

07

Характеристики микропластичности ионных кристаллов при контактных воздействиях

© В.И. Савенко, Е.Д. Щукин

Институт физической химии и электрохимии РАН,
Москва, Россия

E-mail: visavenko@rambler.ru

(Поступила в Редакцию 9 апреля 2012 г.
В окончательной редакции 15 мая 2012 г.)

Анализируются характеристики микротвердости и микропластичности ионных монокристаллов, связанные с дислокационной структурой, возникающей в приповерхностном слое образцов вокруг отпечатка от индентора. Показано, что наиболее информативной характеристикой контактной микропластичности, отражающей как объемные, так и поверхностные свойства материалов, является так называемое „лучевое отношение“, т. е. отношение длин краевых l_e и винтовых l_s лучей дислокационных розеток укола $\theta = l_e/l_s$.

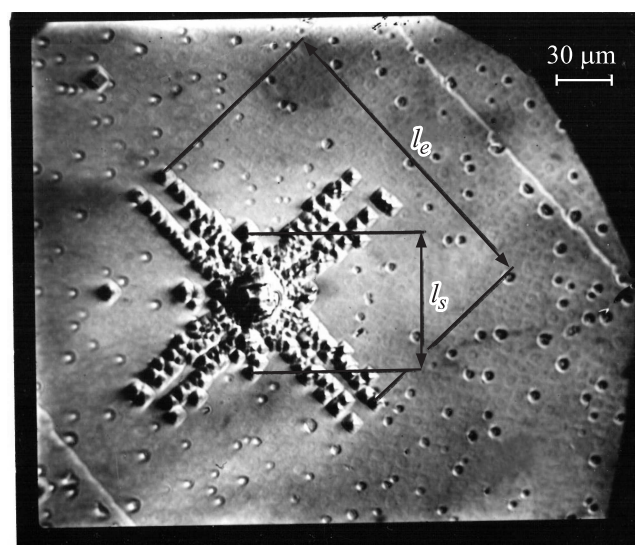
1. Введение

Метод измерения микротвердости кристаллов путем их сосредоточенного нагружения индентором открывает широкие возможности для исследования пластических свойств тонких приповерхностных слоев твердых тел (см., например, [1–4]). При этом количественные характеристики микротвердости и нанотвердости (или, наоборот, микропластичности и нанопластичности) традиционно определяются путем измерения геометрических параметров области контакта между индентором и образцом. Вместе с тем при испытаниях материалов методом микротвердости обычно предполагается соблюдение в первом приближении принципа геометрического подобия при массопереносе в приконтактной области на разных стадиях процесса внедрения индентора. Однако опыт показывает, что в области малых глубин индентирования в условиях использования относительно небольших нагрузок P на индентор в подавляющем большинстве случаев при образовании отпечатка наблюдаются существенные отклонения от закона геометрического подобия — так называемый масштабный эффект [1,3–7]. Благодаря этому эффекту обычно используемая характеристика микропластичности материала — число микротвердости, определяемое по размерам восстановленного (статического) отпечатка, — является не вполне определенной величиной, зависящей от условий испытаний. Кроме того, она совершенно не раскрывает те микромеханизмы, которые обеспечивают пластическое течение приповерхностных слоев твердого тела при воздействии на него сосредоточенной силы. Настоящая работа посвящена краткому анализу иных квазистатических характеристик микропластичности ионных кристаллов, которые позволяют успешно решать упомянутые выше задачи.

2. Результаты и их обсуждение

Наряду с числом микротвердости для описания пластических свойств приповерхностных слоев монокри-

сталлов долгое время используются также характеристики микропластичности, определяемые по геометрическим параметрам дислокационной структуры, возникающей в материале при воздействии на его поверхность жесткого индентора. Хорошо известно (см., например, [2]), что на поверхности ионных монокристаллов, обладающих кристаллической решеткой типа NaCl, вокруг отпечатка от индентора возникает так называемая дислокационная розетка укола, образованная лучами краевых дислокационных полупетель, распространяющихся в направлениях $\langle 110 \rangle$, и лучами, состоящими из винтовых дислокационных полупетель,двигающихся в направлениях $\langle 100 \rangle$. Розетка визуально выявляется после избирательного травления образца в специальных травителях (см. рисунок). При этом в качестве характеристики микропластичности используется или



Общий вид и геометрические характеристики дислокационной структуры розетки укола, созданной в образце NaCl при нагрузке на индентор $P = 3.27 \cdot 10^{-2}$ Н в гептане. Расшифровка обозначений приведена в тексте.

отношение нагрузки на индентор P к квадрату длины краевого луча розетки l_e [7] (вариант $l_e/P^{0.5}$ [8,9]), или отношение этой длины к диагонали отпечатка от индентора d (параметр l_e/d) [9–11]. Или оценивается изменение под действием тех или иных физических факторов длин пробега лидирующих в соответствующих лучах розетки дислокаций (либо краевых, либо винтовых, но рассматриваемых без всякой взаимосвязи между собой) [12]. Есть и другие аналогичные варианты. Указанные характеристики действительно позволяют более обоснованно оценивать физические причины изменения микропластичности монокристаллов в тех случаях, когда такие изменения являются результатом различных внешних физико-химических воздействий на кристаллические материалы. Однако и эти характеристики не позволяют выявлять причины несоблюдения закона подобия (масштабный эффект) в области малых нагрузок на индентор P при его внедрении в сравнительно мягкие кристаллы или в условиях небольших размеров отпечатков от индентора (при анализе свойств приповерхностных слоев высокотвердых материалов).

Уже довольно давно рядом авторов [13,14] была предложена новая характеристика относительной подвижности дислокаций в приповерхностных слоях монокристаллов с ионным типом межатомных связей в кристаллической решетке — так называемое „лучевое отношение“ θ . Этот параметр определяется отношением длин краевых и винтовых дислокационных лучей в розетках укола — $\theta = l_e/l_s$ (см. рисунок) — и является, как было показано ранее в [13,14], поверхностно-чувствительной характеристикой пластичности приповерхностного слоя указанных монокристаллов. Особенности зависимости указанного параметра от усилия вдавливания позволяют проанализировать некоторые возможные причины отклонений от закона подобия в процессе формоизменения материала в условиях микроиндентирования в области малых нагрузок P . Экспериментально показано, что при индентировании достаточно толстых слоев монокристаллов, когда роль их свободной поверхности можно пренебречь, „лучевое отношение“ θ сохраняет постоянное значение при различных нагрузках P для однородных по составу и свойствам образцов (табл. 1). Однако в определенных условиях (при микроиндентировании очень тонких поверхностных слоев, когда роль свободной поверхности в микропластическом деформировании материала становится значительной) с уменьшением нагрузки на индентор величина параметра θ возрастает (табл. 2). Рост величины θ с уменьшением нагрузки P (или, что то же самое, глубины индентирования) обуславливается тормозящим воздействием свободной поверхности на подвижность винтовых дислокационных полупетель, движение которых в отличие от перемещения краевых полупетель сопровождается образованием на этой поверхности новых элементарных ячеек-ступенек и, следовательно, требует затраты дополнительной работы.

Анализируя данные табл. 2, следует отметить, что поверхностная энергия свежих сколов монокристаллов хлористого натрия, полученных путем раскалывания

Таблица 1. Характеристики лучей дислокационных розеток, созданных при микроиндентировании монокристаллов LiF на воздухе при различных нагрузках на индентор P

$P, 10^{-2} \text{ N}$	$l_e, \mu\text{m}$	$l_s, \mu\text{m}$	θ
0.32	20.6	15.6	1.33
0.54	30.5	22.3	1.37
0.98	41.8	31.3	1.34
1.54	55.5	42.0	1.32
3.27	85.0	63.0	1.34
7.20	130	99	1.32
10.4	161	121	1.33
20	226	175	1.29
50	366	272	1.34
100	521	389	1.33
$W, \%$	2	2	2

Примечание. W — коэффициент вариации соответствующей характеристики.

образцов в гептане, оказывается в несколько раз выше, чем на воздухе при относительной влажности последнего 60% [13,14]. Следовательно, тормозящее воздействие свободной поверхности на подвижность винтовых дислокаций в опытах, проводимых на соответствующих монокристаллах хлористого натрия, находящихся в гептане, гораздо более существенно, чем в таких же опытах на образцах, экспонированных во влажном воздухе. Именно поэтому величина „лучевого отношения“ θ в первом случае начинает расти при более значительных нагрузках на индентор, т.е. при деформировании более толстых приповерхностных слоев образцов, чем во втором случае.

Таким образом, можно полагать, что масштабный эффект, т.е. нарушение закона подобия при испытаниях на микротвердость в режиме дислокационного массопереноса при малых нагрузках на индентор, также физически связан с влиянием свободной поверхности монокристалла на подвижность приповерхностных дислокаций [14–16].

Очевидно, что длины краевых и винтовых лучей дислокационных розеток задаются положениями дислокаций, лидирующих в соответствующих лучах. Эти положения определяются равенством суммы внешних и внутренних напряжений, действующих на лидирующие дислокации, их стартовым напряжениям. Ранее неоднократно было указано (см., например, [12]), что внешние напряжения τ_{in} , возникающие в месте локализации лидирующей дислокации, определяются непосредственно действием сосредоточенной силы, создаваемой индентором. Напротив, внутренние напряжения τ_{Σ} генерируются в вершине луча ансамблем дислокаций, предшествующих лидирующей. При соответствующих расчетах было обнаружено, что в краевых лучах на лидирующие дислокации действуют главным образом внутренние напряжения τ_{Σ} ансамбля, а в винтовых, наоборот, внешние напряжения, созданные индентором τ_{in} [15–19].

Таблица 2. Характеристики лучей дислокационных розеток, созданных при микроиндентировании монокристаллов NaCl в гептане и на воздухе при различных нагрузках на индентор P

В гептане					На воздухе (относительная влажность 60%)			
$P, 10^{-2} \text{ N}$	$l_e, \mu\text{m}$	$l_s, \mu\text{m}$	θ	$\frac{(\theta-\theta_0)}{\theta_0}, \%$	$l_e, \mu\text{m}$	$l_s, \mu\text{m}$	θ	$\frac{(\theta-\theta_0)}{\theta_0}, \%$
0.32	48.2	17.0	2.82	39.6	46.2	19.7	2.35	13.3
0.54	63.8	24.2	2.64	30.7	64.5	29.4	2.19	7.9
0.98	90.6	37.6	2.41	18.7	87.4	40.3	2.17	6.9
1.54	117.0	49	2.38	17.2	111.5	54.5	2.05	0
3.27	171.5	73.6	2.33	14.8	175.5	88.3	1.99	0
10.4	297	146	2.03	0	300	146	2.05	0
19.0	496	249	1.99	0	503	250	2.01	0
40.0	607	298	2.04	0	603	298	2.02	0
$W, \%$	2	2	2		2	2	2	

Примечание. Величина θ_0 — постоянное (объемное) значение „лучевого отношения“, достигнутое при испытаниях в гептане при $P > 10^{-1} \text{ N}$, на воздухе — при $P > 10^{-2} \text{ N}$.

Следовательно, для того чтобы „лучевое отношение“ θ сохраняло одно и то же постоянное значение при варьировании нагрузки на индентор, необходимо, чтобы указанные выше поля напряжений менялись при этом симбатно: $\tau_{\Sigma} \sim \tau_{in}$, сохраняя взаимное подобие и самоподобие. Эксперименты и расчеты показывают, что такое поведение упомянутых полей напряжений наблюдается при формировании дислокационных розеток в кристаллах фтористого лития при всех использованных в настоящей работе нагрузках на индентор, а также в кристаллах хлористого натрия в области достаточно больших нагрузок (табл. 1 и 2). Таким образом, постоянство значения „лучевого отношения“ θ означает, что при микроиндентировании в соответствующих физико-химических условиях при отсутствии заметного влияния изменений свободной поверхностной энергии образца на подвижность дислокаций формирование краевых и винтовых лучей дислокационных розеток происходит в режиме автомодельного дислокационного массопереноса.

Вместе с тем в ряде работ [20–22] было показано, что „лучевое отношение“ θ может быть использовано также и для анализа влияния на микропластичность ионных монокристаллов физико-химических факторов, воздействие которых носит объемный характер и позволяет поразному управлять подвижностью винтовых и краевых дислокаций в кристаллической решетке вдали от свободной поверхности образцов. К таким факторам относятся, например, выдержка соответствующих образцов в активных газовых средах [20], предварительное радиоактивное облучение монокристаллов [21], допирование (насыщение) их двухвалентными примесями [22], испытания образцов при пониженных или повышенных температурах, закалка и т.п. Меняя относительную подвижность дислокационных полупетель разного типа, воздействия такого рода неизбежно будут приводить к нарушению условий физического подобия (автомодельности) при формировании краевых и винтовых лучей дислокационных розеток укола. Показателем этого нарушения также

будет являться изменение значения универсального для ионных кристаллов параметра подобия — „лучевого отношения“ θ .

Следует, однако, иметь в виду, что при использовании указанного параметра для характеристики изменения объемных микропластических свойств монокристаллов необходимо учитывать возможность влияния на значение θ также свободной поверхности образца и каждый раз однозначно доказывать отсутствие этого влияния в соответствующих опытах.

Обобщая все изложенное выше, естественно полагать, что для задачи о внедрении жесткого индентора в упругопластическую кристаллическую среду „лучевое отношение“ θ является критерием подобия параметрического типа [23]. В рамках рассматриваемой задачи численное значение критерия θ может служить количественной характеристикой относительной интенсивности разнородных силовых (или энергетических) процессов взаимного нормального и тангенциального смещения атомов, соседствующих в кристаллической решетке.

3. Выводы

1. Выполнен анализ некоторых характеристик микротвердости и микропластичности ионных монокристаллов, определяемых при контактных воздействиях на поверхность образцов, находящихся в различных физико-химических условиях испытаний.

2. Показано, что одной из наиболее информативных характеристик контактной микропластичности, отражающей как поверхностные, так и объемные свойства ионных монокристаллов и обеспечивающей выявление некоторых микромеханизмов формоизменения материала при контактных воздействиях, является так называемое „лучевое отношение“, т.е. отношение длин краевых и винтовых лучей дислокационных розеток укола $\theta = l_e/l_s$.

Список литературы

- [1] Ю.И. Головин. ФТТ **50**, 2113 (2008).
- [2] Ю.С. Боярская. Деформирование кристаллов при испытаниях на микротвердость. Штиинца, Кишинев (1972). 236 с.
- [3] С.И. Булычев, В.П. Алехин. Испытание материалов непрерывным вдавливанием. Машиностроение, М. (1990). 224 с.
- [4] А.Г. Колмаков, В.Ф. Терентьев, М.Б. Бакиров. Методы измерения твердости. Интернет Инжиниринг, М. (2005). 150 с.
- [5] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин, В.В. Хлебников. Деформация и разрушение материалов **9**, 32 (2005).
- [6] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. Материаловедение **1**, 14; 2, 19 (2001).
- [7] С.А. Варчяня, Ф.О. Муктепавел, Г.П. Упит. ФТТ **11**, 2841 (1969).
- [8] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, Д.С. Пишкова. ФТТ **21**, 3179 (1979).
- [9] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, Р.П. Житару. Псевдоподвижность дислокаций в чистых и примесных щелочно-галоидных кристаллах. Ин-т прикладной физики, Кишинев (1986). 28 с.
- [10] Л.М. Сойфер, М.Г. Буравлева, З.А. Щеголева. УФЖ **16**, 1107 (1971).
- [11] Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, В.В. Коренков, А.И. Тюрин. ФТТ **39**, 318 (1997).
- [12] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. Физика процессов микроиндентирования. Штиинца, Кишинев (1986). 296 с.
- [13] Е.Д. Щукин, В.И. Савенко, Л.А. Кочанова, П.А. Ребиндер. ДАН СССР **200**, 406 (1971).
- [14] В.И. Савенко, Л.А. Кочанова, Е.Д. Щукин. Кристаллография **17**, 995 (1972).
- [15] В.И. Савенко, Л.А. Кочанова, Е.Д. Щукин. Физ.-хим. механика материалов **1**, 38 (1977).
- [16] В.И. Савенко, Е.Д. Щукин. Коллоид. журн. **69**, 834 (2007).
- [17] В.И. Савенко, Е.Д. Щукин. ФТТ **18**, 3501 (1976).
- [18] В.И. Савенко, Е.Д. Щукин. Кристаллография **22**, 792 (1977).
- [19] В.И. Савенко, Л.А. Кочанова, Е.Д. Щукин. Физ.-хим. механика материалов **4**, 35 (1977).
- [20] О.В. Клявин. ФТТ **38**, 1172 (1996).
- [21] Р.П. Житару, Т.С. Дурум. ФТТ **46**, 266 (2004).
- [22] Р.П. Житару, Н.А. Палистранг. ФТТ **41**, 1041 (1999).
- [23] А.А. Гухман. Введение в теорию подобия. Высш. шк., М. (1973). 296 с.