

Эффект полного восстановления поверхности льда после индентирования льда в температурном интервале 243–268 К

© Ю.И. Головин, А.А. Шибков, О.В. Шишкина

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
392622 Тамбов, Россия

E-mail: golovin@tsu.mts-tambov.ru

(Поступила в окончательном виде 16 декабря 1999 г.)

Обнаружен и исследован эффект полного восстановления поверхности льда после индентирования в температурном интервале 243–268 К. Суть наблюдаемого явления состоит в том, что в течение нескольких часов после удаления индентора на гранях отпечатка растут новые зерна льда. Обнаружено, что скорость восстановления значительно возрастает после микроиндентирования в границу исходного зерна поликристаллического льда. Обсуждаются возможные механизмы этого явления.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 98-0217054).

Механизмы образования отпечатка при индентировании, роль дефектов различной размерности, структура деформированной зоны до сих пор остаются предметом дискуссий [1–9]. Не вполне ясна и природа вторичных явлений, сопровождающих процессы вдавливания и структурную релаксацию, например полиморфные фазовые превращения в зоне укола [6,7], частичное восстановление отпечатка [2,9] и т.д. Последнее обычно заключается в искривлении его граней; при этом относительное изменение объема отпечатка $\xi = |V - V_0|V_0^{-1}$ (где V_0 , V — объемы исходного и релаксированного отпечатков соответственно) при его глубине $\geq 1 \mu\text{m}$ не превышает, как правило, 10% [2]. В настоящей работе обнаружен эффект полного восстановления отпечатка ($\xi \approx 1$) после микроиндентирования поверхности поликристаллического льда в предплавленной области $T/T_M = 0.90\text{--}0.98$ (где T — температура испытания, $T_M = 273 \text{ K}$ — температура плавления льда).

Образцы поликристаллического льда, выращенного из дистиллированной воды (средний размер зерна $\bar{d} = 800 \mu\text{m}$), подвергались микроиндентированию пирамидой Виккерса по стандартной методике на приборе ПМТ-3М в морозильной камере, температура которой варьировалась в пределах от -5 до -30°C . Микротвердость льда в этих температурных условиях составляла $(5\text{--}8)10^7 \text{ Pa}$. После удаления индентора наблюдали кинетику восстановления отпечатка. Обнаружено, что отпечатки полностью исчезают со средней линейной скоростью восстановления $\bar{v}_h = h_0/\bar{\tau} \approx 0.1 \mu\text{m}/\text{min}$ и средней объемной скоростью $\bar{v}_V = V_0/\bar{\tau} \approx 10 \mu\text{m}^3/\text{s}$, где h_0 — глубина исходного отпечатка, а $\bar{\tau}$ — среднее время восстановления (например, отпечаток с диагональю $180 \mu\text{m}$ полностью исчезает через $\bar{\tau} = 5$ часов после укола при температуре -20°C (рис. 1)). Микроскопические наблюдения процесса восстановления более 100 отпечатков показывают, что восстановление происходит за счет "застраивания" отпечатка "новыми" зернами льда. Уже через 2–3 минуты после нанесения укола в нижней части одной из граней появляется новое

"зерно" размером $20\text{--}30 \mu\text{m}$ (рис. 2). Количество таких зерен сначала увеличивается, а затем некоторые из них начинают расти за счет поглощения более мелких зерен (аналогично стадии коалесценции при фазовых переходах первого рода [10]) и в конечном счете на месте почти полностью восстановленного отпечатка остаются 2–3 "новых" зерна с размерами, соизмеримыми с диагональю исходного отпечатка. Кроме того, выявлено влияние исходных границ зерен поликристаллического льда на кинетику восстановления отпечатка: после укола в границу зерна объемная скорость восстановления увеличивалась на десятки процентов по сравнению со скоростью восстановления отпечатка в центральной области зерна, а после укола в тройной стык скорость восстановления возрастала в несколько раз (в 2–3 раза при $T = -(5\text{--}20)^\circ\text{C}$).

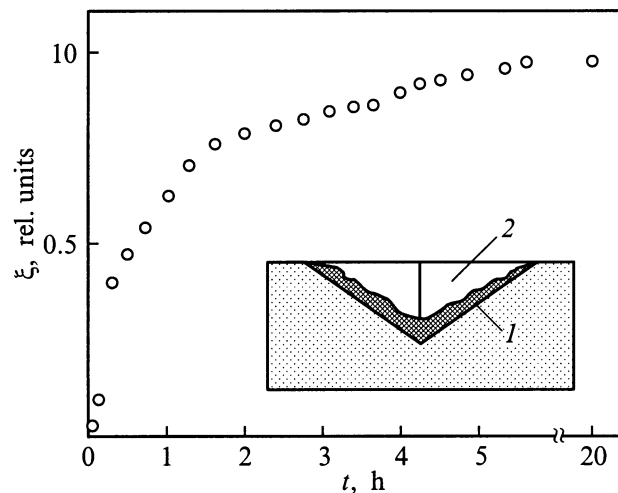


Рис. 1. Кинетика восстановления отпечатка во льду, в центре зерна, при $T = -25^\circ\text{C}$ в координатах $\xi = \frac{|V_0 - V|}{V_0} - t$ (где $V_0 - V$ — восстановленный объем, V_0 — исходный объем отпечатка, t — время в часах, прошедшее после разгрузки). На врезке показано сечение исходного (1) и частично восстановленного (2) отпечатков.

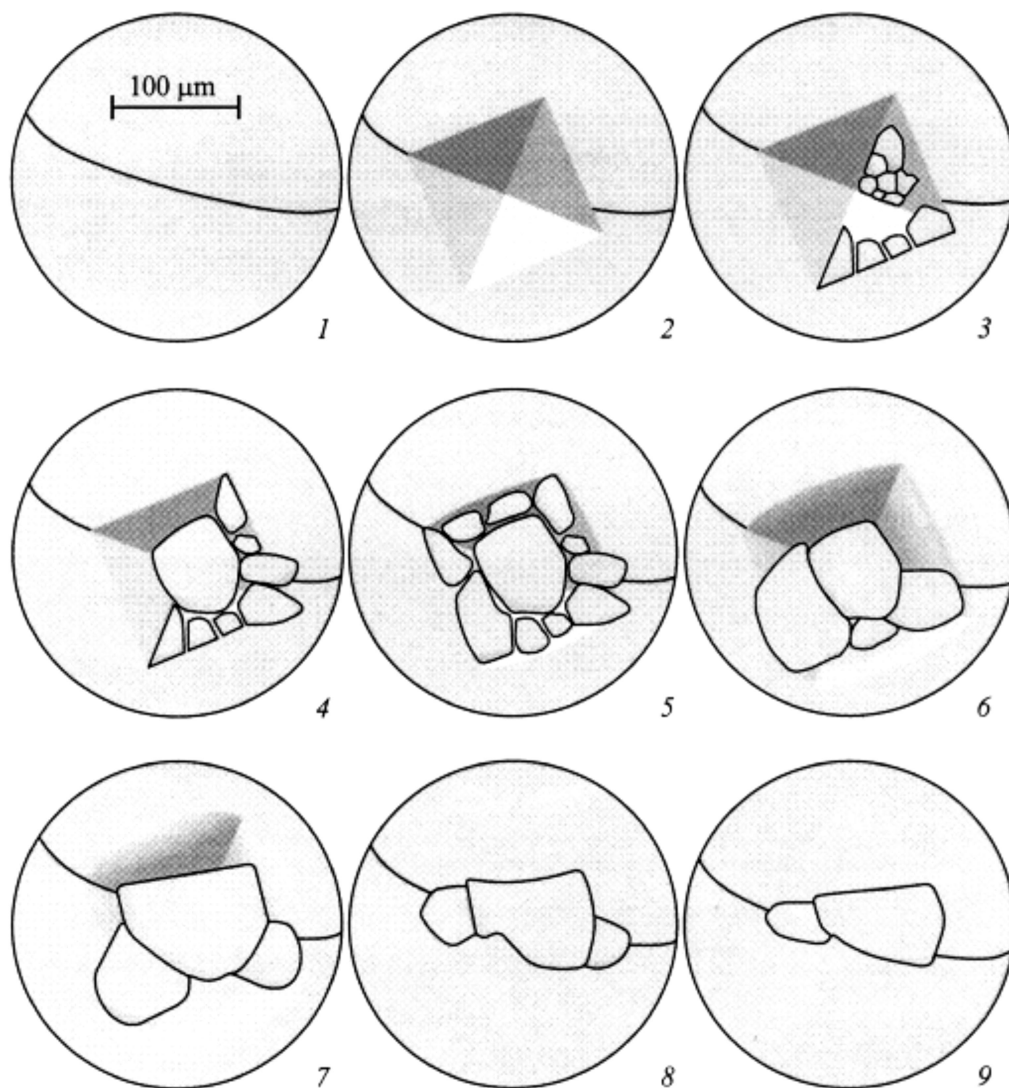


Рис. 2. Застраивание отпечатка после микроиндентирования при $T = -7^{\circ}\text{C}$: 1 — исходная поверхность поликристаллического льда, содержащая границу зерна; 2 — отпечаток через $t = 10\text{ s}$ после нанесения укола; $t(\text{min})$: 3 — 5, 4 — 10, 5 — 20, 6 — 40, 7 — 55, 8 — 140, 9 — 150.

С целью оценки влияния на процесс застраивания отпечатка кристаллизации переохлажденного пара в ряде опытов через несколько секунд после удаления индентора поверхность образца покрывалась тонким стеклом, периметр которого тщательно заглаживался. Во всей области изменения условий эксперимента (интервал диагоналей отпечатка и температур испытаний) наличие стекла не оказывало заметного влияния на кинетику восстановления отпечатка.

Рассмотрим теперь возможные механизмы обнаруженного эффекта.

1) Вследствие высокой подвижности дефектов решетки при предплавильных температурах релаксация розетки укола может происходить за счет радикальной перестройки ее дислокационной структуры, в результате,

например, аннигиляции дислокаций противоположного механического знака и выстраивания в полигональные стенки дислокаций одного знака. Под действием остаточных упругих напряжений скопления одноименных дислокаций могут выходить на поверхность грани отпечатка, образуя выступ — внешнюю часть "нового зерна". Таким образом, движущей силой такого процесса релаксации могут являться остаточные упругие напряжения, а основным механизмом — высокотемпературный рекристаллизационный отжиг дислокационной розетки укола.

2) Известно, что поликристаллы начинают плавиться по границам зерен [11]. Можно ожидать поэтому, что не только стенки зернограницных дислокаций, но и дислокационные скопления розетки укола являют-

ся высокоэнтропийным возмущением кристаллической решетки с аномально высоким локальным значением химического потенциала и, следовательно, более низкой температурой плавления. Образующаяся в лучах дислокационной розетки укола жидкая фаза выжимается затем капиллярными силами и/или остаточными упругими напряжениями на внешнюю поверхность грани отпечатка с образованием ледяных гранул — ”новых зерен”. В пользу механизма предплавления по дислокационным скоплениям (и/или стенкам) свидетельствует тот факт, что скорость застраивания отпечатка ”новыми” зернами льда сильно возрастает после укола в границу зерна и особенно в тройной стык.

3) Лед характеризуется, как известно, сложной фазовой диаграммой $P - T_M$ (где P — гидростатическое давление). Особенность гексагонального льда I_h заключается в том, что его температура плавления падает с ростом давления, что вызывает явление режекции — плавление под давлением [12]. Оценки показывают, что в исследуемом интервале температур и напряжений в розетке укола возможно образование домена жидкой фазы под индентором. Другой важной особенностью льда I_h является наличие на его поверхности квазижидкого слоя толщиной $\sim 0.1 \mu\text{m}$ [13]. Поэтому ”новые” зерна льда могут возникать в результате кристаллизации воды, образующейся вследствие режекции льда или при стекании квазижидкого слоя в отпечаток под действием капиллярных сил. Для обоснованного выбора между этими механизмами необходимо проведение дополнительных экспериментов.

В заключение отметим, что в области предплавильных температур кристалл является нелинейным объектом из-за сильного агармонизма колебаний решетки, который вызывает появление целого ряда аномальных предэффектов [14,15]. Введение в кристалл сильно неравновесной дислокационной структуры розетки укола создает условия, в которых становится возможным возникновение (самоорганизация) новых структур. Застраивание отпечатка зернами ”нового” льда по существу является морфогенезом такой структуры. Возникает, однако, вопрос: связан ли обнаруженный эффект с особыми свойствами льда, например с наличием на поверхности (внешней и внутренней) квазижидкого слоя или режекцией или он характерен для различных материалов в предплавильной области и имеет поэтому общую термодинамическую природу, обусловленную сочетанием сильной неравновесности и нелинейности исходной структуры зоны повреждения с высокой подвижностью ее структурно-кинетических элементов? Для выяснения этого вопроса необходимы дальнейшие систематические исследования механизмов образования отпечатка, структуры зоны деформации и ее релаксации, возникающей при высокотемпературном индентировании широкого класса материалов.

Список литературы

- [1] С.И. Бульчев, В.П. Алехин. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. *Машиностроение*, М. (1990). 225 с.
- [2] Ю.С. Боярская, Д.З. Грабко, М.С. Кац. *Физика процессов микроиндентирования*. Штиинца. Кишинев (1986). 256 с.
- [3] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. *ФТТ* **38**, 1812 (1996).
- [4] Ю.И. Головин, А.И. Тюрин. *Письма в ЖЭТФ* **60**, 10, 722 (1994).
- [5] B.Ya. Farber, V.I. Orlov, A.H. Heuer. *Phys. Stat. Sol. (a)* **166**, 115 (1998).
- [6] A. Kailer, Y.G. Gogotsi, K.G. Nickel. *J. Appl. Phys.* **81**, 7, 3057 (1997).
- [7] M.Sh. Akchurin, V.R. Regel. *Chem. Rev.* **23**, 59 (1998).
- [8] T.E. Page, W.C. Oliver, C.J. Hargue. *J. Mater. Res.* **7**, 450 (1992).
- [9] В.К. Григорович. *Твердость и микротвердость металлов*. Наука, М. (1976). 230 с.
- [10] P.W. Voorhees. *J. Statist. Phys.* **38**, 1–3, 231 (1985).
- [11] А.П. Пошехонов. *Физика металлов и металловедение* **69**, 3, 39 (1990).
- [12] P.V. Hobbs. *Ice Physics*. Clarendon Press, Oxford (1974). 855 p.
- [13] N.H. Fletcher. *Phil. Mag.* **18**, 156, 1287 (1968).
- [14] L.L. Voeuy. *Phase Transition* **5**, 1 (1985).
- [15] Л.А. Битюцкая, Е.С. Машкина. *Письма в ЖТФ* **21**, 24, 90 (1995).