12 Пластичность алмаза при комнатной температуре и определение его твердости в атомно-силовом микроскопе наконечником из ультратвердого фуллерита C₆₀

© В.Д. Бланк, М.Ю. Попов, Н.А. Львова, К.В. Гоголинский, В.Н. Решетов

Научно-технический центр "Сверхтвердые материалы" ГКНТ Институт спектроскопии РАН Научно-производственное предприятие "НТЕ", г. Зеленоград

Поступило в Редакцию 20 февраля 1997 г.

Создана методика измерения твердости сверхтвердых материалов с помощью атомно-силового микроскопа. Применение в качестве материала индентора ультратвердого фуллерита C_{60} , превосходящего по твердости алмаз, позволило пластически деформировать алмаз при комнатной температуре без образования трещин и измерить его твердость.

Измерение твердости сверхтвердых материалов, особенно алмаза, представляет большой практический интерес. Однако проведение таких измерений для алмаза при комнатной температуре затруднено по ряду причин. Это прежде всего низкая пластичность алмаза [1], что приводит к разрушению отпечатка при индентировании. Кроме того, равенство величин твердости образца и индентора ведет к сильной зависимости величины твердости от нагрузки и значительному упругому восстановлению отпечатка индентора.

Применение в данной работе в качестве материала индентора ультратвердого фуллерита C_{60} [2], превосходящего по твердости алмаз, и новой методики измерения твердости позволило пластически деформировать алмаз при комнатной температуре без образования трещин и корректно измерить его твердость.

Исследование твердости проводилось методом склерометрии (царапание с постоянной нагрузкой на индентор). Результаты, получаемые

25

26

методами индентирования и склерометрии, эквивалентны [3], хотя в последнем случае пластическая часть общей деформации больше, чем в случае индентирования. При этом величина твердости H определяется как $H = kP/b^2$ (1), где k — коэффициент формы индентора, P — нагрузка на индентор, b — ширина царапины.

Поскольку сложно изготовить индентор заданной формы из материала, превосходящего по твердости алмаз, нами была разработана новая методика, позволяющая исключить форму индентора из числа параметров, по которым определяется величина твердости.

По новой методике нагрузка на индентор подбирается таким образом, чтобы ширина царапины во всех измерениях данным индентором была постоянна. Тогда твердость H_x образца в соответствии с формулой (1) определяется как $H_x = H_s(P_x/P_s)$ (2), где P_x и P_s — нагрузки на индентор при царапании соответственно образца и стандарта с известной твердостью H_s . Желательно, чтобы механические свойства стандарта были близки к свойствам исследуемого материала. В данной работе в качестве стандарта был выбран сапфир.

Царапание образцов (по схеме "ребром вперед") и регистрация формы и размера борозды осуществлялось с помощью измерительной системы "NanoScan", основанной на принципах атомно-силового микроскопа и разработанной фирмой "HTE" (г. Зеленоград) [4]. Время царапания составляло 2 с, ширина царапины 0.6 мкм, длина — 2.5 мкм, максимальная нагрузка на индентор — 0.1 Н. Получение борозды и последующее сканирование поверхности осуществлялось одним и тем же зондом.

Для опытов отбирались наконечники, имеющие форму, близкую к трехгранной пирамиде с углом при вершине около 90°.

По предложенной методике была измерена твердость ряда твердых и сверхтвердых материалов (кварц, топаз, гранат, сапфир, фианит, кубический ВN и природный алмаз типа IIa) наконечником из ультратвердого фуллерита C_{60} . Образование борозды на исследованных образцах не сопровождалось появлением трещин. В качестве образцов были использованы природные и искусственные монокристаллы, подготовленные для испытания на твердость в соответствии с рекомендациями, приведенными в работе [3]. Измерения твердости проводились для проверки на тех же образцах с помощью твердомера ПМТ-3 с пирамидой Виккерса по стандартной методике (кроме кубического BN и алмаза). Проведенные измерения показали хорошую корреляцию результатов.



Рис. 1. Царапина на поверхности (111) алмаза, полученная образцом алмаза. Отчетливо видны многочисленные трещины.

Для кубического BN и алмаза были получены следующие значения твердости: 60 ± 3 ГПа для кубического BN и 137 ± 6 и 167 ± 5 ГПа соответственно для плоскостей (100) и (111) алмаза.

В ходе исследований твердости по формуле (2) было обнаружено, что допустима экстраполяция нагрузки P_x по формуле (1) для упрощения процедуры измерений, если ширина царапины находится в пределах 0.5–0.7 мкм.

В случае определения твердости алмаза по предложенной схеме алмазным индентором, в отличие от измерений индентором из ультратвердого фуллерита, величина твердости для грани (111) алмаза составила 231 ± 6 ГПа, при этом образование царапины сопровождается растрескиванием поверхности, что является типичным для алмаза [1].

Для определения возможности пластической деформации алмаза при комнатной температуре на большем масштабном уровне, чем в описанных выше экспериментах, и сравнения твердостей алмаза и ультратвердого фуллерита C_{60} на поверхности (111) природного алмаза были нанесены серии борозд произвольными ребрами образцов ультратвердого фуллерита и алмаза типа карбонадо. Царапание поверхности (111) алмаза образцом алмаза сопровождалось появлением многочисленных

28



Рис. 2. Пластическая деформация поверхности (111) алмаза образцом ультратвердого фуллерита С₆₀.

трещин (рис. 1), в то время как образцом ультратвердого фуллерита алмаз был деформирован как пластический материал (рис. 2). Это означает, что твердость ультратвердого фуллерита достаточна, чтобы создать в точке контакта давление, необходимое для пластического течения алмаза при комнатной температуре, и превышает твердость алмаза.

Полученная в данной работе твердость для поверхности (100) алмаза соответствует литературным данным [1]. Завышенную величину твердости, полученную в экспериментах с алмазным индентором по сравнению с изготовленным из ультратвердого фуллерита C_{60} (231 и 167 ГПа соответственно), можно объяснить некорректностью проведения измерения в случае равенства величин твердости образца и индентора.

Таким образом, в работе исследованы механические свойства нового материала — ультратвердого фуллерита C_{60} и показана возможность его применения для измерения твердости алмаза методом склерометрии. Благодаря использованию предложенной методики были проведены измерения твердости алмаза при комнатной температуре и получены величины твердости 137 ± 6 и 167 ± 5 ГПа соответственно для плоскостей (100) и (111).

- [1] Wilks J., Wilks E. // Properties and Applications of Diamond. Oxford, Butterworth-Heinemann LTD, 1991. 525 P.
- [2] Blank V. et al. // Phys. Lett. A. 1995. V. 205. P. 208-216.
- [3] Григорович В.К. // Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976. 232 с.
- [4] Гоголинский К.В. и др. // Применение атомно-силовой микроскопии для исследования твердых сплавов на основе карбида вольфрама. Московский инженерно-физический институт, 1996, препринт 002-96. 20 с.