06

# Анизотропия разрушения поверхности сапфировых пластин базисной ориентации при трении

© А.О. Поздняков, В.М. Крымов, М.Е. Бойко, В.И. Николаев

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: ao.pozd@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 22 января 2025 г.
В окончательной редакции 28 марта 2025 г.
Принято к публикации 22 апреля 2025 г.

Выявлено влияние анизотропии кристаллической структуры сапфировых пластин на процесс их механического износа при циклическом круговом движении по их поверхности шарового индентора из карбида кремния. Показано, что в данной схеме трения на базисной плоскости формируются области образования трещин, центры которых расположены через 120° по периметру кольцевого следа трения. Анализ распределения трещин позволил определить ориентации вектора скорости относительно ромбоэдрических плоскостей, при которых реализуется максимальный и минимальный износ сапфировой пластины.

**Ключевые слова:** сапфир, ромбоэдрические плоскости, анизотропия, кристаллическая решетка, трение, износ.

DOI: 10.61011/PJTF.2025.14.60767.20264

Кристаллы сапфира благодаря сочетанию высокой температуры плавления, твердости, химической стойкости и прозрачности имеют множество применений, например используются для изготовления светодиодных подложек, оптических устройств, а также как конструкционный материал [1]. Для большинства применений требуется гладкая поверхность сапфировых деталей, что достигается их механической обработкой, включающей прецизионное шлифование и химико-механическую полировку. Изучение процесса истирания как одного из вариантов механического взаимодействия тел имеет практическое значение, так как позволяет повысить качество и эффективность механической обработки кристаллов сапфира. Для исследования механического взаимодействия кристалла с более твердым контртелом используются такие методики, как микро- и наноиндентирование [2,3], царапание [4,5], а также трение по сапфиру контртелами различной природы и формы в различных средах [6–10]. Однако число исследованных ориентаций вектора скорости относительно кристаллографических направлений было невелико. Кроме того, в большинстве известных работ трение осуществлялось с использованием алмазных пирамид, т.е. при высоких начальных контактных давлениях, что приводит к сильному разрушению сапфира уже в начале процесса трения и осложняет анализ непосредственно области контакта. В настоящей работе предложена схема испытания на трение, в которой охватываются все направления, перпендикулярные базисной оси. Эта схема трения начинает использоваться в современных работах по трению кристаллов [11]. В ней трение происходит при непрерывном и плавном изменении направления вектора скорости шарового индентора относительно кристаллографических направлений сапфировой пластины. Проведено изучение канавки, оставляемой шаром из карбида кремния при его круговом движении по базисной грани сапфира.

Трибологическая установка, метод измерения и расчета силы трения ($F_{fr}$) описаны в работе [12] (см. также ссылки в ней). Установка была дополнительно модифицирована для реализации трения шарового индентора (рис. 1, *a*) по плоскости. Шар *1* из керамического карбида кремния (Fushi$^{TM}$ bearings) диаметром 6 mm закрепляется в цилиндрическом держателе *2* таким образом, что ось шара отстоит от оси вращения цилиндра на $r = 1.5$ mm. Неподвижная сапфировая пластина *3* прижимается к шару фиксированной нагрузкой $F_n$. Линейная скорость в центре области контакта шара с плоскостью: $V = 2\pi r\nu$ ($\nu$ — частота вращения шара). Сила трения $F_{fr}$ в использованной машине трения рассчитывается из определяемого с помощью тензобалки трибоиндуцированного момента вращения пластины *3* [12]. Значения твердости керамического карбида кремния и сапфира сопоставимы и находятся в диапазоне $\sim 20-29$ GPa [1,13]. Оценка максимальных значений контактного давления в приближении упругого контакта изотропных шара и плоскости (в этом случае радиус контакта $a = \left(\frac{3F_nR}{4E^*}\right)^{1/3}$, $E^*$ — приведенный модуль упругости [14]) для максимальных использованных $F_n$ достигает $\sim 2.5$ GPa. Эта величина хорошо согласуется с пределом прочности на сжатие как сапфира [1], так и SiC-керамики [7]. Площадь упругого контакта достигала величины $\sim 0.01\,\text{mm}^2$. В опытах использованы коммерческие полированные ($R_a \sim 20$ nm) сапфировые пластинки ($10 \times 10 \times 1$ mm) с ориентациями *c* и *m*. Ориентацию кристаллографических плоскостей в пластинах определяли по коноскопическим фигурам на поляризационном микроскопе Полам$^{TM}$ и с помощью рентгеновской дифракции на дифрактометре ДРОН

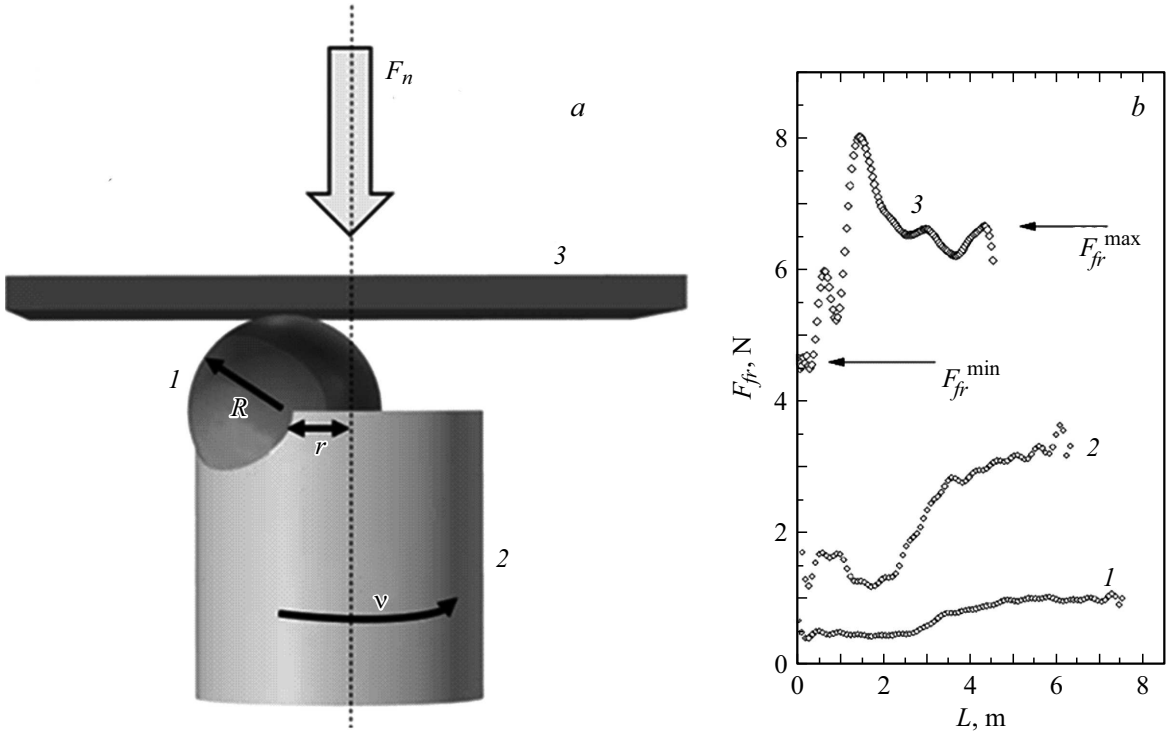


**Рис. 1.** *a* — схема узла трения шара по плоскости. *b* — типичные зависимости силы трения от пути трения для различных нагрузок: 3 (*1*), 8 (*2*) и 14 N (*3*). Средняя скорость скольжения $V = 0.004$ m/s.

УМ1.0. Профилометрирование областей дорожки трения в направлении радиуса кольца проводили с помощью профилометра MahrPS10. В качестве меры износа выбрана величина линейной интенсивности изнашивания ($I_h = h/L$, $h$ — глубина канавки, $L$ — путь трения в области контакта шара с плоскостью). Линейный размер в области контакта сопоставим с линейным размером пятна контакта, который в первом приближении оценивается как диаметр пятна контакта шара с плоскостью. Микроскопический анализ вершины шара показал, что на его вершине образуется площадка с диаметром, достигающим $\sim 500\,\mu$m. Эта величина составляет единицы процентов от полной длины периметра кольца трения, что учитывалось в расчете $I_h$. Всего проведено около 30 экспериментов с измерением $F_{fr}$ с различными $V$ (диапазон 0–0.0084 m/s) и $F_n$ (диапазон 0–14 N), в которых воспроизводились описанные далее эффекты. На рис. 1, *b* показаны типичные зависимости $F_{fr}$ от пути трения. Основные измеряемые эффекты выражаются в сдвиге кривых вверх при росте $F_n$ и наличии перехода $F_{fr}$ с нижнего на верхний уровень ($F_{fr}^{\min} \to F_{fr}^{\max}$), которые обусловлены обсуждаемыми ниже процессами разрушения. Перед переходом коэффициент трения ($F_{fr} = \mu F_n$) находится на уровне 0.1–0.2, после перехода $\sim 0.25$–0.5. Отметим, что переход $F_{fr}^{\min} \to F_{fr}^{\max}$ сопровождается не только обсуждаемыми ниже процессами трещинообразования на поверхности сапфира, но и изнашиванием вершины шара. Это означает, что использование керамического шара из карбида кремния пока не позволяет однозначно связать поведение $F_{fr}$ с изнашиванием только поверхности сапфира.

Во всех опытах обнаружено, что на базисной плоскости сапфира после трения формируется дорожка в форме кольца радиусом $1.5 \pm 0.1$ mm (рис. 2, *a*). На ней присутствуют три протяженные темные области, расположенные через 120° по периметру кольца, т. е. характеризуются тройной симметрией. В них отчетливо видны $U$-образные трещины, расходящиеся в обе стороны от дорожки трения в направлении движения шара. Такая картина распределения зон трещин надежно регистрировалась в опытах с $V$ и $F_n$ до $\sim 0.005$ m/s и 14 N соответственно. При более высоких $V$ и $F_n$ разрушение начинало охватывать весь периметр кольца трения, а выявление трещин в области контакта было затруднено ввиду ее сильного разрушения. Образующаяся шероховатость $R_a$ на дорожке трения достигала единиц микрометров. В экспериментах с пластинами, поверхность которых совпадала с плоскостью $m\{1\bar{1}00\}$, кольцевой след трения также образовывался, но имел гомогенный характер по всему периметру и не содержал обсуждаемых трещин. Кристаллы сапфира имеют склонность к сколу по плоскостям морфологического ромбоэдра, имеющим тройную симметрию [1]. Разумно предположить, что образование трещин на дорожке трения связано с механическим разрушением (сдвигом или двойникованием) по этим плоскостям спайности. Дугообразный $U$-образный характер трещин на базисной плоскости отмечен в одной из первых работ по трению

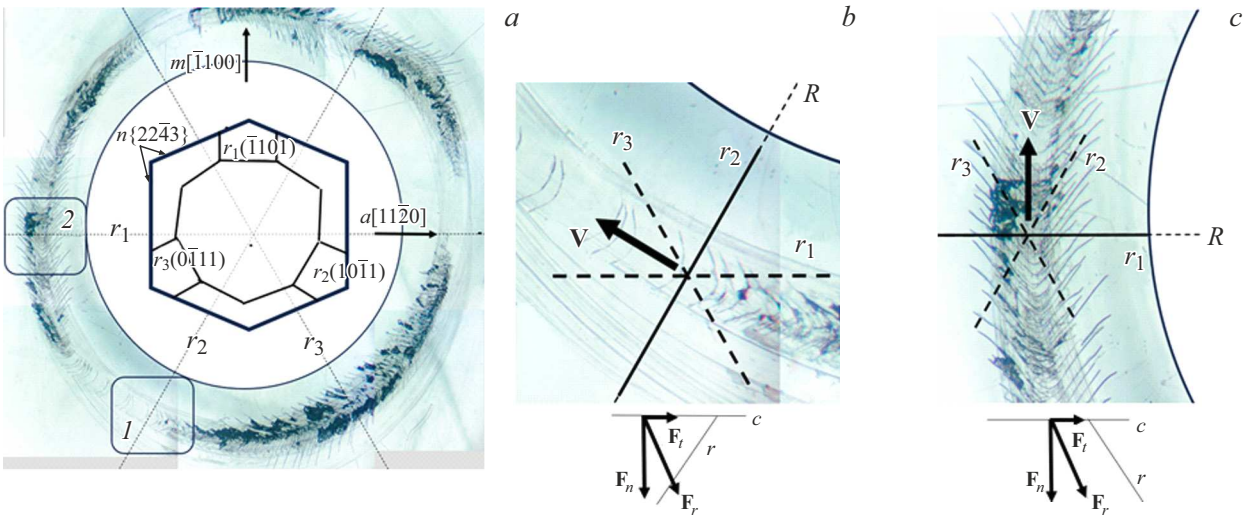


**Рис. 2.** *a* — общий вид кольца трения на базисной плоскости пластинки сапфира. В центре — элементарная ячейка сапфира. Три пунктирные линии, пересекающие все кольцо, показывают линии пересечения трех ромбоэдрических плоскостей с базисной плоскостью. Направление вращения шара — по часовой стрелке. Скорость вращения $V = 0.005$ m/s, нагрузка $F_n = 8$ N. *b* и *c* — фотографии областей *1* и *2* на части *a*. На схемах приведены векторы скорости **V**. Тремя пересекающимися линиями показано положение линий пересечения ромбоэдрических плоскостей $r_1$, $r_2$, $r_3$ и базисной плоскости в этих областях. Пунктирная линия *R* показывает радиус окружности в данной точке. Под частями *b* и *c* — схемы действия нормальной сжимающей силы $\mathbf{F}_n$, силы сдвига $\mathbf{F}_t$ и варианты наклона плоскостей *r* в этих случаях. Показаны сечения, перпендикулярные базисной плоскости *c* и проходящие через вектор скорости **V**.

сапфира [7], где они были обозначены как трещины „шевронного типа“ без детализации механизма их образования. Эти трещины не наблюдались в более современных работах [4,5] по царапанию сапфира с помощью алмазных инденторов, что, по-видимому, было следствием сильного разрушения области под пирамидальным индентором. Аналогичный вид трещин наблюдался в работе [15] при анализе вызванных трением трещин на поверхности алмаза. Они интерпретировались как усеченные конические трещины Герца, искаженные полями растягивающих напряжений позади индентора.

Изменение профилей в областях между скоплениями трещин не превышало уровня чувствительности профилометра, что указывает на пренебрежимо малую величину износа в этих областях ($I_h \sim 0$). В области максимальной плотности трещин профили имели форму шероховатых впадин. Оценка максимальных $I_h$ в них достигала величин $\sim 10^{-4}$. Отметим, что площадь пятна контакта в ходе трения шара по плоскости возрастает. Учет этого фактора выходит за рамки настоящей работы. Тем не менее относительный рост линейной интенсивности изнашивания в области максимальной плотности трещин по сравнению таковой в областях с минимальной плотностью трещин очевиден и может достигать нескольких порядков величины. Величина $I_h$ для пластин, поверхность которых совпадала с плоскостью $m\{1\bar{1}00\}$, не превышала $\sim 10^{-5}$ для всех использованных в опытах величин $V$ и $F_n$, что согласуется с литературными данными о более низкой износостойкости пластин базисной ориентации [8,10].

На рис. 2, *b* и *c* в увеличенном виде показаны фотографии трещин в областях, выделенных блоками *1* и *2* на рис. 2, *a*. Тремя пересекающимися в месте контакта линиями показаны линии пересечения всех трех плоскостей ($r_1$, $r_2$ и $r_3$) с базисной плоскостью. Расчеты фактора Шмида и численные расчеты напряжений при индентировании базисной плоскости показывают тройную симметрию максимальной вероятности разрушения по ромбоэдрическим плоскостям, что экспериментально подтверждается возникновением при индентировании трех пересекающих область контакта трещин, расположенных друг относительно друга под углом 120° [3,16]. В случае трения нами наблюдается существенно модифицированная картина роста трещин. На рис. 2, *b* и *c* стрелками показаны векторы **V** в рассматриваемых областях. Они направлены по касательной к окружности, т.е. перпендикулярно радиусу кольца трения (пунктирная линия *R*). Видно, что погонная плотность трещин и их форма сильно зависит от взаимного расположения вектора **V** и кристаллографической ориентации кристалла. Обращает на себя внимание также и изменение длины боковых трещин с правой и левой стороны дорожки трения. Например, в начале области (внизу на рис. 2, *c*) длина трещин больше справа от дорожки, в середине области длина с двух сторон примерно одинакова, далее (вверху на рис. 2, *c*) более длинные трещины образуются слева. Такой характер распределения боковых трещин по периметру кольца трения надежно воспроизводился во всех трех областях скопления трещин, в которых через 120° последовательно меняется лишь конкрет-

ная ромбоэдрическая плоскость, по которой происходит инициирование роста трещин. Отметим, что грубая оценка напряжения сдвига по величине $F_{fr}$ до перехода $F_{fr}^{\min} \to F_{fr}^{\max}$ (единицы N) с использованием площади упругого контакта дает величину, не превышающую 1 GPa, что сопоставимо с уровнем сдвиговых напряжений, характерных для двойникования и сдвига по ромбоэдрическим плоскостям [3,16]. Можно предположить, что рост уровней $F_n$ и $V$ может привести к вовлечению в процесс разрушения и других плоскостей кристалла, например семейства $n$ $\{2\bar{2}43\}$ (рис. 2, *a*), что внесет дополнительный вклад в общий механизм изнашивания.

В нижних частях рис. 2, *b* и *c* показаны кинематические схемы ориентации силы сдвига ($\mathbf{F}_t$), коллинеарной вектору скорости $\mathbf{V}$, нормальной нагрузки $\mathbf{F}_n$, результирующего вектора $\mathbf{F}_r$, а также взаимное расположение базисной плоскости $c$ и плоскостей $r$ в этих двух примерах. Показаны сечения, перпендикулярные базисной плоскости $c$ и проходящие через вектор скорости $\mathbf{V}$ (или $\mathbf{F}_t$). В случае схемы, показанной на рис. 2, *b*, результирующий вектор $\mathbf{F}_r$ близок к нормали ромбоэдрической плоскости $r_2$, т. е. такое направление силы скола снижает вероятность образования (в этом примере вдоль плоскости $r_2$) и роста трещин (в этом примере вдоль плоскостей $r_1$ и $r_3$), что выражается в их низкой погонной плотности по периметру кольца и отсутствии боковых трещин. В случае кинематической схемы, представленной на рис. 2, *c*, боковые трещины имеют существенно более высокую погонную плотность, они удлинены и менее сильно отклонены от соседних плоскостей (в этом примере $r_2$ и $r_3$), $U$-образный начальный участок укорочен. В этом случае направление вектора $\mathbf{F}_r$ близко к направлению вдоль ромбоэдрической плоскости $r_1$, что приводит к росту скалывающих напряжений и увеличению вероятности образования и роста трещин. Неравномерность длин трещин относительно направления вектора силы сдвига $\mathbf{F}_t$ может определяться составляющей этого вектора, направленной вдоль линии пересечения плоскостей $r_2$ (рис. 2, *b*) и $r_1$ (рис. 2, *c*) с базисной плоскостью, которая будет влиять на уровень растягивающих и сжимающих напряжений в пластине в этих направлениях. Описанные выше эффекты воспроизводились во всех трех областях скопления трещин, а данные рентгеноструктурного анализа ориентаций пластин оказались в отличном согласии с обсуждаемыми схемами, которые позволяют определить расположение ромбоэдрических плоскостей по характеру распределения трещин.

Таким образом, в работе выявлены кристаллографические направления максимального и минимального износа сапфировой пластины базисной ориентации в процессе трения по ней шара из карбида кремния при его циклическом движении по окружности. Получена новая информация о механизме формирования и роста трещин на поверхности сапфировых пластин при трении. Сделаны оценки минимальной и максимальной интенсивности изнашивания в различных направлениях, которые находятся в диапазоне $0-10^{-4}$. Результаты и предложенная методика их получения будут полезны для изучения практически важной проблемы изнашивания при шлифовании и полировании кристаллов в различных кристаллографических направлениях. Полученные результаты представляются важными для разработки технологий изготовления сапфировых подложек для эпитаксии и конструкций, в которых используются пары трения на основе сапфира, например подшипники, эндопротезы [1].

### Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы


[1] E.R. Dobrovinskaya, L.A. Lytvynov, V. Pishchik, *Sapphire: material, manufacturing, applications* (Springer-Verlag, N.Y., 2009). DOI: 10.1007/978-0-387-85695-7

[2] А.Б. Синани, Н.К. Дынкин, Л.А. Литвинов, П.В. Коневский, Е.П. Андреев, Изв. РАН, Сер. физ., **73** (10), 1463 (2009). [A.B. Sinani, N.K. Dynkin, L.A. Lytvinov, P.V. Konevsky, E.P. Andreev, Bull. Russ. Acad. Sci. Phys., **73**, 1380 (2009). DOI: 10.3103/S1062873809100177].

[3] K. Wang, F. Jiang, L. Yan, X. Xu, N. Wang, X. Zha, X. Lu, Q. Wen, Ceram. Int., **45** (6), 7359 (2019). DOI: 10.1016/j.ceramint.2019.01.021

[4] G. He, H. Wu, H. Huang, H. Zhao, J. Mater. Res. Technol., **31**, 3825 (2024). DOI: 10.1016/j.jmrt.2024.07.093

[5] W. Lin, J. Shimizu, L. Zhou, T. Onuki, H. Ojima, Prec. Eng., **73**, 51 (2022). DOI: 10.1016/j.precisioneng.2021.08.011

[6] R.P. Steijn, J. Appl. Phys., **32** (10), 1951 (1961). DOI: 10.1063/1.1728269

[7] C.H. Riesz, H.S. Weber, Wear, **7** (1), 67 (1964). DOI: 10.1016/0043-1648(64)90079-1

[8] Ю.А. Фадин, О.Ф. Киреенко, В.М. Крымов, С.П. Никаноров, Изв. РАН, Сер. физ., **73** (10), 1466 (2009). [Yu.A. Fadin, O.F. Kireenko, V.M. Krymov, Bull. Russ. Acad. Sci. Phys., **73**, 1383 (2009). DOI: 10.3103/S1062873809100189].

[9] А.Б. Волошин, Л.А. Литвинов, Е.Л. Островская, Т.П. Юхно, И.В. Тимченко, Материалы электронной техники, № 1, 16 (2004).

[10] Q. Luo, J. Lu, X. Xu, F. Jiang, Ceram. Int., **43** (18), 16178 (2017). DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.08.194

[11] T. Wang, Q. Yan, Q. Xiong, J. Lin, J. Lu, J. Pan, Mater. Sci. Semicond. Process., **172**, 108059 (2024). DOI: 10.1016/j.mssp.2023.108059

[12] A.O. Pozdnyakov, L. Syanshun, E.B. Sedakova, J. Frict, Wear, **45**, 24 (2024). DOI: 10.3103/S1068366624700041

[13] https://www.preciseceramic.com/products/silicon-carbide-sic.html

[14] V.L. Popov, M. Heß, E. Willert, *Handbook of contact mechanics, exact solutions of axisymmetric contact problems* (Springer, Berlin–Heidelberg, 2019). DOI: 10.1007/978-3-662-58709-6

[15] B.R. Lawn, Proc. Roy. Soc. Lond. A., **299**, 307 (1967). DOI: 10.1098/rspa.1967.0138

[16] R. Nowak, T. Manninen, K. Heiskanen, T. Sekino, A. Hikasa, K. Niihara, T. Takagi, Appl. Phys. Lett., **83** (25), 5214 (2003). DOI: 10.1063/1.1635983