

05;12

Последствие при испытании корунда на микротвердость

© Ю.Г. Носов, Л.И. Деркаченко

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: p.antonov@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 13 февраля 2003 г.)

Найдено, что сколы вблизи отпечатков индентора при испытании корунда на микротвердость могут возникать в течение длительного времени (20–30 дней) после снятия нагрузки.

Введение

Измерения микротвердости широко используются для изучения свойств корунда. Отпечатки от внедрения индентора, их изменение и поведение материала вблизи отпечатков анализировались при изучении механизмов деформирования материала в процессе нагружения [1–3], анизотропии деформации [4], зависимости деформации от температуры [5], акустоэмиссии [6]. При этом неоднократно указывалось [2,6–8], что отпечатки, полученные при вдавливании алмазной пирамиды в поверхность корунда, могут содержать трещины. Трещины появляются на многих отпечатках, когда нагрузка на индентор составляет 80–100 г, а при нагрузках 150–200 г каждый отпечаток имеет обычно несколько трещин. Основные типы наблюдаемых трещин указаны на рис. 1, где 1 — отпечаток пирамиды, 2 — радиальные трещины, ориентированные вертикально к поверхности образца, 3 — боковая наклонная (латеральная) трещина, 4 — медианная трещина, 5 — скол, 6 — видимый контур скола на поверхности кристалла. Если трещина, образовавшаяся под поверхностью образца и ориентированная наклонно к оси индентора, выходит на поверхность, то около края отпечатка образуется скол. Наличие вертикальных трещин приводит к падению общей прочности материала, в то время как развитие наклонных трещин приводит к сколам, последующему отделению областей скола и, таким образом, к эрозии поверхности материала.

Во всех указанных работах поведение материала исследовалось либо в процессе нагружения, либо отпечаток рассматривался и изучался сразу после снятия нагрузки. Данная работа посвящена изучению образования трещин и сколов при индентировании корунда и основное внимание обращено на то, что образование и развитие сколов вблизи отпечатка происходит в течение длительного времени после снятия нагрузки.

Эксперимент

Материалом для испытаний служили монокристаллические ленты корунда сечением 8×1.4 мм, выращенные из расплава по способу Степанова. Отпечатки индентора наносились как на ростовую грань (1000)

кристалла, так и на поверхность той же ориентации, полученную шлифовкой и полировкой ленты на глубину 0.2 мм. Отпечатки наносились на пластинки корунда $15 \times 8 \times 1$ мм при помощи прибора ПМТ-3 с пирамидой Викерса. Использовалась нагрузка 200 г. Микроиндентирование проводилось при комнатной температуре на воздухе при обычной влажности. Нанесение отпечатка, выдержка и снятие нагрузки проводились стандартным методом в течение 30–35 с. Длина диагонали отпечатка составляла $\approx 14 \mu\text{m}$ при глубине отпечатка 1.8–2 μm . Сразу после снятия нагрузки у отпечатков наблюдались вертикальные трещины и иногда сколы. Дальнейшее наблюдение за сделанными отпечатками и их фотографирование показало, что новые сколы образуются постоянно в течение 20–30 дней после снятия нагрузки.

В качестве примера на рис. 2 представлена картина образования сколов со временем на шести отпечатках после снятия нагрузки. В первый момент после нанесения отпечатков скол наблюдается только у одного отпе-

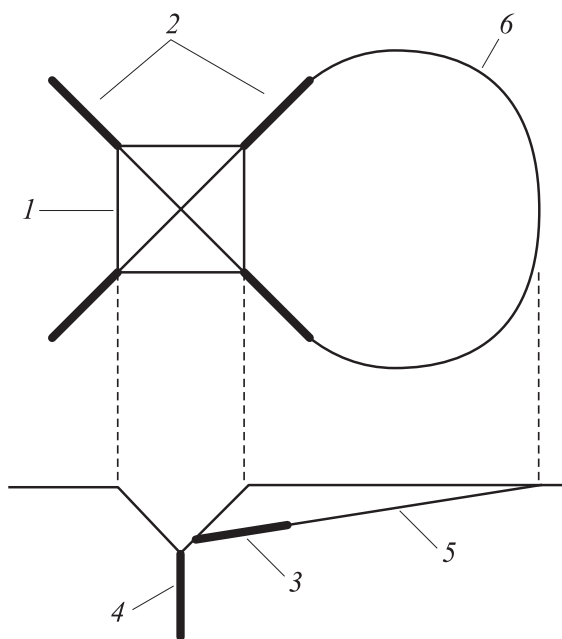


Рис. 1. Схема трещин, образующихся вблизи отпечатка индентора.

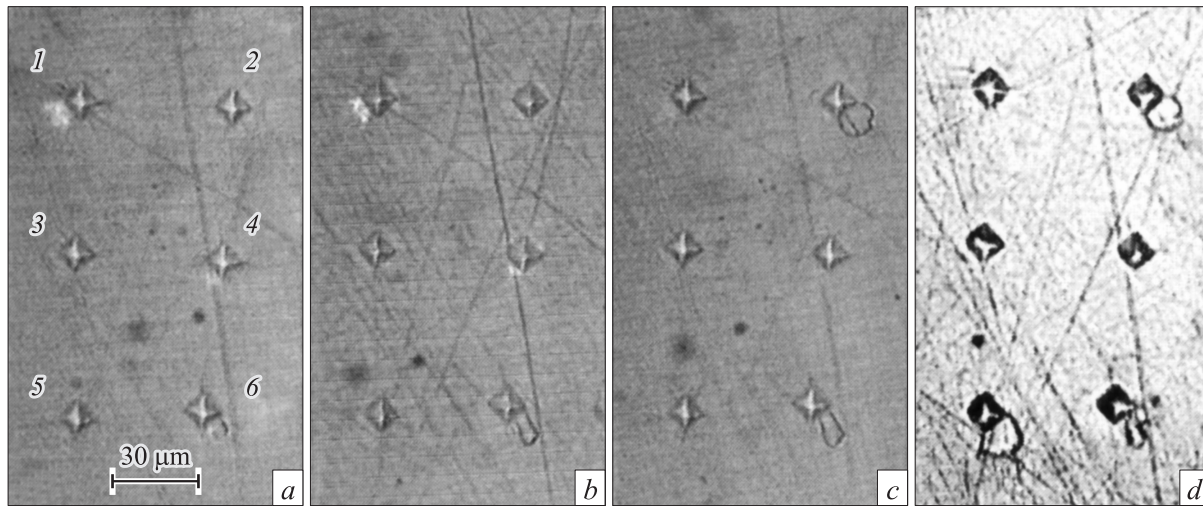


Рис. 2. Образование сколов на поверхности монокристалла корунда у краев отпечатков после снятия нагрузки. *a* — картина сразу после снятия нагрузки, начальный этап образования скола у отпечатка *б*; *b* — через 0.5 h после снятия нагрузки, увеличение размера скола у отпечатка *б*; *c* — через 16 h после снятия нагрузки, образование скола у отпечатка *2*; *d* — через 17 суток после снятия нагрузки, образование скола у отпечатка *5* и изменение контура скола у отпечатка *б*.

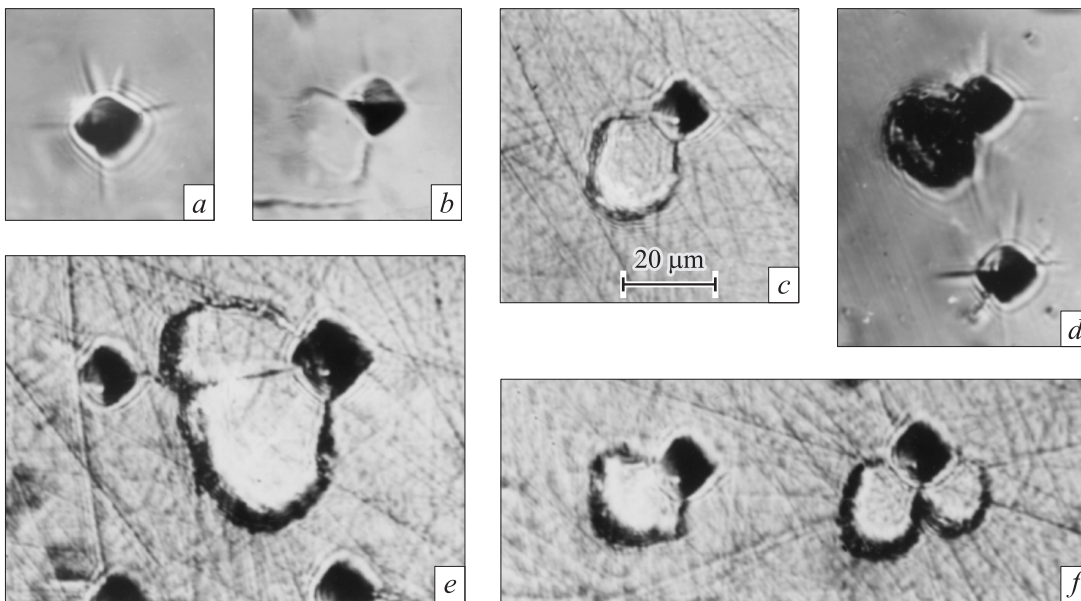


Рис. 3. Примеры сколов у отпечатков индентора на поверхности монокристалла корунда, образовавшихся после снятия нагрузки. *a-d* — последовательность этапов образования скола: *a* — отпечаток со многими прямолинейными трещинами, начинающимися вблизи углов отпечатка, сколов нет; *b* — изгиб направления движения двух трещин навстречу друг другу; *c* — смыкание вершин двух трещин и образование замкнутого контура скола; *d* — два отпечатка; у верхнего отпечатка материал скола полностью отделился от основного кристалла; *e* — пример скола большого размера $\approx 35 \mu\text{m}$; *f* — отпечатки с одним и двумя сколами.

чатка *б*. Через 0.5 h единственным изменением картины является увеличение размера этого скола. Через 16 h появляется скол у отпечатка *2* и увеличивается размер скола у отпечатка *б*. Через 17 суток появляется скол у отпечатка *5* и наблюдается дальнейшее изменение формы скола у отпечатка *б*.

Рис. 2 позволяет сделать вывод, что образование сколов после снятия нагрузки — процесс в значительной мере вероятностный. При одной и той же нагрузке сколы

возникают только у части отпечатков. По виду исходного отпечатка нельзя предсказать, даст он в последующем скол или нет. Например, у отпечатков *1* и *4* сразу после снятия нагрузки видны области просветления, вызванные, по-видимому, напряжениями или начальными фазами образования трещин, но сколов с выходом трещин на поверхность эти отпечатки не дали. В среднем, образование сколов после снятия нагрузки наблюдается у 15–20% отпечатков.

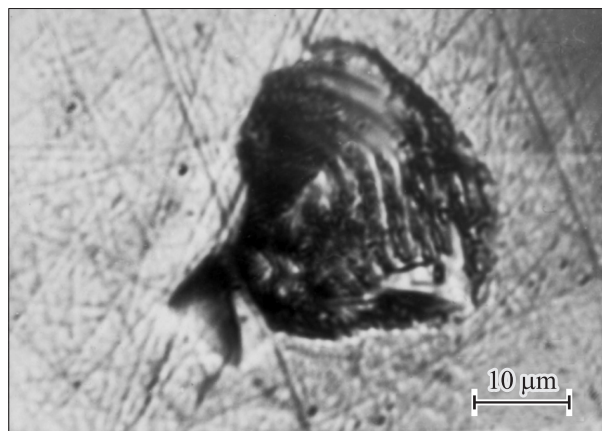


Рис. 4. Отпечаток индентора на поверхности корунда, имеющий скол с волнистой поверхностью разрушения.

Изучение большого количества отпечатков позволило построить последовательность явлений при формировании скола после снятия нагрузки (рис. 3, *a–d*). На первом этапе наблюдаются радиальные трещины, начинающиеся чаще всего вблизи углов отпечатка. Далее направления движения трещин претерпевают изгиб и трещины движутся навстречу друг другу. Наконец, трещины смыкаются, образуя замкнутый контур скола. В дальнейшем область материала, ограниченная этим контуром, может полностью отделиться от кристалла. Подчеркнем, что в образовании скола участвуют обычно три трещины: одна наклонная и две вертикальные, и только за развитием двух последних можно наблюдать с поверхности образца.

У одного отпечатка после снятия нагрузки в большинстве случаев образуется один скол, но могут появиться два (рис. 3, *f*) и даже три скола. Отделяющаяся при сколе частица корунда имеет форму пластинки, наибольшая толщина которой $0.5–2\ \mu\text{m}$ в области, примыкавшей к отпечатку, и наименьшая (уменьшается до нуля) вдали от отпечатка. Длина такой пластинки различна у различных отпечатков и составляет от $0.1–0.2$ до $2–2.5$ размеров диагонали отпечатка, т.е. до $30–35\ \mu\text{m}$. Пример сколов большого размера приведен на рис. 3, *e*. В связи с этим рисунком необходимо сделать одно замечание. До появления сколов этот отпечаток ничем не отличался от своих соседей и имел стандартный размер $\approx 14\ \mu\text{m}$. После образования сколов его видимый размер увеличился до $\approx 18\ \mu\text{m}$ по диагонали. Возможное объяснение: в момент образования сколов резко меняется остаточное упругое поле вблизи отпечатка, что приводит к изменению (увеличению) размера самого отпечатка.

Поверхность разрушения при образовании скола никогда не была зеркально-гладкой. На значительном протяжении она имела ступеньки и изломы случайной ориентации. Вблизи тонкого края поверхность разрушения часто имела вид волнистой поверхности при направлении распространения „волн“ от отпечатка (рис. 4).

В данной работе большинство наблюдений за развитием сколов вблизи отпечатков алмазной пирамиды было проведено на кристаллах корунда, выращенных из расплава по способу Степанова. При этом часть опытов была проведена на кристаллах, дополнительно отожженных в вакууме при 1800°C . Для другой части опытов были использованы кристаллы корунда, выращенные из расплава способом ГОИ. Во всех случаях картина развития сколов в течение длительного времени после снятия нагрузки сохранялась.

Обсуждение результатов

При вдавливании индентора в поверхность материала работа внешних сил идет частично на формоизменение материала — образование отпечатка, частично на разрушение материала — образование трещин, частично выделяется в виде тепла и частично запасается в виде энергии остаточного упругого поля. На примере корунда показано, что запасенная энергия способна в течение длительного времени после снятия нагрузки производить работу в прилегающей к отпечатку области кристалла.

Поскольку изучаемые в работе сколы можно рассматривать как разрушение материала, то следует сделать два замечания.

1) Известно, что всякому разрушению предшествует пластическая деформация [9]. Это касается и такого хрупкого материала, как корунд [5,10]. Однако высокая энергия связи в соединении Al_2O_3 , составляющая $5–7\ \text{eV}$ [11], и высокая энергия активации движения дислокаций $\approx 5\ \text{eV}$ [12] препятствуют перестройке ядер дислокаций и движению дислокаций в корунде при комнатной температуре.

2) Фактором, существенно ослабляющим прочность связи в корунде, является наличие адсорбированной воды на поверхности кристалла. Неоднократно указывалось [10,13–17], что при комнатной температуре и близких к ней температурах для корунда решающим фактором в появлении и развитии трещин под нагрузкой является действие гидролитического механизма разрушения. Этот механизм заключается в разрыве связей Al–O на поверхности корунда под действием атмосферной влаги. Так, прочность корунда в вакууме при 10°C превышает прочность во влажном воздухе на 32% [10]. Содержание паров воды сказывается на кинетике разрушения. Установлено [13], что средняя долговечность корундовой керамики, измеренная в сухом аргоне, на четыре порядка превышает долговечность при тех же напряжениях, измеренную на воздухе 50%-ной влажности. В опытах с циклическим нагружением монокристаллов синтетического корунда [14] определена энергия активации разрушения, которая оказалась равной $1.3\ \text{eV}$, что позволило авторам высказать предположение о решающей роли адсорбированной воды в процессе разрушения. Аномальная микроползучесть корунда при комнатной

температуре [15] связывается с присутствием влаги на поверхности образцов.

Учитывая вышесказанное, можно с большой вероятностью считать, что причиной роста трещин и образования сколов после снятия нагрузки является действие остаточных растягивающих упругих напряжений в вершинах трещин, при этом необходимая пластическая деформация материала облегчена гидrolитическим механизмом разрушения.

Исследование сколов показывает, что точный анализ результатов микроиндентирования поверхности материалов, обычно считающихся хрупкими, должен учитывать кинетику и последствие процесса.

Приведенные наблюдения по образованию сколов позволяют высказать соображение, касающееся абразивной обработки корунда. В процессе полировки поверхности корунда алмазными материалами (пастами, порошками) на поверхность корунда наносятся царапины, которые сопровождаются трещинами и сколами. И естественно считать, что, так же как и при индентировании, образование сколов с отделением частиц корунда вблизи царапин является процессом длительным, т.е. окончательный микрорельеф поверхности корунда устанавливается через определенное время после прекращения ее механической обработки. Для царапин глубиной $\approx 2 \mu\text{m}$ это время составляет примерно один месяц.

Авторы благодарят В.М. Крымова за постоянное внимание к работе и помощь в ее выполнении.

Список литературы

- [1] *Rother B.* // J. Mater. Sci. 1995. Vol. 30. N 21. P. 5394–5398.
- [2] *Bobji M.S., Biswas S.K.* // Phil. Mag. A. 1996. Vol. 73. N 2. P. 399–413.
- [3] *Yoffe E.H.* // Phil. Mag. A. 1982. Vol. 46. N 4. P. 617–628.
- [4] *Kaji M., Stevenson M.E., Bradt R.C.* // J. Am. Ceram. Soc. 2002. Vol. 85. N 2. P. 415–422.
- [5] *Kollenberg W.* // J. Mater. Sci. 1988. Vol. 23. N 9. P. 3321–3325.
- [6] *Breval E., Srikanth V., Subbarao E.C.* // J. Am. Ceram. Soc. 1995. Vol. 78. N 9. P. 2541–2544.
- [7] *Икорникова Н.Ю.* // Микротвердость. М., 1951. С. 211–225.
- [8] *Икорникова Н.Ю.* // Тр. ИКАН. 1953. Вып. 8. С. 293–298.
- [9] *Степанов А.В.* Основы практической прочности кристаллов. М.: Наука, 1974. 132 с.
- [10] *Стокс Р.Дж.* Разрушение. М.: Мир. Т. 7. Ч. 1. 1976. С. 129.
- [11] *Веденев В.И., Гурвич Л.В., Кондратьев В.Н.* и др. Энергии разрыва химических связей. М.: Изд-во АН СССР, 1962. 215 с.
- [12] *Рубин и сапфир.* М.: Наука, 1974. 236 с.
- [13] *Chen C.P., Knapp W.J.* // J. Am. Ceram. Soc. 1977. Vol. 60. N 1–2. P. 87.
- [14] *Шнейзман В.В., Вовнобой В.Б., Козачук А.И.* // Физ.-хим. обраб. матер. 1982. № 3. С. 113–117.
- [15] *Westbrook J.H., Jorgensen P.J.* // Trans. AIME. 1965. Vol. 233. N 2. P. 425–428.

- [16] *Берштейн В.А.* Механогидролитические процессы и прочность твердых тел. Л.: Наука, 1987. 318 с.
- [17] *Иванцов В.А., Николаев В.И., Чуднова Р.С., Шнейзман В.В.* // Изв. РАН. Сер. физ. 1994. Т. 58. N 9. С. 63–67.