Выводы

 Применение тепловизионных средств измерения дает возможность определить начало разрушения (разрыв перемычки между дефектами и полное разрушение образца) по тепловому импульсу при статическом нагружении.

2. При одноосном статическом растяжении пластин из ПММА с двумя круговыми отверстиями одинакового диаметра разрыв перемычки между ними за счет их активного взаимодействия еще до полного разрушения по опасному сечению наступает при значениях коэффициента концентрации напряжений K_{we} = 1,42.

Работа выполнена при финансовой поддержке по Программе 3.11 фундаментальных научных исследований секции механики Отделения энергетики, машиностроения, механики и процессов управления РАН (проект 4).

Список литературы

- Петерсон Р. Коэффициенты концентрации напряжений / Пер. с англ. М.: Мир, 1977. -304с.
- Журков С.Н., Куксенко В.С., Петров В.А., Савельев В.Н., Султанов У.С. Концентрационный критерий объемного разрушения твердых тел // Физические процессы в очагах землетрясений. – Под ред. Садовского М.А. и Мечкина В.И. – М.: Наука. – С. 78-86.
- 3. Садовский М.А. Избранные труды. Геофизика и физика взрыва. М.: Наука. 1999. 335с.
- Завьялов А.Д., Смирнов В.Б. Учет фрактальности в расчетах концентрационного критерия разрушения // Геофизика и математика. материалы Второй Всероссийской конференции. – Пермь, 10-14 декабря 2001 г. Под ред. Страхова В.Н. – Пермь: ГИ УрО РАН. – 2001. – С.103-110.
- Садовский М.А., Соболев Г.А., Андреев В.О. и др. Исследование предвестников разрушения на модели неоднородной среды // ДАН СССР. – 1986. – Т. 287. - №6. – С. 1354-1357.
- Тепловизор компьютерный для исследования в реальном масштабе времени ТКВр-ИФП //Техническое описание и инструкция по эксплуатации прибора. – Новосибирск. - ИФП ОИФП СО РАН. – 2002 - 12 с.

УДК 539.8; 536

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ДЕФОРМИРОВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ КВАРЦА ПРИ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ

Шикимака О. А., Грабко Д. З.

Институт прикладной физики Академии Наук Молдовы, Кишинэу, Молдова, olshi@phys.asm.md

Используя методы атомно-силовой (ACM), растровой электронной (РЭМ) и оптической микроскопии (ОМ) в сочетании с методом химического травления, в работе исследованы основные закономерности деформирования кристаллов SiO₂ при микроиндентировании. Высказано предположение о пластическом деформировании кварца под действием концентрированной нагрузки по особому механизму двойникования, механизму атомарно-ротационного типа, с наноскопическим изменением формы в отличие от обычного (трансляционно-ротационного) двойникования.

1. Введение

В настоящее время однозначно установлено, что при одинаковых условиях микроиндентирования (температура деформирования, величина нагрузки) одни материалы деформируются исключительно пластически, в других же деформация сопровождается заметным хрупким разрушением [1-3]. Возникает вопрос, какова взаимосвязь этих двух процессов, в каких материалах и при каких условиях преобладают процессы пластического деформирования или процессы хрупкого разрушения?

Изучение большой группы кристаллов с ионным, ионно-ковалентным и ковалентным типом связи при микроиндентировании показало, что эти два процесса являются двумя сторонами одного и того же свойства – способности кристалла к релаксации экстремально высоких внутренних напряжений, возникающих в объеме твердого тела при действии концентрированной внешней нагрузки [3,4]. Чем выше способность к перераспределению напряжений внутри кристалла [3-5], тем больше склонность к пластическому деформированию, тем меньше вероятность хрупкого разрушения, и наоборот.

Однако, несмотря на установленные закономерности, очень много вопросов остаются неясными. Например, когда мы говорим о способности кристалла к релаксации внутренних напряжений, возникает вопрос, какие факторы способствуют этому процессу, а какие тормозят его? Какие из этих факторов являются главными, а какие играют менсе важную, второстепенную роль? Считается, что одним из основных параметров пластичности кристаллов является подвижность индивидуальных дислокаций. В этом случае встает вопрос, какие механизмы деформирования участвуют в процессе создания отпечатка твердости в кристаллах со сложной структурой, в которых подвижность индивидуальных дислокаций чрезвычайно мала?

Дальнейшее исследование указанных вопросов является предметом изучения в настоящей работе. Для этой цели были выбраны монокристаллы кварца, а именно, его низкотемпературная модификация, известная просто под названием "кварц". Выбор обусловлен тем, что к настоящему времени в плане установления закономерностей деформирования кристаллов при действии сосредоточенной нагрузки более детально изучены представители высших сингоний (кубической, гексагональной). Кристаллы же более низких сингоний (тригональной, ромбоэдрической и др.) до сих пор остаются мало исследованными по причине сложности структуры, и как следствие, низкой подвижности дислокаций в них и, соответственно, повышенной хрупкости при обычных температурах. К подобным соединениям принадлежат и кристаллы кварца.

Как известно [6], кристаллы кварца (SiO₂) относятся к тригональной сингонии в интервале температур 273-873К и к гексагональной сингонии в интервале - 873-1143К. В кристаллах SiO₂, относящихся к первому классу, отсутствует центр симметрии и плоскость симметрии. У кристаллов кварца могут наблюдаться двойники по трем основным законам: дофинейскому, бразильскому, японскому [7].

При любых видах механических воздействий кристаллы кварца разрушаются без видимого изменения формы. Разрушение этих кристаллов долгое время считалось абсолютно хрупким. Однако авторы работы [8] показали, что кристаллы кварца могут двойниковаться под действием концентрированной нагрузки. Оптические и рентгенографические данные выявили, что при механическом двойниковании возникают двойники по дофинейскому закону, т.е. двойники вращения. Угол поворота при этом может равняться 60° или 180°. Подчеркивая, что при механическом двойникованик кварца от сутствует макроскопическое смещение вещества (как, например, в кальците), авторы работы [8] отнесли это явление (наряду с известными, деформацией скольжением и обычным двойникованием), к третьему виду остаточной деформации кристаллов - двойникованию без изменения формы.

Однако исследованиями последних лет [3,9-11] установлено, что деформирование кристаллов кварца при микроиндентировании сопровождается образованием остаточного пластического отпечатка твердости наряду с определенным вкладом хрупкого разрушения в зависимости от приложенной нагрузки. Поэтому представляет большой интерес продолжение исследований в этом направлении с применением современных прецизионных технологий (РЭМ и АСМ) для выяснения основных закономерностей процесса пластического деформирования кристаллов SiO₂.

2. Методика эксперимента

Индентирование кристаллов кварца производилось на приборе ПМТ-3 по методу Виккерса [1] на грани (0001), расположенной перпендикулярно оси третьего порядка (Z-срез). Деформирование проводилось при комнатной температуре ($T_{\rm x}$) и при T = 800К. Часть кристаллов, деформированных при $T_{\rm x}$, затем подвергались отжигу в течение 2 час при T = 1300К для наблюдения за изменением зоны деформации вокруг отпечатков.

Выявление тонкой структуры кристаллов производилось методами ОМ, РЭМ и ACM. Для этих целей использовали оптические микроскопы Amplival, Neophot и поляризационно-оптический микроскоп МПД. ЭМ исследования проводились на приборах фирм LECO и TESLA. Атомно-силовой микроскоп марки Nanostation был использован для получения прецизионных данных о рельефе поверхности вокруг отпечатков индентора и для выявления тонкой структуры поверхности отпечатков. Контроль хрупких свойств кристаллов кварца, проявляемых при индентировании, проводился на специальной установке для измерения сигналов акустической эмиссии [1]

3. Результаты эксперимента и обсуждение

Прежде всего, была изучена микроструктура отпечатка и его окрестностей и микротвердость по вдавливанию с использованием разных нагрузок на индентор в интервале (0.2 – 5.0) N. Начиная с нагрузок 0.5 N, вокруг отпечатков были отмечены микротрещины, распространяющиеся радиально от вершины отпечатка на расстояния, примерно в два раза превышающие диагональ отпечатка. Размер и количество микротрещин росли при увеличении нагрузки. Начиная с нагрузки P = 2.0N, в зоне деформации наряду с тонкими длинными трещинами стали возникать светлые блики (ореолы), вероятно, представляющие собой горизонтальные подповерхностные трещины, и отколы кристалла, радиально распространяющиеся от отпечатка. При максимальной использованной нагрузке 5.0N в зоне деформации наблюдались области разрушения в форме ракушек с дугообразными гофрированными полосками деформации. Зона самого отпечатка при этом была подвержена более сильному дроблению на мелкодисперсные, субмикронные частицы [3]. Разрушение такого типа вызвано, как нам кажется, релаксационными процессами, происходящими в материале после удаления индентора. Напряжения, возникающие под отпечатком при P < 2.0N, не столь велики, и при снятии нагрузки кристалл способен уменьшить их за счет формирования микротрещин материала за пределами отпечатка.

При возрастании же внешней нагрузки до значений (P = 3.0-5.0*N*) сжатие решетки в области контакта достигает критического состояния, а аккумулированные в процессе нагружения кристалла упругие напряжения столь велики, что процесс сброса напряжений происходит с огромной скоростью, и при их релаксации наблюдается взрывной эффект с дроблением приповерхностного слоя отпечатка до уровня мельчайших, наноразмерных частии. Отметим, что наблюдаемый эффект согласуется с теоретическими оценками из теории пластичности [12], где показано, что максимальные напряжения сжатия при вдавливании клина в изотропное тело формируются в области, расположенной непосредственно под вершиной индентора. Следует также отметить, что специфика разрушения зоны вокруг отпечатков не отражает симметрию грани, а скорее напоминает картину деформирования и разрушения изотропного, хрупкого материала, вызванную напряженным состоянием при действии сосредоточенной силы.

Возрастание степени хрупкого разрушения при увеличении приложенной нагрузки сказалось и на величине получаемой микротвердости (H), которая, как следует из рис.1, ступенчато уменьшается при переходе от маленьких нагрузок к большим. При нагрузках 0,5 N и 1,6 N наблюдаются перегибы на кривой H (P), что, по нашему мнению, является свидетельством скачкообразного изменення характера разрушения в зоне деформации при переходе от одной нагрузки к другой и коррелирует с результатами изучения топографии поверхности вокруг отпечатков.

В пользу вышесказанного свидетельствуют и результаты измерений хрупкости кварца методом регистрации сигналов АЭ, возникающих в кристаллах в процессе внедрения индентора и при его удалении (Рис.2). Из рисунка хорошо видно, что сигналы АЭ возникают при всех, даже самых малых *P*, т.е. там, где хрупкого разрушения не наблюдалось. Количество сигналов АЭ растет с ростом нагрузки, и как следовало ожидать, находится в обратной связи с изменением *H*. Причем, сигналы АЭ возникают как в процессе углубления индентора, так и при его удалении. Однако в работах [1,9] наблюдениями "in situ" показано, что под индентором отпечаток является пластичным, а его хрупкое разрушение происходит в момент удаления индентора. Следовательно, можно предположить, что сигналы АЭ, возникающие в процессе формирования отпечатка твердости, могут быть вызваны не только образованием микроучастков кристаллической структуры, в соответствии с мнением авторов работ [7,8].





Рис.1. Зависимость микротвердости от нагрузки на грани (0001) монокристаллов SiO₂ (Значение микротвердости при *P*=0.2*N* получено путем измерения отпечатка с помощью атомно-силового микроскопа).

Рис.2. Зависимость числа сигналов АЭ ($\sum N$), возникающих в SiO₂ в процессе внедрения индентора (N₁) (светлые участки) и при его удалении (N₂) (темные участки) в зависимости от величины приложенной нагрузки (*P*). *P*, *N* 1-0,1; 2-0,2; 3-0,5; 4-1,0; 5-1,5; 6-2,0.

Для проверки выдвинутого предположения требуется использование прецизионных методов. Исследования, проведенные методом АСМ, РЭМ и ОМ в сочетании с методом химического травления, подтвердили и углубили высказанное предположение.

Для исследования рельефа поверхности вблизи отпечатка методом ACM были выбраны две нагрузки: 0.2 и 2.0. Такой выбор был обусловлен тем, что при первой нагрузке отпечаток при просмотре в ОМ выглядел пластичным, без разрушений, при второй уже существовали разрушения двух типов (тонкие трещины и ореолы). 3D-изображение поверхности в разных проекциях для обеих нагрузок представлено на рис.3, 4.



Рис.3. SiO2. Изображение отпечатка и рельефа поверхности вокруг него, полученные при сканировании поверхности в атомно-силовом микроскопе. а – Масштаб по [ху]: 1: 100 пт. Р= 0.2*N*; а – вид сверху; б, в – проекция снизу и в сечении.

Анализ снимков показал следующее. При вдавливании пирамиды Виккерса с нагрузкой 0.2N формируется пластичный, без разрушений, остаточный отпечаток. На гранях отпечатка можно отметить некоторую гофрированную поверхность в виде фасок (Рис.3, а). Подобные фаски наблюдали авторы работы [13] при сжатии кристаллов NaCl вдоль оси [001] и показали, что они связаны с переориентацией микрообластей кристаллической решетки. Указанная выше разориентировка также просматривается в другой проекции и в сечении (Рис.3, *б. в*). Т. е. поверхность отпечатка не является абсолютно гладкой, а представляет собой некоторые ступеньки, выступы и углубления, разориентированные друг относительно друга на небольшой угол. Представляется, что наличие этих неровностей поверхности имеет ту же природу, что и появление трещин и отколов при больших нагрузках, т. е. является следствием прошедшей релаксации внутренних напряжений кристалла во время разгрузки и после полного удаления индентора. Отличие заключается в том, что при малой нагрузке напряжения в объеме, вызванные гидростатическим сжатием от действия индентора, не достигли критических величин, и для установления стабильного равновесия после удаления нагрузки оказалось достаточным совершить небольшие допустимые развороты микроучастков кристалла без нарушения сплошности. При этом процесс восстановления отпечатка, как нам кажется, сопровождается перестройкой деформированной структуры, образовавшейся во время нагружения, с возможным участием различных механизмов (двойникового, дислокационного и др.) и, как следствие, трансляционно-ротационного перемещения материала.

Обращает на себя внимание еще один немаловажный факт – формирование изогнутых уровневых контуров на поверхности вокруг отпечатка (Рис. 4,a), которые имеют определенную направленность и могут свидетельствовать о формировании холмиков вытесненного материала вокруг отпечатка, т. е. о закономерном изменении уровня поверхности в районе, прилегающем к отпечатку. Сказанное подтверждается и наблюдением за формой рельефа внутри и за пределами отпечатков как в 3D-изображении (Рис. 3, 6, 4, 6), так и в поперечном сечении отпечатка (Рис. 3, е, 4, е). Изменение уровня поверхности может быть вызвано, как нам кажется, двумя причинами: (i) возникновением расщеплений и трещин в объеме кристалла с соответствующим приподниманием поверхности [1]; (ii) как результат механического двойникования по дофинейскому закону, т.е. за счет формирования двойников вращения, в соответствии с Хрупкие расщепления, действительно, были отмечены при изучении поверхно-[8]. сти зоны деформации мстодами ОМ и РЭМ. За счет образования подповерхностных трещии в объеме кристалла возникает разрыв сплошности и, как следствие, приподнимание поверхности в зоне деформации, формирование подповерхностных микрополостей. Аналогичный эффект наблюдался при изучении формирования холмиков вытесненного материала при индентировании таких твердых кристаллов, как Si и MgO [14]. Подобные расщепления в окрестности отпечатка выглядят в виде светлых ореолов. Однако такой эффект наблюдается у отпечатков при больших нагрузках, в то время как при P = 0.2 N отпечаток выглядит совершенно пластичным без хрупких разрушений.

Возникновение же двойников вращения с закономерным поворотом кристаллической решетки на угол 60° или 180° (подобных описанным в [7]) нам удалось зафиксировать в окрестности отпечатков на химически програвленных образцах, деформированных при T = 800К, а также на образцах, деформированных при T_{κ} и затем подвергнутых 2-часовому отжигу при T = 1300К (Рис.5). Как следует из рис.5, развернутые области простираются на большие расстояния от места приложения нагрузки (от отпечатков) и имеют произвольную окантовку. Чаще всего двойники имеют овальнопродолговатую или круглую форму, однако встречаются и прямолинейные, и области без четкой огранки, с зигзагообразными границами. Области переориентации часто охватывают зону между двумя трещинами, иногда же они формируются у концов трещин, уходя на большое расстояние за пределы зоны окрестностей отпечатков.

Наиболее четко зоны переориентации выявлялись после незначительного сполировывания деформированной поверхности с последующим травлением (Рис.5б). Надо сказать, что фигуры остаточных двойников после механических воздействий авторам работы [8] также удавалось обнаружить лишь после некоторого сошлифовывания деформированной поверхности (на глубину 1-2 мм) и повторного травления в растворе НF Данный факт является дополнительным аргументом тождественности выявленных

B)



нами разориентированных областей с дофинейскими двойниками (двойниками вращения).

Ршс. 4. SiO2. Изображение отпечатка и рельефа поверхности вокруг него, полученные при сканировании поверхности в атомно-силовом микроскопе. Р = 2 0*N*; а- вид сверху. Масштаб: 1: 100 nm по осям [xy].; 6 – вид снизу; в- проекция в сечении; осн[x,y] (nm).

Интересно отметить, что при химическом травлении деформированных зон не было замечено образования дислокационных структур в окрестности отпечатков. Как видим, анализируя снимки на рис.5, вблизи отпечатков плотность дислокаций и других дефектов не увеличивается по сравнению с дефектами фона. Этот факт говорит в пользу того, что обычная трансляционная пластичность в кристаллах кварца заторможена в такой степени, что не может быть ответственной за процесс формирования отпечатков на кристаллах кварца. Можно предположить, что дислокации, если они и формируются в зоне деформации при индентировании, удаляются на столь незначительные расстояния от поверхности контакта, что не могут быть выявлены оптическими и химическими методами. Для выявления дислокаций требуется проведение исследований зоны контакта методом трансмиссионной ЭМ.



Рис.5. Разориентированные области (дофинейские двойники) в окрестности отлечатков твердости на грани (0001) монокристаллов SiO₂. а – Т_в, затем отжиг при 1300К; P=3 0N; 6 – Т= 800К, P=2.0N. Сполирован слой ~1,0мкм; в- вид (б) в поляризованном свете.

Вустер [15], также как и Шубников и Цинзерлинг, в своих работах указывал, что механическое двойникование кварца – это особое физическое свойство, не обнаруженное до тех пор у других кристаллов. Позднее, однако, было установлено, что двойникование без изменения формы характерно и для других кристаллов, обладающих низкой симметрией (например, для триглицинфосфата, имеющего моноклинную решетку) [16].

Говоря о двойниковании без изменения формы, следует уточнить, что имеется в виду отсутствие макро- или микроскопического изменения формы (аналогично двойникованию кальцита или висмута [1,7,14]), но не абсолютное сохранение незыблемости формы кристалла. Как показали представленные выше результаты, благодаря комплексному использованию прецизионных методов исследования (АСМ, РЭМ и ОМ в сочетании с методом химического травления), в работе впервые удалось выявить субмикроскопичекие, наноразмерные деформации в окрестности отпечатка, происходящие по особому механизму пластичности, механизму нетрадиционного двойникования.

Поэтому можно высказать предположение, что в кристаллах, подобных SiO₂, ввиду низкой симметрни и связанной с этим чрезвычайно низкой подвижности дислокаций, для диссипации высоких внутренних напряжений, возникающих при действии индентора, кристалл использует новый, отличающийся от широко известных, механизм деформирования, двойникование вращением. Когда обычная трансляционная пластичность не может обеспечить необходимую скорость переноса массы, в действие вступают механизмы коллективного массопереноса, для которых характерно высокоскоростное протекание процесса. Как следует из [7], переброс атомов из нормальной позиции в двойниковую должен происходить синхронно и практически одновременно для огромного числа атомов, чем обеспечивается высокая скорость процесса. Высокой скоростью процесса двойникования, протекающего при внедрении индентора в кристаллы SiO₂, можно объяснить, как нам кажется, возникновение сигналов акустически эмиссии не только на стадии разгрузки (N₂), но и на стадии нагружения (N₁) (Рис. 2).

Выводы

Обобщая результаты, полученные в настоящей работе, и сопоставляя их с литературными данными [1,3,7,8,14-16], можно сказать, что двойникование, принимающее участие в пластической деформации различных кристаллов при действии сосредоточенной нагрузки, представляется возможным разделить, по внешним признакам, на два

Часть І

типа: (i) - двойникование с микроскопическим изменением формы и (ii) – двойникование с наноскопическим изменением формы. Двойникование первого типа реализуется, как правило, у представителей высоких классов симметрии. Двойникование же второго типа, по нашему мнению, характерно для кристаллов более низких симметрий, в частности, для кристаллов кварца.

Указанные два типа двойникования существенно различаются между собой по механизму двойникования на атомарном уровне [7]. Двойникование с микроскопическим изменением формы происходит благодаря формированию двойникующих дислокаций, в то время как двойникование по второму механизму, с наноскопическим изменением формы, является деформацией за счете атомных смещений.

Данная работа выполнена при поддержке гранта RESC-MR2-995.

Список литературы

- Ю.С.Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования Кишинев, «Штиинца», 1986, 294 с.
- Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, Д.С. Пишкова, и др. Дислокационные структуры и подвижность дислокаций при индентировании ионных кристаллов // В кн. Деформирование кристаллов при действии сосредоточ. нагрузки. Кишинев, "Штиинца", 1978, сс. 68-86.
- D. Grabco, B. Pushcash, M. Dyntu and O. Shikimaka. Thermal Evolution of Deformation Zones around Microindentation in Different Types of Crystals // Phil. Mag. A, 2002, Vol. 82, No 10, pp.2207-2215.
- D. Grabco. Dislocation-Disclination Mechanism of Deformation under Microindentation // Mold Journ. of Phys. Sci., 2002, v.3, pp.94-102.
- В.И. Альшиц, В.Л. Инденбом. Динамическое торможение дислокаций // В кн. Динамика дислокаций, Изд-во "Наукова думка", Киев, 1975, сс.232-275.
- 6. М П. Шаскольская. Кристаллография, М., "Высшая школа" 1976, 391 с.
- М.В. Классен-Неклюдова. Механическое двойникование кристаллов. Изд-во АН СССР, М., 1960, 261 с.
- А.В. Шубников, Е.В. Цинзерлинг. О фигурах удара и давления и о механических двойниках кварца // Тр. Ломонос. Ин-та АН СССР, 1933, 3, стр 67-74.
- Ю.С.Боярская. Деформирование кристаллов при испытаниях на микротвердость. "Штнинца", Кишинев, 1972, 235 с.
- O. Shikimaka, Peculiarities of the Brittle-Ductile Deformation at Concentrated Load of some Minerals and Rocks from the Carpathian Mauntains // Proc. of Sci. Conference on Phys., Chisinau, 2000, 3, 164-166.
- D. Grabco, O. Shikimaka, V. Mazur. Electron Microscopy Investigation of the Integrity Breaking Region Created in MgO and SiO₂ Single Crystals under Microindentation // Book of Abstracts Conf. of Mater. Sci. & Condens. Matter Phys., 5-7 July, 2001, Chisinau, Moldova, p.74.
- 12. W. Prager, Ph.G. Hodge, 1951, Theory of Perfectly Plastic Solids (New-York-London), 398 p.
- Н.А.Бриллиантов, И.В. Обреимов. О пластической деформации в каменной соли, Ш // ЖЭТФ, 1935, 5, вып. 3-4, стр. 330-339
- Д.З.Грабко, Ю.С. Боярская, М.П.Дынту. Механические свойства полуметаллов тила висмута, "Штиинца", Кишинев, 1982, 134с.
- Wooster W.A., Wooster N. Control of electrical twinning in quartz // Nature, 1946, N3987, 157, p. 405-406.
- Константинова В.П., Сильвестров И.М., Юрин В.А. Двойникование и диэлектрические свойства кристаллов триглицинсульфата // Кристаллография, 1959, 4, вып 1, стр. 125-129.