

## Секция: ОБЩАЯ ФИЗИКА

УДК 548:53

## ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ ОБЛУЧЕННЫХ БЕТА-ЧАСТИЦАМИ ЩГ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДАМИ ФРАКТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И МНОГОКРАТНОГО ТРАВЛЕНИЯ

© В.А. Федоров, Г.В. Новиков, Ю.А. Кочергина, А.В. Чиванов

*Ключевые слова:* щелочно-галогидные кристаллы; деформация и разрушение; пластичность.

Рассмотрено влияние интенсивного бета-излучения на изменение механических свойств щелочно-галогидных кристаллов, проявляющееся при их локальном деформировании. Методом повторного травления определены морфологические особенности деформирования и разрушения облученных кристаллов. Показано, что облучение электронами приводит к охрупчиванию тонких поверхностных слоев, смене механизма разрушения и процессов формирования отпечатка при микроиндентировании.

### ВВЕДЕНИЕ

Исследования по радиационной повреждаемости материалов, используемых в электронике, стимулировали развитие работ по изучению поведения в радиационных полях веществ с различным типом химической связи. Наиболее изученными являются ионные структуры, в частности, *щелочно-галогидных кристаллов* (ЩГК). Они служат модельными объектами, на основе которых выполнено большое количество экспериментальных и теоретических работ и сформулированы основные закономерности радиационной физики твердого тела.

Несмотря на значительный интерес к исследованиям в этой области, существует заметный разрыв между изучением начальных стадий дефектообразования и исследованием разнообразных макроскопических проявлений, связанных с образованием комплексов дефектов, которыми определяется изменение механических характеристик, в частности, после больших доз облучения. В связи с этим представляют интерес исследования, направленные на установление механизмов деформации и разрушения ионных кристаллов, подвергнутых воздействию интенсивного бета-излучения.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объектов исследования использовали ионные монокристаллы LiF, NaCl, 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 100 Л» при комнатной температуре в течение 1 ч со стороны поверхности (001). Флюенс излучения составлял  $\sim 1,2 \cdot 10^{15}$  м<sup>-2</sup>, энер-

гия кванта электрона – 75 кэВ, давление в колонне электронного микроскопа –  $1,3 \cdot 10^{-2}$  Па.

Для оценки изменения механических свойств кристаллов использовали метод измерения микротвердости при нагрузке на индентор микротвердомера ПМТ-3 – 20 г. Индентирование проводили по поверхности (001). Исследования морфологических особенностей деформации и разрушения кристаллов при микроиндентировании проводили методом химического травления, оптической и атомно-силовой микроскопией.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

В первой части работы исследованы особенности формирования отпечатка при индентировании облученных кристаллов. Кроме того, рассмотрено формирование на поверхностях кристаллов тонких слоев с иными механическими характеристиками.

Известно [1–3], что одной из причин возникновения ошибок при определении величины микротвердости путем измерения размера отпечатка является искажение его формы, связанное с образованием навалов [1] (рис. 1а). Отмечено, что при индентировании облученных кристаллов изменяется не только их количество, но и морфология. На поверхности в зоне отпечатка формируется периодический рельеф (рис. 1б).

Атомно-силовой микроскопией исследована форма отпечатка и параметры рельефа, формирующегося в зоне воздействия индентора (рис. 2а).

Установлено, что средняя высота навалов в кристаллах NaCl составляет  $\sim 80$  нм, а период их следования  $\sim 180$  нм (рис. 2б). В кристаллах LiF средняя высота навалов  $\sim 180$  нм, периодичность  $\sim 300$  нм.

Кроме образования чередующихся навалов от индентора в облученных ЩГК обнаружили изменение механических свойств в тонких поверхностных слоях. Величина микротвердости в них возрастает на 61 % в

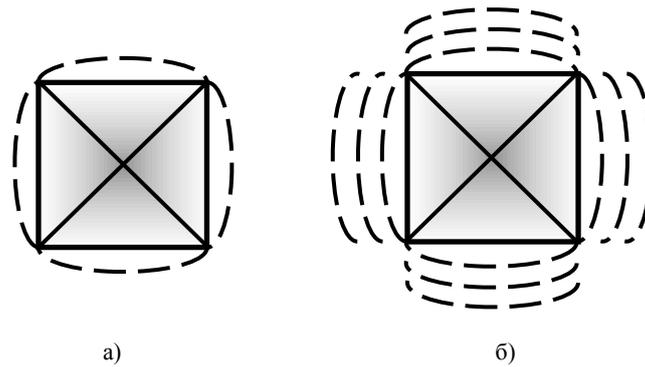
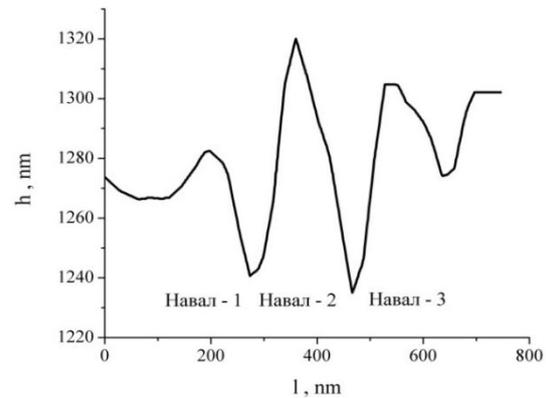
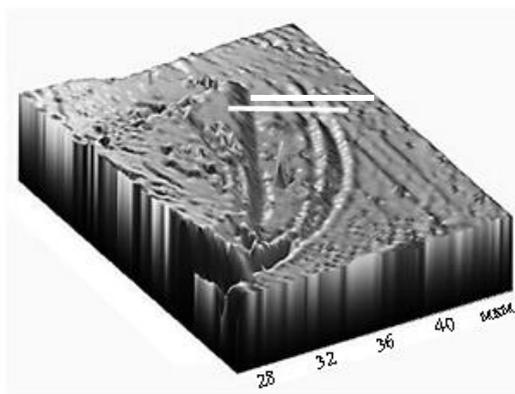


Рис. 1. Схемы образования навалов при измерении микротвердости: а) необлученный кристалл; б) облученный кристалл



а)

б)

Рис. 2. АС микроскопия участков поверхности в зоне отпечатка индентора на кристалле NaCl; а) периодические навалы, сопровождающие формирование отпечатка; б) профилограмма участка, отмеченного линией

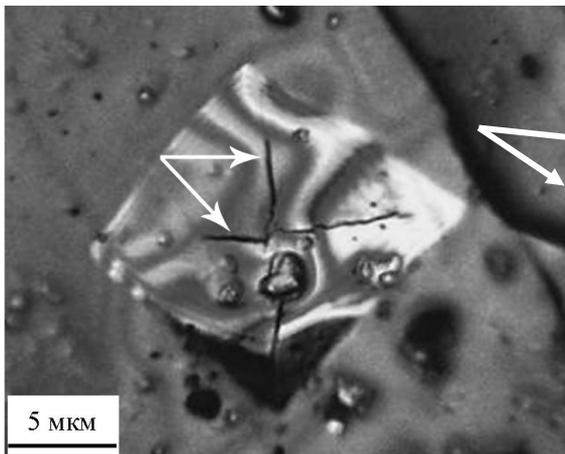


Рис. 3. Полосы интерференции на поверхности отпечатка в кристалле NaCl. Стрелками показаны трещины, зародившиеся в отслоившемся поверхностном слое

NaCl и на 123 % в LiF. При индентировании поверхности происходит их отслоение от основного кристалла. Так, в кристаллах NaCl наблюдали образование интерференционных полос на поверхности отпечатка (рис. 3). Их появление можно связать с образованием воздушной прослойки между отслоившейся и основной частями

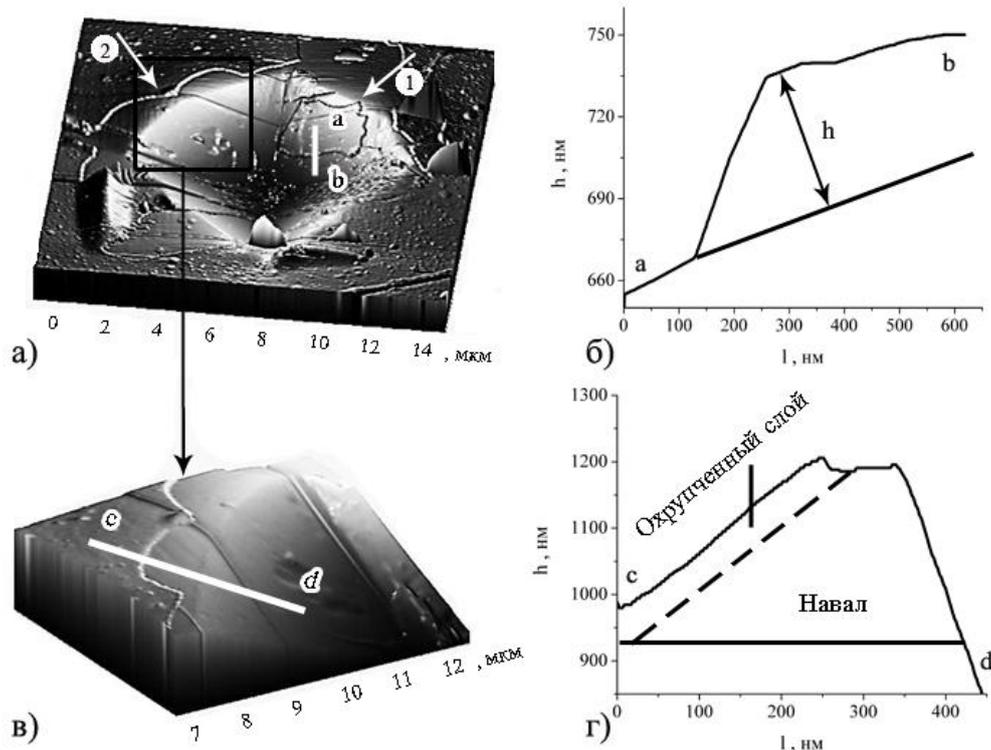
кристалла. Образование трещин в поверхностном слое говорит о его охрупченном состоянии.

В результате бета-воздействия тонкие приповерхностные слои приобретают иные механические свойства также и в кристаллах LiF. Отмечено образование сколов тонких слоев по контуру навалов вокруг отпечатка (рис. 4а). Кристаллы LiF менее пластичны, чем NaCl. В связи с этим поверхностные слои в LiF более хрупкие, чем в NaCl. Хрупкое разрушение этих слоев позволило на сколе определить их толщину в LiF. Из анализа профилограмм (рис. 4б, г) видно, что их толщина составляет ~70–80 нм.

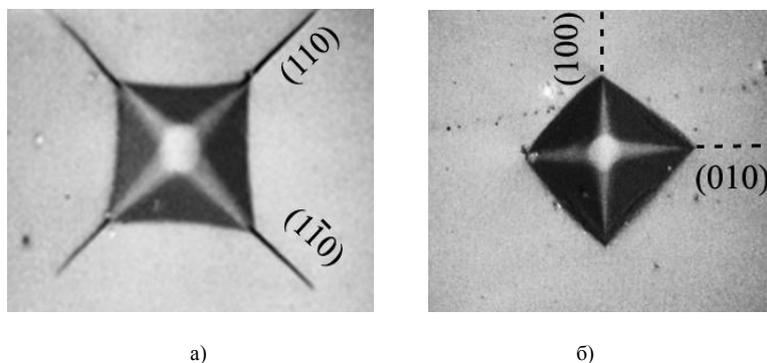
Вторая часть работы посвящена исследованию процессов деформации и разрушения облученных кристаллов при локальном деформировании. Результаты эксперимента сопоставлены с аналогичными исследованиями для необлученных кристаллов.

При проведении экспериментов использовали две ориентации индентора (пирамида Виккерса) относительно плоскостей  $\{110\}$  и  $\{010\}$  кристалла: 1) диагонали (d) отпечатка параллельны плоскостям  $(110)$  и  $(\bar{1}\bar{1}0)$  (рис. 5а); 2) диагонали отпечатка параллельны плоскостям  $(100)$  и  $(0\bar{1}0)$  (рис. 5б).

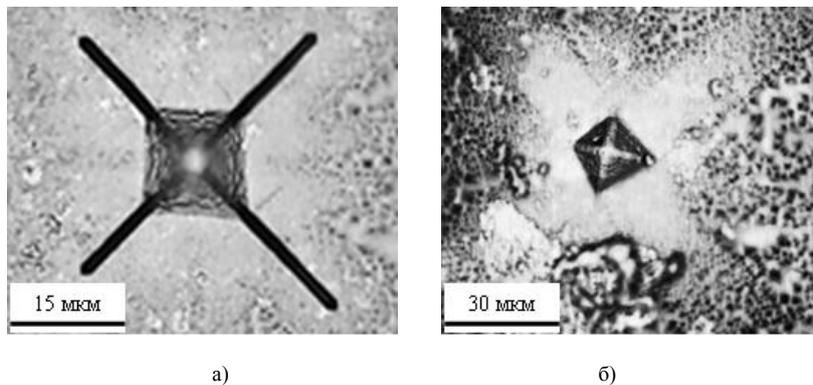
Химическим травлением выявляли морфологические особенности деформации и разрушения кристаллов. В необлученных кристаллах при индентировании формируется характерный для ЦТГК дислокационный «крест» [4], в лучах которого при ориентации индентора



**Рис. 4.** АС микроскопия участков поверхности в зоне отпечатка индентора на кристалле LiF: а) общий вид отпечатка, стрелкой 1 показана часть охрущенного слоя, оставшегося на поверхности отпечатка; б) профилограмма, снятая с фрагмента отслоившегося участка вдоль линии а-б; в) представлен фрагмент, отмеченный стрелкой 2 на рис. 4а, показывающий образование скола поверхностного слоя; г) профилограмма скола поверхностного слоя по линии с-д



**Рис. 5.** Ориентации индентора при микроиндентировании кристалла на плоскости (001): а)  $d\parallel\{110\}$ ; б)  $d\parallel\{100\}$



**Рис. 6.** Фигуры травления необлученного кристалла: а) микротрещины по плоскости (110); б) дислокационный крест

$d\{110\}$  одновременно развиваются микротрещины (рис. 6а).

В облученных кристаллах дислокационный «крест» практически не образуется. Морфологические характеристики деформации и разрушения носят принципиально иной характер (рис. 7). Так, например, при ориентации индентора  $d\{110\}$  микротрещины не зарождаются, но формируется аномальный деформационный «крест». Не выявляется явно плоскость, в которой развивается деформация. Следы выхода сдвигов на поверхность имеют дугообразный вид. Это хорошо видно на рис. 2а и 7а. При смене ориентации индентора  $d\{100\}$  зарождение трещин происходит по плоскостям  $\{100\}$  (рис. 7б).

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

В случае деформирования толстых охрупченных слоев (~100÷120 нм) картины деформации и разрушения иные (рис. 8а). При ориентации индентора  $d\{110\}$  система трещин развита достаточно слабо и локализована лишь в тонком поверхностном слое. При повторных травлениях фигуры травления, связанные с трещинами, становятся плоскостными (рис. 8в), что говорит о небольшой глубине их залегания.

В необлученных кристаллах фигуры травления трещин при повторных травлениях практически не изменяются и структурно соответствуют виду, приведенному на рис. 6. Аналогичная картина наблюдается и для случая ориентации индентора  $d\{100\}$  (рис. 8б). Разрушается только тонкий поверхностный охрупчен-

ный слой, при повторном травлении фигуры травления также становятся плоскостными (рис. 8г).

Отмечено также, что скорости растравливания поверхностей облученных и необлученных кристаллов значительно отличаются (рис. 9).

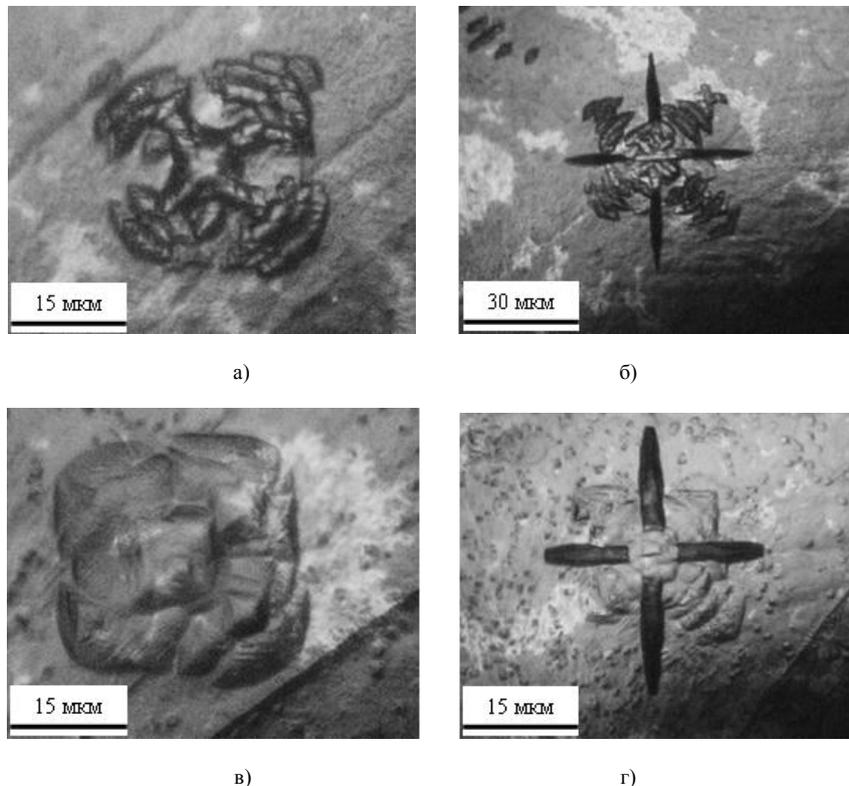
#### ОБСУЖДЕНИЕ

Известно [6], что в ЩГК при облучении образуются радиационные дефекты, вследствие чего кристаллы приобретают характерную окраску. Дефекты влияют на устойчивость ЩГК к локальным механическим воздействиям. В облученных кристаллах пластические сдвиги происходят в плоскостях, окаймляющих отпечаток, за счет образования микросбросов (рис. 10).

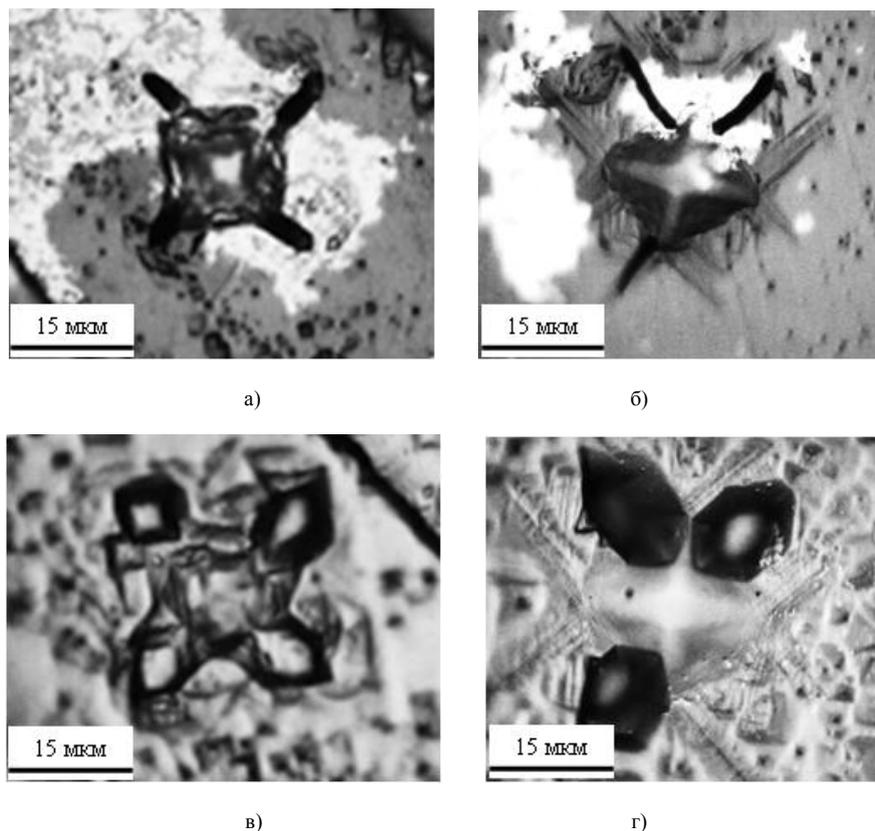
При образовании сбросов переориентация кристаллической решетки возможна на произвольные углы и нет также явно выделенной плоскости сдвига [5]. В нашем случае выход сброса на поверхность имеет дугообразный вид, что косвенно подтверждает его образование.

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

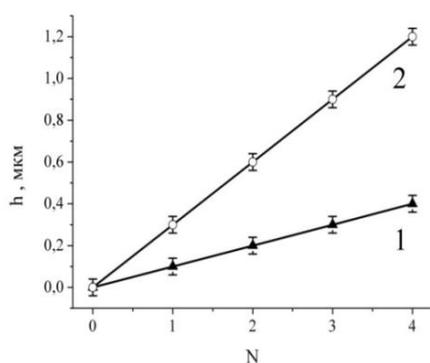
Известно, что в ЩГК одновременно с развитием скольжения в плоскостях  $\{110\}$  происходит рост трещин. При блокировке скольжения радиационными дефектами трещины также не развиваются. В силу этого обстоятельства в зоне индентирования локализуются высокие механические напряжения. Релаксация последних осуществляется частично за счет образования



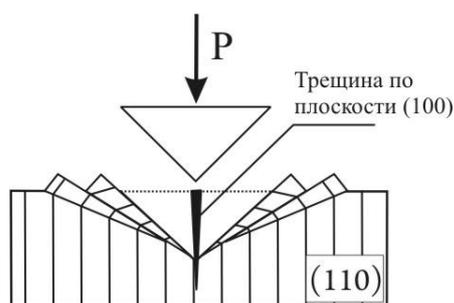
**Рис. 7.** Микрокартины мест индентирования облученного LiF: а) формирование пластической зоны вокруг отпечатка (аномальный деформационный «крест»); б) зарождение трещин в плоскостях  $\{100\}$ ; вид зоны деформации (в) и разрушения (г) после повторного травления



**Рис. 8.** Фигуры травления мест индентирования облученных кристаллов: а) ориентация индентора  $d \parallel \{110\}$ ; б) ориентация индентора  $d \parallel \{100\}$ ; в), г) плоскодонные ямки травления микротрещин в тонком поверхностном слое



**Рис. 9.** Зависимость толщины растворенного поверхностного слоя  $h$  от количества выполненных травлений  $N$ : 1 – необлученный кристалл; 2 – облученный кристалл



**Рис. 10.** Схема образования микросбросов при индентировании

сбросов. Ребра пирамиды Виккерса, ориентированные вдоль плоскости (100), являются концентраторами напряжений, за счет чего вскрываются трещины в плоскостях спайности, где напряжения разрыва минимальны. Таким образом, имеет место чисто силовое вскрытие микротрещины.

Глубина проникновения первичных электронов в кристалл зависит от их энергии [6] и в нашем случае составляет  $\sim 40 \div 60$  нм. То есть следует ожидать, что насыщение радиационными дефектами будет в слое толщиной  $\sim 40 \div 60$  нм, что согласуется с экспериментальными данными. 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 ( $\delta$ -электронами), которые могут достигать глубины  $\sim 1,8$  мм и вызывать образование точечных радиационных дефектов, но с меньшей их объемной плотностью. При этом механические свойства в объеме кристалла также изменяются.

## ВЫВОДЫ

Таким образом, в ЦГК при воздействии бета-излучения формируются тонкие поверхностные слои с иными механическими свойствами. При индентировании поверхности облученного кристалла дислокацион-

ное движение по плоскостям  $\{110\}$  затруднено за счет радиационных дефектов. Из-за отсутствия сдвига в плоскостях  $\{110\}$  также не образуются микротрещины. В связи с этим происходит смена механизма деформации: скольжение по плоскостям  $\{110\}$  сменяется на деформацию, связанную с образованием микросбросов. Образование микротрещин происходит в других кристаллографических плоскостях, в частности в плоскостях  $\{100\}$ , по силовому механизму, обусловленному концентрацией напряжений под ребром индентора.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Мурзин Л.М. Нано- и микротвердость. Анализ источников погрешностей измерения // Вісник Сев. НТУ: зб. наук. пр. Серія: Машиноприладобудування та транспорт. Севастополь, 2010. Вип. 111/2010. С. 110-112.
2. Моценко В.И., Лалазарова Н.А., Тимченко О.Н. Измерение микротвердости с наноточностью // Сверхтвердые материалы. 2004. № 6. С. 16-33.
3. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках // ФТТ. 2008. Т. 50. Вып. 12. С. 2113-2142.
4. Пиенчинов Ю.П. Выявление тонкой структуры кристаллов: М.: Металлургия, 1974. 521 с.

5. Класен-Неклюдова М.В. Механическое двойникование кристаллов. М.: Изд-во АН СССР, 1960. 262 с.
6. Петров В.И. Катодолюминесцентная микроскопия // Успехи физических наук. 1996. Т. 166. № 8. С. 859-871.

БЛАГОДАРНОСТИ: Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 12-01-97519\_p\_a).

Поступила в редакцию 23 ноября 2012 г.

Fedorov V.A., Novikov G.V., Kochergina Y.A., Chivanov A.V. STUDY OF CHANGES OF MECHANISMS OF DEFORMATION AND FAILURE AT INDENTATION OF EXPOSED BETA PARTICLES AH CRYSTALS BY FRACTOGRAPHIC ANALYSIS AND MULTIPLE ETCHING

The influence of intensive beta-radiation on the mechanical properties of alkali halide crystals, which manifests itself in their local deformation, is analyzed. The method of re-etching defined morphological features of deformation and fracture of irradiated crystals. It is shown that electron irradiation leads to embrittlement of thin surface layers, the change of the mechanism of the formation and destruction of fingerprint at microindentation.

*Key words:* AH crystals; deformation and fracture; plasticity.