

УДК 548.4

ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ ПРИ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ КРИСТАЛЛОВ LiF, ОБЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОНАМИ

© В.А. Федоров, Г.В. Новиков, Л.А. Новгородов,
С.В. Васильева, А.М. Подкауру

Ключевые слова: ионные кристаллы; микроиндентирование; механизмы деформации и разрушения; облучение электронами.

Методами химического травления, оптической и атомно-силовой микроскопии исследовано влияние облучения низкоэнергетическими электронами на изменение механизмов деформации и разрушения в кристаллах LiF. Обнаружено формирование на поверхности кристаллов тонких слоев с высокой нанотвердостью.

ВВЕДЕНИЕ

Ионные кристаллы являются широко распространенными материалами, используемыми в приборостроении и в качестве объектов исследования. Среди ионных кристаллов кристаллы LiF характеризуются высокими значениями оптической прозрачности и механической прочности. Несмотря на большую изученность ионных кристаллов, имеется ограниченное количество работ, посвященных изменению их физических свойств при облучении низкоэнергетическими электронами [1].

Цель работы: исследовать процессы деформации и разрушения при локальном деформировании облученных низкоэнергетическими электронами кристаллов LiF.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объектов исследования использовали ионные монокристаллы LiF, выращенные по методу Киропулоса, содержание примесей в которых не превышало 10^{-3} % wt. Из крупных блоков выкалывали по плоскостям спайности {100} образцы с размерами $5 \times 5 \times 5$ мм.

Свежеприготовленные образцы облучали в колонне электронного микроскопа ЭМВ-100Л при комнатной температуре (300 К) в течение 1 часа, со стороны поверхности (100). Флюенс излучения составлял $\sim 4,3 \cdot 10^{18}$ эл/м², энергия электронов – 75 кэВ, давление в колонне электронного микроскопа – $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па.

Для оценки изменения механических свойств кристаллов использовали метод измерения микро- (ПМТ-3) и нанотвердости. Нанотвердость измеряли наноиндентометром Nanoindenter G200, с использованием алмазной трехгранной пирамидки Берковича, имеющей эффективный радиус острия 20 нм. Глубина внедрения индентора не превышала 50 нм. Отпечатки наносились на расстоянии 10 мкм друг от друга. На каждом образце проводилось по 10 измерений, затем результаты усредняли. Значения нанотвердости измеряли на кристаллах LiF после 30 и 60 мин. облучения, которые затем сравнивали с нанотвердостью необлученного

кристалла. При микроиндентировании на ПМТ-3 нагрузка на индентор микротвердомера составляла 20 г. Микроиндентирование проводили на облученной поверхности (100) и вглубь кристалла на поверхности (001).

Исследования морфологических особенностей деформации и разрушения кристаллов при микроиндентировании проводили методом избирательного химического травления-полировки в водном растворе FeCl₃ при комнатной температуре в течение 45 с, а также оптической и атомно-силовой микроскопией. Результаты экспериментов сопоставляли с аналогичными исследованиями для необлученных кристаллов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

В первой части работы проведены исследования, направленные на установление изменений значений микротвердости LiF на поверхности и в объеме, в зависимости от времени облучения. Исследования показали, что в поверхностных слоях кристалла возрастание микротвердости существенно отличается от предполагаемого хода зависимости и имеет аномально высокие значения. Это послужило основанием для проведения дополнительных экспериментов.

В качестве дополнительных экспериментов проводили исследования особенностей деформирования поверхности облученного кристалла при индентировании. Обнаружено, что на поверхности в зоне отпечатка пирамиды Виккерса формируется периодический волновой рельеф в отличие от необлученного кристалла, где возникает навал.

Образование рельефа на поверхности облученных кристаллов подтверждает атомно-силовая микроскопия. Помимо периодического рельефа наблюдали разрушение поверхностных слоев на поверхности облученного кристалла. В частности, образование сколов тонких слоев по контуру отпечатка. Отдельные сколотые участки поверхностного слоя можно наблюдать в зоне воздействия индентора (рис. 1а).

В результате воздействия электронов тонкие приповерхностные слои приобретают иные механические свойства. Как правило, хрупкое разрушение этих слоев

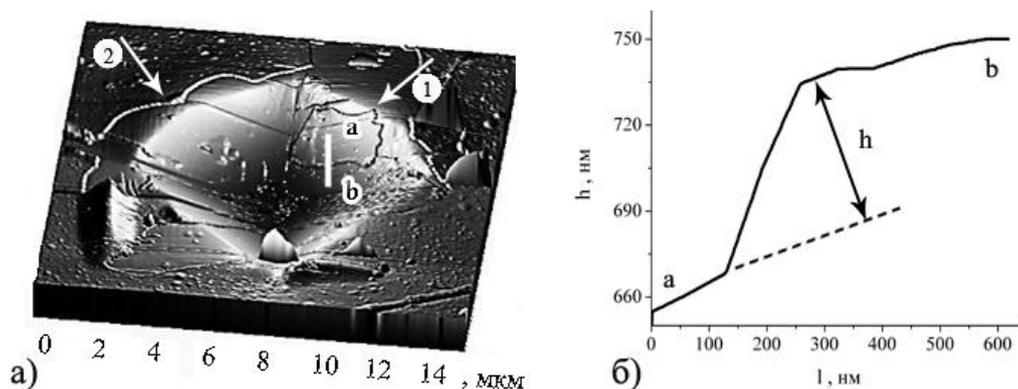


Рис. 1. АС-микроскопия участков поверхности в зоне отпечатка индентора на кристалле LiF; а) общий вид отпечатка, стрелкой 1 показана часть охрупченного слоя, оставшегося на поверхности отпечатка; б) профилограмма, снятая с фрагмента отслоившегося участка вдоль линии а–б. Стрелкой 2 отмечен скол поверхностного слоя

происходит не по плоскостям спайности (рис. 1а). Это позволяет предположить, что они находятся в аморфизированном состоянии. Толщина сформировавшихся слоев зависит от энергии и времени воздействия и колеблется в среднем от 70 до 120 нм (рис. 1б).

Проведены измерения нанотвердости тонкого поверхностного слоя. Полученные значения показывают, что нанотвердость увеличивается в 2 раза уже после 30 мин. облучения и более чем в 4 раза после 60 мин. облучения по отношению к необлученному кристаллу (табл. 1).

Кривая нагрузки облученных кристаллов показывает значительное возрастание упругой составляющей деформации в отличие от необлученного кристалла (рис. 2).

Нанотвердость поверхностного слоя после 30 мин. облучения достигает значений, сопоставимых с нанотвердостью циркониевой керамики (ZrO_2 ; $H = 9\div 10$ ГПа [2]), а после 60 мин. облучения – значений, сопоставимых с нанотвердостью мартенситной составляющей закаленной стали (ШХ-15; $H = 13\div 15$ ГПа [3]).

Далее исследованы процессы деформации и разрушения облученных кристаллов при локальном деформировании. При проведении экспериментов использовали две ориентации микроиндентора – пирамиды Виккерса относительно плоскостей $\{110\}$ и $\{010\}$ кристалла: 1) диагонали (d) отпечатка параллельны плоскостям $\{110\}$; 2) диагонали отпечатка параллельны плоскостям $\{100\}$.

Химическим травлением выявляли морфологические особенности деформации и разрушения кристаллов. В необлученных кристаллах при индентировании, после травления, формируется характерный для ЩГК дислокационный «крест», в лучах которого, при ориентации индентора $d \parallel \{110\}$, одновременно развиваются микротрещины (рис. 3а).

Таблица 1

Изменение нанотвердости на облученной поверхности LiF

Время облучения	Без облучения	60 мин.
Нанотвердость, ГПа	$3,8\div 4,1$	$16,4\div 17$

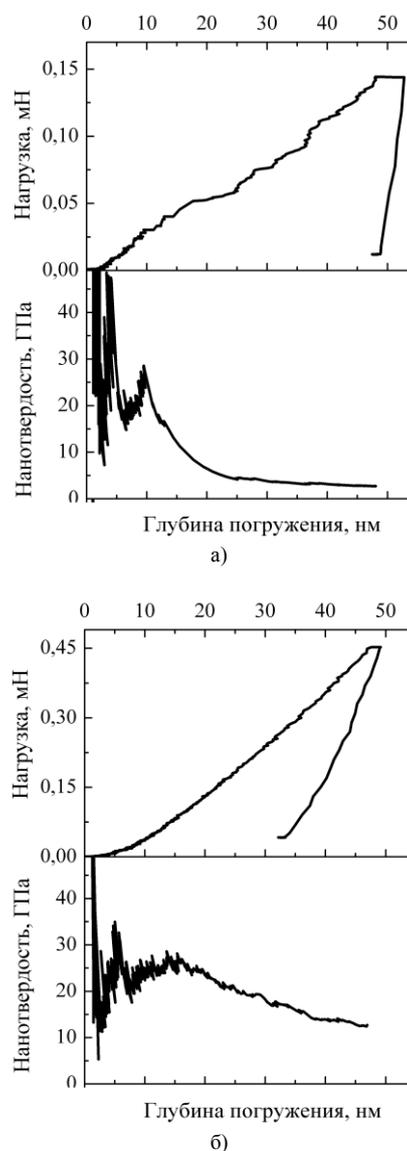


Рис. 2. Зависимости нагрузки, динамической нанотвердости от глубины внедрения индентора в цикле нагружение–разгрузка: а) кристалл без облучения; б) после 60 мин. облучения

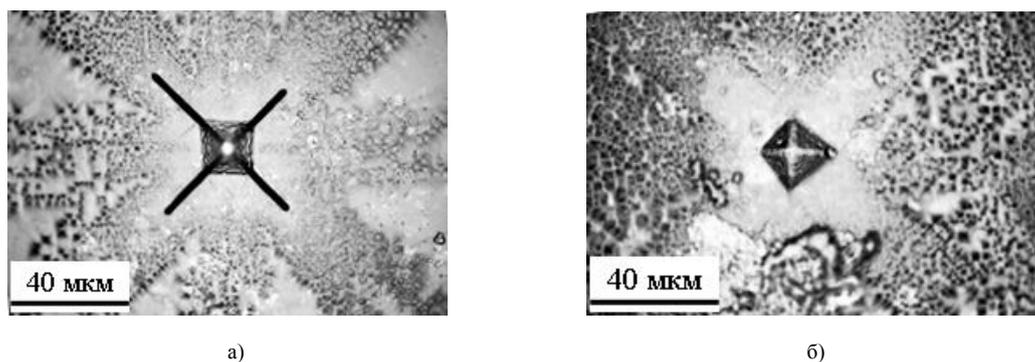


Рис. 3. Фигуры травления мест индентирования необлученного кристалла LiF: а) ориентация индентора – $d\parallel\{110\}$; б) ориентация индентора – $d\parallel\{100\}$

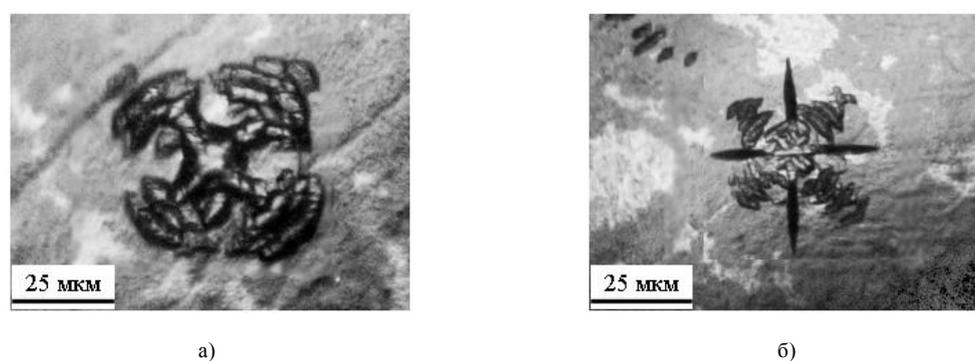


Рис. 4. Фигуры травления мест индентирования облученных кристаллов LiF: а) формирование пластической зоны вокруг отпечатка (аномальный деформационный «крест»), ориентация индентора – $d\parallel\{110\}$; б) зарождение трещин в плоскостях, близких к $\{100\}$, ориентация индентора – $d\parallel\{100\}$

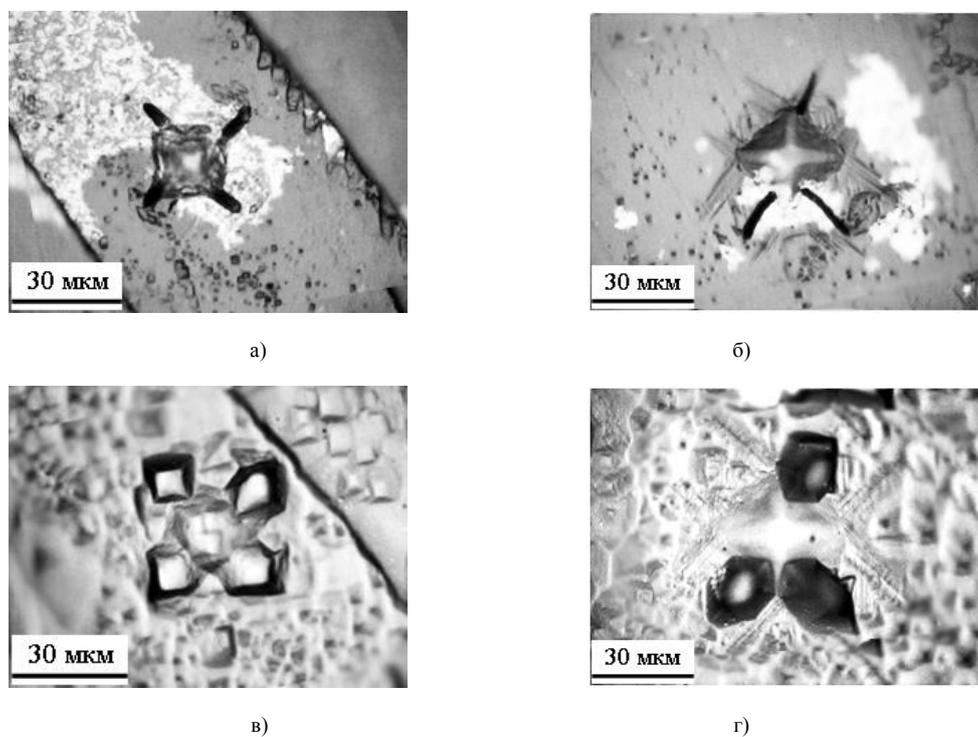


Рис. 5. Индентирование облученных кристаллов LiF: а) ориентация индентора – $d\parallel\{110\}$; б) ориентация индентора – $d\parallel\{100\}$; в), г) плоскодонные ямки травления микротрещин в поверхностном слое

Морфологические характеристики деформации и разрушения облученных кристаллов носят принципиально иной характер (рис. 4). Дислокационный «крест» практически не образуется, вместо него формируется аномальный деформационный «крест». Не выявляется явно плоскость, в которой развивается пластическая деформация. Следы выхода сдвигов на поверхность имеют дугообразный вид (рис. 4а). При ориентации индентора $d\parallel\{110\}$ микротрещины не зарождаются. При ориентации индентора $d\parallel\{100\}$ зарождение трещин происходит по плоскостям, близким к плоскостям спайности $\{100\}$ (рис. 4б).

Приведенные картины деформации и разрушения наблюдаются в облученных кристаллах, на поверхностях которых сформированы тонкие охрупченные слои (~ 60 нм).

В случае деформирования толстых охрупченных слоев (~120 нм) картины деформации и разрушения иные (рис. 5а, 5б). При ориентации индентора $d\parallel\{110\}$ система трещин развита достаточно слабо и локализована лишь в тонком поверхностном слое. При повторных травлениях фигуры травления, связанные с трещинами, становятся плоскостными (рис. 5в, 5г), что говорит о небольшой глубине их залегания, ограниченной толщиной слоя. Плоскости, в которых развиваются микротрещины, отклоняются от плоскостей скольжения $\{110\}$ (рис. 5а). При ориентации индентора $d\parallel\{100\}$ микротрещины развиваются в плоскостях с большими кристаллографическими индексами (рис. 5б). Зона пластических сдвигов не формируется.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно [4], что в LiF при облучении образуются радиационные дефекты, вследствие чего кристаллы приобретают характерную окраску. Дефекты влияют на устойчивость кристаллов к локальным механическим воздействиям. В облученных кристаллах пластические сдвиги происходят в плоскостях, окаймляющих отпечаток, за счет образования микросбросов (рис. 6).

При образовании сбросов переориентация кристаллической решетки возможна на произвольные углы, при этом также нет явно выделенной плоскости сдвига [5]. В нашем случае выход сброса на поверхность не связан с одной плоскостью сдвига, что косвенно подтверждает его образование.

Таким образом, в результате развития микросбросов под индентором реализуется периодический рельеф на поверхности.

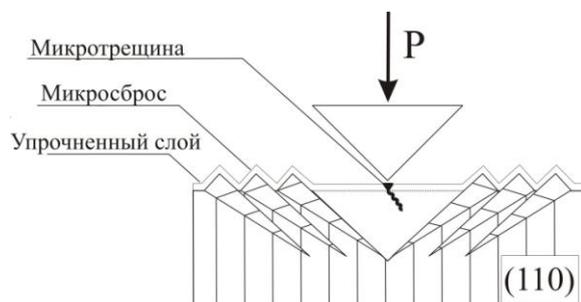


Рис. 6. Схема образования микросбросов при индентировании

Известно, что в LiF одновременно с развитием скольжения в плоскостях $\{110\}$ происходит рост трещин. При блокировке скольжения радиационными дефектами трещины также не развиваются. В силу этого обстоятельства в зоне индентирования локализуются высокие механические напряжения. Релаксация последних осуществляется частично за счет образования сбросов. Ребра пирамиды Виккерса, ориентированные вдоль плоскости (100), являются концентраторами напряжений, за счет чего вскрываются трещины в плоскостях, близких к плоскостям спайности, где напряжения разрыва минимальны. Таким образом, имеет место чисто силовое вскрытие микротрещины.

Основная энергия электронов приходится на тонкие поверхностные слои. В результате этого его аморфизация возможна вследствие высокой плотности дефектов типа смещенных атомов. Количество таких дефектов в нашем случае составляет порядка 10 % от всех поверхностных. Известно [6], что при такой концентрации смещенных атомов структура приповерхностных слоев близка к аморфному состоянию. Ионные кристаллы обладают совершенными плоскостями спайности, по которым осуществляется их скол. Как видно из рис. 1а, плоскость скола поверхностного слоя не имеет какой-либо преимущественной плоскости, что характерно для аморфных сплавов [7]. Энергия, затраченная на образование и смещение атомов в ЦГК, составляет ~ 4 эВ. Вследствие чего образование таких дефектов возможно в тонком поверхностном слое ~ 70–90 нм. После прохождения такого слоя энергии электрона недостаточно на образование смещенных атомов, но могут образовывать дефекты с меньшей энергией их образования. Этот слой будет иметь механические характеристики, отличные от основного кристалла, в частности, в нем не развиваются пластические сдвиги. В связи с этим при деформировании индентором упрочненный слой на поверхности отслаивается. Радиационные повреждения в более глубоких слоях кристалла обусловлены вторичными электронами (δ -электронами), которые могут достигать глубины ~ 1,8 мкм и вызывать образование точечных радиационных дефектов, но с гораздо меньшей их объемной плотностью.

ВЫВОДЫ

Установлено, что в ЦГК при воздействии на поверхность (100) интенсивного потока электронов с энергией 50÷75 кэВ в последнем формируются тонкие поверхностные слои с иными механическими свойствами. Толщина слоя зависит от энергии излучения и времени его воздействия и колеблется в интервале 60–120 нм. Это связано с их аморфизацией за счет образования смещенных атомов (более 10 % от поверхностных) и сопровождается значительным повышением нанотвердости до 16–17 ГПа, что сопоставимо с нанотвердостью мартенситной составляющей закаленной стали.

Показано, что формирование в ионных кристаллах тонких поверхностных слоев с высокой нанотвердостью вызывает смену механизмов деформации и разрушения при локальном деформировании кристаллов. Подавление дислокационной пластичности в плоскостях $\{110\}$ за счет радиационных дефектов и упрочнения поверхностных слоев исключает развитие разрушения в этих плоскостях. Релаксация напряжений осуществляется преимущественно за счет формирова-

ния в зоне локального деформирования микросбросов, а разрушение зарождается, как правило, в охрупченных слоях за счет силового вскрытия микротрещины под ребром индентора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Федоров В.А., Новиков Г.В., Чиванов А.В. Поведение щелочно-галогенидных кристаллов под воздействием низкоэнергетического потока β -частиц // Известия РАН. Серия физическая. 2012. Т. 76. № 1. С. 118-122.
2. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикробъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках // ФТТ. 2008. Т. 50. Вып. 12. С. 2113-2142.
3. Мурзин Л.М. Нано- и микротвердость. Анализ источников погрешностей измерения // Вісник СевНТУ: зб. наук. пр. Серія: Машиноприладобудування та транспорт. Севастополь, 2010. Вып. 111. С. 110-112.
4. Арбузов В.И. Основы радиационного оптического материаловедения: учеб. пособие. СПб.: СПбГУИТМО, 2008. 284 с.
5. Класен-Неклюдова М.В. Механическое двойникование кристаллов. М.: Изд-во АН СССР, 1960. 262 с.

6. Тельбаум Д.И., Менделева Ю.А. Наноструктурирование кремния ионными пучками. Н. Новгород, 2007. 81 с.
7. Физическое металловедение / ред. Р. Кан. М.: Мир, 1968. Т. 2. 492 с.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при финансовой поддержке гранта № 12-01-97519-р_центр_a.

Поступила в редакцию 21 ноября 2013 г.

Feodorov V.A., Novikov G.V., Novgorodov L.A., Vasilyeva S.V., Podkauro A.M. FEATURES OF DEFORMATION AND FRACTURE IN LiF CRYSTALS OF MICROINDENTATION, IRRADIATED BY ELECTRON

By the methods of chemical etching, optical and atomic force microscopy the influence exposure by low-energy electrons to change the mechanisms of deformation and fracture in crystals of LiF is investigated. The formation of crystals on the surface of thin layers with high nanohardness is disclosed.

Key words: ionic crystals; microindentation; mechanisms of deformation and fracture; irradiated by electrons.

Федоров Виктор Александрович, Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, Российская Федерация, доктор физико-математических наук, профессор, заслуженный деятель науки Российской Федерации, зав. кафедрой общей физики, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Feodorov Viktor Aleksandrovich, Tambov State University named after G.R. Derzhavin, Tambov, Russian Federation, Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Honored Worker of Science of Russian Federation, Head of General Physics Department, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Новиков Геннадий Викторович, ОАО «Тамбовмаш», г. Тамбов, Российская Федерация, кандидат физико-математических наук, ведущий инженер, e-mail: genokne@yandex.ru

Novikov Gennadiy Viktorovich, JSC «Tambovmash», Tambov, Russian Federation, Candidate of Physics and Mathematics, Leading Engineer, e-mail: genokne@yandex.ru

Новгородов Леонид Андреевич, Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, Российская Федерация, магистрант по направлению подготовки «Физика» института математики, физики и информатики, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Novgorodov Leonid Andreyevich, Tambov State University named after G.R. Derzhavin, Tambov, Russian Federation, Candidate for Master's Degree of Direction of Preparation of «Physics» of Mathematics, Physics and Informatics Institute, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Васильева Светлана Васильевна, Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, Российская Федерация, зав. лабораториями кафедры общей физики, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Vasilyeva Svetlana Vasilyevna, Tambov State University named after G.R. Derzhavin, Tambov, Russian Federation, Head of Laboratories of General Physics Department, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Подкаура Александр Михайлович, Тамбовский государственный технический университет, г. Тамбов, Российская Федерация, кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры общей физики, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Podkauro Aleksander Mikhailovich, Tambov State Technical University, Tambov, Russian Federation, Candidate of Physics and Mathematics, Associate Professor, Associate Professor of General Physics Department, e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru