

## О МЕЖУЗЕЛЬНЫХ МЕХАНИЗМАХ ПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ НА НАЧАЛЬНОЙ СТАДИИ ПОГРУЖЕНИЯ ИНДЕНТОРА ПРИ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ

Ю.И.Головин, А.И.Тюрин

*Тамбовский Государственный педагогический институт  
392000 Тамбов, Россия*

Поступила в редакцию 16 августа 1994 г.

После переработки 20 октября 1994 г.

Получены количественные данные о динамике и микромеханизмах начальной стадии (0–10 мс) погружения жесткого индентора в ионные кристаллы с решеткой типа NaCl, в частности, значения контактных напряжений и активационных объемов. Типичные значения последних составляли несколько десятых долей от объема, занимаемого ионом в решетке, что в сочетании с высокими контактными напряжениями (до трети модуля Юнга) свидетельствует о преимущественно межузельном механизме массопереноса на ранних стадиях погружения индентора.

В начале 70-х годов было предложено наряду с дислокационными [1, 2] и вакансионными микромеханизмами пластического течения вовлечь в рассмотрение и межузельный массоперенос [3–6], хорошо известный в радиационной физике. Методами электронной микроскопии, микрокатодолюминисценции и др. получены косвенные свидетельства возможности недислокационной пластичности в процессе образования отпечатка при внедрении в поверхность кристалла жесткого индентора [3, 4, 7]. Однако прямые и достаточно убедительные количественные данные о реальности межузельного массопереноса до сих пор отсутствуют. Из общих соображений, приведенных в [3, 5, 6], следует, что вероятность его обнаружения тем больше, чем выше действующие напряжения (или давления) и ниже температура. Наиболее просто реализовать необходимые условия можно под индентором в начальной стадии его погружения. Однако подавляющее большинство данных о процессах, сопровождающих индентирование, получено исследованиями *post factum* размеров и формы образовавшегося отпечатка, морфологии и структуры окружающей его зоны. Известно несколько работ о кинетике завершающей, медленной стадии индентирования [1, 8, 9], но о быстрой начальной фазе ( $\leq 0,1$  с), в течение которой вытесняется до 80 ÷ 90% объема материала из-под индентора, информация практически отсутствует. В результате остаются неизвестными ни реально возникающие контактные напряжения, ни скорость погружения, ни другие количественные данные, позволяющие судить о микромеханизмах вытеснения материала из-под индентора. Наиболее информативны активационные параметры, в особенности активационный объем, характеризующий размеры области, в которой происходит элементарный акт массопереноса.

В работе представлены предварительные данные о динамике и термоактивационных параметрах процесса погружения индентора в течение первых 10 ÷ 20 мс от начала движения. Методика и установка [10] позволяли вести непрерывную регистрацию перемещения индентора  $h(t)$ , внедряющегося в материал без начальной скорости, с временным разрешением лучше 1 мс. Знание реальной кинетики погружения позволяет определить мгновенное значение

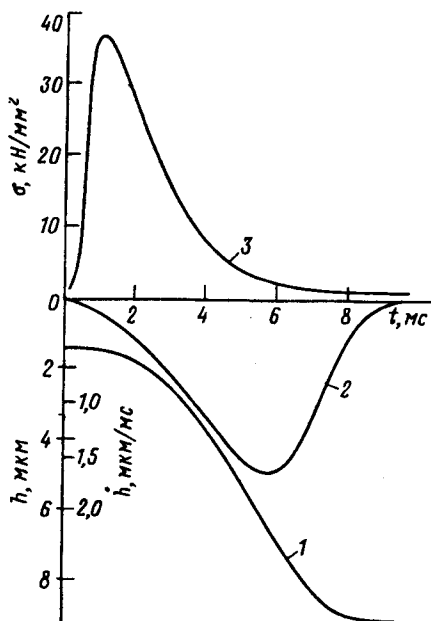


Рис.1. Кинетика начальной стадии внедрения индентора в грань (001) LiF, при комнатной температуре: кривая 1 -  $h(t)$ , 2 -  $\dot{h}(t)$ , 3 -  $\sigma(t)$

контактных напряжений  $\sigma(t)$  под индентором, исходя из очевидного уравнения

$$m\ddot{h}(t) = mg - k\sigma(t)h^2(t),$$

где  $m$  - масса подвижного узла с индентором;  $\ddot{h}$  - его ускорение, которое определялось двойным дифференцированием функции  $h(t)$ ,  $k = 26,5$  - коэффициент, учитывающий геометрию индентора.

Эксперименты проводились на ионных кристаллах NaCl, KCl, LiF, MgO с разным примесным составом в диапазоне температур  $T = 77 \div 300$  К и дали качественно сходные результаты. Из типичных динамических зависимостей (рис.1) следует, что первая стадия роста  $h(t)$  соответствует движению индентора с положительным ускорением, а вторая - начиная с  $6 \div 8$  мс (для разных кристаллов) - с отрицательным, но нигде не превышающим по модулю  $0,5$  м/с<sup>2</sup>. Столь малые значения ускорения свидетельствуют о том, что уже с первых миллисекунд движения, соответствующих  $h \propto 1$  мкм, материал образца развивает сопротивление движению индентора, почти равное весу подвижных частей нагружающего устройства. Из рис.1 видно, что в начальные моменты времени  $\sigma(t)$  достигает значений  $35 \pm 10$  кН/мм<sup>2</sup> (около трети от модуля Юнга). В последующие  $8 \div 9$  мс  $\sigma(t)$  падает до  $\propto 1$  кН/мм<sup>2</sup>, что близко к стационарному значению микротвердости LiF. Характерно, что до 6 мс скорость внедрения монотонно растет, несмотря на быстро снижающееся напряжение в контакте. Подобное поведение материала можно было бы объяснить снижением вязкости с течением времени (примерно на порядок величины за первые 5 мс). Однако назвать какой-либо конкретный механизм этой тиксотропии весьма затруднительно. Самое простое предположение о влиянии разогрева при течении не выдерживает проверок по порядкам величин  $\Delta T$  (оценка сверху дает  $\Delta T \leq 0,1$  К). Вероятно, сверхвысокие напряжения, возникающие под индентором на этой стадии, вызывают аморфизацию материала, в результате

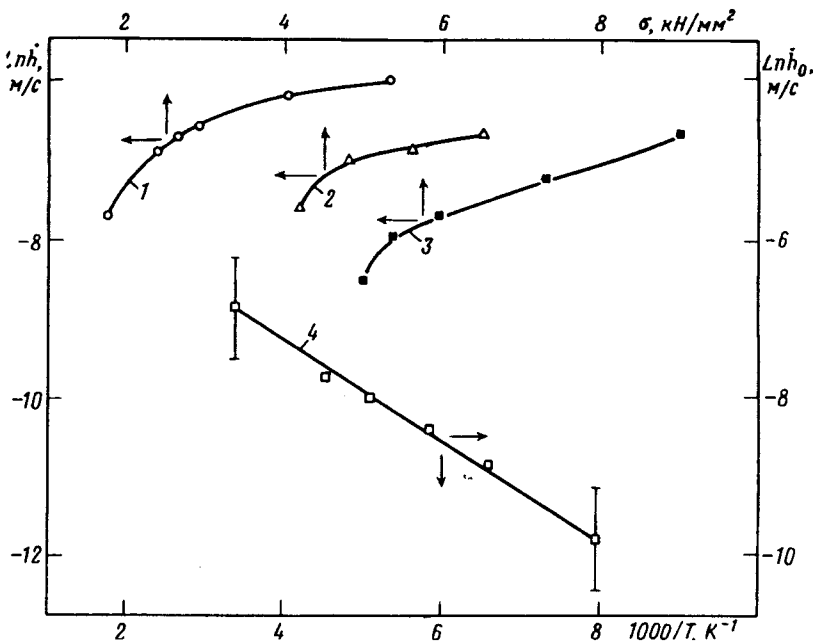


Рис.2. Зависимости  $\ln \dot{h}$  от  $\sigma$  и  $\ln \dot{h}_0$  от  $(1/T)$  для кристаллов LiF. Зависимость  $\ln \dot{h}(\sigma)$ : 1 -  $T = 293$  К, 2 -  $T = 196$  К, 3 -  $T = 126$  К; 4 - зависимость  $\ln \dot{h}_0(1/T)$

чего он и приобретает свойства тиксотропной среды, что обычно характерно для высоковязких жидкостей и полимеров, но не для кристаллических тел.

Признаки аморфизации наблюдались и другими авторами, использовавшими независимые методики. Так, например, в [11] при наноиндентировании кремния (то есть укалывании с очень низкими нагрузками  $\propto 10$  мкН, создающем отпечатки с поперечником  $\propto 100$  нм) фиксировали скачкообразное выталкивание индентора при разгрузке по достижении некоторого критического усилия, а при помощи электронной микроскопии обнаруживали сильно деформированную область под индентором после полной разгрузки. По мнению авторов [11], это свидетельствует о фазовом переходе под действием высокого гидростатического давления, достигавшего, как и в наших экспериментах, десятых долей модуля Юнга.

Вторая стадия погружения индентора, когда с падением  $\sigma$  происходит уменьшение  $\dot{h}$ , может быть проанализирована в рамках традиционных подходов. Силовая зависимость скорости погружения в координатах  $\ln \dot{h} = f(\sigma)$  имеет участки, близкие к линейным (рис.2), что позволяет путем экстраполяции на  $\sigma = 0$  определить начальную скорость погружения  $\dot{h}_0$  при различных температурах  $T$ . Зависимость  $\ln \dot{h}_0 = f(T^{-1})$  оказывается также близкой к линейной (рис.2), что свидетельствует о термоактивированном характере процесса погружения в диапазоне  $T = 125 - 300$  К. На второй стадии погружения ( $5 \leq t \leq 8$  мс) активационный объем  $\gamma$ , определенный из наклона зависимости  $\ln \dot{h}(\sigma)$ , имеет для всех исследованных кристаллов очень низкие значения  $\gamma \approx 10^{-30} \text{ м}^3$  (рис.3). Соответствующие активационные энергии  $U^*$  составляют около 0,1 эВ. Очевидно, столь низкие значения  $U^*$  и  $\gamma$  обусловлены высокими

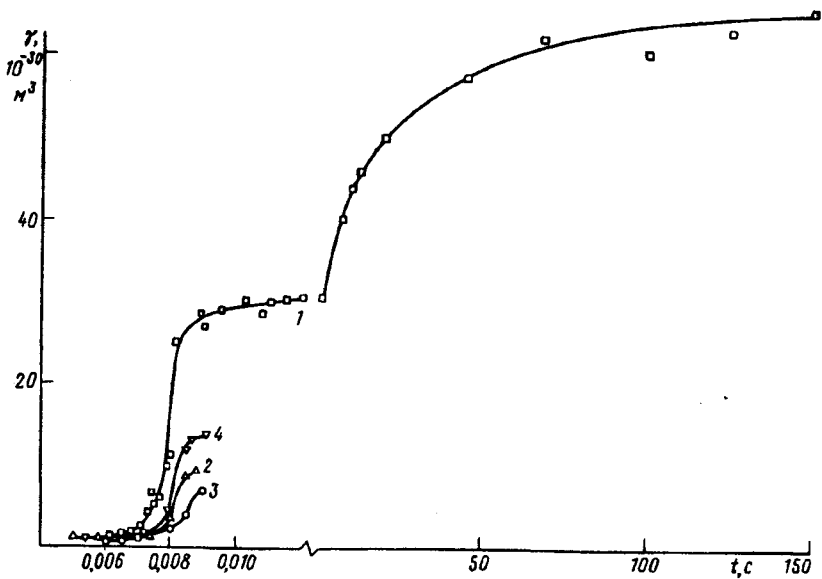


Рис.3. Зависимость активационного объема от времени индентирования для ряда ионных кристаллов, при комнатной температуре: 1 - LiF, 2 - NaCl, 3 - KCl:Ba, 4 - MgO

величинами  $\sigma$  на этой стадии, где только упругие деформации могут достигать многих процентов.

Активационные объемы, составляющие несколько десятых долей от объема  $V_0$ , занимаемого катионом в решетке, прямо свидетельствуют о деформации за счет движения отдельных атомов [5,6]. Опыты по влиянию всестороннего внешнего давления на скорость диффузии дают аналогичные значения  $V = 0,6 \div 0,7 V_0$  [12]. Отсутствие независимых надежных данных об активационных параметрах зарождения и движения межузельных атомов и вакансий в условиях высоких давлений ( $\alpha 0,1 \div 1$  Мбар) не дает возможности сделать обоснованный выбор между этими возможностями, хотя с ростом напряжений сжатия межузельные, краудионные механизмы, естественно, становятся более вероятными. На более поздних стадиях, когда  $\sigma$  начинает приближаться к статическому значению микротвердости ( $t \geq 10$  мс),  $U^*$  увеличивается до  $0,2 \div 0,3$  эВ, а  $\gamma$  до  $\alpha 10^{-28} \text{ м}^3$ , то есть  $\alpha 10b^3$  (где  $b$  - вектор Бюргерса скользящих дислокаций), что согласуется с данными [1,9] и свидетельствует о преимущественно дислокационном механизме течения.

Таким образом, несмотря на то, что точность определения величин  $U^*$  и  $\gamma$  описанным выше способом невысока ( $\alpha 30 \div 40\%$ ), проигнорирована неоднородность внешних приложенных напряжений и наличие внутренних, заметим, что учет этих и других факторов не может изменить порядок величин  $U^*$  и  $\gamma$  и, следовательно, поставить под сомнение основной вывод работы о существенной роли точечных дефектов в процессах массопереноса на начальной стадии индентирования, даже в таких мягких кристаллах, как NaCl и KCl. Для более жестких материалов следует ожидать еще большей доли недислокационных механизмов выдавливания вещества из-под индентора.

Авторы признательны В.И.Альшицу, А.А.Урусовской и М.И.Акчурину за полезное обсуждение результатов работы и ценные замечания.

- 
1. Ю.С.Боярская, Д.З.Грабко, М.С.Кац, Физика процессов микроиндентирования, Кишинев: Штиинца, 1986.
  2. Ю.С.Боярская, Д.З.Грабко, М.И.Мединская, Изв. АН СССР, неорг. мат. **26**, 1017 (1990).
  3. В.Н.Рожанский, М.П.Назарова, И.Л.Светлов, Л.К.Калашникова, Phys. Stat. Sol. **41**, 579 (1970).
  4. В.Н.Рожанский, Н.Л.Сизова, А.А.Урусовская, ФТТ **13**, 411 (1971).
  5. В.Л.Инденбом, Письма в ЖЭТФ **12**, 526 (1970).
  6. В.Л.Инденбом, А.Н.Орлов, ФММ **43**, 469 (1977).
  7. М.Ш.Акчурин, Е.Н.Васев, Е.Ю.Михина, В.Р.Регель, ФТТ **30**, 760 (1988).
  8. М.С.Кац, В.Р.Регель, Ю.С.Боярская, ФТТ **17**, 922 (1975).
  9. С.И.Бульчев, В.П.Алехин, М.Х.Шоршоров, Физика и химия обработки материалов **№5**, 69 (1979).
  10. Ю.С.Боярская, Ю.И.Головин, М.С.Кац и др., Латв. физ.-техн. журнал **№4**, 65 (1991).
  11. T.F.Page, W.C.Oliver and C.J.Hargue, J. Mater. Res. **7**, 450 (1992).
  12. В.И.Зайцев, Е.И.Ляфер, В.В.Токий, ФТТ **17**, 1866 (1975).