sigma_1$. Крива «напруження-деформація» дає кількісну оцінку схильності металу до деформаційного зміцнення.

Область ПД і значення деформаційного зміцнення характеризується **коефіцієнтом (модулем) деформаційного зміцнення θ** . Він визначається як тангенс кута нахилу дотичної у даній точці деформаційної кривої до горизонтальної осі:

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (6)$$

Величина θ у пружній області відповідає модулю Юнга **E** . Модуль деформаційного зміцнення залежить від ступеня деформації і його максимальне значення на 2-3 порядки менше модуля пружності. **Коефіцієнт деформаційного зміцнення характеризує абсолютне збільшення напруження плину на одиницю деформації** і має розмірність напруження – МПа (кг/мм²).

Як правило, на деформаційній кривій спостерігаються три стадії зміцнення (рис. 7): відразу ж за пружною областю й до деформації 1-2% спостерігається перша стадія з дотриманням параболічної залежності (ступінь $n \approx 0,5$), далі йде прямолінійна ділянка кривої з $n \approx 1$ – друга стадія, за нею настає третя стадія, параболічна залежність ($n \approx 0,5$). При підвищених температурах переважає третя стадія. На цій стадії дислокації, колись

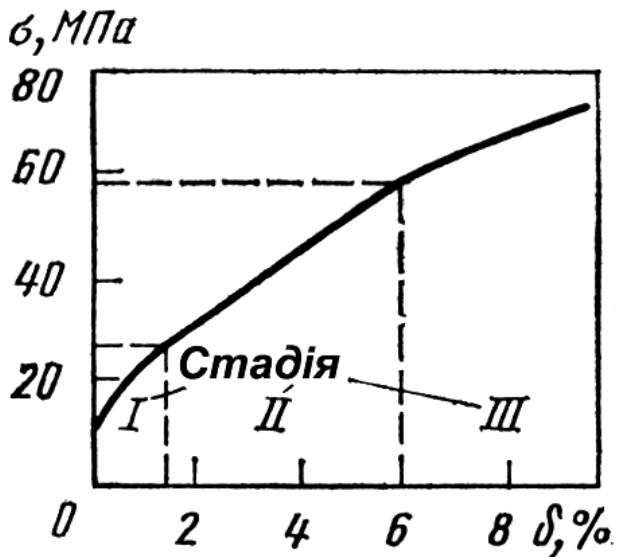


Рис. 7. Стадії пластичної деформації полікристалів із ГЦК-решіткою

блоковані перешкодами на своїх площинах ковзання, виявляються здатними до поперечного ковзання в результаті спільного впливу напруження і термічної активації. При цьому ПД протікає зі зменшенням деформаційного зміцнення.

Для строгого аналізу закономірностей деформаційного зміцнення необхідно користуватися діаграмами деформації в координатах дійсне напруження (t)– дійсна деформація (g). Оскільки ПД ковзанням у металах здійснюється за рахунок руху дислокацій у певних площинах під дією дотичних, а не нормальних напруг, більш правильно будувати криві в координатах « $t - g$ ».

По досягненні деякого максимального значення навантаження у зразках, що деформуються, утворюються місця локального звуження поперечного перерізу у вигляді вузької ділянки – «шийки», у якій триває ПД. Криві деформації при цьому йдуть долілиць, і ПД завершується розривом зразка в цих місцях.

Максимальне напруження на діаграмі деформації (точка k), яке може витримати зразок без руйнування, називається **границею міцності** або **тимчасовим опором** σ_B .

Зниження навантаження та умовного напруження перед руйнуванням є наслідком переходу від рівномірного деформування всієї робочої частини зразка до зосередженої деформації в певному перерізі (у шийці). Через зменшення поперечного перерізу в шийці, що утворилася, зростає дійсне напруження, що і приводить до руйнування матеріалу в цьому місці. Для визначення величини **дійсного опору руйнування** σ_p необхідно навантаження, що відповідає розриву зразка, розділити на площу перерізу зразка в місці розриву.

6. Характеристики пластичності, які визначаються при випробуваннях на розтягання

Основними *характеристиками пластичності* матеріалів, які визначаються по діаграмах деформації при випробуванні на розрив в умовах одноосового розтягання зразків у вигляді циліндричного стрижня, є відносне подовження й відносне звуження:

загальне відносне подовження $\delta = \frac{l_k - l_0}{l_0}$, (8)

відносне звуження поперечного перерізу зразка $\psi = \frac{S_0 - S_k}{S_0}$, (9)

де l_0, l_k – відповідно довжини робочої частини зразка до випробування і після руйнування, а S_0, S_k – відповідно початкова і кінцева (після розриву) площі поперечного перерізу зразка. Як і для характеристик міцності, доцільно розрізняти умовні та дійсні значення характеристик пластичності. Відношення приросту довжини зразка до початкової довжини визначає *умовне подовження*; відношення приросту довжини до довжини в цей момент часу дає *дійсне подовження*. Якщо, наприклад, розбити процес збільшення довжини від l_0 до l_k на ряд етапів (l_1, l_2, l_3 і т.д.), то подовження на першому етапі складе $\frac{l_1 - l_0}{l_0}$, на наступному – $\frac{l_2 - l_1}{l_1}$ і т.д. Тоді дійсна деформація

$$\varepsilon_d = \frac{l_1 - l_0}{l_0} + \frac{l_2 - l_1}{l_1} + \dots + \frac{l_n - l_{n-1}}{l_{n-1}} = \int_{l_0}^{l_k} \frac{dl}{l} = \ln \frac{l_k}{l_0} . \quad (10)$$

Аналогічним чином можна одержати формулу для звуження поперечного перерізу зразка при деформації. З положення про сталість об'єму при рівномірному деформуванні ($V_0 = V_k$) випливає:

$$\psi_d = \ln(1 - \psi)^{-1} . \quad (11)$$

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

У студентів кафедри фізики твердого тіла (КФТТ) є можливість проводити механічні випробування зразків нарізних установках: установці для деформування зразків, яка розроблена та сконструйована на КФТТ, і на розривній машині серійного виробництва 2055 Р-0,5.

Нижче наведені схеми, описи і порядок роботи на обох установках.

На рис. 8 наведена схема установки, яка дозволяє деформувати зразки в умовах активного навантаження і в автоматичному режимі записувати діаграми деформації в координатах «напруження- деформація» (σ - ϵ), а також у процесі деформування реєструвати структуру поверхні досліджуваного зразка за допомогою WEB-камери, з'єднаної з комп'ютером.

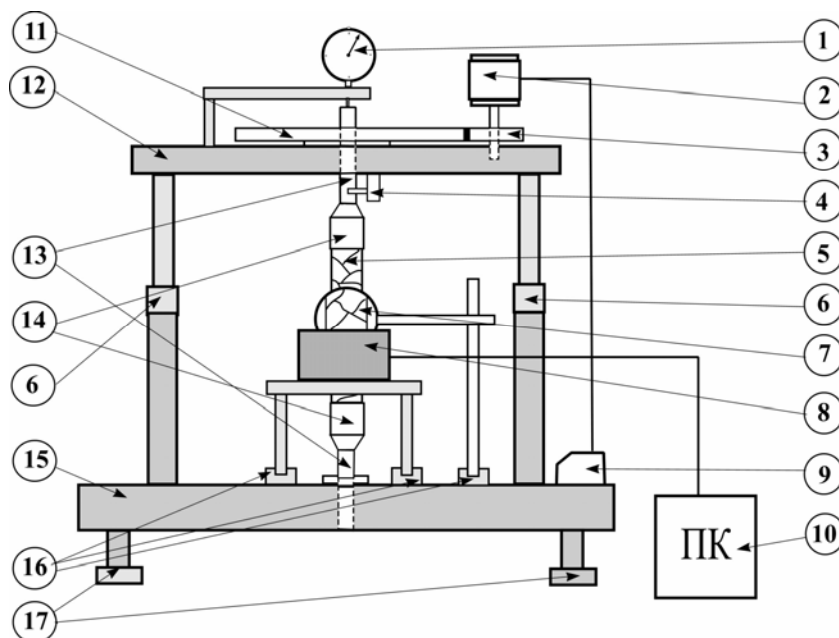


Рис. 8. Схема установки для деформування зразків:

1 - індикатор годинного типу; 2 - електричний реверсивний двигун; 3, 11 - провідна і ведена шестирні; 4 - стопорний гвинт; 5 - зразок; 6 - опори; 7 - система лінз; 8 - відеокамера; 9 - перемикач; 10 - ПК; 12, 15 - верхня і нижня платформи; 13 - верхня і нижня тяги; 14 - затискачі для кріплення зразка; 16 - направляючі для переміщення столика і пристрою для фокусування; 17 - стійки для регулювання рівня

Установка, що наведена на рис. 8, складається із двох твердих платформ (15,12), з'єднаних двома опорами (6), довжина яких може мінятися залежно від довжини випробуваного зразка. На верхній платформі (12) закріплена шестерна пара (11, 3). Провідна шестерня (3) з'єднана з електричним реверсивним двигуном (2). До веденої шестерні (11) за допомогою нарізного сполучення приєднана верхня тяга (13) і затискач (14) спеціальної форми

для кріплення зразка. До нижньої платформи (15) кріпиться нижня тяга (13) і затискач (14) для зразка. На столику перед зразком кріпиться відеокамера (8), що може переміщатися в трьох напрямках. Між камерою й зразком кріпиться система лінз (7), що дозволяє одержати збільшення і чітке зображення поверхні зразка. Зображення поверхні зразка передається по спеціальному кабелю в ПК (10). Наявність цифрової відеокамери, з'єднаної з комп'ютером, дозволяє досліджувати зміни структури поверхні зразка в процесі його деформування.

Пристрій працює у такий спосіб: після закріплення зразка в затискачах включається електродвигун за допомогою перемикача (9). Обертання вала двигуна передається через шестерню (3) до шестерні (11), що вкручує в себе тягу (13), з'єднану із затискачем. Для запобігання обертання зразка встановлений стопорний гвинт (4). Обертний рух шестерні (11) приводить до поступального руху тяги із затискачем.

Величина деформації може бути визначена за часом деформування, оскільки швидкість деформування постійна, а також за допомогою індикатора годинного типу (1), укріпленого над верхньою тягою. Пристрій розвиває зусилля більше 50 кгс. В установці передбачена зміна швидкості деформування заміною шестерної пари або заміною ідентичного електродвигуна з іншою швидкістю обертання. У процесі деформування зразка автоматично записується діаграма деформації (розрахунок величин напруження і деформації зразка виробляється автоматично з урахуванням вихідного перетину і вихідної довжини досліджуваного зразка).

Схема і технічні характеристики розривної машини 2055 Р-0,5

Розривна машина марки 2055 Р-0,5 призначена для випробування зразків в умовах одноосового розтягання при кімнатній температурі, а також для проведення випробувань на стиск, вигин і малоцикловую втому.

Основні характеристики розривної машини:

- найбільше граничне навантаження 5000 Н (500 кгс),
- швидкість переміщення активного затискачу від 1 до 1000 мм/хв (це дозволяє деформувати зразки зі швидкістю деформації $\dot{\epsilon} = 10^{-4} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$).

При випробуванні зразків в умовах активного розтягання в автоматичному режимі графічно фіксується крива розтягання зразків у координатах «навантаження-подовження» ($P-\Delta l$), на табло в процесі деформування відображається поточне навантаження і поточна величина переміщення активного затискачу, а також фіксується максимальне навантаження, що витримує зразок перед руйнуванням.

На рис. 9 наведена схема розривної машини серійного виробництва 2055 Р-0,5.

Порядок роботи на розривній машині 2055 Р-0,5 наступний:

1. Увімкніть машину в мережу. Перевірте на холостому ходу роботу машини за наступними пунктами:
 - а) робота привода в обох напрямках; б) спрацьовування кінцевих вимикачів; в) робота індикаторів деформації; г) робота привода самописа; д) робота пульта керування.
2. Натисніть клавішу «вгору» або «вниз» залежно від зони проведення випробувань. Якщо датчик, установлений на рухливій штанзі, то робоча зона – «вниз».
3. Установити потрібну швидкість руху активного затискачу. Установка швидкості здійснюється на ходу. Необхідний діапазон швидкості руху активного затискачу встановите натисканням на відповідну клавішу панелі блоку керування й пересуванням до упору вправо або вліво ручки перемикачів діапазонів привода.
4. Увімкніть потрібний масштаб запису руху активного затискачу. Наприклад, для масштабу 10:1 тумблер переведіть у положення «Б», а перемикач редуктора масштабів – у проріз із індексом «3». У нейтральному положенні тумблера запис руху активного затискачу припиняється.
5. Для режиму роботи з автоматичним поверненням активного затискачу натисніть клавішу «9-А» на панелі.
6. Поворотом ручки аретиру за годинниковою стрілкою зафіксуйте шарнір датчика.
7. Установіть в затискачах зразок.
8. Поворотом ручки аретиру проти годинникової стрілки звільніть шарнір датчика.
9. УВАГА! За допомогою упорів на тязі встановите вихідну відстань між затискачами з урахуванням інерції.
10. Відповідною клавішею вибрати діапазон вимірів (масштаб навантаження).
11. Резисторами встановити цифрове табло блоку індикації навантаження в нульове положення.
12. Натисканням на кнопку «скидання» на лицьовій панелі блоку індикації переміщення активного захвату переведіть цифрове табло в нульове положення. Клавіша «пуск» на панелі занулює показання максимального навантаження на відповідному табло.
13. Натисканням на клавішу кнопкової станції, розташованої на правій бічній стійці машини, увімкніть робочий хід.
14. Поточне навантаження відображається на відповідному табло.
15. Після зруйнування зразка зупиніть робочий хід машини натисканням на кнопку «стоп».
16. Поворотом ручки аретира за годинниковою стрілкою зафіксуйте шарнір датчика.
17. Витягніть зразок із затискачів розривної машини.

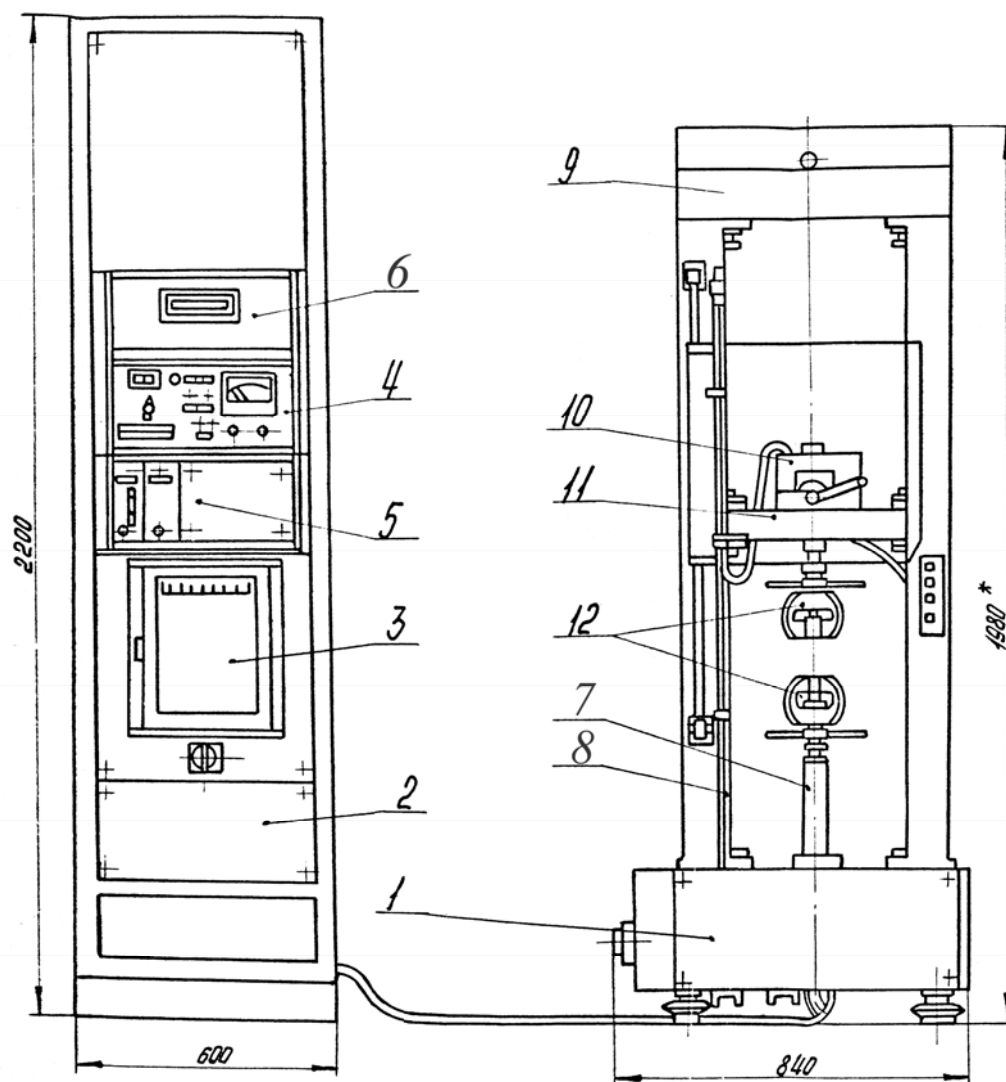


Рис. 9. Схема розривної машини 2055 Р-0.5:

1 – машина розривна; 2 – пульт керування; 3 – блок запису і діаграми; 4 – блок керування; 5 – система уніфікована 1925 М-2-5,0; 6 – блок індикації переміщення активного затискачу; 7 – опора; 8 – тяга; 9 – траверса нерухлива; 10 – датчик сили; 11 – траверса рухлива; 12 – затискачі

8. Завдання і порядок виконання лабораторної роботи

Завдання:

1. Одержати діаграми деформації для полікристалічних зразків.
2. Визначити всі механічні характеристики випробуваних зразків.
3. Вивчити деформаційний рельєф досліджених зразків.

У даній лабораторній роботі для визначення механічних характеристик металів, деформованих в умовах активного одноосового розтягання при кімнатній температурі, і вивчення деформаційного рельєфу зразків у процесі деформації за допомогою відеокамери, з'єднаної з комп'ютером, а також за допомогою оптичного мікроскопа деформованих зразків необхідно виконати наступне:

1. Підготувати зразки Al або Cu з певним розміром зерна (на вибір викладача) для механічних випробувань. Виміряти початкові робочу довжину l_0 і переріз S_0 зразків.

2. За допомогою хімічного травлення виявити зеренну структуру зразків і одержати мікрофотографії зразків за допомогою сканера до і після випробування.

3. Провести механічні випробування металевих зразків Al або Cu в умовах одноосового розтягання з певною швидкістю деформування при кімнатній температурі та одержати діаграми розтягання в координатах «навантаження-подовження» ($P-\Delta l$) і діаграми деформації в координатах «напруження-деформація» ($\sigma-\varepsilon$).

4. За отриманими діаграмами розтягання для досліджених металевих зразків Al або Cu визначити:

характеристики міцності:

а) умовну границю плинності $\sigma_{0,2}$ визначають за формулою $\sigma_{0,2} = P_{0,2} / S_0$. Для цього по осі абсцис від початку координат на діаграмі розтягання відкладають відрізок $OK = 0,2 l_0 / 100$ і через точку K проводять пряму, паралельну прямолінійній ділянці діаграми. Ордината точки e буде відповідати величині навантаження $P_{0,2}$, що визначає умовну границю плинності (рис. 10).

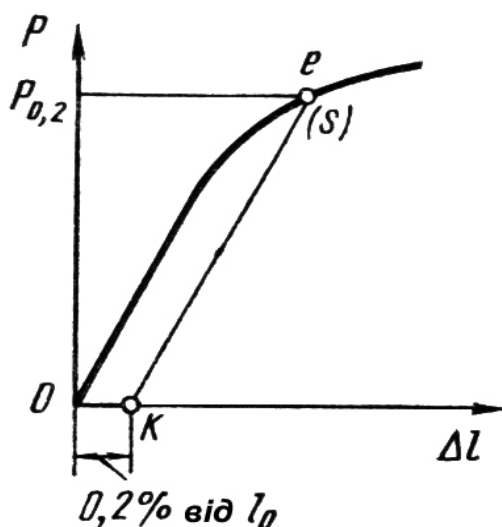


Рис. 10. Визначення умовної границі плинності за діаграмою розтягання

б) границю міцності (тимчасовий опір) σ_B розраховують за формулою $\sigma_B = P_K / S_0$, де P_K – максимальне навантаження на первинній діаграмі розтягання - ордината точки k (див. рис. 5). Для матеріалів, що руйнуються з

утворенням шийки, σ_B – це умовне напруження, яке характеризує опір максимальній рівномірній деформації;

характеристики пластичності:

а) максимальну деформацію зразка $\varepsilon_{\max}$ визначають за формулою

$$\varepsilon_{\max} = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100\%, \text{ визначивши по діаграмі розтягання абсолютне подовження}$$

Δl до моменту руйнування (у точці k на рис. 5) і знаючи початкову довжину l_0 ;

б) відносне звуження поперечного перерізу зразка ψ визначають за формулою (9). Для експериментального визначення відносного звуження після розриву зразка досить виміряти його мінімальний діаметр у місці розриву. Величину ψ визначають звичайно у випадку дослідження циліндричних зразків.

в) коефіцієнт деформаційного зміцнення θ (6) розраховують як тангенс кута нахилу дотичній до осі абсцис, проведеної в певній точці деформаційної кривої в координатах $\sigma - \varepsilon$ на ділянці, що відповідає області пластичної деформації.

Результати проведених досліджень представити у вигляді таблиці:

$N_{зр}$	l_0 , мм	S_0 , мм ²	l_k , мм	S_k , мм ²	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	θ , МПа	$\varepsilon_{\max}$, %	ψ , %

5. Вивчити за допомогою оптичного мікроскопу деформаційний рельєф випробуваних зразків і зрівняти зі структурними даними, отриманими за допомогою відеокамери в процесі деформації зразків. По наявності ліній ковзання і систем ковзання в різних зернах зробити висновок про розвиток зсувної деформації в досліджених зразках Al або Cu.

Примітка: при розриві зразка в затискачах розривної машини **результати випробувань не враховуються.**

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. Учебное пособие для вузов. - М.: Металлургия. - 1983. - 352 с.
2. Неклюдов И.М., Камышанченко Н.В. Основы физики прочности и пластичности металлов. Учебное пособие. Часть II. Дефекты в кристаллах. Белгород: БелГУ. - 2003. - 488 с.
3. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов: Пер. с англ. - М.: Мир. - 1972. - 408 с.
4. Физическое металловедение. / Под ред. Канна Р.У., Хаазена П. Т. 3: Физико-химические свойства металлов и сплавов: Пер. с англ. - М.: Металлургия. - 1987. - 663 с.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ

Мета роботи: 1) *ознайомитися з основними принципами та умовами вирощування монокристалів;*
2) *вивчити сучасні методи і познайомитися з технікою вирощування монокристалів;*
3) *одержати монокристал цинку.*

ВСТУП

Кристалічні тверді тіла існують у вигляді окремих кристалітів – **монокристалів** – і у вигляді **полікристалів**, що представляють собою сукупність різних образом орієнтованих кристалітів – зерен.

У промисловості та техніці знайшли широке застосування штучно вирощені однорідні монокристали різних речовин, причому діапазон завдань, для рішення яких необхідні монокристали, безупинно розширюється. Розвиток нових галузей науки і сучасних технологій вимагає одержання металевих і неметалічних монокристалів з особливою структурою і заданими властивостями.

У цей час розроблені численні методики як лабораторного, так і промислового призначення для вирощування монокристалів різних речовин: металів, напівпровідників, діелектриків, матеріалів з високими температурами плавлення, органічних і неорганічних сполук.

Якщо говорити про металеві матеріали, то їх можна умовно розділити на три основні групи:

- відносно легкоплавкі метали, аж до міді ($T_{\text{пл}} < 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$);
- тугоплавкі метали ($T_{\text{пл}} > 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$);
- метали, у яких спостерігаються фазові перетворення у твердому стані.

У цей час одержання монокристалів легкоплавких металів не представляє особливих труднощів; для цього розроблені прості та надійні методи. Сутужніше вирощувати монокристали металів двох інших груп. Монокристали чистих матеріалів одержувати легше, ніж кристали сплавів; сутужніше одержувати монокристали з певною кристалографічною орієнтацією, які мають складну форму (профільовані кристали).

З безлічі існуючих способів одержання монокристалів вибір того або іншого способу залежить від двох головних факторів: від температури плавлення матеріалу та від наявності або відсутності матеріалів для виготовлення контейнерів, інертних стосовно розплаву даного металу або сплаву.

Якість одержуваних монокристалів визначається щільністю і характером розподілу структурних недосконалостей, включень і домішок, а для сплавів – ще й рівномірністю розподілу компонентів.

1. ОСНОВНІ ПРИНЦИПИ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ

Щоб виростити монокристал із речовини, яка перебуває в будь-якому агрегатному стані, необхідні умови:

- *переведення системи у метастабільний стан;*
- *наявність зародка (кристалу- затравки);*
- *спрямований тепловідвід із системи, що кристалізується.*

Метастабільний стан – це відносно стійкий стан пересичених розчинів, переохолоджених розплавів і т.д., що перестає бути стійким, коли в систему вводиться **затравка – кристалик не менше певного так званого критичного розміру**. На затравці відбувається кристалізація речовини, якщо при цьому забезпечений **постійний відвід тепла**. **Загальною й основною вимогою**, яка повинне виконуватися при використанні будь-якого методу вирощування монокристалів, є **створення умов для росту тільки одного зародка**.

У загальному випадку вимоги зводяться до того, щоб вирощений продукт був монокристалом високої чистоти, містив мінімальну кількість дефектів при заданій сполуці, у повному обсязі мав мінімальний рівень внутрішніх напружень.

Для цього необхідно звертати увагу на наступне:

1. При *готуванні розплаву, розчину* і т.д. необхідно *підібрати легуючі домішки*, що надають кристалам певні фізико-хімічні властивості.
2. *Підібрати сполуку середовища*, у якій відбувається кристалізація (інертна, воднева і т.д.).
3. *Підготувати або виростити матеріал затравки* необхідної форми й достатнього ступеня досконалості.
4. *Вибрати матеріал тигля (виливниці)*, у якому буде відбуватися кристалізація.
5. *Вибрати нагрівальний пристрій (піч).*

Джерелами нагрівання в апаратурі для вирощування монокристалів служать різноманітні печі опору. Широке поширення одержали *трубчасті печі*, що представляють собою вогнетривку трубу з намотаним на неї нагрівальним елементом у вигляді дроту або стрічки, засипаним теплоізолюючим матеріалом. Труби, виготовлені із кварцу, годяться для нагрівання до 1100°C, до 1500°C можна застосовувати алюмосилікатні труби, до 1900°C служать труби із чистого глинозему, а до 2200°C – із двоокису цирконію або двоокису торію. Для одержання температур до 1250°C можна користуватися ніхромом, до 1500°C – платиною, до 2500°C – молібденом або вольфрамом. Оскільки молібден і вольфрам при нагріванні легко окислюються, то їх потрібно використовувати в інертній атмосфері або вакуумі. Останнім часом з'явилися нові сплави, наприклад, фехраль, кантал та ін., за допомогою яких можна досягти температури 1200-1400°C нагріванням на повітрі.

6. *Забезпечити контроль температури і правильний відвід тепла.*

Для виміру температури існує багато приладів: рідинні термометри, термометри опору, термопари, пірометри. Дія *рідинних термометрів* ґрунтується на властивості рідини розширюватися при нагріванні, дія *термометрів опору* – на залежності електроопору від температури. Вимір більш високих температур здійснюється за допомогою *оптичного пірометра*. Найбільш широке застосування для виміру температури в практичному матеріалознавстві одержали **термопари**. Дія термопари ґрунтується на виникненні електрорушійної сили (е.р.с.) у місцях контакту (спаю) двох провідників різної сполуки і е.р.с. у провіднику, кінці якого підтримуються при різних температурах. Величина е.р.с. визначається природою металу та різницею температур між холодним і гарячим спаями. Відомо, що при контакті двох різних металів між ними виникає різниця потенціалів (контактна різниця потенціалів). Вона залежить від хімічного складу дотичних металів і від їхньої температури. Контактна різниця потенціалів виникає при зіткненні двох незаряджених провідників, що мають різні роботи виходу ($A_1 > A_2$). При цьому електрони із другого провідника будуть переважно переходити в перший. Якщо температури в місцях контактів провідників різні, то в замкнутому ланцюзі, що складається з декількох металів, виникає електричний струм (термоелектричний струм).

Бажано, щоб у робочій області температур величина е.р.с. у термопарі залежала від температури лінійно. Широко використовують термопари *хромель-алюмель* (ХА), придатні для виміру температури не вище 1100°C (*хромель*: $90\%\text{Ni}+10\%\text{Cr}$, *алюмель*: $90\%+2\%\text{Al}+1\%\text{Si}+2\%\text{Mg}$). *Хромель-капелеві* термопари (ХК) використовуються при температурі не вище 700°C . *Платину* застосовують у парі із *платинородієвими* сплавами і використовують в інтервалі температур від 600°C до 1600°C . При $T > 1600^{\circ}\text{C}$ придатні сплави вольфраму, молібдену, танталу і титану.

7. *Вибрати пристрій для рівномірного відносного переміщення кристалу та печі.*

8. *Забезпечити стабілізацію і керування температурою кристалізації.*

2. МЕТОДИ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ

Основні методи вирощування монокристалів можна розділити на три групи.

Вирощування: а) з пари (з газової фази),
б) з розчинів,
в) з розплавів.

2.1. Вирощування монокристалів з газової фази

Вирощування *монокристалів з газової фази* застосовується, головним чином, для одержання *епітаксіальних плівок і нитковидних кристалів* (*епітаксія* – це орієнтоване нарощування монокристалічного шару однієї речовини на поверхні кристалу іншої речовини); такі плівки (шари) є важливими елементами електронних схем, пристроїв магнітної пам'яті, інтегральної оптики тощо.

Методи сублімації, тобто кристалізації речовини із власної пари, зручні для тих речовин, які легко сублімуються, не переходячи в рідку фазу (нафталін, фосфор, карбід кремнію).

Ріст монокристалів відбувається в закритій посудині (запаяні скляні або кварцові трубки), у якій є дві температурні області: в одній температура вище температури сублімації, в іншій - значно нижче; у першій кристал возгоняється, у другий – росте на стінках посудини або на затравці.

При кристалізації з газової фази часто використовуються **хімічні транспортні реакції**, які дозволяють вести кристалізацію при температурах значно менших, ніж температура сублімації. *Суть методу полягає в тому, що над вихідною речовиною проходить потік газу, що реагує із цією речовиною і одночасно несе продукти реакції. У холодній зоні частки необхідної речовини конденсуються і поступово утворюють кристал, а залишкові продукти реакції виносяться за межі кристалізатору* (рис. 1). Швидкості росту кристалів з газової фази невеликі – порядку декількох мікрометрів на годину.

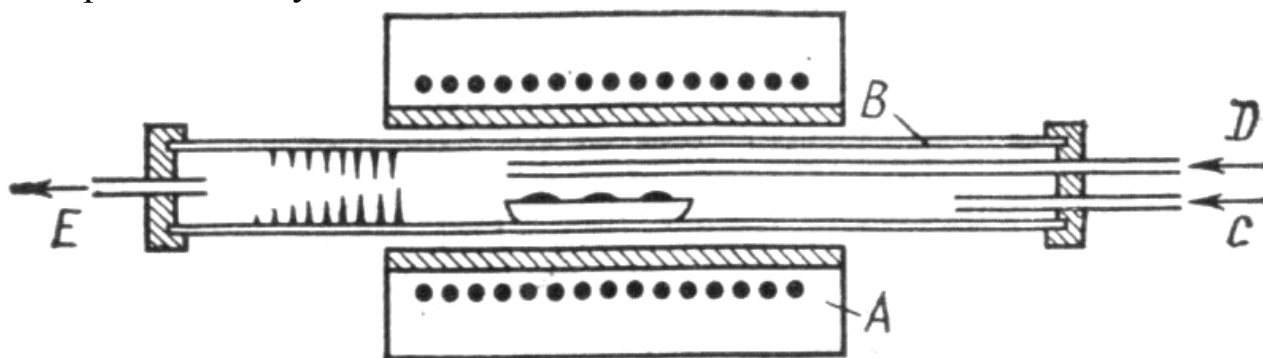


Рис. 1. Схема вирощування кристалів Cd за методом транспортної реакції:

A – піч; B – посудина, на дні якої перебуває металевий кадмій; C – введення водню; D – введення сірководню; E – виведення продуктів реакції

2.2. Вирощування монокристалів із розчинів

Ріст кристалів із розчинів заснований на дифузії атомів (молекул) розчиненої речовини з пересиченого розчину до зростаючого кристала. Пересичення утворюється у різні способи: за рахунок збільшення концентрації розчиненої речовини при випарюванні (випарі) розчинника, зниження температури розчину (при цьому концентрація розчину росте за рахунок зменшення розчинності речовини при зниженні температури), утворення температурного перепаду тощо.

Вирощування монокристалів здійснюється з використанням затравок невеликих кристалів, бажано з мінімальною кількістю структурних дефектів і певним огранюванням: таким, щоб зростаючий кристал набирав бажану форму (габітус) і орієнтацію. З розчинів вдається вирощувати монокристали з досить досконалою структурою, без внутрішніх напружень, практично будь-яких розмірів (масою в десятки кілограмів).

Загальним недоліком всіх методів цієї групи є малі швидкості росту, тобто більша тривалість процесу вирощування (місяцями).

З розчинів вирощують кристали водорозчинних неорганічних і органічних сполук (наприклад, сегнетову сіль, сегнетоелектрики, квасці, селітру тощо.)

Найпростіший метод полягає в підвищенні концентрації розчину шляхом випару розчину. Більш складним є метод, у якому розчинник циркулює. Затравки зі зростаючими кристалами обертаються в розчині та, крім того, відбувається циркуляція розчину (рис. 2). У середній посудині підтримується температура більш висока, ніж температура кристалізації, тому речовина, що перебуває на дні посудини, розчиняється. Пересичений розчин, який при цьому з'являється, перекачується за

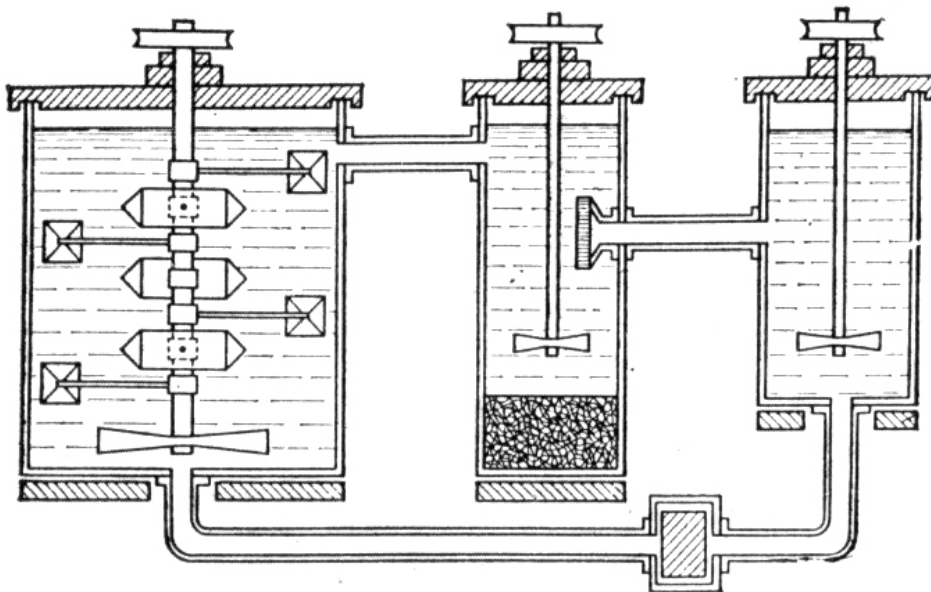


Рис. 2. Схема вирощування кристалів з розчину із циркуляцією розчинника

допомогою мішалки із середньої посудини в праву, у якій температура дорівнює температурі кристалізації; у правій посудині розчин прохолоджується, перемішується і, залишаючись пересиченим, надходить по нижній трубці в ліву посудину, з якої зростає кристал; збіднені частини розчину, легшаючи, піднімаються нагору і переходять з лівої посудини в праву, де вони знову розчиняють речовину, що перебуває на дні. Таким чином, кристал зростає в умовах безперервного підживлення розчину.

Особливий метод кристалізації з розчинів - це гідротермальний синтез. Він застосовується для речовин, у яких розчинність при кімнатній температурі і нормальному тиску мала, а при підвищенні тиску і температури вона різко підвищується. На рис. 3 наведена схема гідротермального методу. В автоклаві для кристалізаційного процесу створюють досить високий тиск, до 3 кбар (300 МПа), і температуру до 700°C, а також необхідний градієнт температури. У нижній частині автоклава

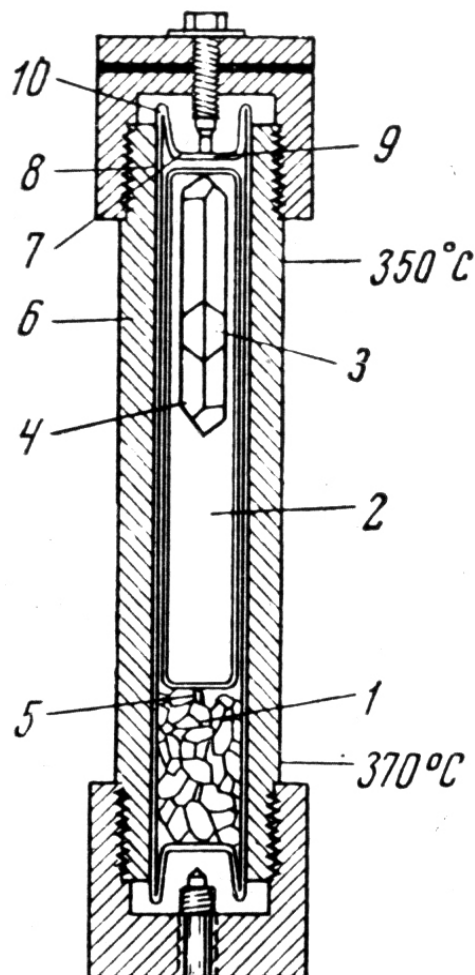


Рис. 3. Схема гідротермального методу вирощування кристалів кварцу:

1 – живильне середовище; 2 – лужний водяний розчин, який перебуває під тиском; 3 – затравка; 4 – виростий кристал; 5 – опора; 6 – кожух; 7 – конічний наконечник; 8 – внутрішня трубка; 9 – запобіжна діафрагма; 10 – приварений бортик

температура підтримується більш високою, ніж у верхній. Внаслідок виникаючих конвекційних потоків, які утворюються в розчині через наявність градієнта температури, відбувається безперервний перенос розчиненої речовини до зростаючого на затравці кристалу.

Гідротермальний метод – єдиний метод, що застосовується для вирощування монокристалів речовин, які при підвищенні температури переходять в інші поліморфні модифікації або плавляться зі зміною сполуки.

При гідротермальному синтезі кристали виростають із досконалою структурою. За допомогою цього методу вирощують монокристали кварцу, гранатів, алюмосилікатів, вольфраматів.

Недоліки методу: дуже маленька швидкість росту і складна громіздка апаратура.

2.3. Вирощування монокристалів із розплавів

Всі методи вирощування монокристалів з розплавів ґрунтуються на висновках з кінетичної теорії росту кристалів. ***Ріст кристалів можливий тільки тоді, коли поблизу поверхні кристала підтримується постійний градієнт температури, що припускає наявність у кристалізаційній установці нагрівача і холодильника.*** Інакше кажучи, після виникнення зародка швидкість росту кристала визначається лише швидкістю відводу схованої теплоти кристалізації від поверхні розділу між твердою фазою і розплавом.

Методи вирощування монокристалів із розплавів застосовуються для речовин, які плавляться без зміни сполуки, не мають поліморфних перетворень і хімічно малоактивні.

Є кілька груп методів, що підрозділяються залежно від способу відводу тепла в розплаві. Вони засновані на

*зміні температури розплаву при нерухливій затравці
або*

переміщенні кристала в полі температурного градієнту.

Як правило, переохолодження поблизу фронту кристалізації не повинно перевищувати декількох градусів. За таких умов спонтанна кристалізація практично не відбувається. Якщо до поверхні розплаву наблизити кристал-затравку, то він стає активним центром зародження, починається мимовільна кристалізація з одного центра, у результаті виростає монокристал із кристалографічною орієнтацією, що задається орієнтацією затравки.

2.3.1. Метод Кіропулоса

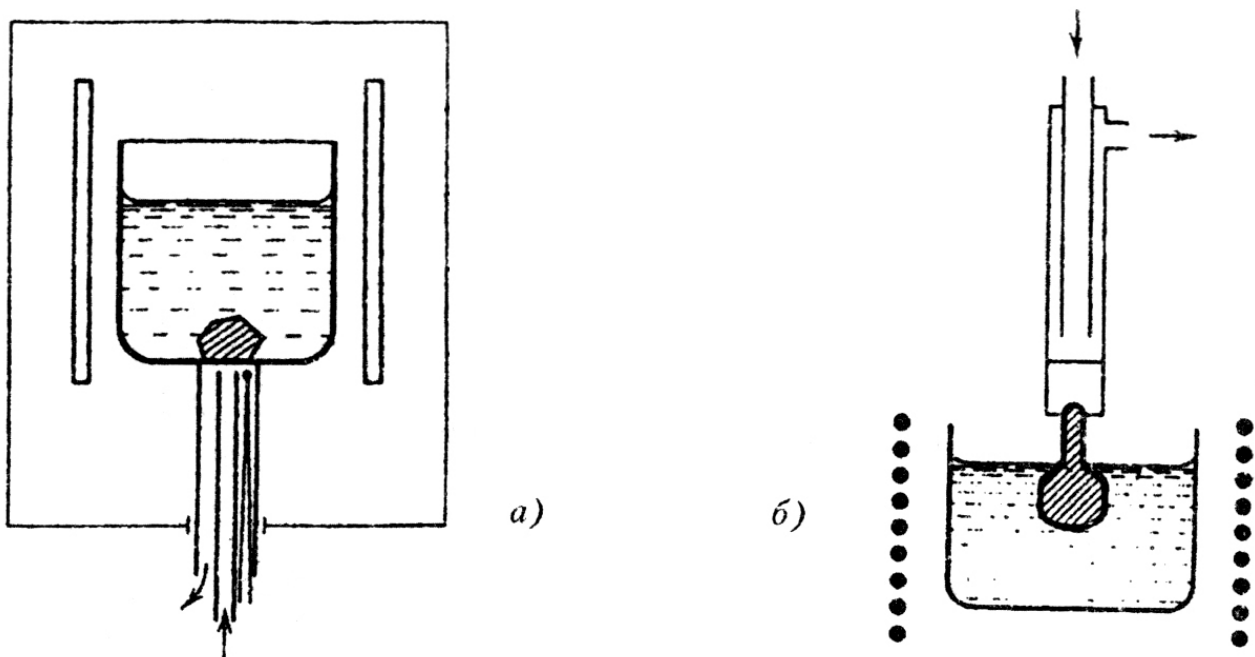
У методі Кіропулоса при вирощуванні монокристалів використовується зміна температури розплаву.

Є кілька варіантів цього методу. Загальним є локальне охолодження розплаву в об'ємі, де зароджується і зростає кристал. Використовуються способи, коли відбувається спонтанне зародження або вирощування на затравці (рис. 4).

Розплав перебуває в нерухомому тиглі, від зростаючого кристала безупинно відводиться тепло: затравка закріплена на холодильнику, що охолоджується холодною водою або струменем холодного газу. В міру зростання кристалу холодильник піднімають (автоматично або вручну) так, щоб у зіткненні з розплавом був не весь кристал, а лише невеликий шар, що прилягає до зростаючої поверхні. Весь об'єм розплаву кристалізується за умови малих температурних градієнтів (~ 10 град/см), і, як наслідок, внутрішні напруження термічного походження практично не виникають. При спонтанній кристалізації габітус кристала визначається принципом Гіббса-Кюрі-Вульфа: найбільший розвиток мають грані з малими кристалографічними індексами.

Недолік методу: не постійна, мінлива через зміни умов теплообміну, швидкість росту кристала (тому потрібна досить складна система регулювання температурного режиму).

Метод Кіропулоса застосовується для вирощування великих, масою в десятки кілограм, оптичних лужно-галоїдних і металевих кристалів.



2.3.2. Метод Чохральського

У методі Чохральського, на відміну від методу Кіропулоса, температура розплаву підтримується постійною.

Затравка відповідної орієнтації, опущена в розплав, змочується розплавом і підіймається над його поверхнею із прилиплим до неї розплавом зі швидкістю 1-40 мм/год, що не перевищує лінійну швидкість кристалізації (рис. 5). У методі Чохральського підтримують *плоский фронт кристалізації*, що дозволяє послабити механічні напружки при охолодженні та забезпечує рівномірний розподіл легуючої домішки в об'ємі кристала. Піднімальний механізм, що витягує затравку, охолоджується проточною водою. Кристал зростає фактично не в розпаві, а над розплавом, і його ріст не обмежений розміром тигля.

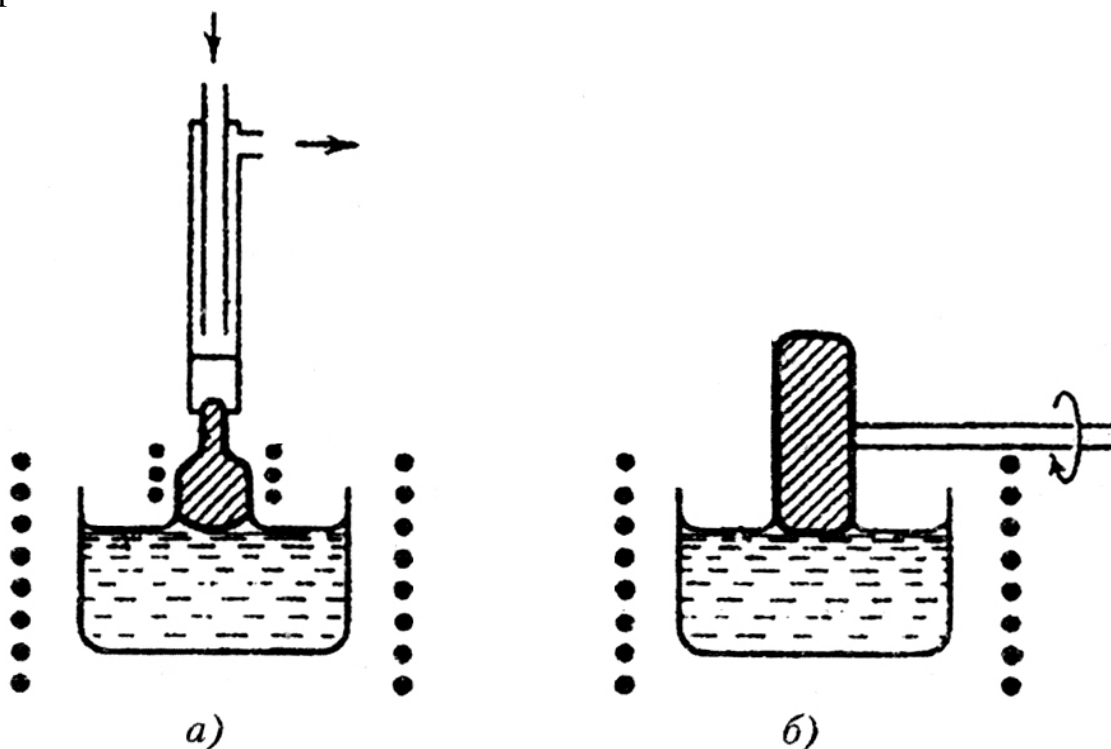


Рис. 5. Схема вирощування монокристалів методом Чохральського:
а – у формі стрижнів; б – у формі дисків

Перевагою методу Чохральського є відсутність прямого контакту між кристалом і стінками тигля, тому він зручний для вирощування монокристалів речовин, які мають великий стрибок об'єму при затвердінні. Крім того, виключається забруднення кристала внаслідок його взаємодії з матеріалом тигля. Можливість змінювати температуру розплаву і швидкість вирощування дозволяє одержувати малодислокаційні кристали. Все це забезпечило широке використання методу Чохральського, особливо для вирощування монокристалів кремнію, германію, корунду, гранатів, ніобатів, а також монокристалів металів. За допомогою цього методу вперше були отримані практично бездислокаційні монокристали Si і Ge .

2.3.3. Метод Бріджмена-Стокбаргера

У методі Бріджмена-Стокбаргера (або методі спрямованої кристалізації) передбачається переміщення тигля з розплавом у трубчастій електричній печі (іноді піднімається піч, а пробірка залишається нерухливою). Переміщення тигля або печі здійснюється за допомогою електромотора або годинного механізму.

Суть методу полягає в наступному. Тигель, що має конічне дно (якщо кристалізація йде без затравки), з розплавом поміщають у центральну частину печі (рис. 6 а), спіраль якої намотана нерівномірно так, що в середині печі є область більш нагріта, ніж вгорі або внизу. Приблизний розподіл температури за висотою печі наведено на рис. 6 б. По мірі переміщення тигля з гарячої зони в холодну у вершині конуса виникають декілька кристалів-затравок. Розвивається тільки один зародок, у якого вісь росту паралельна утворюючій тигля. Ріст зародків інших орієнтацій пригнічується, внаслідок чого виростає тільки один кристал. Використання затравки дозволяє, як і в інших методах, вирощувати кристал необхідної орієнтації. По мірі

опускання тигля поступово зростаючий кристал заповнює увесь тигель. Швидкість переміщення печі (або тигля) повинна бути трохи меншою за швидкість зростання кристалу вздовж тигля, у противному випадку верхні частини розплаву будуть кристалізуватися самостійно і у тиглі можуть з'являтися кілька кристалів різної орієнтації.

Недолік методу: обмеження росту кристала стінками контейнера, у результаті чого можливе виникнення внутрішніх напружень і забруднення кристала домішками з речовини контейнера.

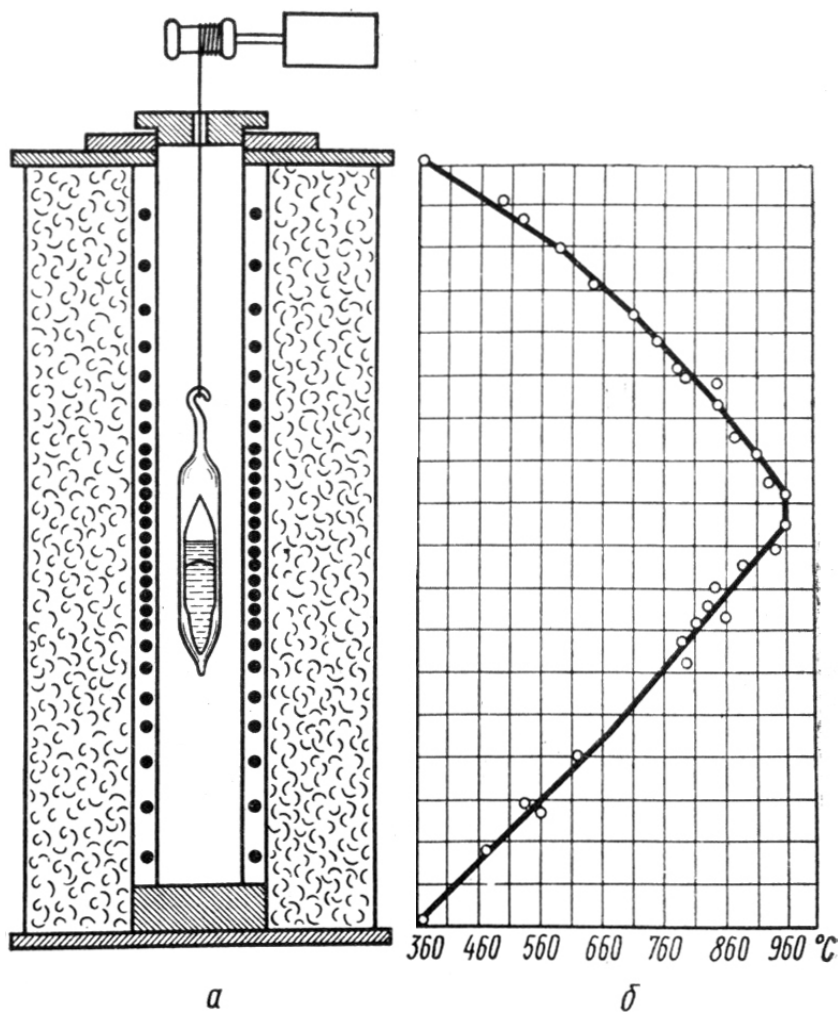


Рис. 6. Метод Бріджмена-Стокбаргера:
а – схема; б – розподіл температури в печі

2.3.4. Зонна кристалізація

Методи зонної кристалізації речовини увійшли в практику після того, як Бріджмен показав, що при спрямованій кристалізації домішки відтискуються зростаючим кристалом і зосереджуються у рідкій фазі.

Сутність методу зонної плавки полягає в наступному.

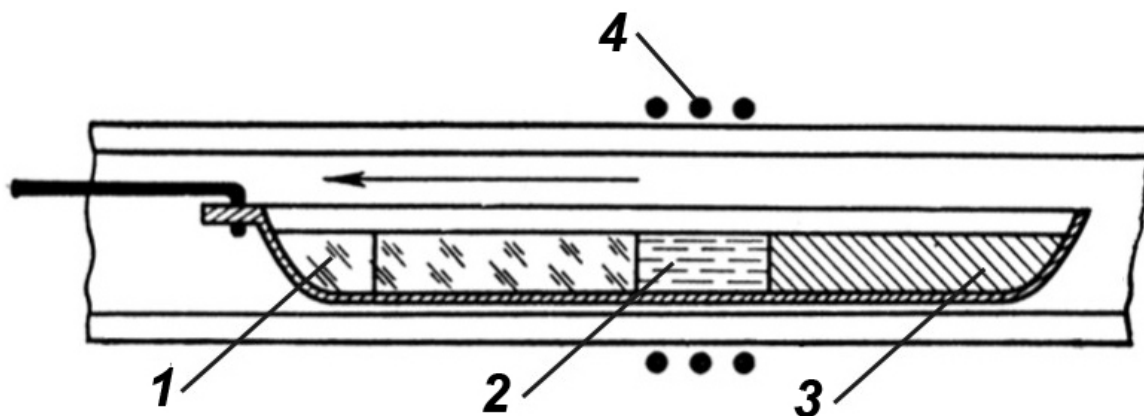


Рис. 7. Схема вирощування монокристалів методом зонної плавки:
1 – затравка; 2 – розплав; 3 – полікристалічний злиток; 4 – нагрівач

На одному кінці тигля-човника (рис. 7), завантаженого вихідним полікристалічним матеріалом, поміщають монокристалічну затравку (кристал-затравку). Спеціальним нагрівачем злиток плавлять на невеликій ділянці – у вузькій зоні в затравці. Тигель переміщують відносно нагрівача, у зоні локального нагрівання речовина плавиться, а за нею кристалізується, і затравка починає рости. При цьому домішки, які мають більшу розчинність у рідкій фазі, витісняються в напрямку переміщення фронту кристалізації, тобто на кінець злитка. *Повторюючи таке переміщення кілька разів можна одержати високий ступінь очищення і структурну досконалість вирощеного монокристалу.*

Цим методом з використанням електронно-променевого нагрівання були вирощені монокристали найбільш тугоплавких речовин: вольфраму, молібдену, титану.

2.3.5. Метод Вернейля

Метод Вернейля належить до безтигельних методів вирощування монокристалів.

На рис. 8 наведена схема вирощування монокристалів з розплаву методом Вернейля. У цьому методі дрібнодисперсний порошок вихідної речовини надходить в зону киснево-водневого полум'я. В середині бункера 1 знаходиться посудина з сітчастим дном, через яке порошок невеликими порціями падає на «свічку», кінець якої обмивається полум'ям гримучого газу. Падаючий порошок розплавляється полум'ям газу і на кінці свічки спікається в конічну затравку. Коли затравка досягає певної величини і форми, змінюють умови горіння газу, щоб розплавити вершину конусу затравки,

і далі так регулюють температуру полум'я, щоб розплавлені порошок, попадаючи на затравку, змогли приростати до неї. За таких умов забезпечується виживання одного кристалу, орієнтованого вздовж температурного градієнту. Кристал поступово росте як сталактит.

Метод Вернейля застосовують для одержання монокристалів тугоплавких речовин, наприклад: корунду і його різновидів – рубіна, сапфіра, циркону, шпінелей тощо. Вихідним матеріалом (шихтою) для безколірного монокристалу корунда служить окис алюмінію, до якого при вирощуванні червоного рубіну додають невелику кількість окису хрому, а для одержання сапфіру - окис ванадію тощо.

Перевагами методу Вернейля є можливість проведення кристалізації при температурах вище 2000 °С на повітрі, технічна простота і доступність прямого спостереження за ростом кристалу, можливість зміни його форми.

Недоліки методу Вернейля: властивості кристалу залежать від складу середовища полум'я. Крім того, кристали в процесі вирощування піддаються дії значних температурних градієнтів, у зв'язку з чим вважається доцільним проведення наступного відпалу при високих температурах.

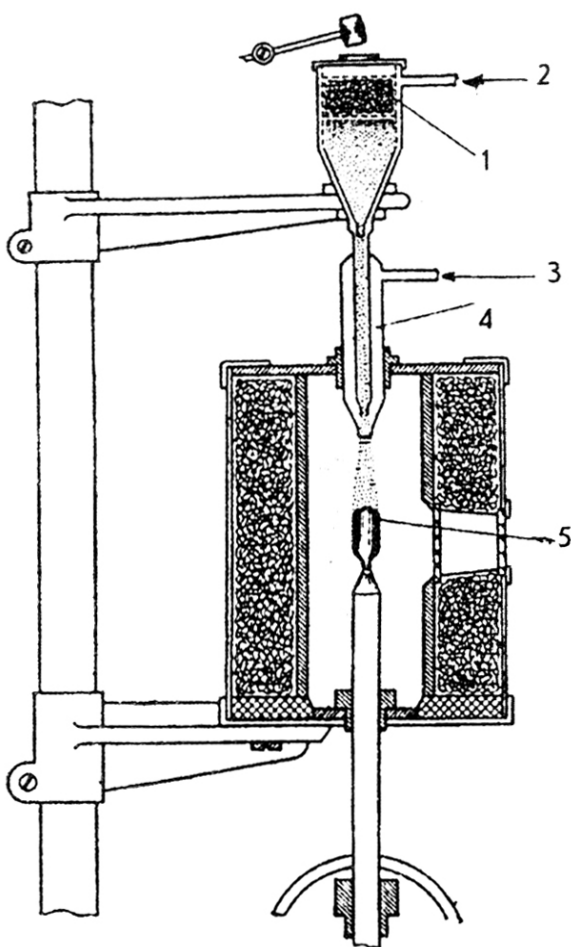


Рис. 8. Схема вирощування монокристалів методом Вернейля:

- 1 – контейнер для вихідного матеріалу;
- 2 – введення кисню; 3 – введення водню;
- 4 – пальник; 5 – зростаючий кристал

2.3.6. Вирощування профільних кристалів

Для вирощування профільних монокристалів складної форми застосовують метод Степанова-Млавського. На поверхні розплавленої речовини знаходиться пластина-формоутворювач із матеріалу, що не взаємодіє з розплавом (рис. 9). Пластина має щілини, форма і розмір яких відповідають необхідному профілю готового кристалу. Плівка кристала на поверхні формоутворювача постійно поповнюється внаслідок капілярного ефекту, а кристал переміщується вертикально зі швидкістю, яка визначається температурою в зоні кристалізації та інтенсивністю охолодження. У такий спосіб вирощують монокристаліні метрові труби та інші вироби складної форми з різних речовин – металів, іонних кристалів, а також тугоплавких окислів.

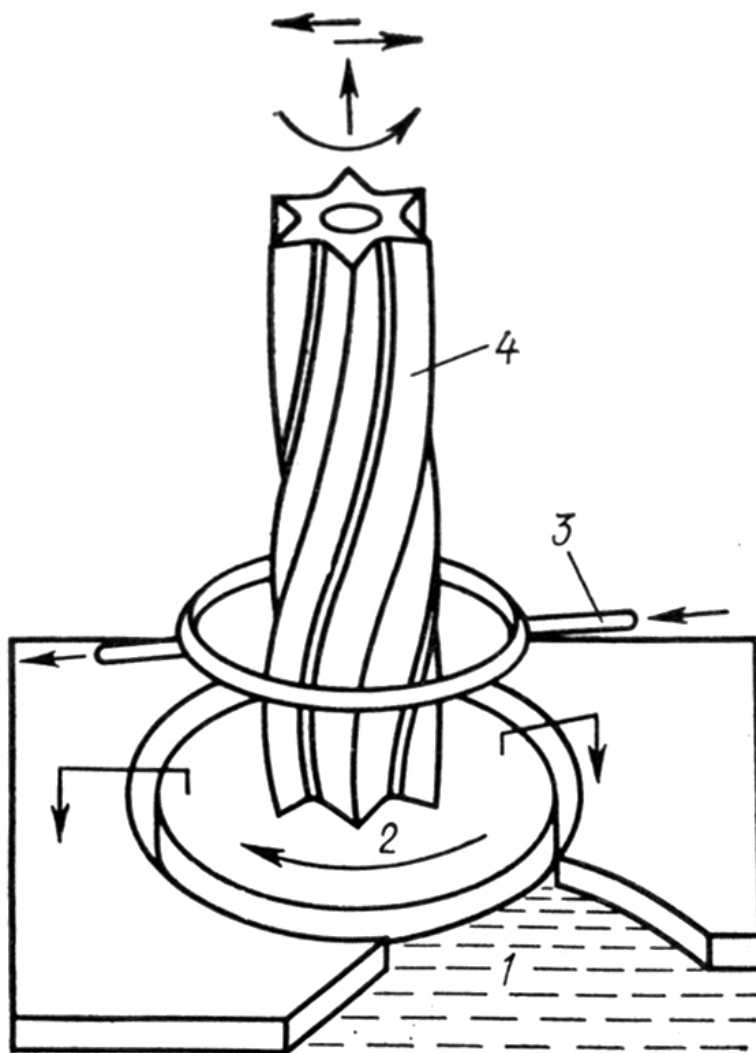


Рис. 9. Схема вирощування монокристалів методом Степанова-Млавського:

- 1 – розплав; 2 – формоутворювач; 3 – холодильник;
4 – монокристал, який витягується з розплаву

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Завдання:

1. Ознайомитися з методами вирощування монокристалів, описаними в першій частині. Звернути увагу на переваги і недоліки різних методів.
2. У лабораторних умовах виростити монокристал цинку, використовуючи метод спрямованої кристалізації (температура плавлення цинку дорівнює $419,5^{\circ}\text{C}$, тип кристалічної решітки цинку – гексагональна щільна упаковка).

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОЇ РОБОТИ

1. Ознайомитися зі схемою експериментальної установки для одержання монокристала цинку (рис. 10).

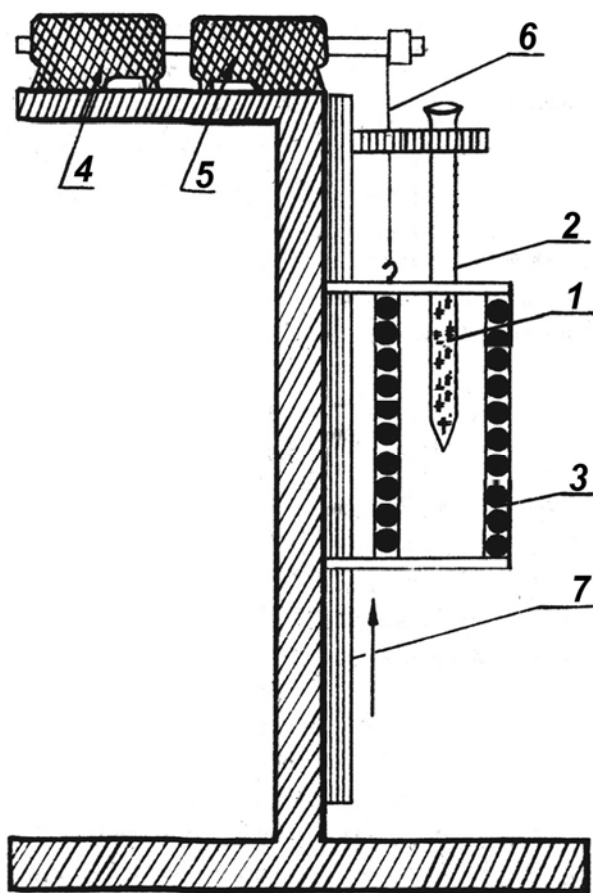


Рис. 10. Схема експериментальної установки для вирощування монокристала цинку:

1 – цинк; 2 – скляна пробірка; 3 – електрична піч; 4 – електромотор; 5 – редуктор; 6 – нитка; 7 – напрямні

Обґрунтувати:

вибір джерела нагрівання,
вибір матеріалу і форми тигля,
вибір способу контролю і виміру температури,
вибір пристрою для відносного переміщення печі і тигля,
забезпечення способу відводу тепла.

2. Подати необхідну напругу через понижувальний трансформатор на нагрівальну піч, щоб температура в печі досягла 500°C і залишалася постійною в процесі вирощування монокристалу (максимально допустимий струм через нагрівальну обмотку печі дорівнює 1А).
3. Взяти кварцову пробірку (діаметром ~ 6 мм) із конічним запаяним кінцем. Заповнити пробірку дрібними шматочками цинку. Розплавити Zn над газовим пальником, заповнити об'єм пробірки розплавом, не допускаючи порожнеч (для цього необхідно струшувати пробірку в процесі плавлення Zn).

4. Помістити пробірку з розплавом у піч (не доторкуючись стінок печі) так, щоб вістря пробірки розташовувалося в центральній частині печі; закріпити її у затискачі. Включити в мережу електромотор, що забезпечує переміщення печі з постійною швидкістю відносно нерухомої пробірки з Zn.
5. По закінченні процесу кристалізації (пробірка з кристалом практично вийде за межі печі) зняти пробірку і витягти кристал (акуратно розбивши пробірку).

ПЕРЕКОНАТИСЯ У ТОМУ, ЩО ОТРИМАНИЙ КРИСТАЛ ЦИНКУ Є МОНОКРИСТАЛОМ. Для цього необхідно розколоти вирощений кристал. Якщо під дією *невеликого зусилля* кристал розділиться на дві частини, а *площини відколу будуть мати дзеркальний блиск*, то це свідчить про те, що вирощений кристал є монокристалом (тому що монокристали Zn легко руйнуються по площинах спайності – щільно впакованих базисних площинах). Точну інформацію про досконалість структури отриманого кристалу і його кристалографічну орієнтацію можна одержати за допомогою рентгенівських методів дослідження.

ЗВІТ

1. Вказати умови вирощування монокристала Zn :
температура в печі;
точність підтримки температури в печі;
швидкість переміщення печі відносно тигля зі зразком.
2. Навести дані про структуру отриманого кристалу Zn.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Козлова О.Г. Рост кристаллов. - М.: МГУ. - 1967. - 238 с.
2. Процесс роста и выращивание монокристаллов / Под ред. Шефталля. - М.: ИЛ. - 1983. - 326 с.
3. Шаскольская М.П. Кристаллография: Учебное пособие для втузов. - М.: Высш. шк. - 1984. - 376 с.
4. Зиман З.З, Сіренко А.Ф. Основи фізичного матеріалознавства: Навчальний посібник. - Х.: ХНУ імені В. Н. Каразіна. - 2005. - 288 с.

Навчальне видання

Бадіян Євген Юхимович
Тонкопряд Алла Григорівна
Шеховцов Олег Валерійович

**Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з
фізичного матеріалознавства:**

- 1. Вивчення пластичної деформації та визначення
механічних характеристик металів і сплавів.**
- 2. Вирощування монокристалів.**

В авторській редакції

Відповідальний за випуск А.Ф. Сіренко

Розробка макету О. Бондаренко

Підписано до друку . Формат 60 x 84/16.

Папір офсетний. Друк ризографічний.

Умовн. друк. арк. . Обл. вид. арк. .

Тираж 50 прим. Ціна договірна.

.....
61077, Харків, майдан Свободи, 4, Харківський національний університет
імені В. Н. Каразіна, організаційно-видавничий відділ НМЦ
.....

Надруковано

Свідоцтво про державну реєстрацію