

УДК 539.4 + 548.4

О РОЛИ МАССОПЕРЕНОСА МАТЕРИАЛА ЗА СЧЕТ ПЕРЕМЕЩЕНИЙ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ В ПРОЦЕССЕ МИКРОВАДЛИВАНИЯ

М. Ш. Акчурин, Е. Н. Васев, Е. Ю. Михина, В. Р. Регель

Методами микрокатодоллюминесценции и оптической спектроскопии исследованы процессы внедрения алмазного индентора в различные по твердости кристаллы. Показано, что массоперенос материала при воздействии на кристаллы сосредоточенной нагрузкой может осуществляться не только перемещением дислокаций. Обнаружено, что в механизм процесса микровдавливания всегда включается процесс механической имплантации материала за счет образования внедренных атомов и их комплексов. Причем этот процесс представляется первичным, определяющим энергетику процесса микровдавливания.

Предложен метод качественной оценки структурного состояния материала под индентором по интенсивности КЛ два отпечатков и царапин.

Метод микротвердости широко применяется при исследовании механических свойств твердых тел, в частности при изучении механизмов пластической деформации кристаллов. Однако механизм образования отпечатков и царапин пока точно не выявлен. Большинство исследователей связывают их образование с возникновением и перемещением дислокаций в соответствующих системах скольжения [1]. Но в отдельных работах получены результаты, которые не укладываются в рамки дислокационных представлений. Например, в [2] было показано несоответствие начальных энергий активации процессов микровдавливания и движения дислокаций. Полученные в [2] энергии активации близки к энергиям сублимации, а следовательно, и к энергиям образования межузельных атомов. В [3] показано, что пластическая деформация некоторых тугоплавких кристаллов, в частности алюмо-иттриевого граната ($Y_3Al_5O_{12}$), может осуществляться при действии сосредоточенной нагрузки без участия дислокаций, а только за счет коллективного перемещения точечных дефектов. Возник вопрос, не является ли механизм образования точечных дефектов при действии сосредоточенной нагрузки общим для всех кристаллов, даже для таких как ЦГК, в которых массоперенос при образовании отпечатков и царапин казался бы хорошо описывается действием дислокационного механизма.

Для ответа на этот вопрос в настоящей работе методом микрокатодоллюминесценции (МКЛ) и методом оптической спектроскопии исследованы процессы внедрения алмазного индентора Виккера в различные по твердости кристаллы: KCl, NaCl, NaF, LiF, MgO, Y_2O_3 , $Y_3Al_5O_{12}$ при различных нагрузках (P от 0.1 до 1000 г). При этом в отличие от работ [3, 4] исследовалось КЛ излучение не только вокруг отпечатков и царапин, но также из мест непосредственного контакта образца с индентором. Образцы представляли собой сколы номинально чистых кристаллов, толщиной 0.5 мм. Деформирование осуществлялось на стандартном микротвердомере ПМТ-3 и на склерометре Мартенса, а также непосредственно в РЭМ BS-300, снабженном микрокатодоллюминесцентной приставкой и устройством для проведения экспериментов *in situ* [4]. Спектры оптического поглощения деформированных кристаллов изучались на спектрофотометре «Spectrum M-40».

МКЛ исследования деформированных образцов показали, что при определенных нагрузках места непосредственного контакта алмазного индентора с образцом на всех исследованных кристаллах обладают повышенной люминесцентной способностью. На рис. 1 представлено морфологическое и КЛ изображение отпечатка и царапины, нанесенных на плоскость скола монокристаллов NaCl при $P=50$ г. Контраст в КЛ изображении обусловлен образованием непосредственно под индентором скоплений люминесцирующих точечных дефектов. Изучение распределения КЛ излучения по глубине, проведенное на перпендикулярном сколе и методом послойного химического споллирования, показало, что оно зависит от нагрузки и диффузно рассеивается на глубинах, близких по величине диаметру отпечатка.

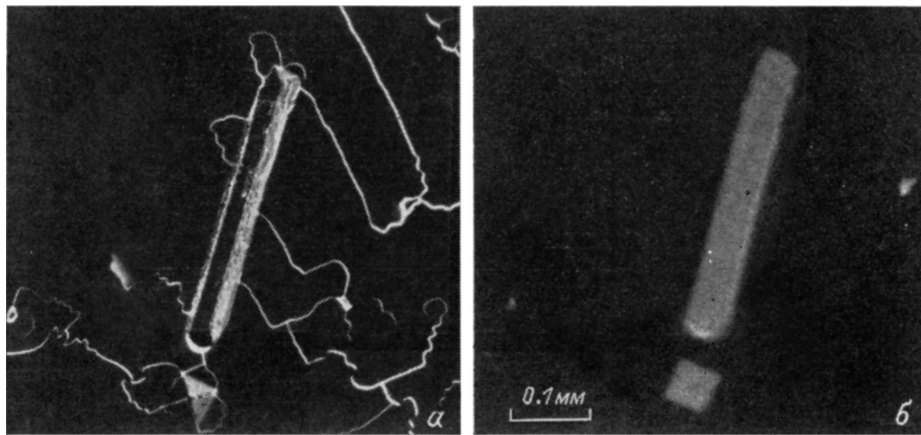


Рис. 1. Морфологическое (а) и катодолуминесцентное (б) изображение отпечатка и царапины на сколе монокристалла NaCl. $P=50$ г.

P , г: а — 1, б — 2, в — 5.

Развитая дислокационная структура вокруг отпечатка и царапины при этих условиях на КЛ изображениях не проявляется, что позволяет разделить точечные дефекты и дислокации. Аналогичная картина наблюдается на всех исследованных ЩГК. Следует отметить, что длительная выдержка деформированных ЩГК на воздухе (2—3 м-ца) или их отжиг на воздухе при 400—650 °С вызывает гашение КЛ, а в некоторых случаях приводит к образованию в областях скоплений точечных дефектов трещин вдоль направлений типа $\langle 110 \rangle$. Это, видимо, связано с тем, что в местах скоплений точечных дефектов из-за значительных искажений решетки возникают большие внутренние напряжения. Эти напряжения могут релаксировать за счет образования трещин, которые являются стоками для точечных дефектов. Аналогичная картина наблюдалась ранее на тугоплавких кристаллах [3].

В кристаллах Y_2O_3 и $Y_3Al_5O_{12}$ КЛ излучение дна отпечатков и царапин также обусловлено люминесценцией точечных дефектов, не связанных с дислокациями [4].

В деформированных сосредоточенной нагрузкой образцах MgO контраст в КЛ изображении обусловлен повышенной люминесценцией мест выхода винтовых участков дислокаций в направлениях типа $\langle 100 \rangle$, поэтому в отличие от ЩГК в этом случае трудно установить образуются ли точечные дефекты непосредственно при внедрении индентора или они рождаются движущимися дислокациями.

Следует отметить, что КЛ излучение дна отпечатков и царапин наблюдается только до определенных предельных величин нагрузок на индентор, характерных для каждого из исследованных кристаллов. Превышение этих нагрузок приводит к гашению люминесценции. На рис. 2 представ-

лено КЛ изображение отпечатков, нанесенных на плоскость скола монокристаллов MgO. При нагрузках $P \leq 3$ г наблюдается повышенная люминесценция дна отпечатков, причем видны даже в виде светлого креста полосы скольжения винтовых участков дислокаций (рис. 2, а). При повышении нагрузок $P > 3$ г наблюдается гашение люминесценции в области непосредственного контакта индентора с образцом, а люминесцируют только полосы скольжения винтовых участков дислокаций вблизи отпечатка (рис. 2, б).

Значения $P_{пр}$, при превышении которых наблюдается гашение люминесценции дна отпечатков, приведены в табл. 1, причем в ЦГК полного гашения КЛ дна отпечатков не наблюдается во всем исследованном диапазоне

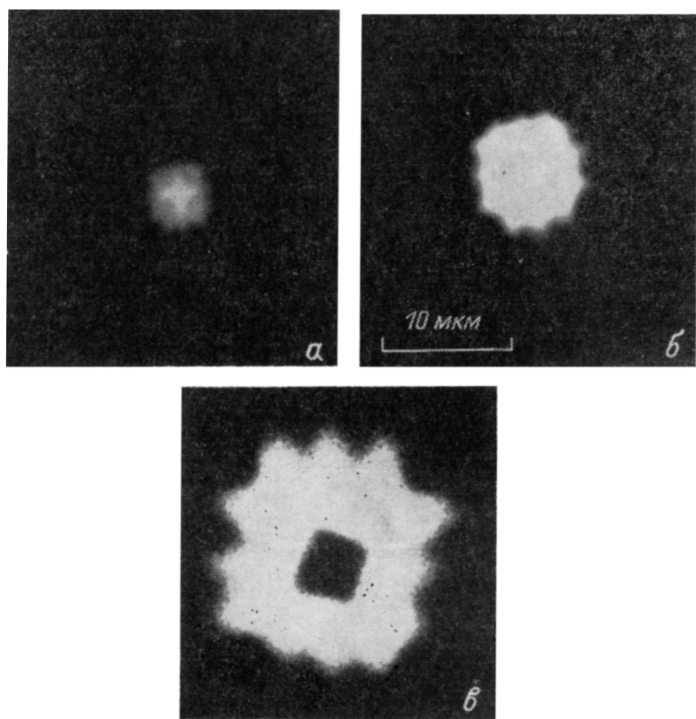


Рис. 2. КЛ изображение отпечатков на сколе монокристалла MgO.

Р, г: а - 1, б - 2, в - 5.

нагрузок, а приведенные значения соответствуют нагрузкам, при которых происходило гашение люминесценции только диагоналей отпечатков, т. е. мест воздействия ребер пирамиды, где достигаются наибольшие напряжения.

Следует отметить, что полученные значения $P_{пр}$ для исследованных кристаллов коррелируют с энергией решетки E_p и величинами микротвердости H : чем выше H и E_p , тем меньше значение $P_{пр}$. При этом для предела текучести такой корреляции не наблюдается, что связывается в [5] с сильной зависимостью предела текучести от наличия в кристаллах неконтролируемой примеси.

Гашение КЛ излучения в нашем случае, видимо, связано с сильными нарушениями кристаллической структуры вплоть до разрушения материала непосредственно под индентором при превышении $P_{пр}$, что приводит к искажению и нарушению зонной структуры кристаллов и, как следствие, к резкому падению вероятности излучательных переходов или к полному их гашению.

Проведенные на электронном микроскопе JEM-100x с растровой приставкой методом каналирования электронов (качение пучка на площади 10×10 мкм) исследования степени совершенства кристаллической струк-

туры непосредственно в местах воздействия сосредоточенной нагрузкой подтвердили высказанное выше предположение и показали, что гашение КЛ при $P > P_{пр}$ связано с нарушениями кристаллической структуры (вплоть до аморфизации) дна отпечатков и царапин.

Таблица 1

Сопоставление значений $P_{пр}$ с величинами E_p и H

Кристаллы	P , г	E , эВ	H , кг/мм ²
$Y_3Al_5O_{12}$	0.5	—	1400
Y_2O_3	1.0	133	800
MgO	3.0	42.2	600
LiF	500	10.56	100
NaF	600	9.46	65
NaCl	850	7.93	25
KCl	950	7.23	12

Таблица 2

Максимумы полос поглощения деформированных кристаллов

Кристаллы	Максимумы полос поглощения, нм			Диэлектрическая проницаемость
	230	270	500	
KCl	230	270	500	4.7
NaCl	235	273	510	6
NaF	250	275	515	6
LiF	253	280	530	9

Таким образом, по интенсивности КЛ излучения непосредственно от мест воздействия сосредоточенной нагрузкой можно качественно судить о структурном состоянии материала под индентором, что позволяет правильно выбирать нагрузки при исследовании механизмов пластичности кристаллов методом микроиндентирования и правильно оценивать полученные значения микротвердости кристаллов, т. е. не следует применять нагрузки, приводящие к разрушению образца под индентором, чему соответствует гашение КЛ.

Спектральный анализ КЛ излучения дна отпечатков и царапин показал, что в кристаллах $Y_3Al_5O_{12}$ контраст в изображении связан с увеличением интенсивности широкой полосы в УФ области с $\lambda_{max}=320$ нм, а в кристаллах MgO с полосами $\lambda_{max}=450$ и 750 нм. Согласно литературным данным [4, 6], ответственными за эти полосы КЛ излучения являются скопления межузельных атомов.

Из-за радиационной нестойкости надежных КЛ спектров для ЩГК получить не удалось, поэтому нами были измерены спектры оптического поглощения деформированных кристаллов. Для этого соответствующей нагрузкой наносились царапины на участки размером 2×2 мм в разных кристаллографических направлениях и с разным интервалом между царапинами (5–15 мкм). Во всех деформированных кристаллах обнаружены полосы поглощения в области 230–280 нм ($H/2=0.12-0.21$ эВ и широкие бесструктурные полосы в области 500–540 нм ($H/2=0.43-0.65$ эВ) (табл. 2).

Из данных, представленных в таблице, следует, что только для деформированных кристаллов LiF полосы поглощения с $\lambda_{max}=253$ нм можно отождествить с F-центрами [7]. Для остальных исследованных кристаллов полосы поглощения в области 230–280 нм, согласно литературным данным [7, 8], связаны с дырочными центрами и их комплексами.

Широкие бесструктурные полосы поглощения в области 500–530 нм еще точно не идентифицированы. Но по аналогии с деформированными тугоплавкими кристаллами $Y_3Al_5O_{12}$, Y_2O_3 , MgO [4, 6] и согласно [7, 9] полосы поглощения ЩГК в этой области могут быть обусловлены скоплениями межузельных атомов металла, причем положение максимумов этих полос для различных кристаллов должно зависеть от диэлектрической проницаемости среды (ϵ) и размера скоплений (колоидов металла), что соответствует приведенным в табл. 2 данным.

Таким образом, методами микрокатодолюминесценции и оптической спектроскопии показано, что во всех перечисленных выше кристаллах непосредственно под индентором при его вдавливании в первую очередь происходит образование и перемещение точечных дефектов (вакансий

и межузельных атомов), и только вслед за этим образуются и перемещаются дислокации. Можно констатировать, следовательно, что в механизм процесса микровдавливания всегда включается процесс механической имплантации материала за счет образования внедренных атомов и их комплексов. Не исключено, что именно этот процесс является первичным и определяет энергетику процесса, т. е. энергию активации микровдавливания. Образование и перемещение дислокаций тогда надо рассматривать уже как вторичный процесс. К этому можно добавить, что, согласно [3, 4], в некоторых кристаллах при низких температурах перенос материала из-под индентора может целиком происходить без участия дислокаций, только за счет движения комплексов точечных дефектов.

Л и т е р а т у р а

- [1] Боярская Ю. С., Грабко Д. З., Кац М. С. Физика процессов микроиндентирования. Кишинев: Штиинца, 1986. 294 с.
- [2] Кац М. С., Регель В. Р. В сб.: Деформирование кристаллов при действии сосредоточенной нагрузкой. Кишинев: Штиинца, 1978, с. 87—109.
- [3] Акчурина М. Ш., Галстян В. Г. Докл. АН СССР, 1980, т. 252, № 4, с. 870—871.
- [4] Акчурина М. Ш., Галстян В. Г., Регель В. Р., Рожанский В. Н. Поверхность. Физика, химия, механика, 1983, № 3, с. 119—123.
- [5] Урусовская А. А. В кн.: Современная кристаллография, т. 4. М.: Наука, 1981, с. 47—152.
- [6] Velednitskaya M. A., Rozhansky V. N. et al. Phys. St. Sol., 1975, vol. 32 (a), N 1, p. 123—132.
- [7] Воробьев А. А. Центры окраски в щелочно-галогидных кристаллах. Томск: Изд-во Томского университета, 1986. 388 с.
- [8] Molwo E. Nachr. Akad. Wiss. Gött., 1957, vol. 105, N 3, p. 819—828.
- [9] Чернов С. Ф. Опт. и спектроскоп., 1985, т. 59, № 1, с. 235—238.

Институт кристаллографии АН СССР
Москва

Поступило в Редакцию
21 сентября 1987 г.