

УДК 538.971

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ ХРУПКИХ СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ НА НАНОУРОВНЕ.

А.И. Сошников, Н.А. Львова, К.В. Гоголинский, В.Ф. Кулибаба

ФГУ Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов,

г. Троицк, Россия, E-mail: soshn@yandex.ru

Аннотация: Впервые обнаружен переход «пластическая деформация – хрупкое разрушение» карбида кремния на наноуровне при модифицировании поверхности методом склерометрии (царапание с постоянной нагрузкой на индентор). При помощи измерительной системы «Наноскан» определены твердость и модуль Юнга моно- и поликристаллов SiC, а также критический коэффициент интенсивности напряжений монокристалла ромбоэдрического поли типа на наноуровне. Найдено, что нанесение царапины по схеме «гранью вперед» является наиболее разрушающим. Обнаружена корреляция между направлением распространения радиальных трещин и положением плоскостей спайности для монокристалла гексагонального поли типа. Новый метод является перспективным для изучения прочностных характеристик нанокмполитов, керамик и твердых сплавов с нанометровым разрешением.

Ключевые слова: наносклерометрия, трещиностойкость, сканирующая зондовая микроскопия, сверхтвердые материалы

ВВЕДЕНИЕ.

При комнатной температуре сверхтвердые материалы малопластичны [1]. Стандартное микроиндентирование и склерометрия сопровождаются образованием системы трещин на поверхности образца или вблизи нее. Уменьшение масштаба индентирования до субмикронного уровня позволяет наблюдать пластическое течение хрупких твердых и сверхтвердых материалов вследствие проявления масштабного эффекта [2]. Цель настоящей работы состояла в исследовании перехода хрупкого разрушения в пластическую деформацию с уменьшением размера получаемого отпечатка на примере кристаллов карбида кремния.

Карбид кремния (SiC) является одним из сверхтвердых широкозонных полупроводников, интенсивно исследуемых в последнее время благодаря его выдающимся механической, термической и электрической устойчивости. Эти характеристики делают SiC прекрасным кандидатом для использования в областях науки и техники, требующих от изделия высоких твердости и упругости, возможности работать при повышенных температурах, при интенсивной радиации, при мощном энергетическом и токовом рассеянии. Сферами применения являются в первую очередь радиационные и температурные датчики, ультрафиолетовые детекторы, микроволновые, оптоволоконные приборы и устройства повышенной мощности.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА.

Исследование проводилось при помощи измерительной системы «Наноскан», построенной на принципах сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) [3,4]. Отличительной особенностью данного прибора является применение пьезорезонансных зондов с алмазными наконечниками (индентор Берковича). Данная измерительная система разработана в «ТИСНУМ» и благодаря постоянному развитию применяемых методик позволяет проводить качественное и количественное измерение твердости и модуля упругости сверхтвердых материалов с нанометровым разрешением.

Для исследования были выбраны образцы карбида кремния, полученные методом PVT: поликристалл SiC (№1), монокристалл ромбоэдрического поли типа 15R-SiC (№2) и монокристалл гексагонального поли типа 6H-SiC (№3). Поверхность образцов подготавливалась тонкой механической полировкой с последующим химическим травлением. Определение твердости и трещиностойкости осуществлялось при помощи склерометрии – царапания с постоянной нагрузкой; измеряемыми параметрами являлись ширина царапины и длина образующихся трещин. Время царапания составляло 2 с, длина царапин 2-3 мкм, максимальная нагрузка на индентор 11 мН. При этом получение отпечатка и последующее сканирование поверхности осуществлялось одним и тем же зондом. Одновременно с отображением рельефа поверхности происходило построение карты модуля упругости. Численное значение модуля Юнга определялось по методике «кривых подвода», основанной на измерении

зависимости частоты колебаний зонда от глубины внедрения острия индентора в поверхность. В качестве инденторов использовались трехгранные алмазные пирамиды, близкие по форме к индентору Берковича, с радиусом закругления острия ~ 50 нм, изготовленные в «ТИСНУМе».

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.

При исследовании образца №1 (поликристалл SiC) образование радиальных трещин не было обнаружено при индентировании и царапании по схеме «ребром вперед» во всем диапазоне приложенных нагрузок (4-9 мН). Образование остаточной царапины сопровождается выходами дислокаций на поверхность в области пластических навалов по сторонам царапины (см. рис. 1,а). При царапании по схеме «гранью вперед», являющейся более разрушительной [5], обнаружено образование радиальных трещин при превышении критического значения ширины царапины 700 нм, соответствующего нагрузке 7 мН. При увеличении нагрузки длина радиальных трещин L увеличивалась (см. рис. 2). Линейная зависимость L от размера отпечатка наблюдалась ранее для сапфира, стекла и других твердых материалов [6]. Образование радиальных трещин сопровождалось возникновением медианных трещин, наблюдаемых по наличию неоднородностей рельефа на дне царапины.

Исследован образец №2 (монокристалл 15R-SiC), при царапании поверхности по схеме «гранью вперед» наблюдался переход от пластического течения к хрупкому разрушению с образованием трещин при увеличении ширины царапины до размера 800 нм, что соответствовало нагрузке 8 мН. Царапание образца по схеме «ребром вперед» при тех же условиях также сопровождалось образованием медианных и радиальных трещин (рис. 1б), проявляющих тенденцию к большему расширению по сравнению с поликристаллическим SiC (разница наклона кривых на рис. 2). При этом царапание образца «гранью вперед» является значительно более разрушительным по сравнению с царапанием «ребром вперед» при одинаковых приложенных нагрузках (см. рис.3,4). При индентировании образца №2 образование радиальных трещин не наблюдалось.

При исследовании образца №3 (монокристалл 6H-SiC) по схеме «гранью вперед» обнаружено образование радиальных трещин при превышении критического значения ширины царапины 600-900 нм, соответствующего нагрузкам 7-10 мН. При увеличении нагрузки длина радиальных трещин увеличивалась. Для нагрузок 10 мН отмечен эффект взаимосвязи направления распространения трещин с кристаллографическими направлениями.

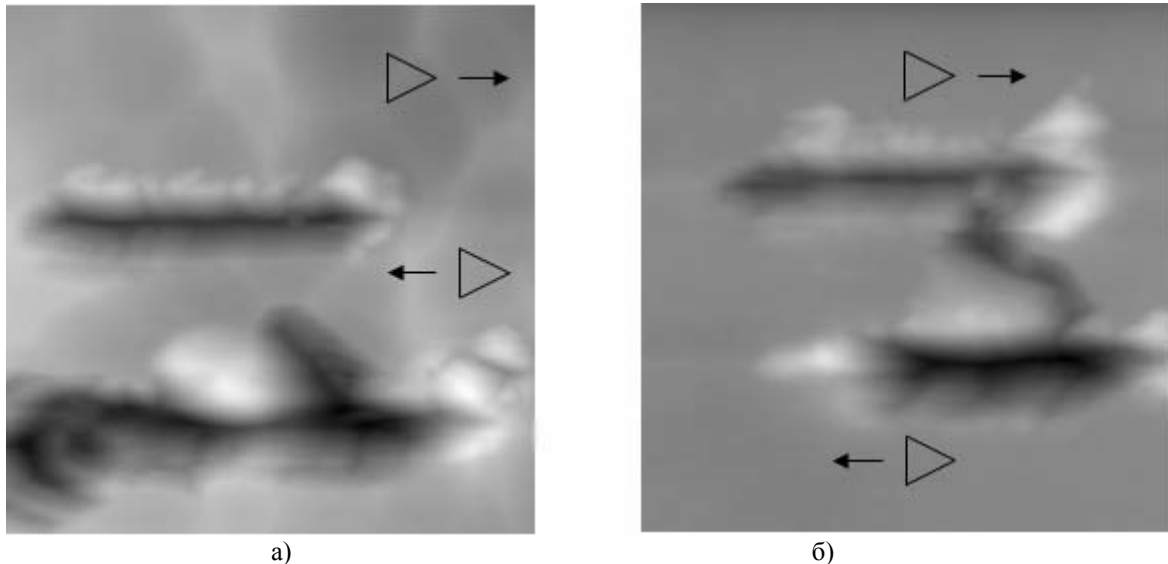


Рис 1. СЗМ-изображения поверхностей с царапинами. Окно сканирования 5.0x5.0x0.2мкм. Приведены схематические изображения индентора и направления царапания.

а) - поликристалл SiC (№1); нагрузка на индентор 8 мН.

б) - монокристалл 15R-SiC (№2); нагрузка на индентор 9 мН.

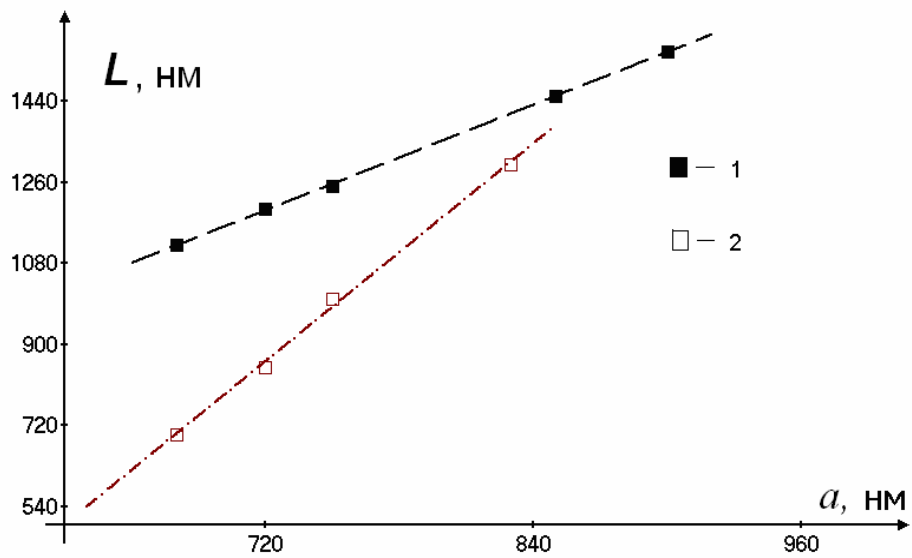
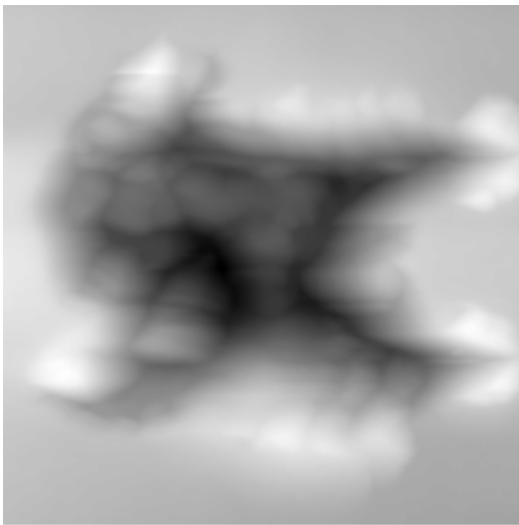
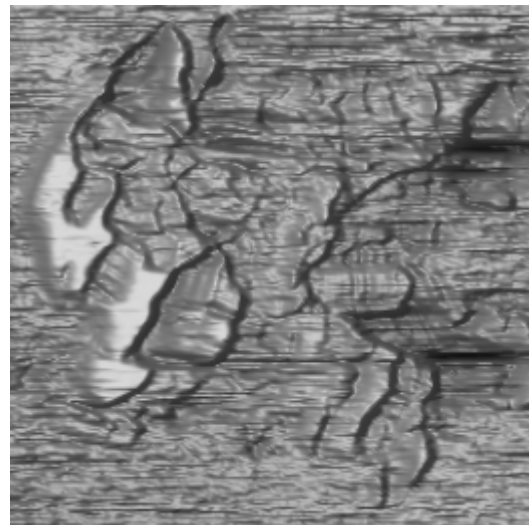


Рис.2 Зависимость длины радиальных трещин L от ширины царапины a ;
 1 – поликристалл SiC (№1), царапание «гранью вперед»;
 2 – монокристалл 15R-SiC (№2), царапание «ребром вперед».

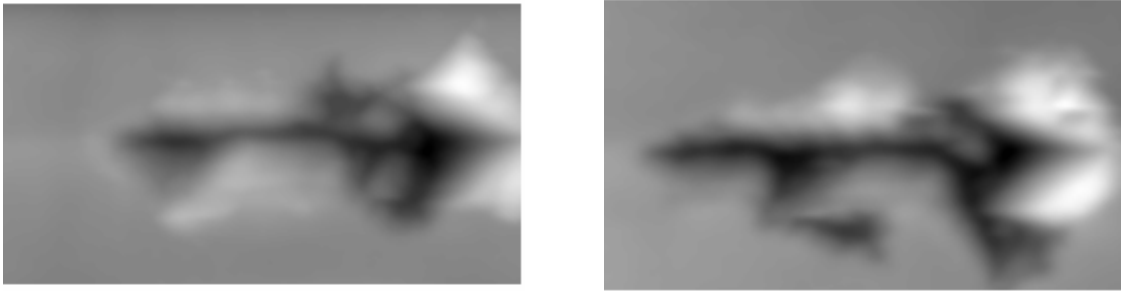


а)



б)

Рис.3 Катастрофическое разрушение поверхности монокристалла SiC в результате нанесения двух царапин схеме «гранью вперед» с нагрузками 9 и 10 мН;
 а) – рельеф поверхности; б) – карта модуля упругости. Окно сканирования 5.0x5.0x0.3 мкм. На карте модуля упругости хорошо видны контрастные трещины на однородной поверхности.



а)

б)

Рис.4 Распространение трещин при царапании по схеме «ребром вперед» монокристалла 15R-SiC; а) рельеф поверхности, нагрузка на индентор 9,5 мН; б) рельеф поверхности, нагрузка на индентор 10,5 мН. Окно сканирования 4,8x2,7x0,2 мкм.

а)

б)

Рис.5 Склерометрия поликристалла SiC; а) – рельеф поверхности, б) – сечение рельефа. Нагрузка 4 мН, значение твердости $H = 30 \pm 3$ ГПа.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.

При помощи измерительной системы «Наноскан» определены значения твердости H , которые составили для образцов №1 и 2 соответственно $H_1 = 30 \pm 3$ ГПа, $H_2 = 28 \pm 3$ ГПа; и модуль упругости E для обоих образцов $E = 360 \pm 30$ ГПа. Измерение твердости методом склерометрии иллюстрирует рис. 5.

Результаты, полученные для монокристалла SiC, позволили оценить критический коэффициент интенсивности напряжений первого рода K_{IC} , являющийся критерием трещиностойкости материала. Поскольку движение острым углом вперед при царапании индентором Берковича аналогично выдавливанию отпечатка при испытании по Виккерсу [5], мы воспользовались моделью для случая индентирования пирамидой Виккерса

[6]. При этом коэффициент интенсивности может быть записан в виде:

$$K_{IC} = 0.035 (L/a)^{-1/2} (CE/H)^{2/5} H a^{1/2} C^{-1}, \quad (1)$$

где a – полуширина отпечатка, L – длина радиальной трещины, C – коэффициент стеснения, для хрупких материалов равный $C \approx 2$ [6].

Оценка в соответствии с указанной моделью дает значение $K_{IC} \approx 1$ МПа $\sqrt{м}$. Табличное значение для карбида кремния составляет 2.8 МПа $\sqrt{м}$. Заниженное значение K_{IC} , полученное в настоящей работе, возможно, связано с особенностями изучаемого образца, а также с использованием модели микроиндентирования, перенесенной на наноразмер.

Согласно [2], переход к хрупкому разрушению происходит при превышении размером отпечатка величины s :

$$s = \{K_{IC} / H\}^2 \pi^3 \tan^2 \beta, \quad (2)$$

где β – половинный угол при вершине индентора, составляющий в данной работе $\sim 75^\circ$. Подстановка в формулу (2) полученных данных дает значение $s \approx 500$ нм, что соответствует ширине царапины, при которой появляются медианные трещины. Поскольку радиальные трещины на поверхности возникают при увеличении ширины царапины до $700 \div 800$ нм, можно сделать вывод, что для данных образцов критическая нагрузка для медианных трещин меньше, чем для радиальных.

При уменьшении масштаба индентирования на значения измеряемых характеристик большое влияние оказывает направление

царапания относительно кристаллографических осей монокристалла [2]. Образец монокристалла гексагонального политипа 6H-SiC (№3) был исследован с целью определения зависимости распространения трещин от взаимного расположения направления царапания и плоскостей спайности. Для политипа 6H-SiC плоскостями спайности являются плоскости $\{1\bar{1}00\}$. Вторичная спайность наблюдается по плоскостям $\{11\bar{2}0\}$. Найдено, что при увеличении нагрузок на индентор от 5 до 10 мН, во время склерометрии по схеме «гранью вперед» появляются радиальные трещины, расходящиеся вдоль направления полос (см. рис.6). Вторичные трещины распространяются в перпендикулярном направлении. При этом трещины распространяются вдоль направлений $\{1\bar{1}00\}$ и $\{11\bar{2}0\}$. При царапании «гранью вперед» образование трещин не обнаружено.

а)

б)

Рис. 6. Зависимость распространения трещин от направления царапания монокристалла 6H-SiC; нагрузки 10 мН; а) - трещины расходятся вдоль направления, параллельного плоскости $\{1\bar{1}00\}$, отмеченного линией АВ; б) – царапина проведена перпендикулярно направлению $\{1\bar{1}00\}$. При царапании «гранью вперед» отмечается появление трещин параллельно $\{1\bar{1}00\}$. Белыми линиями отмечен угол около 20° между направлением трещины и АВ.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ.

Проведенные исследования продемонстрировали возможности измерительной системы «Наноскан» для исследования упругих, пластических, а также хрупких свойств на наноуровне. Уменьшение масштаба индентирования до субмикронного уровня позволяет наблюдать пластическое течение традиционно хрупких сверхтвердых материалов, а также измерять абсолютные значения механических характеристик (твердость, модуль упругости). Увеличение нагрузки при модифицировании поверхности

3. V.Blank, M.Popov, N.Lvova, K.Gogolinsky, V.Reshetov, J. Mater. Res., 1997, 12, 3109.
4. Усеинов А.С. Измерение модуля Юнга сверхтвердых материалов с помощью

методом наносклерометрии дает возможность исследовать закономерности возникновения системы трещин, а также определять прочностные свойства хрупких материалов на наноуровне.

ЛИТЕРАТУРА.

1. Горелик С.С., Дашевский М.Я. Материаловедение полупроводников и диэлектриков.-М.:-МИСИС, 2003.-480с.
 2. Williams J.A. Analytical models of scratch hardness. Tribology International 1996, 29. 675-694.
- сканирующего зондового микроскопа «НаноСкан» // Приборы и техника эксперимента – 2004 – № 1 – с. 134-138

5. Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов.-М.: Наука, 1976.-230с.
6. Колесников Ю.В., Морозов Е.М. Механика контактного разрушения.-М.: Наука, 1989.-220с.